



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique
جامعة زيان عاشور - الجلفة
Université Ziane Achour – Djelfa –
كلية علوم الطبيعة والحياة
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
قسم العلوم البيولوجية
Département des Sciences Biologiques



Projet de fin d'étude

En vue de l'obtention du Diplôme de Master

Filière : Sciences biologiques

Spécialité : Microbiologie Appliquée

Thème

Evaluation de l'effet de la méthode d'extraction sur la composition chimique et l'activité antioxydante de l'huile essentielle d'*Illicium verum* (anis étoilé)

Présenté par:

- BAHRI Ibtissem Khadidja
- BENACHOUR Nesrine

Soutenu le : 29 Juin 2024

Devant le jury composé de :

Président : M. SAHOULI S. Univ. DJELFA

Promoteur : M^r. LAHRECHE T. Univ. DJELFA

Examineur : M. ZAOUÏ A. Univ. DJELFA

Année universitaire : 2023/2024

Remerciements

Nous Tenons à exprimer nos plus vifs remerciements à Dieu tout puissant de nous

Avoir donné le courage, la volonté, la santé et la patience pour terminer ce modeste travail.

Nous remercions très sincèrement notre encadreur :

Dr LAHRECHE Talal d'avoir accepté de diriger notre travail ; Merci pour votre disponibilité, vos conseils, vos encouragements, et surtout pour votre patience pendant la réalisation et la rédaction de ce travail.

Nos sincères remerciements et notre profonde gratitude au Pr SAHOULI SAFIA, de nous

faire l'honneur de présider le jury de soutenance et au Dr ZAOUI AICHA d'avoir accepté d'examiner notre PFE.

Enfin, nous souhaitons adresser nos remerciements les plus sincères à Mme BELLI Zoubida pour son aide et pour ses précieux conseils.

DEDICACES

*À mes chers parents.
Qui ont toujours cru en moi.
Je vous aime énormément.*

À mes frères Rafik , Lotfi et ma sœur Hiba.

*À mes amies
Hadjer , Chahinez , Lamia , Nesrine.*

*À tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à
La réalisation de ce travail.*

Ibtissem

DEDICACES

Avant tous mes plus sincères remerciements à Dieu « ﷻ » pour la volonté, la patience, la force et le courage qu'il m'a donné durant ces longues années d'étude afin que je puisse arriver à ce stade et pour réaliser ce travail.

*Je tiens à remercier sincèrement **Dr. LAHRECHE Talal**, mon encadrant de cette travail, pour l'aide et le temps qu'il a bien voulu me consacrer, pour sa générosité et la grande patience dont il a su faire preuve malgré ses charges académiques et professionnelles et sans qui ce travail n'aurait jamais vu le jour.*

*J'en profite également pour exprimer ma gratitude envers **Dr. Belli Zoubida** pour ses précieux conseils et son soutien constant.*

Merci beaucoup.

A tous les professeurs qui nous ont accompagnés au cours des années passées.

A mes chers parents la source de bonheur et le symbole de l'amour, j'espère que dieu l'accorde une longue vie pleine de santé et de bonheur. A mon frère Billel et ma sœur Ferial.

A tous ce que j'aime et que je respecte. A tous mes amies particulièrement Lamia, Nesrine, Sara, Bouchra . Pour les instants de joie partagés en leur compagnie.

Nesrine

Liste des abréviations

%	:	Pourcentage
µg	:	Microgramme
AA	:	Acide ascorbique
ABTS	:	2,2'-Azino-bis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)
AFNOR	:	Association Française de Normalisation
BHA	:	Butylhydroxyanisole
BHT	:	Butyle hydroxy toluene
C°	:	Degré
CAT	:	La capacité antioxydante totale
CE₅₀	:	Concentration efficace à 50%
CI₅₀	:	Concentration inhibitrice de 50%
CO₂	:	Dioxyde de carbone
CUPRAC	:	Capacité antioxydante réductrice des ions cuivre
DC	:	Distillation Clevenger
DPPH	:	2,2-diphényl 1-picrylhydrazyle
DS	:	Distillation à la vapeur
ERO	:	Espèces réactives de l'oxygène
Fe⁺²	:	Fer ferreux
Fe⁺³	:	Fer ferrique
FeCl₃	:	Chlorure de fer (III)
FRAP	:	Pouvoir antioxydant féérique réducteur
g	:	Gramme
H₂O₂	:	Peroxyde d'hydrogène
HD	:	Hydro-distillation
HE	:	Huile essentielle
HPR	:	Habilité à piéger les radicaux libres
K₃Fe(CN)₆	:	Potassium hexacyanoferrate
L	:	Litre
Mg	:	Milligramme
MHE	:	Masse d'huile essentielle récupérée exprimée en g
ml	:	Millilitre
mM	:	milli mole
MMS	:	Masse matière sèche
Na₂SO₄	:	Sulfate de sodium
PAM	:	Plantes aromatiques et médicinales
PH	:	Potentiel d'hydrogène
PR	:	Pouvoir réducteur
RdtHE	:	Rendement
TBA	:	Acide thiobarbiturique
TBHQ	:	Tert-butylhydroquinone

Liste des figures

	Page
Figure 1: Arbre et fruit de l' <i>I.verum</i>	3
Figure 2: Feuille et fleur de <i>I. verum</i>	4
Figure 3: Fruits secs et graines de l' <i>I.verum</i>	5
Figure 4: <i>Illicium verum</i> bénéfique et nocif	6
Figure 5: Exemples d'huiles essentielles issues de différentes parties de plantes	7
Figure 6: Structure de base d'un terpène ; le squelette isoprène	8
Figure 7: Structure des quelques mono terpènes	9
Figure 8: Structure de quelques dérivés du phénylpropanoïde	9
Figure 9: Structures chimiques des composés aromatiques	10
Figure 10: Montage d'hydro-distillation	10
Figure 11: Montage de distillation à la vapeur	11
Figure 12: Montage de distillation Clevenger	11
Figure 13: Dispositif d'extraction assistée par micro-ondes	12
Figure 14: Dispositif simplifié d'un extracteur au CO ₂ supercritique	12
Figure 15: Dispositif Hydro-distillation utilisé	19
Figure 16: Dispositif de distillation à la vapeur utilisé	20
Figure 17: Dispositif de distillation Clevenger utilisé	21
Figure 18: Séparation des phases	22
Figure 19: Chromatogrammes obtenus par GC-MS des HE d' <i>I. verum</i> (anis étoilé) : (a) hydro-distillation HD, (b) distillation Clevenger DC et (c) distillation à la vapeur DS	27
Figure 20: Habilité des HE testées à piéger les radicaux libres (HPR)	30
Figure 21: Pouvoir réducteur des HE testées (PR)	32
Figure 22: Capacité antioxydante totale des HE testées (CAT)	34

Liste des tableaux

	Page
Tableau 1 : Classification botanique de l' <i>I. verum</i>	3
Tableau 2 : Différentes Propriétés médicinales de l' <i>I.verum</i>	5
Tableau 3 : Caractéristiques physico-chimiques des HE d' <i>I.verum</i>	10
Tableau 4 : Tests les plus utilisés pour évaluer l'activité antioxydant	17
Tableau 5: Réactifs et les matériels utilisés	18
Tableau 6 : Rendement d'extraction des HE d'anis étoilé	26
Tableau 7 : Compositions chimiques des HE d' <i>I. verum</i> (anis étoilé)	28
Tableau 8 : Activité de piégeage des radicaux libres des HE testées à la concentration 1mg/ml	30
Tableau 9 : Pouvoir réducteur des HE testées à la concentration de 1mg/ml	32
Tableau 10 : Capacité antioxydante totale des HE testées à la concentration de 1mg/ml	34

SOMMAIRE

Dédicaces

Remerciements

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Sommaire

	Page
Introduction	1
Chapitre 1 : Synthèse bibliographique	
1.1. <i>Illicium verum</i>	3
1.1.1. Définition	3
1.1.2. Classification botanique de l' <i>I. verum</i>	3
1.1.3. Origine	4
1.1.4. Culture	4
1.1.5. Description botaniques et écologiques	4
1.1.6. Différentes propriétés médicinales d' <i>I. verum</i>	5
1.1.7. Toxicité	6
1.2. Les huiles essentielles	6
1.2.1. Historique	6
1.2.2. Définition d'HE	7
1.2.3. Localisation et origine des HE	7
1.2.4. Composition chimique des HE	8
1.2.4.1. Terpènes	8
1.2.4.1.1. Mono terpènes	8
1.2.4.1.2. Sesquiterpènes	9
1.2.4.2. Composés aromatiques	9
1.2.5. Propriétés des HE.....	10
1.2.6. Méthodes d'extraction des HE	10
1.2.6.1. Hydro-distillation	10
1.2.6.2. Distillation à la vapeur	11
1.2.6.3. Distillation Clevenger	12
1.2.6.4. Extraction par solvants	12

1.2.6.5. Extraction à l'aide de micro-ondes	13
1.2.6.6. Extraction par les gaz supercritiques CO ₂	13
1.2.7. Conservation des HE	14
1.2.8. Utilisation des HE	14
1.2.9. Toxicité	14
1.3. Activité antioxydante	14
1.3.1. Définition	15
1.3.2. Activité antioxydante des HE	15
1.3.3. Types d'activités antioxydantes	15
1.3.3.1. Activités antioxydantes enzymatiques	15
1.3.3.2. Activités antioxydantes non enzymatique	15
1.3.4. Classification des antioxydants	16
1.3.4.1. Antioxydants synthétiques	16
1.3.4.2. Antioxydants naturels	16
1.3.5. Rôles et fonctions	16
1.3.6. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante	16

CHAPITRE 2 : Matériels et méthodes

2.1. Lieu de travail	18
2.2. Réactifs et matériels	18
2.3. Collecte de la plante	18
2.4. Méthodes d'extraction des HE d' <i>I.Verum</i>	18
2.4.1. Méthode 1 : Hydro-distillation	18
2.4.2. Méthode 2 : Distillation à la vapeur	19
2.4.3. Méthode 3 : Distillation Clevenger	20
2.5. Séparation liquide-liquide	21
2.6. Conservation des HE	21
2.7. Calcule du rendement	22
2.8. Détermination de la composition chimique des HE	22
2.9. Evaluation de l'activité antioxydante des HE	23
2.9.1. Piégeage des radicaux libres DPPH	23
2.9.2. Pouvoir réducteur du fer	24
2.9.3. Capacité antioxydante totale	24
2.10. Analyses statistiques	25

CHAPITRE 3 : Résultats et discussion

3.1. Rendements des HE	26
3.2. Composition chimique des HE	26
3.3. Evaluation de l'activité antioxydante	29
3.3.1. Activité anti radicalaire (DPPH)	29
3.3.2. Pouvoir réducteur du fer (FRAP)	31
3.3.3. Capacité antioxydante totale (CAT)	33
Conclusion	36
Références bibliographiques	37
Annexes	
Résumés	

Introduction

Introduction

Connu depuis l'antiquité, les plantes aromatiques et médicinales (PAM) sont utilisées comme tous les végétaux en médecine, en parfumerie, en cosmétique et pour l'aromatisation culinaire. Ces plantes font partie de notre quotidien et représentent un réservoir immense de composés potentiels attribués à leurs métabolites habituellement utilisé comme remèdes à base de plantes pour soigner différentes maladies dans les régions rurales où l'accès aux aliments et aux services médicaux est également restreint (Patra et al., 2020).

Il est bien connu que l'oxydation endommage diverses substances biologiques et provoque de nombreuses maladies telles que le cancer, les maladies du foie, la maladie d'Alzheimer, le vieillissement prématuré, l'arthrite, l'inflammation, le diabète, la maladie de Parkinson et l'athérosclérose (Moon et Shibamoto, 2009).

La littérature scientifique reporte que les antioxydants naturels possèdent une gamme plus large d'activités biologiques, notamment l'inhibition de la génération d'espèces réactives de l'oxygène (ROS), l'élimination directe ou indirecte des radicaux libres et l'altération des réactions redox intracellulaires. En conséquence, les antioxydants protègent les organismes vivants contre les dommages causés par la production incontrôlée de ROS et la peroxydation lipidique, les dommages aux protéines et la rupture des brins d'ADN qui les accompagnent (Yang et al., 2012). De plus, les antioxydants peuvent neutraliser les radicaux libres et empêcher l'oxydation d'autres molécules prévenant ainsi les maladies dégénératives (Lee et al., 2002 ; Oke et al., 2009).

Dernièrement, le nombre d'études sur l'activité antioxydante des PAM a remarquablement augmenté en raison de leurs potentiels utilisés comme source riche et naturelle de composés antioxydants (Ou et al., 2003 ; Li et al., 2008 ; Ozen et al., 2010). Plusieurs études ont indiqués que les PAM contiennent une grande variété d'antioxydants naturels tels que des acides phénoliques, des flavonoïdes et des tanins (Larson, 1988).

Illicium verum, connu sous le nom d'anis étoilé, est une plante originaire des régions tropicales et subtropicales d'Asie largement utilisé en phytothérapie ainsi que pour l'aromatisation de produits pharmaceutiques, alimentaires et cosmétiques. Les fruits sont couramment utilisés comme épice et comme traitement pharmaceutique. Il a été démontré qu'*I. verum* présente des effets antimicrobiens, antifongiques, anti-inflammatoires, antispasmodiques, digestive, antiallergiques, anticancéreux (Yang et al., 2010 ; Bazizi, 2017). Cependant, les informations sur la composition et l'activité antioxydante ne sont pas très

disponibles. L'objectif de notre travail, consiste à évaluer l'effet des méthodes d'extraction sur la composition chimique et l'activité antioxydante des HE d *I. verum* (anis étoilé).

Notre travail est organisé en trois chapitres :

- ✓ Le premier chapitre est consacré à décrire la plante « *I. verum* » (anis étoilé) et les différentes propriétés des huiles essentielles.
- ✓ Le deuxième chapitre est dédié aux différents matériels et méthodes utilisés.
- ✓ Le troisième chapitre présente les résultats obtenus ainsi leurs discussions.

Enfin, nous terminons le présent travail par une conclusion.

Chapitre 1

Synthèse bibliographique

1.1. *Illicium verum*

1.1.1. Définition

L'anis étoilé « *Illicium verum* » est une plante chinoise à feuilles persistantes dont on extrait une épice culinaire connue sous le nom d'anis étoilé, principalement utilisée en Asie. En plus de sa saveur, elle est très utile en médecine. Les propriétés antimicrobiennes d'*I. verum* sont excellentes et étaient autrefois employées pour soigner différentes affections d'origine microbienne (Muhsinah et al., 2022).



Figure 1 : Arbre et fruit d'*I.verum* (Boukhatem, 2017).

1.1.2. Classification botanique de l'*I. verum*

Selon Boukhatem (2017), la classification botanique de l'*I.verum* est représenté dans le tableau 1.

Tableau 1 : Classification botanique de l'*I. verum* in (Boukhatem, 2017).

Régne	Plantae
Sous Règne	Tracheobionta
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Illiciales
Famille	Illiciaceae
Genre	<i>Illicium</i>
Espese	<i>Illicium Verum</i>
Nom Commun	Anis étoilé, badiane de Chine
Nom Anglais	Star anis
Nom Arabe	نجمة الارض
Synonymes	<i>I. stellatum</i> (L) ; <i>I.anisatum</i> (L)

1. 1. 3. Origine

Son arrivée en Europe remonte à la fin du XVIIe siècle. Né en Asie, principalement en Chine du Sud. Il pousse principalement dans les régions tropicales, ce qui lui permet de supporter le climat tempéré doux en Europe. L'anis étoilé est aussi connue sous les noms La Badiane d'Anis de Sibérie, Badiane de Chine, Fenouil de Chine (Brown et al., 2008).

1.1.4. Culture

L'arbre pousse sur des sols argileux et schisteux, en pays vallonnés (il est généralement planté sur les pentes des coteaux), où le climat est chaud et humide et où les gels sont épargnés pendant le mois d'hiver. Il se multiplie par semis en pépinière, mais les graines perdent rapidement leur capacité à germer. Les plants sont transplantés en pleine terre après une ou deux années. L'arbre donne des fleurs après sa 7e ou 8e année et peut être cultivé pendant une centaine d'années (Figure 2) (Loo et Richard, 1992).

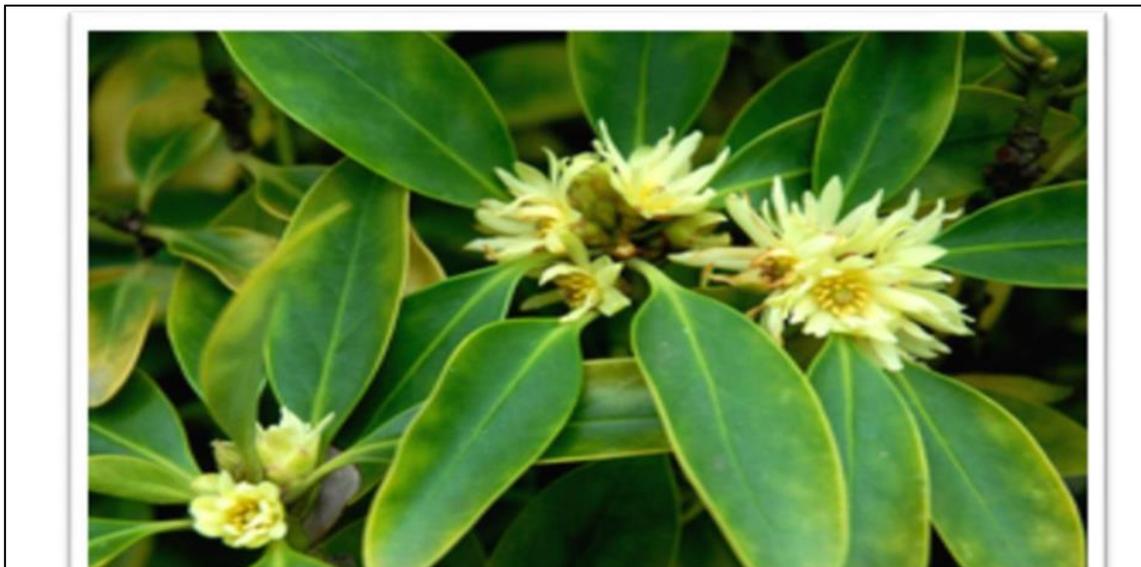


Figure 2 : Feuille et fleur d'*I. verum* (Abdelkader et Bouchakour, 2018).

1.1.5. Description botaniques et écologiques

I. verum est un genre d'arbre ou d'arbuste à feuilles persistantes, très ramifié, qui peut atteindre une hauteur d'environ 8 à 15 m. *I. verum* à une écorce de couleur blanche à gris clair. Feuilles de couleur verte, lancéolées, coriaces et alternes, de 6 à 12 cm de long, à l'extrémité des branches. Les fleurs sont solitaires, bisexuées, d'un blanc-jaune ou d'un verdâtre et ont un diamètre entre 1 et 7 cm. Ils se développent individuellement ou en grappes. Le fruit est étoilé, avec 6 à 10 follicules en capsule à l'intérieur desquels se trouve une petite graine brune (Figure 3). Les graines présentent une forme ovoïde et sont brillantes et lisses. Chaque élément du fruit dégage une odeur aromatique (Sharafan et al., 2022).



Figure 3 :(a) : Fruits secs (b) : Les graines de l'*I. verum* (Sharafan et al., 2022).

1.1.6. Différentes propriétés médicinales d'*I.verum*

Selon Abdelkader et Bouchakour (2018), les principales propriétés médicinales d'*I.verum* sont résumées dans le tableau 2.

Tableau 2 : Différentes propriétés médicinales d'*I. verum* (Abdelkader et Bouchakour ,2018).

Utilisation interne	Troubles gastro-intestinaux	Atténue les colites, entérocolites, indigestions, dyspepsies, flatulences, spasmes du tube digestif.
	Troubles de la vésicule biliaire	Stimule la sécrétion biliaire.
	Troubles de l'appareil urinaire	Agit sur les spasmes de la vessie infectée et atténue les douleurs liées aux calculs
	Troubles cardio-vasculaire	Régule les troubles de la tension artérielle et des pulsations cardiaques (propriétés tonicardiaques)
	Troubles hormonaux	Réduit les dérèglements hormonaux et les bouffées de chaleur liés à la ménopause
	Etat general	Diminue la fatigue physique, l'asthénie, l'anxiété, la dépression, stimule la libido.
Utilisation externe	Pathologies	Aide à fluidifier les sécrétions nasales (en cas de rhinopharyngites)
	Rhumatologie	Calme les douleurs articulaires et les lombalgies

1.1.7. Toxicité

Les doses de traitement mentionnées ne nécessitent aucune précaution particulière. HE de l'anis étoilé ne peut pas être directement appliqué sur la peau ou les yeux. Il est possible que certains composés naturels de cette huile aromatique puissent entraîner une sensibilité chez certaines personnes lorsqu'elle est utilisée dans la composition de l'esthétique. D'après le 7ème amendement de la directive européenne sur la compilation des produits (EC/2003/15), il existe également deux catégories d'anis étoilé, l'une étant bénéfique et l'autre nocif (Sijelmassi, 1991).

-Bénéfique: est une plante fréquemment employée (à des fins thérapeutiques ou nutritionnelles) et fait donc partie des nombreux médicaments à base de plantes approuvés (Figure 4-a).

-Nocif: Il renferme naturellement des alcaloïdes toxiques qui affectent le système nerveux (Figure 4-b).

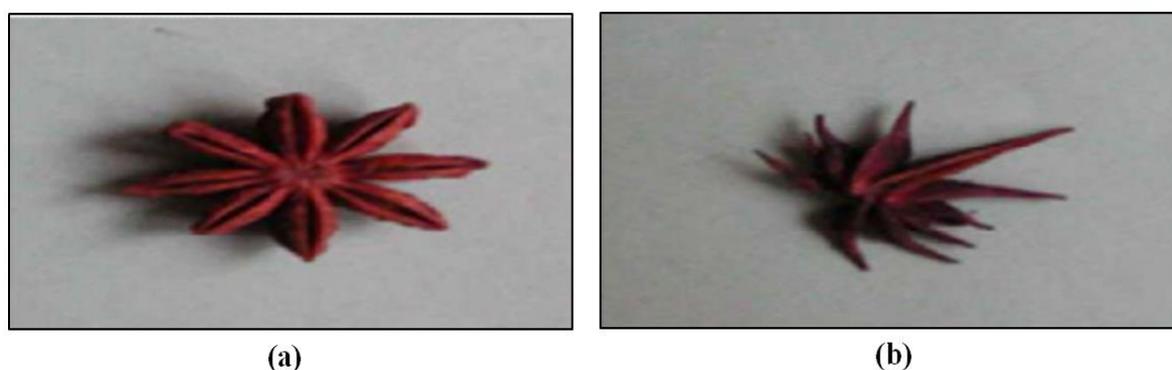


Figure 4: *Illicium verum* ; (a) bénéfique, (b) nocif (Sijelmassi, 1991).

De plus, l'anis étoilé est interdite aux femmes enceintes ou atteintes de cancer du sein. Aussi, son utilisation est interdite chez les enfants et particulièrement les nouveaux-nés car elle peut causer des troubles intestinaux (Abdelkader et Bouchakour., 2018).

1.2. Les huiles essentielles

1.2.1. Historique

Les premières traces de production et de consommation d'HE remontent à l'an 3000 avant notre ère. Il semble donc que les HE aient accompagné la civilisation humaine depuis ses débuts. Les matières premières végétales et les produits qui en découlent ont été utilisés par les Égyptiens, puis par les Grecs et les Romains, en particulier les HE. Ces usages s'appliquaient à divers secteurs : parfumerie, médecine, rites religieux, coutumes païennes... etc. (Bazizi, 2017).

1.2.2. Définition d'HE

Selon la Commission de la Pharmacopée Européenne (2008), l'HE étant un «Produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie».

Le concept défini par AFNOR (2000) est la suivante : « les HE sont des produits obtenus à partir d'une matière première d'origine végétale soit par entraînement à la vapeur d'eau soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe des Citrus soit par distillation sèche ».

Selon Cavalli (2002), « les HE 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 ».

1.2.3. Localisation et origine des HE

Les HE sont produites dans des cellules glandulaires spécifiques puis conservées dans des cellules à HE chez les Lauraceae ou Zingiberaceae, les poils sécréteurs chez les Lamiaceae, les poches sécrétrices chez les Myrtaceae ou Rutaceae) ou les canaux sécréteurs chez les Apiaciaceae ou Asteraceae (figure 5) (Bruneton, 1993).

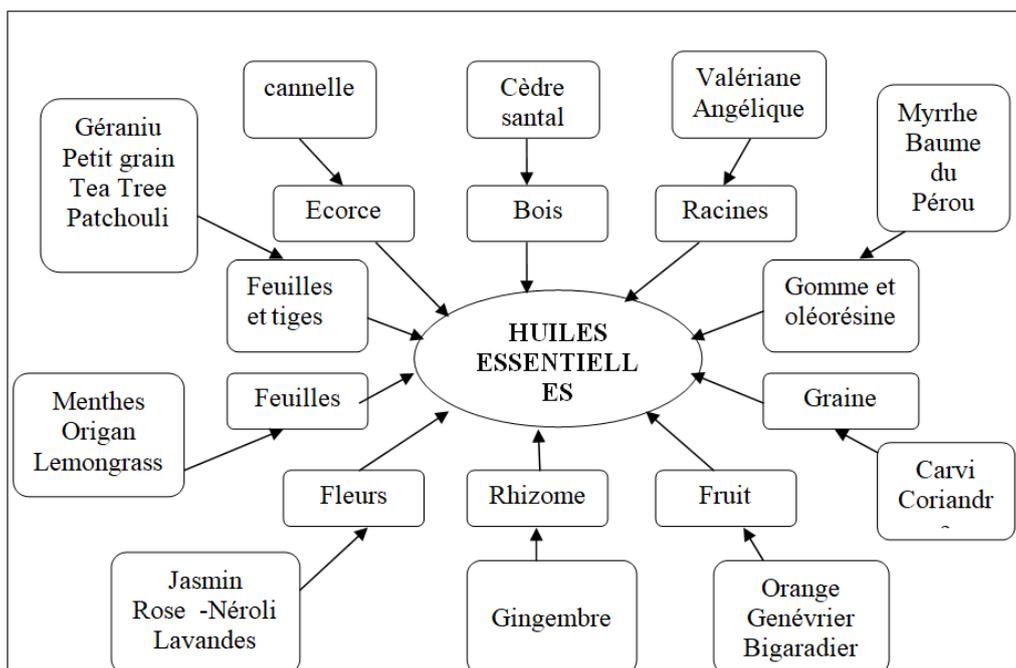


Figure 5: Exemples d'HE issues de différentes parties de plantes (Deschepper, 2017).

Les HE peuvent être extraites de tous les organes végétaux : fleurs, écorces, racines, rhizome, fruits, bois, etc. Elles peuvent être présentes dans différents organes au sein de la même plante. Elles peuvent être composées d'une partie différente de la plante (Bouras, 2018).

1.2.4. Composition chimique des HE

Les HE sont des mélanges naturels très complexes. Au moins de 300 composants distincts détiennent des fonctions organiques classiques. Elles sont classées en deux séries : la série des terpénoïdes et la série des composés aromatiques dérivés du phényle propane ($C_6.C_3$) (Sell, 2006 ; Saaidani et khabatti, 2023).

1.2.4.1. Terpènes

Les terpènes (figure 6), sont des hydrocarbures obtenus par couplage d'un certain nombre d'unités "isopréniques" (C_5H_8) (Saaidani et Khabatti, 2023). Ils constituent les composés les plus abondants des HE (Faucon, 2012).



Figure 6: Structure de base d'un terpène; le squelette isoprène (Frederich, 2018).

Les terpènes sont répartis en monoterpènes composés de deux unités ($C_{10}H_{16}$), sesquiterpènes composés de trois unités ($C_{15}H_{24}$), di terpènes composés de quatre unités ($C_{20}H_{32}$), ses terpènes ($C_{25}H_{40}$), tri terpènes ($C_{30}H_{48}$) et tétra terpènes ou poly terpènes (C_5H_8) $_n$. Souvent, l'analyse de la composition chimique des HE met en évidence la présence de terpènes volatils, c'est-à-dire de molécules de faible masse (monoterpènes et sesquiterpènes), et plus rarement de quelques di terpènes ($C_{20}H_{32}$) (Bakkali et al., 2008;Thormar, 2011).

1.2.4.1.1. Les mono terpènes

Les mono terpènes représentent les composants les plus simples des terpènes, dont la plupart sont présents dans les HE (90%), en utilisant le mécanisme de couplage "tête-queue". Il existe différentes formes d'a cyclicité, de mono cyclicité ou de bi cyclicité (Figure 7). Un certain nombre de produits naturels à fonctions chimiques spécifiques sont associés à ces terpènes (El haib, 2011).

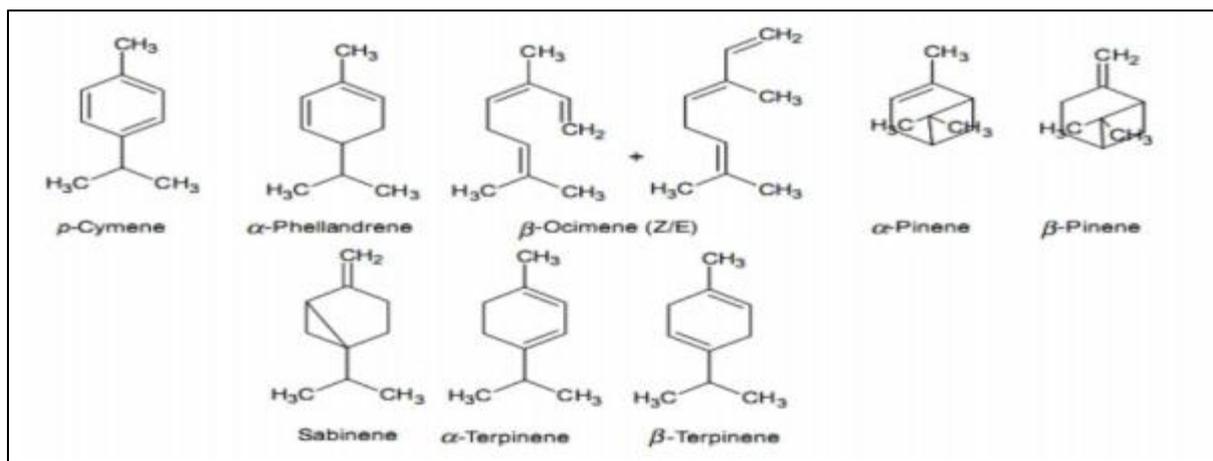


Figure 7: Structure des quelques mono terpènes (Menaceur, 2015).

1.2.4.1.2. Sesquiterpènes

Il s'agit trois unités isopréniques de 15 atomes de carbone qui forment un sous-groupe réparti de la même manière que les mono terpènes (Figure 8). Ils sont fréquents dans les essences dont ils forment parfois une part importante, se distinguent des autres terpènes par leur point d'ébullition plus élevé (250 à 280°C), par une densité plus élevée $d > 0,9$ et par un indice de réfraction plus élevé (Menaceur, 2015).

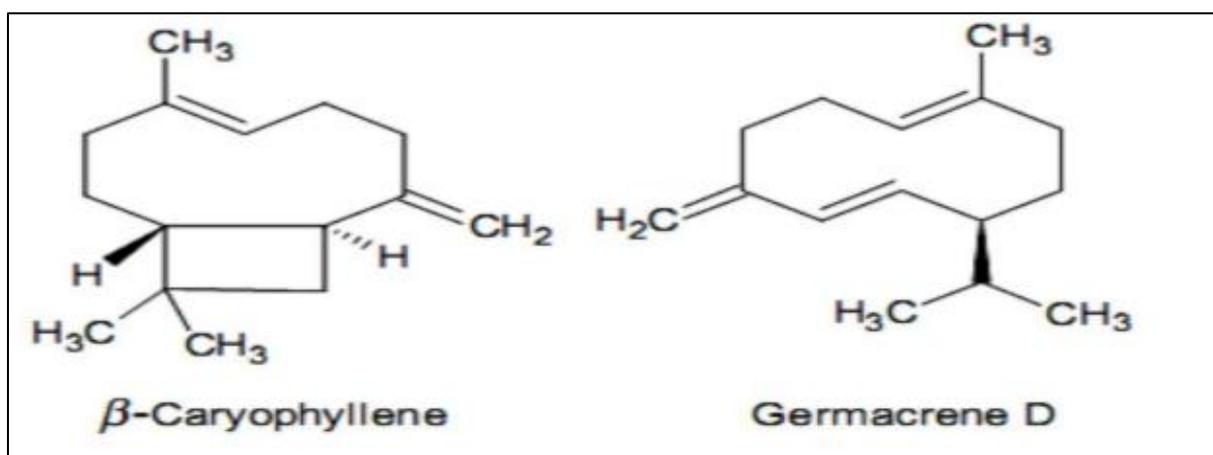


Figure 8: Structure de quelques dérivés du phénylpropanoïde (Menaceur, 2015).

1.2.4.2. Composés aromatiques

La biogenèse des dérivés du phényle propane diffère de celle des terpènes. Les principaux membres de cette famille sont l'acide et l'aldéhyde cinnamique (HE de cannelle), l'eugénol (HE de girofle), le carvacrol (HE d'origan), l'anéthol et l'aldéhyde ainsi que (HE de badiane, d'anis et de fenouil) (Nasri et Smati, 2017).

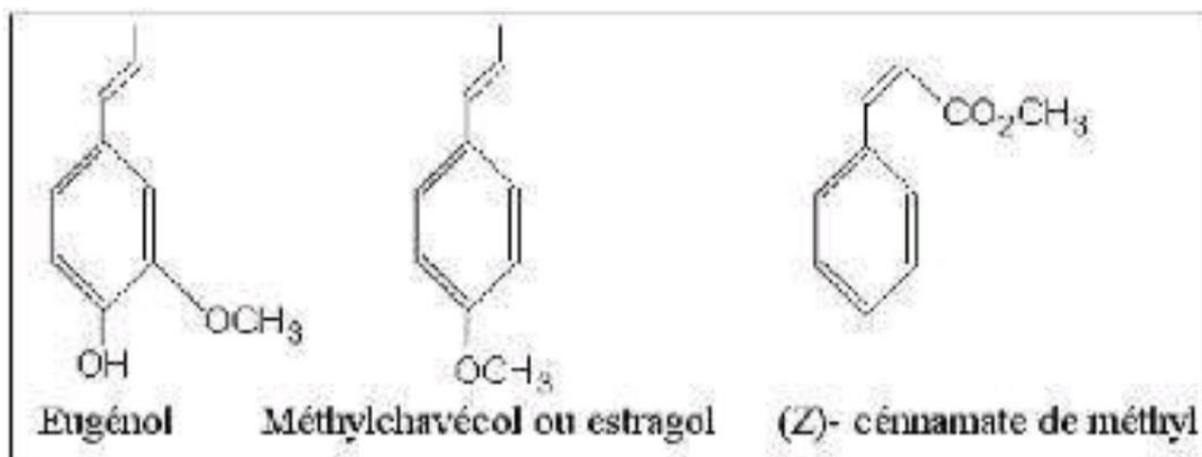


Figure 9 : Structures chimiques des composés aromatiques (Boubricit et Boussad, 2007).

1.2.5. Propriétés des HE

Les différentes substances, qu'elles soient naturelles ou chimiquement synthétisées, ont des caractéristiques physico-chimiques particulières. Les HE ont également un certain nombre de caractéristiques spécifiques, telles que :

Tableau 3 : Caractéristiques physico-chimiques des HE d'*I.verum* (Boumediene et Agha, 2014)

Propriétés physiques	Propriétés chimiques
- Puissante influence sur leur diffusion et pénétration.	-Les plantes ne possèdent pas des composés aromatiques inchangés.
-Pouvoir de rotation causé par la présence de molécules asymétriques.	-Les HE peuvent subir des altérations en présence d'air et de lumière.
-En général, elles sont liquides à la température ambiante tandis qu'elles sont volatiles à des températures élevées.	- Plusieurs éléments tels que l'exposition au soleil, l'altitude et la nature du sol peuvent avoir un impact sur la biosynthèse des plantes.
-Elles peuvent être hydrosoluble ou liposolubles.	

1.2.6. Méthodes d'extraction des HE

1. 2.6.1. Hydro-distillation

Cette méthode est l'une des plus anciennes et la plus simple (Deschepper, 2017). L'hydro-distillation a pour principe général de placer la matière végétale à extraire dans l'eau, puis de la

faire bouillir en chauffant par le bas pour réaliser une distillation (Figure 10) (Boualleg et Bousnobra, 2021).

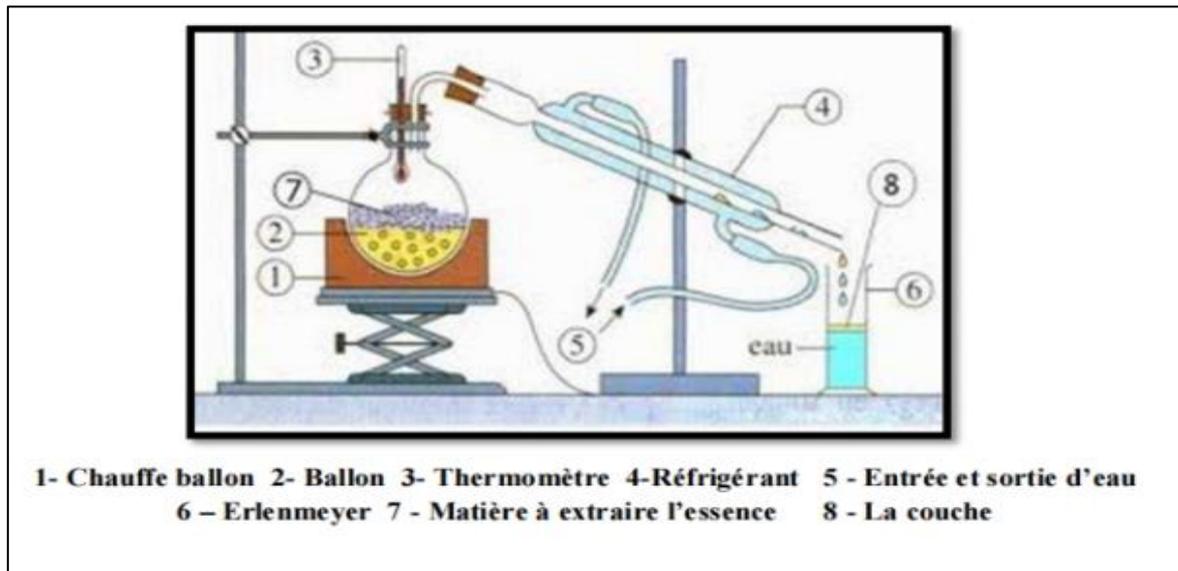


Figure 10: Montage de la technique d'hydro-distillation (Bruneton, 2009).

1. 2.6.2. Distillation à la vapeur

La distillation à la vapeur est appropriée pour extraire des composants volatils à un point d'ébullition élevé. Les composés connus dans l'échantillon sont extraits en utilisant de la vapeur surchauffée ou saturée (Figure 11). Cette technique est utilisée principalement pour extraire de l'HE, ainsi que certains alcaloïdes et phénoliques. Cette approche consiste à éjecter les composés volatils de la matière première et à les vaporiser à l'aide de vapeur ou d'eau bouillie (Rafiq et al., 2024).

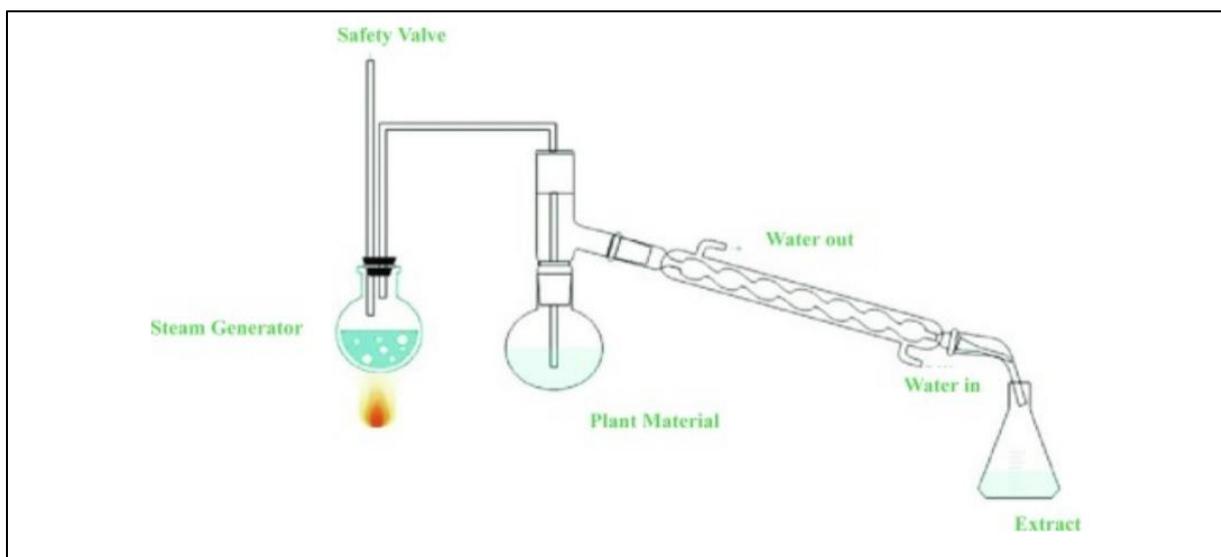


Figure 11 : Montage de la technique distillation à la vapeur (Rafiq et al., 2024).

1. 2.6.3. Distillation Clevenger

Cette approche implique de plonger directement le matériau de la plante à traiter dans l'eau distillée qui est chauffée. Après la condensation, les composants volatils sont entraînés par la vapeur d'eau (Figure 12). Ils sont séparés par décantation du distillat (Benyahia et Sofiane, 2019).

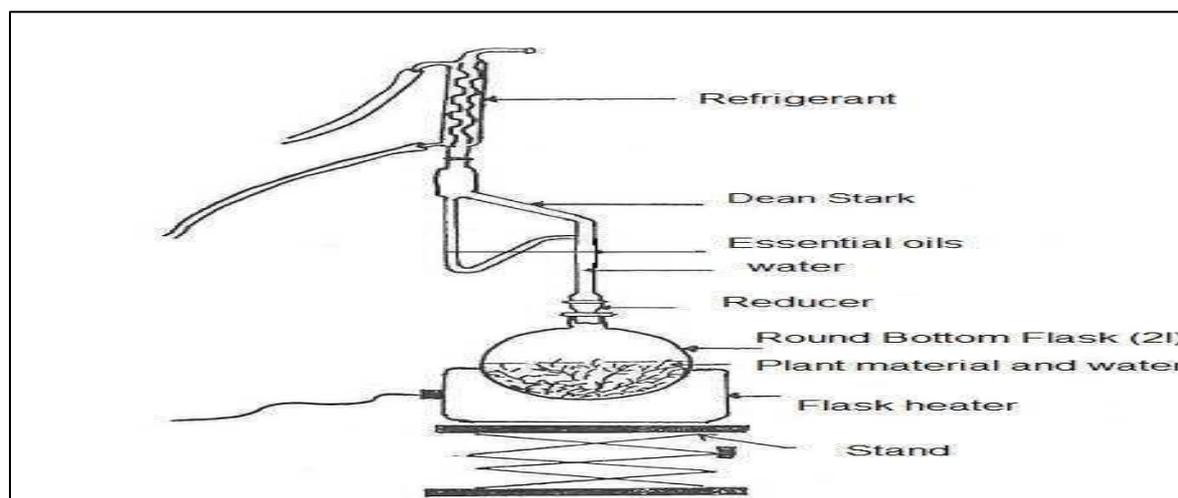


Figure 12:Montage de la technique distillation Clevenger (Elouadiet al., 2015).

1. 2.6.4. Extraction par solvants

Selon (Garneau, 2005), la méthode d'extraction par solvants est une méthode qui s'inspire de l'enflourage et qui emploie des solvants non solides. Il est possible que ce soit de l'hexane, des éthers de pétrole, des huiles, des gaz.

Le solvant parfait doit respecter les critères suivants :

- Faire preuve de sélectivité : éliminer les composés aromatiques, mais ne pas inclure les composés indésirables tels que les pigments.
- Maintenir une température d'ébullition faible afin de faciliter l'élimination.
- Ne pas avoir de réaction chimique avec les substances à extraire.
- Éviter de se mélanger avec de l'eau, ce qui altérerait la délicatesse de la purification de l'extrait.
- Être abordable.
- Ne pas fournir de contre-indications concernant les domaines d'application de l'extrait reçu,
- Éviter de devenir inflammable.
- Offrir la toxicité la plus faible possible.

1. 2.6.5. Extraction à l'aide de micro-ondes

Une nouvelle méthode, l'hydro-distillation par micro-ondes sous vide, est apparue au début des années 1990. Dans cette méthode, la matrice végétale est chauffée à l'aide d'une micro-onde dans une enceinte fermée où la pression est progressivement réduite. La vapeur d'eau produite à partir de l'eau propre à la plante entraîne les composés volatils. Par la suite, ils sont récupérés en utilisant les méthodes traditionnelles de condensation, de refroidissement et de décantation (Figure 13). Ce procédé offre un avantage considérable en termes de temps (temps d'extraction réduit de 5 à 10 minutes) et d'énergie (température réduite) (Piochon, 2008).

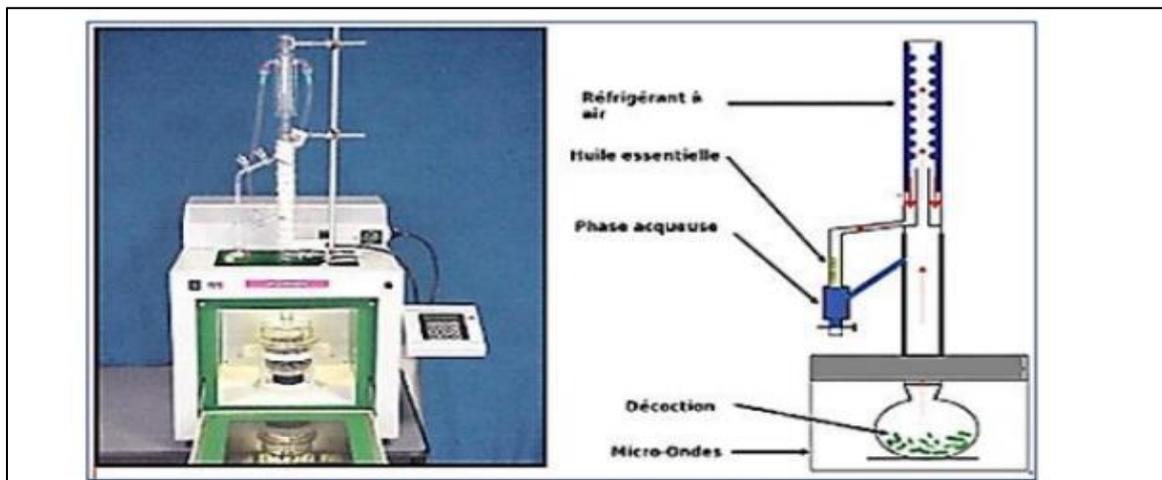


Figure 13 Dispositif d'extraction assistée par micro-ondes (Saaidani et Khabatti, 2023).

1. 2.6.6. Extraction par les gaz supercritiques CO₂

Le solvant utilisé : CO₂ supercritique rend cette technique d'extraction unique. Outre la limite critique (P = 73,8 bars et T = 31,1 °C), le CO₂ présente des caractéristiques intermédiaires entre celles des liquides et des gaz, ce qui lui confère un pouvoir d'extraction élevé (Figure 14), et en plus, il est facilement ajustable en fonction des conditions de température et de pression (Piochon, 2008).

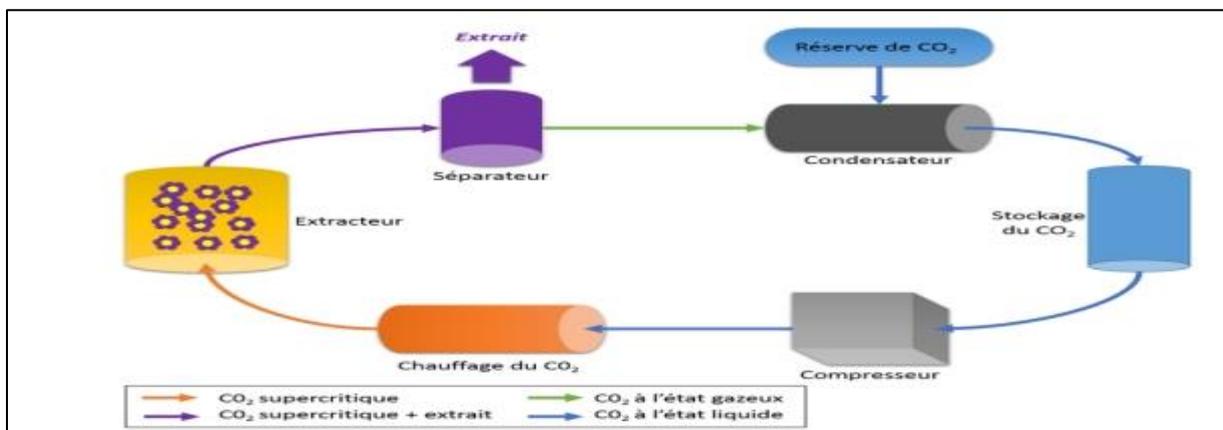


Figure 14: Schéma simplifié d'un extracteur au CO₂ supercritique (Deschepper, 2017).

1.2.7. Conservation des HE

En raison de leur forte volatilité, de leur sensibilité à l'air et à la lumière, il est recommandé de conserver les HE dans des flacons opaques et hermétiquement fermés (Laiche et Mecheri, 2023).

1.2.8. Utilisation des HE

Anciennement réservées à la parfumerie et à la médecine, les HE sont maintenant largement utilisés dans notre vie quotidienne, que ce soit dans des produits cosmétiques, des produits d'hygiène ou des parfums d'ambiance, des huiles aromatiques pour des massages de bien-être, ou encore des complexes destinés à purifier notre air pollué. Elles attirent également de plus en plus l'attention de l'industrie et de l'agroalimentaire (Deschepper, 2017).

1.2.9. Toxicité

Il est important de noter que les HE, même si elles proviennent de plantes et sont généralement reconnues comme GRAS « Generally recognized as safe », peuvent avoir une certaine toxicité. Il sera donc essentiel de toujours expliquer clairement à l'utilisateur l'importance de respecter rigoureusement les méthodes d'administration, les doses, les durées de traitement et les contre-indications de chaque HE (Vangelder, 2017).

Lorsqu'elles sont utilisées sur la peau, certaines HE présentent des risques en raison de leur pouvoir irritant (huiles contenant du thymol ou du carvacrol), allergène (huiles contenant du cinnamaldéhyde) ou phototoxique (huiles de citrus contenant des furocoumarine). D'autres HE ont un impact néfaste sur les neurones. Les cétones telles que l'*α*-thujone présentent une toxicité particulière pour les tissus nerveux. Il y a également certaines HE dont certains composés peuvent entraîner la formation de cancers. Il en va de même pour les dérivés d'allylbenzènes ou de propénylbenzènes tels que le saffrole (*Sassafras*), l'estragole (*Artemisia dracuncululus*), la *β*-asarone (*Acorus calamus*) et le méthyl-eugénol (Piochon, 2008).

1.3. Activité antioxydante

Aujourd'hui, il y a un intérêt grandissant pour la biologie des radicaux libres. Cela s'explique non seulement par leur rôle dans des phénomènes aigus comme le traumatisme ou l'ischémie, mais aussi par leur participation à de nombreuses maladies chroniques liées au vieillissement comme le cancer, les maladies cardiovasculaires et inflammatoires, ainsi que la dégénérescence du système immunitaire (Guinebert et al., 2005).

1.3.1. Définition

Les antioxydantes regroupent de petites molécules liposolubles (vitamine E, β -carotène) ou hydrosolubles (vitamine C, acide urique) et des protéines à activité enzymatique (superoxydedismutase, glutathion peroxydase, catalase, etc) ou non enzymatique (séquestrant des métaux). ils peuvent provenir d'origine endogène ou exogène, et ils peuvent être des composés naturels ou synthétiques (Guo et al., 2006).

Quelques substances qui, lorsqu'elles sont présentes à une faible concentration par rapport à un substrat oxydable, retardent ou empêchent l'oxydation de ce substrat, tels que les lipides, les protéines et les glucides (Amrar et Ladjaimi, 2020).

1.3.2. Activité antioxydante des HE

Les composés volatils aromatiques présents dans les HE sont des combinaisons complexes de composés provenant de différentes familles chimiques (terpènes, alcool, aldéhydes, composés phénoliques, esters, éthers, cétones). Ces composés ont des propriétés antioxydantes importantes, qui varient d'une huile à l'autre en fonction de sa composition chimique et de sa méthode d'évaluation (Messaoudiet Lahouazi, 2015).

1.3.3. Types d'activités antioxydantes

1.3.3.1. Antioxydantes enzymatiques

Ces sont antioxydantes endogènes qui constituent la principale protection de notre corps contre les espèces réactives de l'oxygène ERO (Bensakhria, 2018). À titre d'exemples, la superoxyde dismutase, la catalase, glutathion peroxydases, glutathion réductase (Gaoui et al., 2023).

1.3.3.2. Antioxydantes non enzymatique

Certaines substances chimiques à faible poids moléculaire jouent un rôle d'antioxydantes. Cependant, leurs fonction n'est pas catalytique (Sharifi et al., 2020).

a) Antioxydantes non enzymatiques endogènes

Il y a différents réducteurs endogènes qui peuvent protéger l'organisme contre les radicaux libres, parmi lesquels on retrouve le glutathion, la bilirubine, l'acide urique, la coenzyme Q, la mélatonine et l'acide lipoïque (Sharifi et al., 2020).

b) Antioxydantes non enzymatiques exogènes

Comme leurs principales voies de synthèse ne sont souvent présentes que dans les cellules microbiennes ou végétales, il est nécessaire d'apporter constamment des antioxydants exogènes par l'alimentation tel que la vitamine E, la vitamine C, la β -carotène et les polyphénols (Sharifi et al., Gaoui et al.,2023).

1.3.4. Classification des antioxydants

1.3.4.1. Antioxydants synthétiques

Depuis longtemps, on utilise des antioxydants synthétiques tels que le BHT, le BHA et le TBHQ, mais de nombreuses études récentes ont mis en évidence leur toxicité élevée. Il est nécessaire de diminuer leur utilisation afin de diriger le marché vers des antioxydants naturels, ce qui encourage la recherche supplémentaire (Messaoudi et Lahouazi, 2015).

1.3.4.2. Antioxydants naturels

L'organisme possède une grande variété d'antioxydants : plusieurs enzymes sont fabriquées pour réparer les éventuelles altérations oxydatives des protéines ou de l'ADN, tandis que d'autres sont obtenues à partir de l'alimentation. Les composés phénoliques, les composés azotés, les caroténoïdes et l'acide ascorbique sont des antioxydants très efficaces dans l'industrie agroalimentaire et pour la santé humaine. Presque tous les micro-organismes, les champignons et même les tissus animaux contiennent d'autres antioxydants (Messaoudi et Lahouazi, 2015).

1.3.5. Rôles et fonctions

Les antioxydants ont pour fonction physiologique, comme le suggère cette définition, de prévenir les dégâts aux éléments cellulaires causés par des réactions chimiques impliquant des radicaux libres. Les agents externes tels que la pollution, les radiations, les UV ou l'alcool peuvent entraîner leur production excessive, ce qui rend notre système de défense interne incapable de réduire toutes ces espèces réactives. Par conséquent, notre organisme a besoin d'une alimentation riche en antioxydants. Des antioxydants tels que les vitamines C, E et A, ainsi que les polyphénols et les flavonoïdes (Venkatachalam et Muthkrishnan, 2012).

1.3.6. Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante

Différentes approches peuvent être utilisées pour évaluer l'activité antioxydante des substances naturelles, fondées principalement sur deux principes :

-Les tests de l'acide thiobarbiturique (TBA), du β -carotène et des diènes conjugués sont liés au premier, ainsi qu'à la peroxydation lipidique.

- La seconde dépend du transfert d'électrons ou de protons pour neutraliser les radicaux ou certains métaux, comme c'est le cas lors des tests : DPPH, ABTS, FRAP...

Au moins trois méthodes sont généralement recommandées pour évaluer l'activité antioxydante d'un échantillon (Benabed, 2018).

Le tableau (4) regroupe les tests les plus utilisés pour évaluer l'activité antioxydante des extraits naturels.

Tableau 4: tests les plus utilisés pour évaluer l'activité antioxydant (Benabed, 2018).

Test	Molécule impliquée	Mécanisme réactionnel	Référence
β - carotene	β - carotène, acide linoléique	Oxydation du β -carotène par les produits de dégradation de l'acide linoléique	(Laguerre et al., 2007)
DPPH	DPPH	Transfert de protons	(Molyneux, 2004)
ABTS	ABTS	Transfert de protons	(Chen, 2004)
FRAP	Fe^{3+} - TPTZ	Transfert d'électrons	(Prior et al., 2005)

CHAPITRE 2

Matériel et méthodes

2.1. Lieu de travail

Le présent travail rentre dans le cadre de la valorisation des ressources naturelles dont dispose l'Algérie. Il a été effectué au niveau du laboratoire PFE de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université Ziane ACHOUR de Djelfa.

2.2. Réactifs et matériels

Les réactifs et les matériels utilisés dans notre travail figurent dans le tableau 5.

Tableau 5: Les réactifs et les matériels utilisés.

Appareillage	Verreries et autres	Produits
- Chauffe ballon - Centrifugeuse - Spectrophotomètre - Plaque chauffée - Etuve	- Ballons - Béchiers - Eprovettes graduées - Embouts - Papier filtre - Pipettes et micro pipette. - Tubes à essais - Tubes coniques - Ampoule à décanter	- Acide sulfurique - Acide ascorbique - Acide trichloracétique - BHT - Chlorure ferrique - DPPH - Eau distillée - Ferricyanure de potassium - Méthanol - Molybdate d'ammonium - Phosphate de sodium - Hexane - Na ₂ SO ₄

2.3. Collecte de la plante

Dans notre travail, nous avons acheté les Fruits secs d'anis étoilé « *Illicium verum* » sur le marché local de Djelfa « l'Algérie ».

2.4. Méthodes d'extraction des HE d'*I. Verum*

L'extraction d'une huile essentielle (HE) représente une opération complexe et délicate dont le but est de capturer et de collecter les composants les plus volatils, subtils et fragiles produits par la plante, tout en préservant leur qualité intacte (Boukhatem et al., 2019).

Il existe de nombreuses techniques employées pour extraire les substances aromatiques, y compris les trois méthodes qui ont été utilisées pour extraire les HE d'anis étoilé *I. verum* (Hydro-distillation, distillation à la vapeur et distillation Clevenger).

2.4.1. Méthode 1 Hydro-distillation

HE d'anis étoilé a été extrait grâce au processus d'extraction classique hydro-distillation (HD) (figure 15).



Figure 15: Dispositif Hydro-distillation utilisé (Original 2024).

Mode opératoire

50g de matière végétale broyée grossièrement « *I.Verum* » ont été ajoutées dans un ballon de 1L, puis nous avons ajouté une quantité suffisante d'eau distillée à un ratio de 1/10 sans le remplir afin d'éviter les débordements qui peuvent survenir lors de l'ébullition. Le ballon a été chauffé en bas en vue d'une distillation pendant une durée 4 h.

La vapeur d'eau formée va entraîner les molécules odorantes vers le système refroidissant où le mélange se condense et chute dans une erlenmeyer. Finalement, deux phases se forment, l'HE qui est moins dense que l'eau (Rakotomalala, 2004).

2.4.2. Méthode 2 Distillation à la vapeur

Le HE ont également été extraits par distillation à la vapeur DS (figure16).

Mode opératoire

50g de matière végétale « d'*I.verum* » broyée grossièrement ont été ajoutées dans un ballon de 1L, puis nous avons ajouté une quantité suffisante d'eau distillée à un ratio de 1/10 sans le remplir afin d'éviter les débordements qui peuvent survenir lors de l'ébullition. Le ballon a été chauffé en bas en vue d'une distillation pendant une durée 4 h.

Les vapeurs se chargent alors de particules Les aromatiques passent par le condenseur, où ils refroidissent et se condensent, formant ainsi un mélange d'eau et d'HE (Medjahri et Mehadjri, 2020).



Figure 16: Dispositif distillation à la vapeur utilisé (Original 2024).

2.4.3. Méthode 3 Distillation Clevenger

L'extraction l'HE d'*I.verum* a été réalisée avec le procédé de distillation type Clevenger DC (figure 17).

Mode opératoire

50 g de matière végétale « d'*I.verum* » broyée grossièrement ont été ajoutées dans le ballon de 2 L, puis ajouté un volume équivalent d'eau distillée, soit 1/10 du volume du ballon. Cela assure que le ballon ne soit pas complètement rempli pour éviter le débordement lors de l'ébullition. Le mélange a été chauffé pendant 4 h en utilisant un ballon chauffant.

Au cours de l'ébullition, les végétaux libèrent leurs éléments qui sont transportés par la vapeur d'eau produite dans le ballon vers le condenseur où se produit la condensation. La surface du tube vertical préalablement rempli d'eau distillée est couverte de gouttelettes d'eau, ce qui crée deux couches distinctes avec des densités différentes, où l'huile d'anis étoilé flotte à la surface de l'eau (Pharmacopée Européenne, 2005).

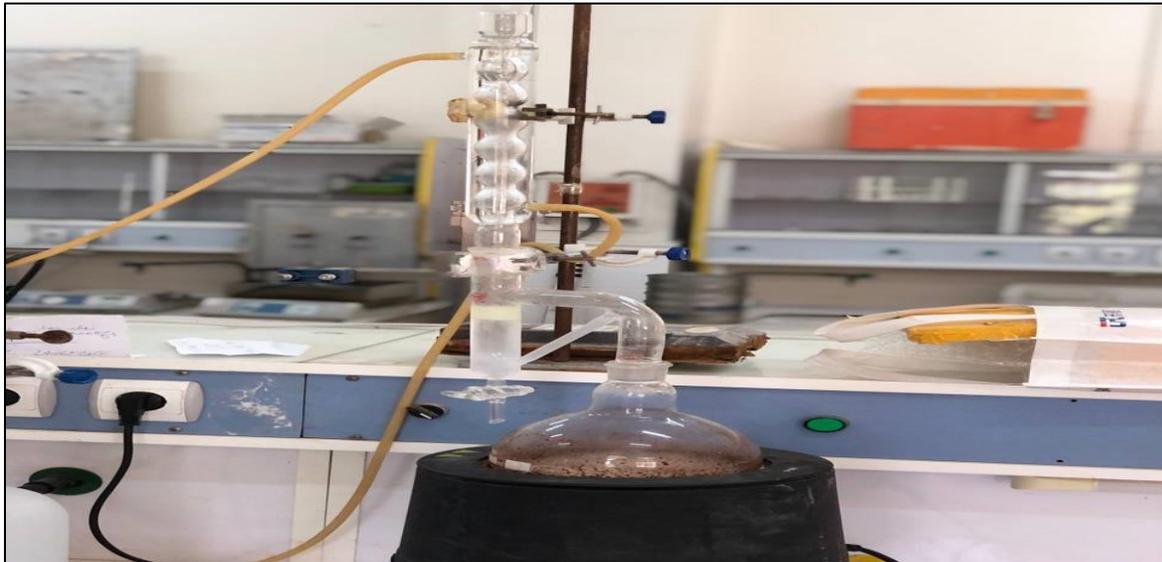


Figure 17 : Dispositif distillation Clevenger utilisé (Original 2024).

2.5. Séparation liquide-liquide

Afin de séparer les huiles de l'eau, nous avons utilisé une solution d'hexane et Na_2SO_4 (figure 18).

Mode opératoire

Dans une ampoule à décanter, 10 ml de solution d'hexane ont été ajoutés progressivement au mélange d'huile et d'eau. Par la suite, le mélange a été délicatement remué à plusieurs reprises afin que l'hexane puisse se fixer aux huiles. Ensuite, le mélange a été laissé reposer pendant un certain temps (5 à 10 min) afin que les deux couches, les HE et l'eau, se séparent de manière nette. Après avoir bien séparé les deux couches, la couche supérieure d'hexane contenant les huiles a été récupérée dans un récipient propre. En ce qui concerne la couche inférieure où se trouve l'eau, 5 ml d'hexane ont été ajoutés afin de garantir l'extraction complète des huiles. Le mélange d'huiles et d'hexane a été transféré dans un bécher et laissé s'évaporer afin de séparer les huiles à l'aide d'une plaque chauffée pendant 20 minutes à 150°C . Finalement, une petite quantité de sulfate de sodium (Na_2SO_4) est utilisée, ce qui lui permet d'absorber l'humidité et de éliminer toute l'eau restante.

2.6. Conservation des HE

HE doit être préservé en respectant quelques précautions de base (Burt, 2004). C'est la raison pour laquelle nous avons maintenu sa température à environ $+6^\circ\text{C}$ dans des tubes fermés hermétiquement, en le revêtant de papier d'aluminium pour les préserver de la lumière.

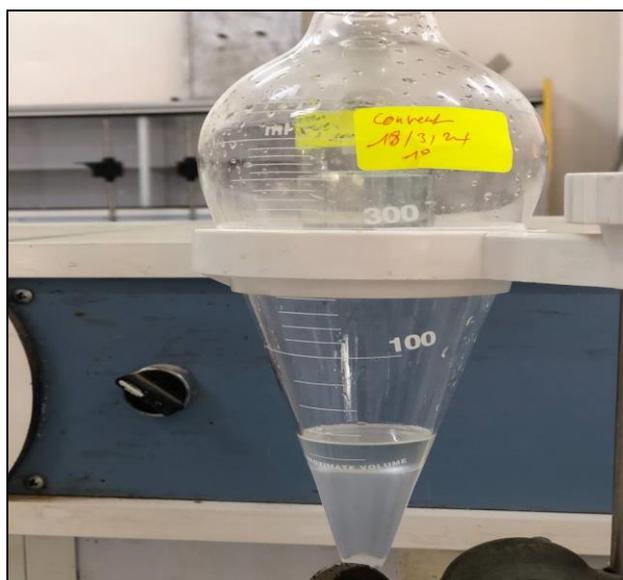


Figure 18: Séparation liquide-liquide (Original 2024).

2.7. Calcul du rendement

Selon AFNOR (2000), le rendement en huile essentielle correspond à la proportion entre la quantité d'huile essentielle obtenue et la masse de la matière végétale (M) initialement utilisée.

Le pourcentage de rendement est représenté par la formule suivante :

$$Rdt_{HE} (\%) = M_{HE} / M_{MS} \cdot 100$$

Rdt_{HE} : rendement extraits fixes en g /100g de matière sèche.

M_{HE} : masse d'huile essentielle récupérée exprimée en g.

M_{MS} : quantité de matière végétale sèche utilisée pour l'extraction exprimée en g.

2.8. Détermination de la composition chimique des HE

L'analyse des échantillons a été réalisée au sein de la Plateforme Technique d'Analyse Physico-Chimique (PTAPC-CRAPC)-Laghouat-Algérie, à l'aide d'un Chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse instrument SHIMADZU GCMS- QP2020, équipé d'une colonne capillaire fusionnée Rxi®-5ms (Phase : Crossbond® 5% diphényl/ 95% diméthylpolysiloxane) dont les dimensions sont : 30 m × 0,25 mm et 0,25 μm d'épaisseur de film. Cette colonne a une phase similaire aux colonnes suivantes : HP-1ms, HP-1msUI, DB-1ms, DB-5ms, DB-1msUI, Ultra-1, VF-1ms, ZB-1, ZB-1ms et considéré également comme équivalent aux phases USP G1, G2, G38.

Un volume de 0.5 μL d'échantillon dilué dans du n-hexane a été injecté en mode fractionné (1:80).

Les températures de l'injecteur et du détecteur ont été maintenues à 250°C et 310°C, respectivement, la température de la colonne a été programmée à : 50°C fixe pendant 2 min puis augmentée à 310°C avec un incrément d'augmentation de 3°C/min, puis maintenue. à 310°C pendant 2 min.

Le gaz vecteur utilisé était de l'hélium (pureté 99.995 %) avec un débit de 1 mL/min.

Les conditions du spectromètre de masse étaient les suivantes : une tension d'ionisation de 70 eV, une température de la source d'ions de 200 °C et des spectres de masse d'ionisation électronique ont été acquis sur la plage de masse de 45 à 600 m/z.

Les indices de rétention ont été calculés en utilisant la formule suivante (formule de Kovats) :

$$LRI = 100 \times \left(\frac{t_x - t_n}{t_{n+1} - t_n} \right) + 100 \times n$$

Où:

LRI : Indices de rétention linéaire.

tx : temps de rétention du composant de sélection ciblé.

tn : Temps de rétention de l'alcane Cn (n-alcane limite inférieure).

tn+1 : Temps de rétention de l'alcane Cn+1 (n-alcane limite supérieure).

La série de n-alcane utilisée dans ces analyses était (n-C7-C33).

2.9. Evaluation de l'activité antioxydante des HE

L'évaluation de l'activité antioxydant des HE a été réalisée par 3 méthodes, à savoir ; piégeage des radicaux libres (DPPH), réduction du fer (FRAP) et capacité antioxydante totale (CAT).

2.9.1. Piégeage des radicaux libres DPPH

L'activité de piégeage des radicaux libres DPPH a été déterminée selon la méthode de Blois (1958). 500 µL d'HE à différentes concentrations ont été mélangés avec 1000 µL de solution DPPH à 0,2 mM. Le mélange obtenu a été agité vigoureusement et incubé pendant 30 minutes à température ambiante. Ensuite, l'absorbance a été enregistrée à 517 nm contre un blanc à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis (Beckman, DU520). Le pourcentage de capacité de piégeage des radicaux libres a été calculé à l'aide de l'équation suivante :

$$\text{Activité de piégeage des radicaux (\%)} = [(1 - \text{Ads échantillon}) / \text{Ads contrôle}] \times 100,$$

Où : Ads contrôle est l'absorbance de la réaction témoin, et

Ads échantillon est l'absorbance des échantillons.

La concentration fournissant une inhibition de 50 % (CI₅₀) a été calculée à l'aide de l'équation de la courbe de tendance extraite à partir du graphique de régression du pourcentage de RSA en fonction de la concentration d'HE. Le HPR de l'acide ascorbique (AA) et du Butyle hydroxytoluene (BHT) a également été estimé à titre de référence.

2.9.2. Pouvoir réducteur du fer

Le pouvoir réducteur du fer (PR) a été testé selon la méthode d'Oyaizu (1986). 400 µL de différentes concentrations d'échantillons ont été mélangés avec 2 000 µL de tampon phosphate (2 mM, pH 6.6) et 1000 µL de ferricyanure de potassium à 1% [K₃Fe(CN)₆]. Le mélange a été incubé pendant 20 minutes à 50°C. 1 000 µL d'acide trichloroacétique (TCA) à 10 % ont été ajoutés à la solution qui a été ensuite centrifugée à 3 000 tr/min pendant 10 min. Le surnageant a été filtré et 1000 µL de surnageant ont été mélangés avec 3000 µl d'eau distillée et 1000 µL de FeCl₃ à 0.1 %. Le mélange a été agité vigoureusement et incubé pendant 30 minutes à température ambiante. L'absorbance a été enregistrée contre un blanc à 700 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis (Beckman, DU520) et comparée aux références (AA et BHT).

Le pourcentage du PR du fer a été calculé à l'aide de l'équation suivante :

$$\text{PR du fer (\%)} = [(1 - \text{Ads échantillon}) / \text{Ads contrôle}] \times 100,$$

Où : Ads contrôle est l'absorbance de la réaction témoin, et

Ads échantillon est l'absorbance des échantillons.

2.9.3. Capacité antioxydante totale

La capacité antioxydante totale (CAT) a été déterminée via la méthode décrite par Prieto et al. (1999). 200 µL de différentes concentrations d'échantillons ont été ajoutés à 2 000 µL de réactif molybdate contenant 28 mM de phosphate de sodium, 4 mM de molybdate d'ammonium et 6 mM d'acide sulfurique. Les tubes ont été incubés pendant 90 minutes à 95°C, puis le mélange a été refroidi à température ambiante et l'absorbance a été enregistrée à 695 nm contre un blanc à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis (Beckman, DU520). La CAT de l'AA et du BHT a également été estimée à titre de référence.

$$\text{CAT (\%)} = [(1 - \text{Ads échantillon}) / \text{Ads contrôle}] \times 100,$$

Où : Ads contrôle est l'absorbance de la réaction témoin, et

Ads échantillon est l'absorbance des échantillons.

La concentration fournissant une inhibition de 50 % (CI₅₀) a été calculée à l'aide de l'équation de la courbe de tendance extraite à partir du graphique de régression du pourcentage de CAT

en fonction de la concentration d'HE. La CAT de l'AA et du BHT a également été estimé à titre de référence.

2.10. Analyses statistiques

Les moyennes et les écarts types ont été calculés à partir de données triples. Une analyse de variance unidirectionnelle (ANOVA) suivie de tests comparaisons multiples de Duncan a été réalisée pour établir les différences significatives au seuil $p < 0,05$ à l'aide du Statistical Package for Social Science (SPSS 19.0 pour Windows, SPSS Inc., Chicago, IL, États-Unis).

CHAPITRE 3

Résultats et discussion

3.1. Rendement des HE

Le tableau 6, présente les taux de rendement des HE d'anis étoilé obtenus à partir des trois méthodes d'extraction.

Tableau 6. Rendement d'extraction des HE d'anis étoilé.

	Méthode DC	Méthode HD	Méthode DS
Rendement (%)	8.5±0.11%	6.23±0.58%	5.90±0.68%

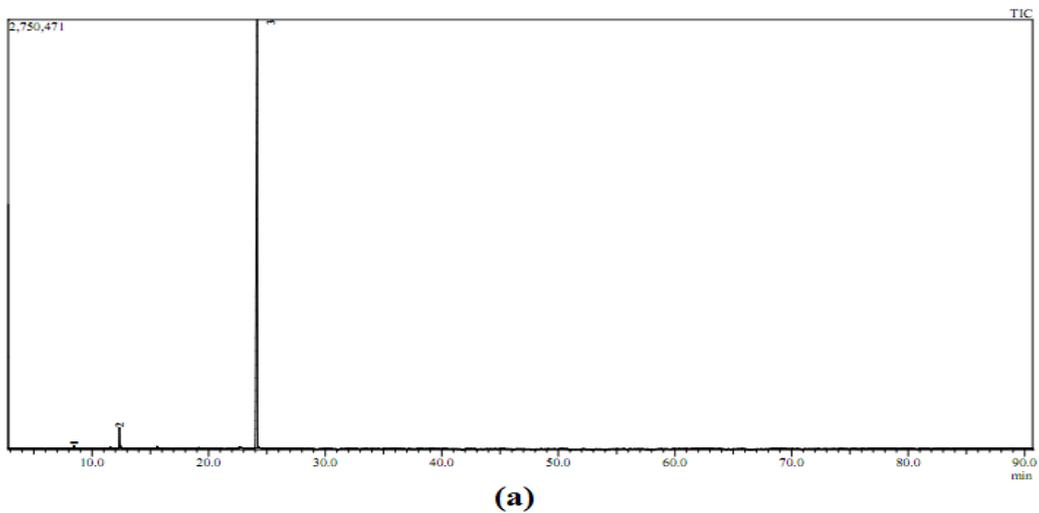
Selon les résultats des HE d'*I.verum* avec ses propriétés sensorielles (odeur, couleur et goût), nous avons constaté qu'il a une odeur très forte caractéristique, une couleur jaune pâle et un goût doux et bon.

Les données concernant les rendements des HE obtenues par les trois méthodes différentes révèlent des résultats très satisfaisants. Il convient toutefois de noter que le rendement est légèrement supérieur pour la méthode (DC) ; enregistrant un taux de 8.5%, tandis que les méthodes (HD) et (DS) affichent des rendements similaires de 6.23% et 5.90% ; respectivement où la méthode (DS) montre un rendement inférieur à celui des autres méthodes.

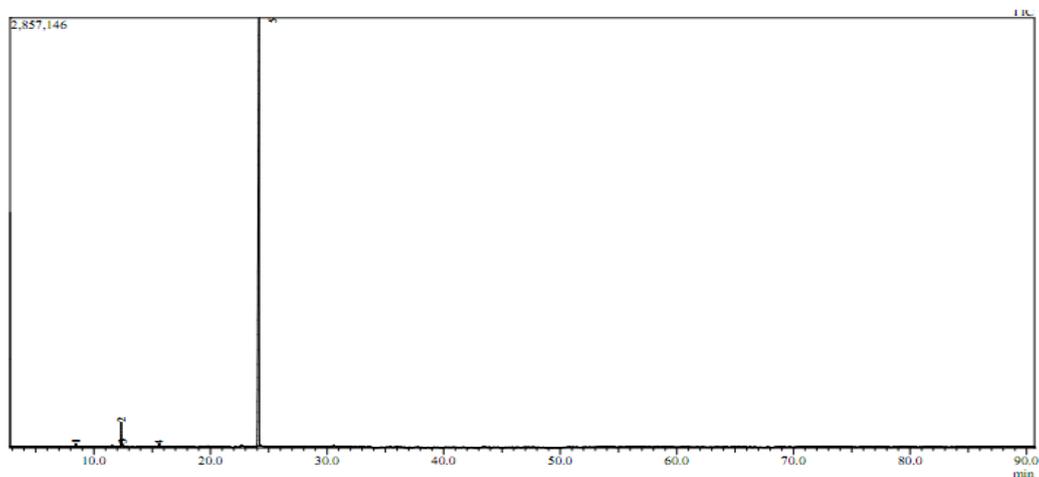
Ces rendements peuvent être comparés à ceux obtenus par d'autres travaux sur l'anis étoilé, puisqu'ils sont proches de ceux réalisés par Sahoo et al. (2023) ; qui ont reporté un rendement en HE extraites par la distillation Clevenger de 7.50 %. Il est également proche de celui obtenu par Abdelkader et Bouchakour (2018) par hydro-distillation avec un rendement de 6 %. Nos résultats sont inférieurs à ceux obtenus par Bernard et al. (1989) et Wang et al. (2007) qui ont obtenus des rendements d'extraction de 8.20 et 9.50 % par hydro-distillation et distillation à la vapeur, respectivement. Cependant, nos résultats sont supérieurs à ceux indiqués par Boukhatem (2017) et Outemass et al. (2021) qui ont obtenus un rendement de 4.58 et 4.13 % par distillation à la vapeur et distillation Clevenger, respectivement. En ce qui concerne la méthode hydro-distillation, Nasir (2013) a obtenu un rendement de 2.89 %.

3.2. Composition chimique des HE

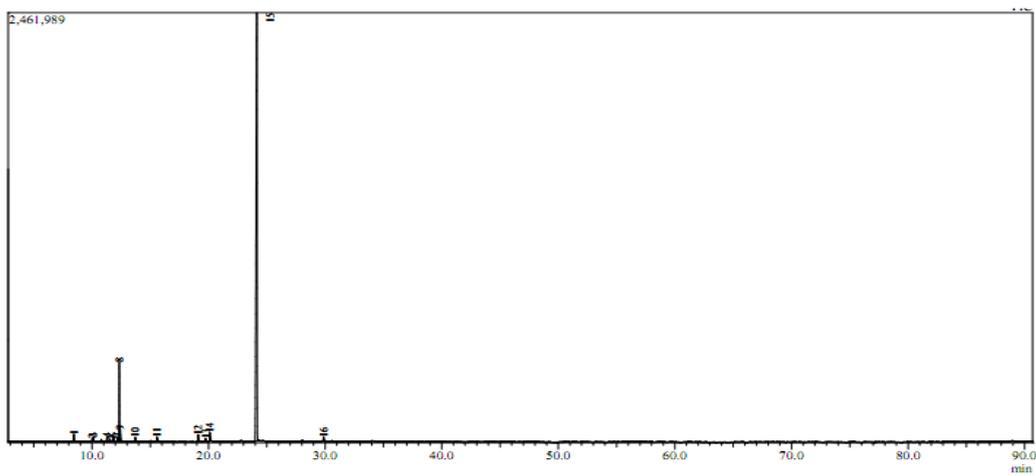
La composition chimique de différentes HE d'*I.verum* (anis étoilé) extraites par différentes méthodes, identifiées par GC-MS, est présenté dans la figure 19 (a, b et c).



(a)



(b)



(c)

Figure 19: Chromatogrammes obtenus par GC-MS des HE d'I. verum (anis étoilé) : (a) Hydro-distillation HD, (b) Distillation Clevenger DC et (c) Distillation à la vapeur DS.

L'analyse de la composition chimique, réalisée par GC-MS, des différentes HE d'anis étoilé extraites par Hydro-distillation HD, Distillation Clevenger DC et Distillation à la vapeur DS a permis d'identifier respectivement 3, 5 et 16 composants chimiques représentant 100 % de la composition chimique des HE analysées (tableau 7).

Tableau 7: Compositions chimiques des HE d'*I. verum* (anis étoilé).

Composé identifié	Méthode d'extraction		
	HD	DC	DS
α -pinene	0.25	0.29	0.71
D-Limonène	2.47	2.81	//
E-Anéthol	97.28	96.26	83.33
1,8-Cineole	//	0.34	1.33
Linalyl anthranilate	//	0.30	//
Sabinene	//	//	0.25
β -pinene	//	//	0.48
α -phallandrene	//	//	0.46
3-carene	//	//	0.23
p-cymene	//	//	0.39
o-cymene	//	//	0.47
β-phallandrene	//	//	8.79
γ -terpinene	//	//	0.39
Linalool	//	//	0.41
Thujanol	//	//	0.88
α -terpineol	//	//	0.35
Estragole	//	//	1.03
Caryophyllene	//	//	0.50
Total (%)	100	100	100
Nombre de composés identifiés	3	5	16

Une différence significative a été enregistrée entre les différentes HE analysées montrant que les méthodes de distillation choisies ont une influence directe sur la composition de l'HE. Le composé chimique majoritaire présent dans les HE analysées était l'E-anéthol avec des proportions variables de 97.28, 96.26 et 83.33% pour les HE d'anis étoilé extraites par HD, DC

et DS, respectivement. Des compositions chimiques variables ont été également enregistrées. β -phallandrene n'était présent que dans l'HE extraite par DS avec une proportion de 8.79%. Alors que, D-Limonène n'était présent que dans les HE extraites par HD et DC avec des proportions de 2.47 et 2.81%, respectivement.

Les résultats de cette étude sont également cohérents avec ceux Zhai et al. (2009) et Aly et al. (2016). Nos résultats sont en accord avec ceux de Padmashree et al. (2007) et Cai et al. (2013) qui ont rapporté que le principal composé de l'huile d'anis étoilé est l'E-anéthole, qui variait entre 84 et 95 %.

3.3. Evaluation de l'activité antioxydante

Il existe plusieurs méthodes développées pour évaluer la capacité antioxydante totale des aliments, des extraits de plantes ou des composés purs. Cependant, peu sont largement utilisées en raison des difficultés rencontrées dans la mesure de cette capacité globale, notamment en raison de contraintes méthodologiques et des sources de radicaux libres (Aly et al., 2016).

Pour évaluer l'activité antioxydante des extraits d'HE, nous avons utilisé 3 testes dans cette étude :

3.3.1. Activité anti radicalaire (DPPH)

La mesure du pouvoir antioxydant par le DPPH (2,2-Diphényl-picrylhydrazine) est la méthode la plus fréquemment employée pour comparer l'activité antioxydante de différents composés ou extraits naturels. Cette méthode repose sur la capacité d'un composé à diminuer le radical DPPH°. La diminution se manifeste par une modification de la teinte de la solution qui passe du violet au jaune en présence d'un antiradical (Habibou et al., 2019).

L'habilité antioxydante des différentes HE extraites par différentes méthodes a été évaluée par le test de DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) eu utilisant le 2,6-di-tert-butyl-4-méthylphenol (butyle hydroxytoluene, BHT) et l'acide ascorbique (AA) comme référence.

(Figure 20) montre l'habilité à piéger les radicaux libres (HPR), exprimée en pourcentage %, des différentes HE à différentes concentrations.

Une corrélation positive a été observée entre le taux des HE testées et l'HPR %; plus la concentration des HE testées augmentent, plus le pourcentage de l'HPR augmente.

Les résultats montrent l'existence de différences significatives ($p < 0.05$) entre les produits testés (tableau 8). L'AA possède l'activité de piégeage des radicaux libres la plus élevée avec une valeur de 96.24 %. Par contre le BHT exhibe une activité de piégeage des radicaux libres la plus faible avec une valeur de 65.08 %. Aucune différence significative ($p > 0.05$) n'a été

observée entre DS et DC (90.39 et 88.85 %, respectivement). Alors que, le HD présente une activité de piégeage des radicaux libres modérée avec une valeur de 75.87 %.

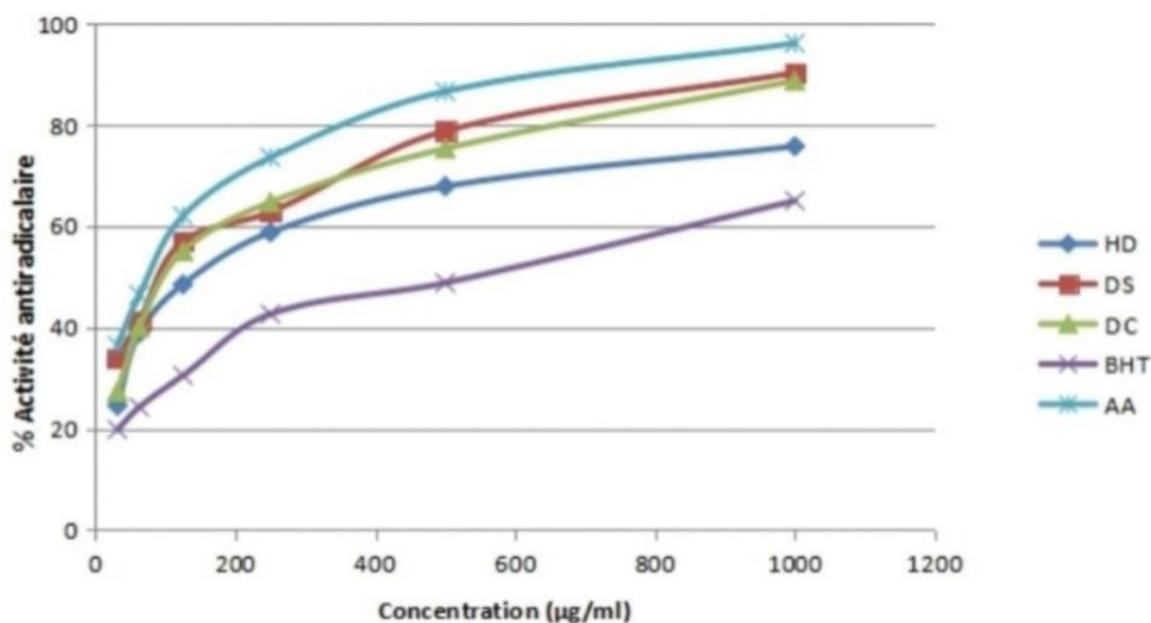


Figure 20. Habilité des HE testées à piéger les radicaux libres (HPR).

HD : Hydro-distillation, DS : Distillation à la vapeur, DC : Distillation Clevenger., BHT : Butylehydroxytoluene, AA : Acide Ascorbique

L'inhibition forte ou faible de l'échantillon est évaluée en utilisant les valeurs CI_{50} , qui sont définies comme la concentration à laquelle l'échantillon pourrait inhiber 50 % des radicaux libres. De manière générale, à mesure que l'activité augmente, la valeur de la CI_{50} diminue (Nguyen et al., 2021).

Tableau 8. Activité de piégeage des radicaux libres des HE testées à la concentration 1mg/ml.

	% HPR à 1mg/ml	Valeur CI_{50} (µg/ml)
AA	96.24±0.83 a	68.14±2.01 d
BHT	65.08±1.15 d	430.85±0.27 a
DS	90.39±2.07 b	97.13±5.08 c
DC	88.85±1.56 b	107.91±5.13 c
HD	75.87±3.02 c	149.40±0.10 b

Les résultats sont présentés en moyenne ± écart type (n=3).

a,b,c : Différentes lettres indiquent une différence significative au seuil $p < 0.05$.

AA : Acide ascorbique, BHT : butylehydroxytoluene, DS : Distillation à la vapeur, DC : Distillation Clevenger, HD : Hydro distillation.

L'analyse statistique révèle l'existence de différences significatives ($p < 0.05$) entre les valeurs CI_{50} des produits testés (tableau 8). Le BHT présente une valeur CI_{50} la plus élevée avec une valeur de 430.85 %. Alors que l'AA détient la valeur CI_{50} la plus faible (68.14 %). Aucune différence significative ($p > 0.05$) n'a été observée entre DS et DC (97.13 et 107.91 %, respectivement). Alors que, le HD présente une la valeur CI_{50} plus élevée de 149.40 %.

Nos résultats sont inférieurs ceux rapportés par Khan et al (2022) qui ont obtenus une concentration CI_{50} pour le DPPH des HE extraites d'anis étoilé par distillation réalisée avec le solvant de l'éthanol de 130mg/ml. Nguyen et al. (2021) ont obtenus des résultats supérieurs et ont enregistré une concentration CI_{50} pour le DPPH des HE extraites d'anis étoilé par distillation fractionnée de 154.04mg/ml. Alors que Outemssa et al. (2021) ont obtenus des concentrations CI_{50} de 286.19 mg/ml pour les HE d'anis étoilé extraites par distillation Clevenger. Cependant, nos résultats sont supérieurs à ceux enregistrés par Asfid et al. (2016) qui ont obtenus une concentration CI_{50} pour le DPPH avec le solvant de l'éthanol de 47,1 $\mu\text{g/ml}$.

3.3.2. Pouvoir réducteur du fer (FRAP)

L'activité antioxydante d'un extrait est associée à son pouvoir réducteur. Nous avons fait recours à cette méthode afin d'évaluer la capacité des extraits à transformer le fer ferrique (Fe^{3+}) présent dans le complexe $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ en fer ferreux (Fe^{2+}) (Habibou et al., 2019).

Le pouvoir réducteur des différentes HE extraites par différentes méthodes a été estimé par le test de FRAP en utilisant le 2,6-di-tert-butyl-4-méthylphenol (butyle hydroxytoluène, BHT) et l'acide ascorbique (AA) comme standards.

(Figure 21) représente le pouvoir réducteur (PR), exprimée en pourcentage %, des différentes concentrations.

Une corrélation positive a été notée entre la concentration des HE testées et le PR %; plus la concentration des HE testées augmentent, plus le pourcentage du PR augmente.

(Le tableau 9) montre l'existence de différences significatives ($p < 0.05$) entre les différents composés testés. L'AA possède le pouvoir réducteur le plus élevé (92.81%). Aucune différence significative n'a été observée entre AA et DC (92.81 et 89.26 %, respectivement). Aucune différence significative n'a été observée entre DC et DS (89.26 et 84.58 %, respectivement). Alors que HD exhibe un pouvoir réducteur modéré de 74.25 %. Par contre, BHT possède le plus faible pouvoir réducteur de 69.52 %.

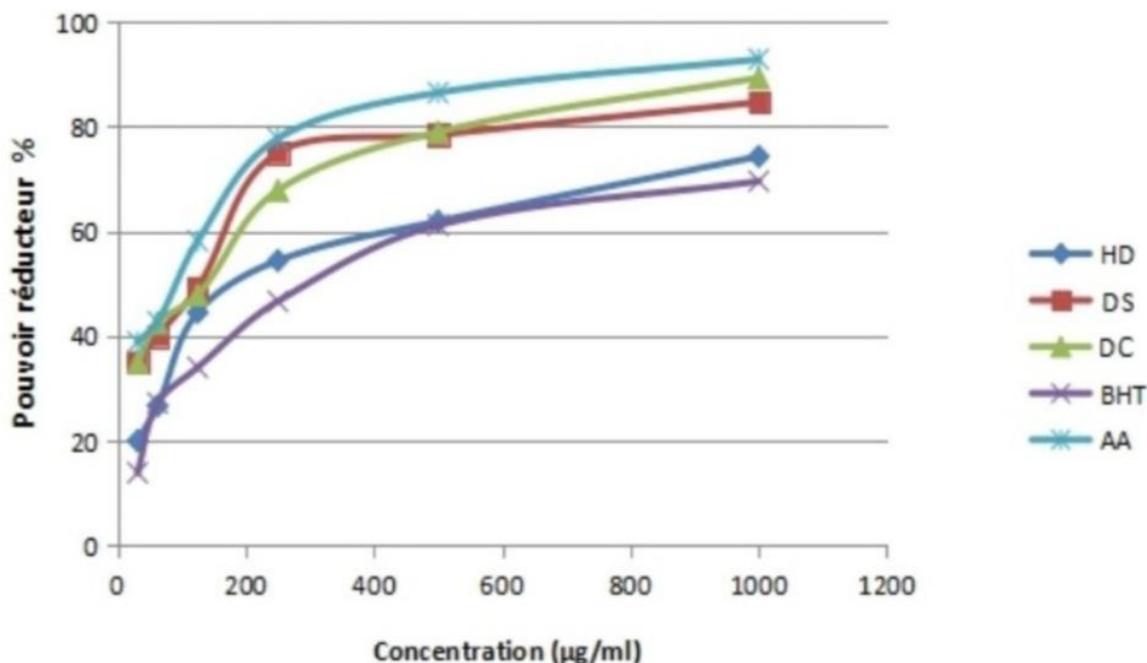


Figure 21. Pouvoir réducteur des HE testées (PR).

HD: Hydro distillation, DS: Distillation à la vapeur, DC: Distillation Clevenger, BHT :Butylehydroxytoluene, AA : Acide Ascorbique

L'activité de pouvoir réducteur est évaluée par sa concentration efficace CE_{50} (Akrab et Mouhadi., 2019), qui correspond à 50 % de pouvoir réducteur Une valeur inférieure de CE_{50} indique une activité antioxydante plus élevée (Gülenç., 2022).

Tableau 9. Pouvoir réducteur des HE testées à la concentration de 1mg/ml.

	% PR à 1mg/ml	Valeur CE_{50} (µg/ml)
AA	92.81±1.83 a	69.85±1.72 d
BHT	69.52±4.11 d	288.89±1.39 a
DS	84.58±3.01 b	92.61±1.48 c
DC	89.26±1.71 ab	95.54±1.53 c
HD	74.25±2.16 c	214.30±1.91 b

Les résultats sont présentés en moyenne ± écart type (n=3).

a,b,c : Différentes lettres indiquent une différence significative au seuil $p < 0.05$.

AA : Acide ascorbique, BHT : Butyle hydroxytoluene, DS : Distillation à la vapeur, DC : Distillation Clevenger, HD : Hydro distillation.

Des différences significatives ($p < 0.05$) ont été enregistrées entre les valeurs CE_{50} des produits testés (tableau 9). Le BHT présente une valeur CE_{50} la plus élevée avec une valeur de 288.89 $\mu\text{g/ml}$. Alors que l'AA détient la valeur CE_{50} la plus faible (69.85 $\mu\text{g/ml}$). Aucune différence significative ($p > 0.05$) n'a été enregistrée entre DS et DC (92.61 et 95.54 $\mu\text{g/ml}$, respectivement). Alors que, le HD présente une la valeur CE_{50} plus élevée de 214.30 $\mu\text{g/ml}$.

Nos résultats sont supérieurs à ceux enregistrés par Mehrabanjoubani et al (2021) qui ont obtenus une concentration CE_{50} de 59.91 $\mu\text{g/ml}$ des HE d'anis verte (*Pimpinella anisum*) extraites par distillation Clevenger. Par contre, Ganeshan et Rismy (2019) ont reportés une CE_{50} de 320.47 mg/ml des HE d'anis étoilé extraites par distillation avec le solvant de méthanol.

3.3.3. Capacité antioxydante totale (CAT) :

La méthode de Phosphomolybdène permet d'évaluer la capacité antioxydante totale (CAT) des extraits de plantes. Cette méthode repose sur la transformation du molybdène Mo (VI) sous la forme d'ions molybdate MoO_4^{2-} en molybdène Mo (V) MoO_3 en présence de l'extrait, ce qui crée un complexe vert de phosphate/Mo(V) à un pH acide (Medjoujda., 2012).

La capacité antioxydante totale des différentes HE extraites par différentes méthodes a été estimée par le test CAT (Capacité antioxydante totale) en utilisant le 2,6-di-tert-butyl-4-méthylphenol (butyle hydroxytoluène, BHT) et l'acide ascorbique (AA) comme référence.

La capacité antioxydante totale (CAT), exprimée en pourcentage %, des différentes HE à différentes concentration sent est repesée par (Figure 22).

Les résultats montrent la présence d'une corrélation positive entre la concentration des HE testées et la CAT %; plus la concentration des HE testées augmentent, plus le pourcentage de la CAT augmente.

A la concentration de 1 mg/ml , la CAT des produits testés était : AA=DS > DC=HD > BHT. Les résultats De l'analyse statistique montrent la présence de différences significatives ($P > 0.05$) entre les différents produits testés (tableau 10). L'AA et DS possèdent la meilleure capacité antioxydante. Aucune différence significative n'a été observée entre AA et DS (93.80 et 91.13 %, respectivement). Aucune différence significative n'a été observée entre DC et HD (85.05 et 81.74 % respectivement). Par contre, BHT possède le plus faible pourcentage (65.52 %).

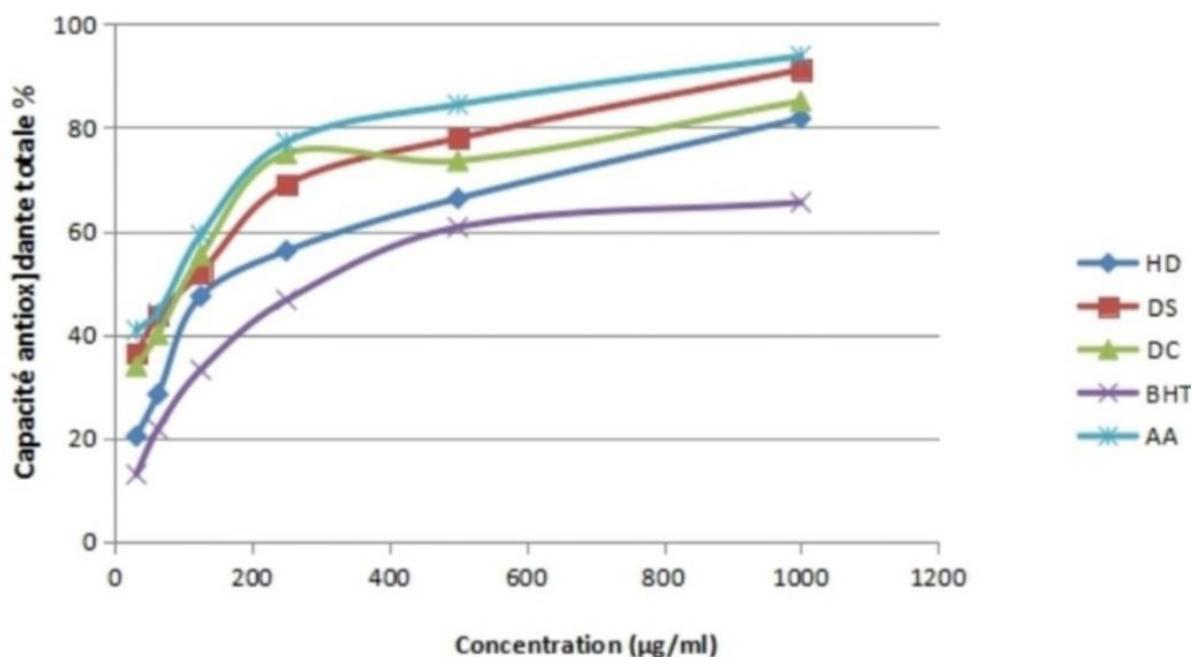


Figure 22. Capacité antioxydante totale des HE testées (CAT).

HD: hydro distillation, DS: Distillation à la vapeur, DC: Distillation Clevenger, BHT : Butyle hydroxytoluene, AA : Acide Ascorbique

Tableau 10. Capacité antioxydante totale des HE testées à la concentration de 1mg/ml.

	% CAT à 1mg/ml	Valeur CI ₅₀ (µg/ml)
AA	93.80±1.21 a	49.68±0.97 d
BHT	65.52±1.12 c	324.79±1.08 a
DS	91.13±1.43 a	86.18±2.59 c
DC	85.05±2.26 b	89.80±1.01 c
HD	81.74±1.04 b	176.01±2.76 b

Les résultats sont présentés en moyenne ± écart type (n=3).

a,b,c : Différentes lettres indiquent une différence significative au seuil $p < 0.05$.

AA : Acide ascorbique, BHT :Butyle hydroxytoluene, DS : Distillation à la vapeur, DC : Distillation Clevenger, HD : Hydro distillation.

Des différences significatives ($p < 0.05$) ont été observées entre les valeurs CI₅₀ des produits testés (tableau 10). Le BHT possède une valeur CI₅₀ la plus élevée avec une valeur de 324.79 µg/ml. Alors que l'AA détient la valeur CI₅₀ la plus faible (49.68 µg/ml). DS et DC ne présentaient aucune différence significative ($p > 0.05$) (86.18 et 89.80 µg/ml, respectivement). Alors que, le HD présente une la valeur CI₅₀ plus élevée de 176.01 µg/ml.

Nos résultats sont inférieurs à ceux rapportés par Ganeshan et Rismy (2019) qui ont obtenus une concentration CI_{50} pour le CAT des HE d'anis étoilé extraites par distillation réalisée avec le solvant de méthanol de 39.66 mg/ml.

Les différences enregistrées dans le rendement d'extraction, la composition chimique et l'évaluation de l'activité antioxydante des HE extraits par différentes méthodes pourraient être dues, d'une part, à des facteurs intrinsèques liés à la plante tels que l'origine, l'espèce végétale et l'organe considéré (Valnet, 1980). En effet, Bruneton (1993) et Smallfield (2001) rapportent que les conditions environnementales et climatiques, le stade et la période de récolte, le cycle végétatif ou les techniques et le temps de conservation peuvent influencer les rendements d'extraction, la composition chimique et l'activité antioxydante. D'autre part, les procédures d'extraction utilisées telles que la taille des particules, le choix et la concentration du solvant, l'épuisement, la température, la pression, le temps, le ratio ou les méthodes d'extraction (macération, décoction, infusion, hydro distillation, distillation à la vapeur, distillation clevenger, etc.) peuvent également jouer un rôle (Naczk et Shahidi, 2004 ; Zhou et Yu, 2004; Min et Chun-Zhao, 2005; Silva et al., 2007).

Conclusion

Conclusion

Les plantes aromatiques et médicinales jouent un rôle essentiel dans le patrimoine naturel et culturel de l'humanité, avec des caractéristiques uniques et une longue histoire d'utilisation à des fins thérapeutiques et esthétiques.

L'homme a exploité ces plantes présentes dans son environnement, qui constituent une source immense de substances et de composés naturels ayant de nombreuses activités biologiques (activité antibactérienne, antifongique, anti-inflammatoire, antioxydante, etc.).

L'objectif de notre étude est d'évaluer l'effet des méthodes d'extraction sur le rendement en HE d'*I.verum* (anis étoilé), la composition chimique et l'activité antioxydante à l'aide des tests DPPH, FRAP e et CAT.

Les résultats obtenus ont montrés que :

- La méthode d'extraction type distillation Clevenger DC a permis de fournir un rendement optimal de 8,50 %, ce qui est différent de ceux obtenus par Hydro-distillation HD et distillation à la vapeur DS, qui ont fournis des rendements d'extraction de 6.23 et 5.90 % , respectivement.
- La composition chimique des HE d'*I. verum* (anis étoilé) variée significativement avec la méthode d'extraction utilisée.
- En ce qui concerne l'efficacité de l'activité antioxydants par le test de piégeage des radicaux DPPH, aucune différence significative n'a été observée entre les deux méthodes d'extraction DS et DC. Cependant, le test pouvoir antioxydante ferrique réducteur FRAP a démontré que la méthode DC avait le plus grand pouvoir réducteur. Tandis que le test capacité antioxydante totales CAT a démontré que la méthode DS avait la plus grande capacité antioxydante.

À la lumière de ces résultats, il est possible d'affirmer que le rendement d'extraction ainsi que la capacité antioxydante des HE peut varier en fonction de la méthode d'extraction. Il est également nécessaire de réaliser différents tests afin d'évaluer le pouvoir antioxydant.

A l'issue de cette étude, et comme perspectives, ce qui sera important de :

- Comparer d'autres méthodes d'extraction des HE tel que la méthode assistée par micro-ondes et évaluer leurs efficacités par rapport à ceux obtenus dans cette étude.
- Évaluer l'activité antioxydante en utilisant d'autres tests tels que l'ABTS, CUPRAC, H₂O₂, etc.
- Travailler sur d'autres activités biologiques (antibactérienne, antifongique, antidiabetique, etc.).

Références bibliographiques

- Abdelkader, O., Bouchakour, T. (2018). Etude de l'activité insecticide de l'huile essentielle de *Syzygium aromaticum* et *Illicium verum* vis-à-vis *Aphis spiraeicola*. Mémoire de Master. Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem (Algérie). 38p.
- AFNOR. (2000). « Recueil de normes » : les huiles essentielles Tome 2. Monographies relatives aux huiles essentielles. AFNOR. Paris (France). 661-663.
- Akrab, C., Mouhadi, Z. (2019). Evaluation de l'activité antioxydante et antibactérienne des extraits des feuilles d'*Urtica dioica* L. Mémoire de Master. Université Frères Mentouri Constantine 1 (Algérie). p50.
- Aly, S. E., Sabry, B. A., Shaheen, M. S., Hathout, A. S. (2016). Assessment of antimycotoxigenic and antioxidant activity of star anise (*Illicium verum*) in vitro. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences (Online)*, 15(1)20–27.
- Amarar, K., Ladjaimi, M. (2020). Etude de l'activité antioxydante de composés phénoliques volatiles par DFT. Mémoire de Master. Université Saad Dahleb de Blida-1 (Algérie). p52.
- Asif, M., Yehya, A. H. S., Al-Mansoub, M. A., Revadigar, V., Ezzat, M. O., Ahamed, M. B. K., Majid, A. M. S. A. (2016). Anticancer attributes of *Illicium verum* essential oils against colon cancer. *South African Journal of Botany*, 103, 156-161.
- Athamnia, I., Djaibet, C., Zaghdoudi, G. (2018). Etude de l'activité antifongique des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis* L. et du *Thymus capitatus* L. sur des agents d'otomycose: Cas d'*Aspergillus niger*. Mémoire de Master. Université 8 Mai de Guelma (Algérie). p32.
- Bakkali, F., Averbeck, S., Averbeck, D., & Idaomar, M. Biological effects of essential oils – a review. *Food and chemical toxicology*, 46(2), 446-475, 2008.
- Bazizi, M. (2017). Extraction d'huile Essentielle de l'espèce végétale *Salvia officinalis* L. par hydrodistillation: Caractérisation physico chimique et modélisation paramétrique Mémoire de master. Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie). 76p.
- Benabed, K. H. (2018). Composition chimique et activité antioxydante des huiles essentielles et extraits phénoliques de deux espèces de la famille des Lamiaceae (Doctoral dissertation). Université Kasdi Merbah-Ourgla (Algérie). p84.
- Bensakhria, A. (2018). Toxicologie générale-Stress oxydatif. Université atholique Saint Antonio de Murcia.
- Benyahia, M., Sofiane, M. (2019). Analyse Physico Chimique et Activité Biologique de L'huile Essentielle d'Artémisia Herba Alba. Mémoire de Master. Université Kasdi Merbah Ouagla (Algérie). p49.

- Bernard, T., Perineau, F., Delmas, M., Gaset, A. (1989). Extraction of essential oils by refining of plant materials. II. Processing of products in the dry state: *Illicium verum Hooker* (fruit) and *Cinnamomum zeylanicum nees* (bark). *Journal Flavour and Fragrance*, 4(2), 85–90.
- Blois, M.S. (1958). Antioxidant determinations by the use of a stable free radical. *Nature*, 181:1199–1200.
- Boualleg, M., Bousnobra, R. (2021). Optimisation des paramètres d'extraction de l'huile essentielle de *Lavandula stoechas L.* et son application comme antifongique. Mémoire de Master. Université 8 Mai de Guelma (Algérie). p56.
- Boukhatem, F. (2017). Activité antibactérienne de l'huile essentielle de deux épices: *Syzygium Aromaticum* et *Illicium Verum*. Mémoire de Master. Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostganem (Algérie) .46p.
- Boukhatem, M. N., Ferhat, A., Kameli, A. (2019). Méthodes d'extraction et de distillation des huiles essentielles: *revue de littérature. Une*, 3(4), 1653-1659.
- Boumediene, N., Agha, O. (2014). Contribution à l'étude de l'activité biologique d'une espèce du genre *Rata* de Djebel Tessala (Algérie occidentale) et à la faisabilité d'un Plan de conservation. Département d'Agro-Foresterie, Université Abou Bekr Belkaid: Tlemcen (Algérie) p68.
- Bouras, M. (2018). Thèse de Doctorat : Évaluation de l'activité antibactérienne des extraits de certaines plantes de l'est algérien sur des souches résistantes aux antibiotiques. Université Badji Mokhtar-Annaba. (Algérie). p150.
- Brown, S. A., Biggerstaff, J., Savidge, G. F. (1992). Disseminated intravascular coagulation and hepatocellular necrosis due to clove oil. *Blood coagulation et fibrinolysis*, 3(5), 665-668.
- Bruneton, J. (1993). Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. Technique et documentation. *Lavoisier Ed.*, Paris, 418-419.
- Bruneton, J. (2009). Pharmacognosie - Phytochimie, plantes médicinales, 4ème éd., revue et augmentée, Tec et Doc. éditions médicales internationales, Paris : 1292.
- Burt, S. (2004). Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods— a review. *International journal of food microbiology*, 94(3), 223-253.
- Cai, M., Guo, X., Liang, H., & Sun, P. (2013). Microwave assisted ex-traction and antioxidant activity of star anise essential oil from *illicium verum Hook*. *Institute of Food Science and Technology*, 48(11), 2324-2330.
- Cavalli, J. F. (2002). Caractérisation par CPG/IK, CPG/SM et RMN du carbone-13 d'huiles essentielles de Madagascar Doctoral dissertation, Université Pascal Paoli.
- Chen, I., Chang, H., Yang, H., Chen, G. (2004). Evaluation of total activity of several popular vegetables and Chinese herbs: a fast approach with ABTS/H₂O₂/HRP system in micro plates, *Journal of food and drug analysis*; 29-33.

- Degryse A., Delpla I., Voinier M. (2008). Risque et bénéfices possibles des huiles essentielles. Ingénieure du Génie Sanitaire. Atelier santé environnement – IGS – EHESP – .94p.
- Deschepper, R. (2017). Variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la notion de chémotype en aromathérapie (Doctoral dissertation). faculté de Pharmacie de Marseille .p149.
- El Haib, A. (2011). Valorisation de terpènes naturels issus de plantes marocaines par transformations catalytiques. Doctoral dissertation, Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier.
- El Ouadi, Y., Manssouri, M., Bouyanzer, A., Majidi, L., Lahhit, N., Bendaif, H., Hammouti, B. (2015). Essential oil composition and antifungal activity of *Salvia officinalis* originating from North-East Morocco, against postharvest phytopathogenic fungi in apples. *Der Pharma Chemica*, 7(9), 95-102.
- Faucon M. Traité d'aromathérapie scientifique et médicale. *Sang de la terre* (2012). 880p.
- Frederich, M. (2018). Pharmacognosie I, Terpénoïdes et stéroïdes. Université de Liège.
- Ganeshan, L., Rismy, F. M. (2019). Determination of Phytochemicals of *Illicium verum* hook and its Antioxidant and Antimicrobial Properties of Ethanol, Methanol, Water and Chloroform Extracts. In *Proceedings of International Forestry and Environment Symposium*.
- Garneau, F. X., Collin, G. J. (2005). Huiles essentielles: de la plante à la commercialisation, le matériel végétal et les huiles essentielles. *Chicoutimi (Quebec)*, 1-16.
- Ghaoui, A., Hadjailia, R., Nouaouria H. (2023). Évaluation de l'activité antioxydante de deux plantes médicinales (*Calendula suffruticosa* et *Drimys anthericoides*). Mémoire de Master. 8 Mai Guelma (Algérie). p70.
- Guinebert, E., Durand, P., Prost, M., Grinand, R., Bernigault, R. (2005). Mesure de la résistance aux radicaux libres. *Acte du 6ème Journées de la Recherche Avicole*, S Malo, les, 30, 554-558.
- Gülenç, B.E. (2022). Comparison of different antioxydante assayse for estimation of antioxidant potential of selected fruit juice waste materials. Master's thesis, Middle East Technical University.
- Guo, L., Xie, M. Y., Yan, A. P., Wan, Y. Q., Wu, Y. M. (2006). Simultaneous determination of five synthetic antioxidants in edible vegetable oil by GC-MS. *Analytical and bioanalytical chemistry*, 386, 1881-1887.
- Habibou, H. H., Idrissa, M., Ikhiri Khalid, P., Benjamin, O. (2019). Activité Antioxydante des extraits méthanoliques de différents organes de *Detarium microcarpum* Guill. *Et Perr. Eur Sci J*, 15(12), 1857-7881.
- Hamzaoui, H., Elrahmane, N., Ketroussi, S. (2018). Evaluation de l'activité antioxydante des composés phénoliques issus de *Curcuma longa L.* Doctoral dissertation. université ibn khaldoun-tiaret (Algérie). p23.

- Khan, H. N., Rasheed, S., Choudhary, M. I., Ahmed, N., Adem, A. (2022). Anti-glycation properties of *Illicium verum* Hook.f. fruit in-vitro and in a diabetic rat model. *BMC Complementary Medicine and Therapies*, 22(1), 79.
- Laguerre M., López-Giraldo L. J., Lecomte J., Pina M., Villeneuve P., 2007, Outils d'évaluation in vitro de la capacité antioxydante, *journal OCL*. 14 (5), 278-292.
- Laiche, C., Mecheri, M. (2023). Extraction des huiles essentielles et hydrolats. Mémoire de Master. Université des Frères Mentouri Constantine (Algérie). p31.
- Larson, R. A. (1988). The antioxidants of higher plants. *Phytochemistry*, 27, 969-978.
- Lee, S. E., Ju, E. M., Kim, J. H. (2002). Antioxidant activity of extracts from *Euryale ferox* seed. *Exp. Mol. Med.*, 34, 100-106
- Li, H. B., Wong, C. C., Cheng, K. W., Chen, F. (2008). Antioxidant properties in vitro and total phenolic content in methanol extracts from medicinal plants. *LWT-Food Sci. Technol.*, 41, 385-390
- Loo, A., Richard, H. (1992). Nature, origine et propriétés des épices et des aromates bruts. *Épices et Aromates*. Richard H (ed.). Paris, Lavoisier, 18-22.
- Medjaheri, H., Mehadji, F. (2020). Etude du pouvoir antifongique des huiles essentielles de quatre plantes aromatiques (*Lavandula sp.*, *Origanum sp.*, *Salvia officinalis* et *Thymus sp.*) Vis-à-vis du champignon *Fusarium sp.* Mémoire de Master. Université de Mostaganem (Algérie). p42.
- Medjoujda, O. (2012). Méthodes d'études d'activité des antioxydants des plantes médicinales. Mémoire Licence. Université Kasdi Merbah Ouargl (Algérie). p39.
- Mehrabanjoubani, P., Nohooji, M. G., Karimi, E., & Abdolzadeh, A. (2021). The differences between *Froriepia subpinnata* (Ledeb) Baill. and *Pimpinella anisum* L. commonly named as anarijeh based on major components of the essential oil; a marker for resolve ambiguities. *J. Med. Plants*, 20, 59-71.
- Menaceur, F. (2015). Contribution à l'étude phytochimique et biologique de l'érigeron, du fenouil commun, de la lavande et du genévrier. Doctoral dissertation, ENSA. Ecole nationale supérieure agronomique El-Harrach – Alger (Algérie). p191.
- Messaoudi, S., Lahouazi, N. (2015). Activité antioxydante des extraits et des huiles de l'inule visqueuse. Projet de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur en génie chimique nationale polytechnique d'Alger (Algérie). p62.
- Min, G Chun-Zhao, L. (2005). Comparison of techniques for the extraction of flavonoids from cultured cells of *Saussurea medusa* Maxim. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 21, 1461-1463.
- Molyneux P., (2004), The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity; *Songklanakarin J. Sci. Technol.*, 26 (2) , 211-219

- Moon J. K., Shibamoto T. (2009). Antioxidant assays to plant and food components. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57, 1655-1666.
- Muhsinah, A. B., Maqbul, M. S., Mahnashi, M. H., Jalal, M. M., Altayar, M. A., Saedi, N. H., H., Alshehri, O. M., Shaikh, I. A., Khan, A. a. L., Iqbal, S. S., Khan, K. A., Dawoud, A., Mannasaheb, B. A., Azzouz, S., Mohammed, T. (2022). Antibacterial activity of *Illicium verum* essential oil against MRSA clinical isolates and determination of its phyto-chemical components. *Journal of King Saud University-Science*, 34(2), 101800.
- Naczk, M. Shahidi, F. (2004). Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal Of Chromatography A*, 1054, 95-111.
- Nasri Mabrouka, S. A. (2017). Activité antifongique d'huile de cade sur deux champignons pathogènes de la tomate; *Botrytis cinerea* et *Fusariumoxysporum*. Mémoire de Master. Université 8 Mai de Guelma (Algérie).
- Nasir, I. K. B. (2013). Extraction of star Anis (*illicium verum*) essential oil by ohmic heated hydrodistillation. Uni KL Institutional Repository.
- Nguyen, T. T. N., Trinh, N. Y., Le, P. K. (2021). Recovery Yield and Bioactivities Evaluation on Essential Oil and Ethanolic Extract of Star Anise (*Illicium verum Hook. f.*) . *CET Journal Chemical Engineering Transactions*, 83.
- Oke, F., Aslim, B., Ozturk, S., Altundag, S. (2009). Essential oil composition, antimicrobial and antioxidant activities of *Satureja cuneifolia Ten.* *Food Chemistry*, 112, 874-879.
- Ou, B. X., Huang, D. J., Hampsch, W. M. (2003). When east meets west: The relationship between ying-yang and anti-oxidation-oxidation. *FASEB J.*, 17, 127-129
- Outemsaa, B., Oubihi, A., Jaber, H., Haida, S., Kenfaoui, I., Ihamdan, R., Ouhssine, M. (2021). Chemical composition, antioxidant and antimicrobial activities of the essential oil of *Illicium verum*. In *E3S Web of Conferences. EDP Sciences* .319, 01052). -Oyaizu, M. (1986). Antioxidant activity of browning products of glucosamine fractionated by organic solvent and thin layer chromatography. *Nippon Shokulin Kogyo Gakkaishi*, 35:771-775.
- Ozen, T., Derahim, I., Aksit, H. (2010). Determination of antioxidant activities of various extracts and essential oil compositions of *Thymus praecox subsp. Skorpilii var. Skorpilii*. *Food Chemistry*, 124, 58-64
- Padmashree, A., Roopa, N., Semwal, A. D., Sharm, G. K., Agathian, G., Bawa, A. S. (2007). Star anise (*Illicium verum*) and black caraway (*Carum nigrum*) as natural antioxidants. *Food Chemistry*, 104(1), 59-66.
- Patra, J. K., Das, G., Bose, S., Banerjee, S., Vishnuprasad, C. N., del Pilar Rodriguez-Torres, M., Shin, H. S. (2020). Star anise (*Illicium verum*): Chemical compounds, antiviral properties, and clinical relevance. *Phytotherapy Research*, 34(6), 1248-1267.

- Piochon, M. (2008). Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la *flore laurentienne*: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse. Université du Québec à Chicoutimi. p156.
- Prieto, P., Pineda, M.,amp; Aguilar, M. (1999). Spectrophotometric Quantitation of Antioxidant Capacity through the Formation of a Phosphomolybdenum Complex: Specific Application to the Determination of Vitamin E. *Analytical Biochemistry*, 269(2), 337–341.
- Prior R.L., Wu X., Schaich K., 2005, Standardized Methods for the Determination of Antioxidant Capacity and Phenolics in Foods and Dietary Supplements, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53 : 4290-4302.
- Rafiq, A., Manzoor, B., Nayeem, M., Jabeen, A., Amin, Q. A. (2024). Extraction of essential oils. In *Extraction Processes in the Food Industry*. Woodhead Publishing. 279-298.
- Rakotomalala, H. (2004). Etude des huiles essentielles de *Cedrelopsis grevei*. Caractérisation–identification des constituants, activités biologiques. Doctoral dissertation. université d'Antananarivo.
- Saaidani, A., Khabatti, O. (2023). Fabrication d'une crème apaisante et hydratante pour brûlures et coups de soleil à base des huiles essentielles de *Camomille* et de *Lentisque*. Mémoire de Master. Université 8 Mai de Guelma (Algérie). p107.
- Sahoo, M.R., Varrier, R., Balatripura Sundari, h., Balaguru, G., Anitha Kumari, R., Guruvaarappan, P., Ramsh, K., Mageswari, H. (2023). Phytochemical profiling of essential oils extracted from *Myristica fragrans*, *Illicium verum*, *Syzygium aromaticum*, *Foeniculum vulgare*, and *Cinnamomum cassia* using TLC, HPTLC, GC techniques and evaluation of their antimicrobial activities. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*. 12(4):117–126.
- Samate Abdoul, D. (2001). Composition chimique d'huiles essentielles extraites de plantes aromatiques de la zone soudanaise du Burkina Faso: Valorisation. Univ. de Ouagadougou, Burkina Faso.
- Sell, C.S. 2006. *The Chemistry of Fragrance. From Perfumer to Consumer*. 2nd edition. The Royal Society of Chemistry. Cambridge. 329 p.
- Sharafan, M., Jaferník, K., Ekiert, H., Kubica, P., Kocjan, R., Blicharska, E., Szopa, A. (2022). *Illicium verum* (Star Anise) and *Trans-Anethole* as valuable raw materials for medicinal and cosmetic applications. *Molecules* . 27(3), 650.
- Sharifi-Rad, M., Anil Kumar, N. V., Zucca, P., Varoni, E. M., Dini, L., Panzarini, E., Sharifi-Rad, J. (2020). Lifestyle, oxidative stress, and antioxidants: back and forth in the pathophysiology of chronic diseases. *Frontiers in physiology*, 11, 694.
- Sijelmassi, A. (1991). *Les plantes médicinales du Maroc*, ed Le Fennec, Casablanca. p44

- Silva, E. M., Rogez, H., Larondelle, Y. (2007). Optimization of extraction of phenolics from *Inga edulis* leaves using response surface methodology. *Separation and purification technology*, 55(3), 381-387.
- Smallfield, B. (2001). Introduction to growing herbs for essential oils, medicinal and culinary purposes. *Crop and Food Research*, 45, 1-4.
- Thormar, H. (2011). Lipids and essential oils as antimicrobial agents. University of Iceland, Reykjavik, Iceland. p307.
- Valnet, J., (1980). Aromathérapie : traitement des maladies par les essences des plantes. 9e Ed. Maloine. 510 p.
- Vangelder, V. (2017). L'aromathérapie dans la prise en charge des troubles de santé mineurs chez l'adulte à l'officine .Doctoral dissertation. Université de Lille 2, (France).
- Venkatachalam U., Muthukrishnan S., (2012). Free radical scavenging activity of ethanolic extract of *Desmodium gangeticum*. *Journal of Acute Medicine*, 2(2), p 36–42.
- Wang, Q., Jiang, L., & Wen, Q. (2007). Effect of three extraction methods on the volatile component of *Illicium verum* Hook. f. analyzed by GC-MS. *Wuhan University Journal of Natural Sciences*, 12, 529-534.
- Yang, C. H., Chang, F. R., Chang, H. W., Wang, S. M., Hsieh, M. C. and Chuang, L. Y., (2012). Investigation of the antioxidant activity of *Illicium verum* extracts. *Journal of Medicinal Plants Research*, 6(2), 314-324. 10.5897/jmpr11.983
- Yang, J. F., Yang, C. H., Chang, H. W., Yang, C. S., Wang, S. M., Hsieh, M. C., Chuang, L. Y. (2010). Chemical composition and antibacterial activities of *Illicium verum* against antibiotic-resistant pathogens. *J. Med. Food*, 13, 1-9.
- Zhai, Y., Sun, S., Wang, Z., Cheng, J., Sun, Y., Wang, L., Zhang, Y., Zhang, H., & Yu, A. (2009). Microwave extraction of essential oils from dried fruits of *illicium verum* Hook.f. and *cuminum cyminum* L. using ionic liquid as the microwave absorption medium. *Journal of Separation Science*, 32(20), 3544-3549
- Zhou, K. Yu, L. (2004). Effects of extraction solvent on wheat bran antioxidant activity estimation. *LWT - Food Science and Technology*. 37, 717-721.

Annexes

Method report

GC- MS analyse:

The analysis of the samples was carried out in the Technical Platform of Physico-Chemical Analysis (PTAPC-CRAPC)-Laghouat-Algeria, using a SHIMADZU GCMS-QP2020 Instruments, equipped with a fused Rxi®-5ms capillary column (Phase: Crossbond® 5% diphenyl/ 95% dimethyl polysiloxane) its dimensions are: 30 m × 0.25 mm and 0.25 µm film thickness, this column has similar phase to the following columns: HP-1ms, HP-1msUI, DB-1ms, DB-5ms, DB-1msUI, Ultra-1, VF-1ms, ZB-1, ZB-1ms and considered also equivalent to USP G1, G2, G38 phases. A volume of 0.5µL diluted sample in n-hexane was injected in split mode (1:80). Injector and detector temperatures were maintained at 250°C and 310°C, respectively the column temperature was programmed at: 50°C fixed for 2 min then increased to 310°C with an increase increment of 3°C/min, and then maintained at 310°C for 2 min. The carrier gas used was helium (99.995% purity) with a flow rate of 1 mL/min. The mass spectrometer conditions were as follow: ionization voltage 70 eV, ion source temperature 200°C, and electron ionization mass spectra were acquired over the mass range of 45-600 m/z.

In case you would like to calculate the retention indices, you should use the following formula (Kovats formula):

$$\text{LRI} = 100 \times \left(\frac{t_x - t_n}{t_{n+1} - t_n} \right) + 100 \times n$$

Where:

LRI: Linear Retention Indices.

t_x : Retention time of targeted pick component.

t_n : Retention time of C_n alkane (lower bound n-alkane).

t_{n+1} : Retention time of C_{n+1} alkane (higher bound n-alkane).

The used n-alkanes serial in this analyses was (n-C₇-C₃₃).

The analyses of the samples were achieved by Miss Kherifi Hadda

Affiliation: Centre de Recherche scientifique et technique en analyses physico chimiques (CRAPC)-PTAPC- Laghouat, Algérie.

Technical platform of physico chemical analyses of Laghouat (TPPCA-CRAPC)

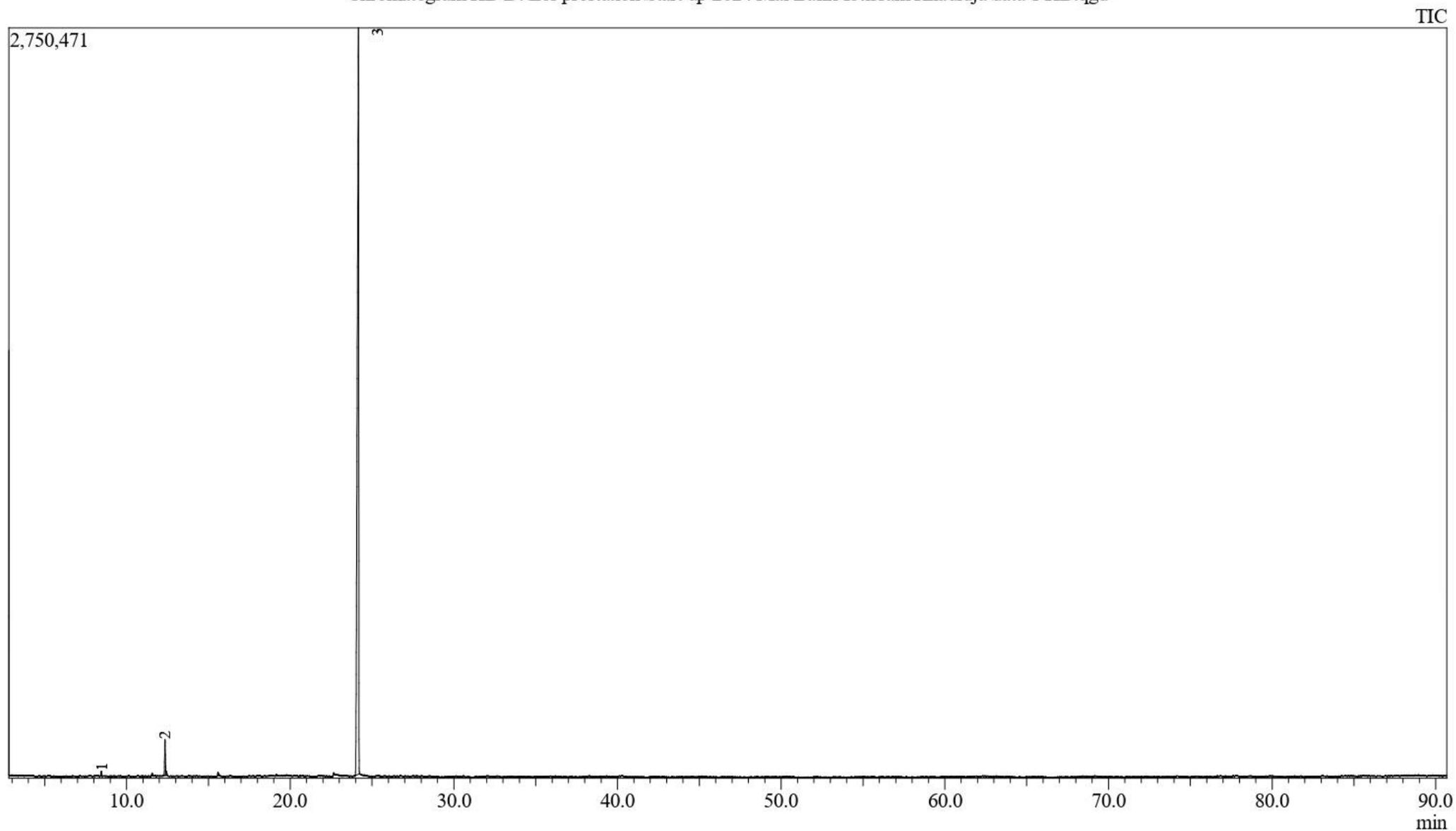
Email: ptapc.laghouat@gmail.com

Peak Report TIC

Peak#	R.Time	Area%	Similarity	Name
1	8.459	0.25	96	Pinene <alpha->
2	12.346	2.47	97	D-Limonene
3	24.170	97.28	97	Anethole <(E)->
		100.00		

Technical platform of physico chemical analyses of Laghouat (TPPCA-CRAPC)
Email: ptapc.laghouat@gmail.com

Chromatogram HD D:\Les prestation\Start up\2024\Mai\Bahri Ibtissam Khadidja\data 1\HD.qgd



Technical platform of physico chemical analyses of Laghouat (TPPCA-CRAPC)

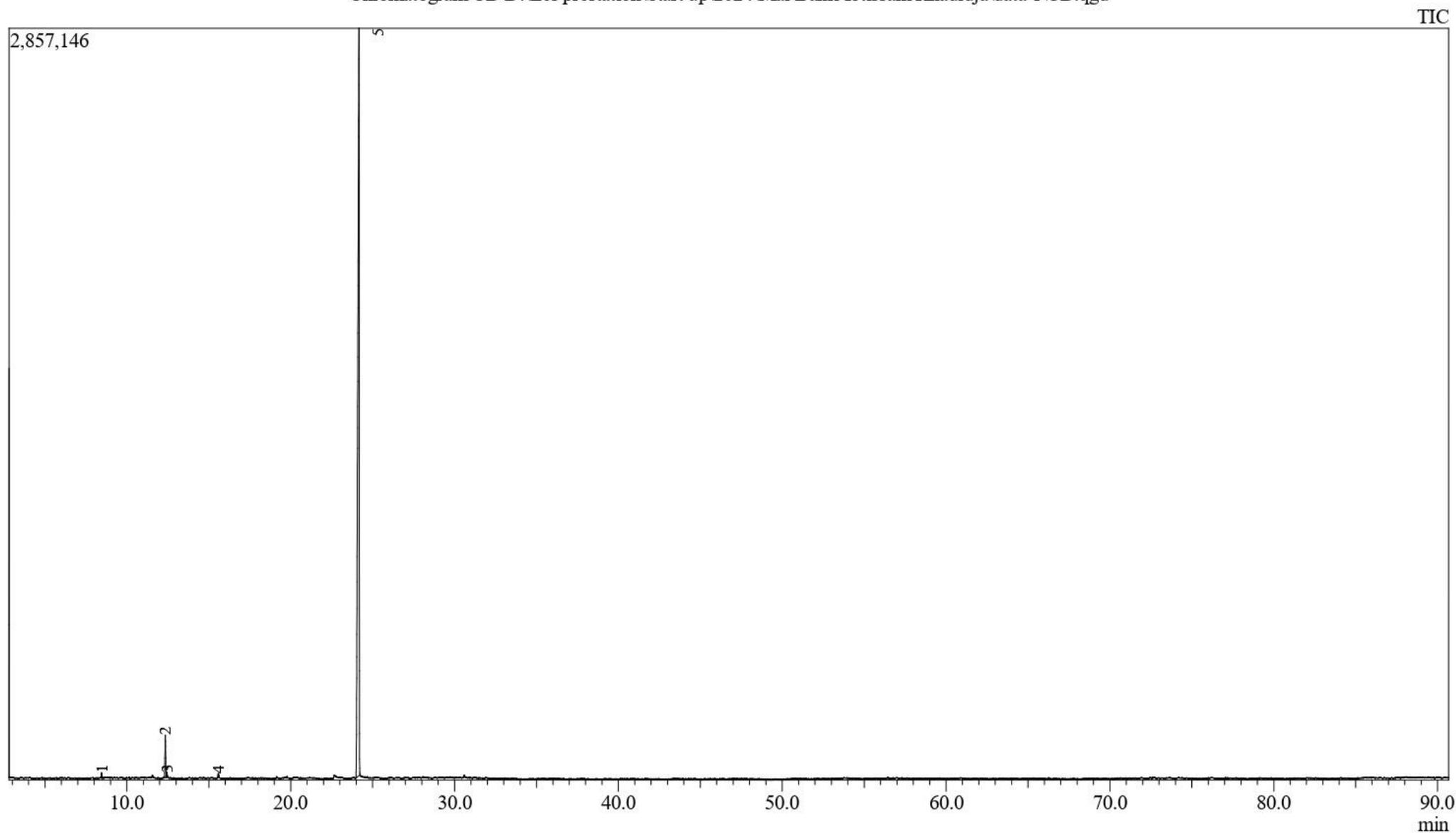
Email: ptapc.laghouat@gmail.com

Peak Report TIC

Peak#	R.Time	Area%	Similarity	Name
1	8.454	0.29	95	2-Pinene
2	12.343	2.81	97	D-Limonene
3	12.440	0.34	85	2-Oxabicyclo[2.2.2]octane, 1,3,3-trimethyl-
4	15.578	0.30	91	1,5-Dimethyl-1-vinyl-4-hexenyl 2-aminobenzoate
5	24.168	96.26	97	Anethole <(E)->
		100.00		

Technical platform of physico chemical analyses of Laghouat (TPPCA-CRAPC)
Email: ptapc.laghouat@gmail.com

Chromatogram CD D:\Les prestation\Start up\2024\Mai\Bahri Ibtissam Khadidja\data 1\CD.qgd



Technical platform of physico chemical analyses of Laghouat (TPPCA-CRAPC)

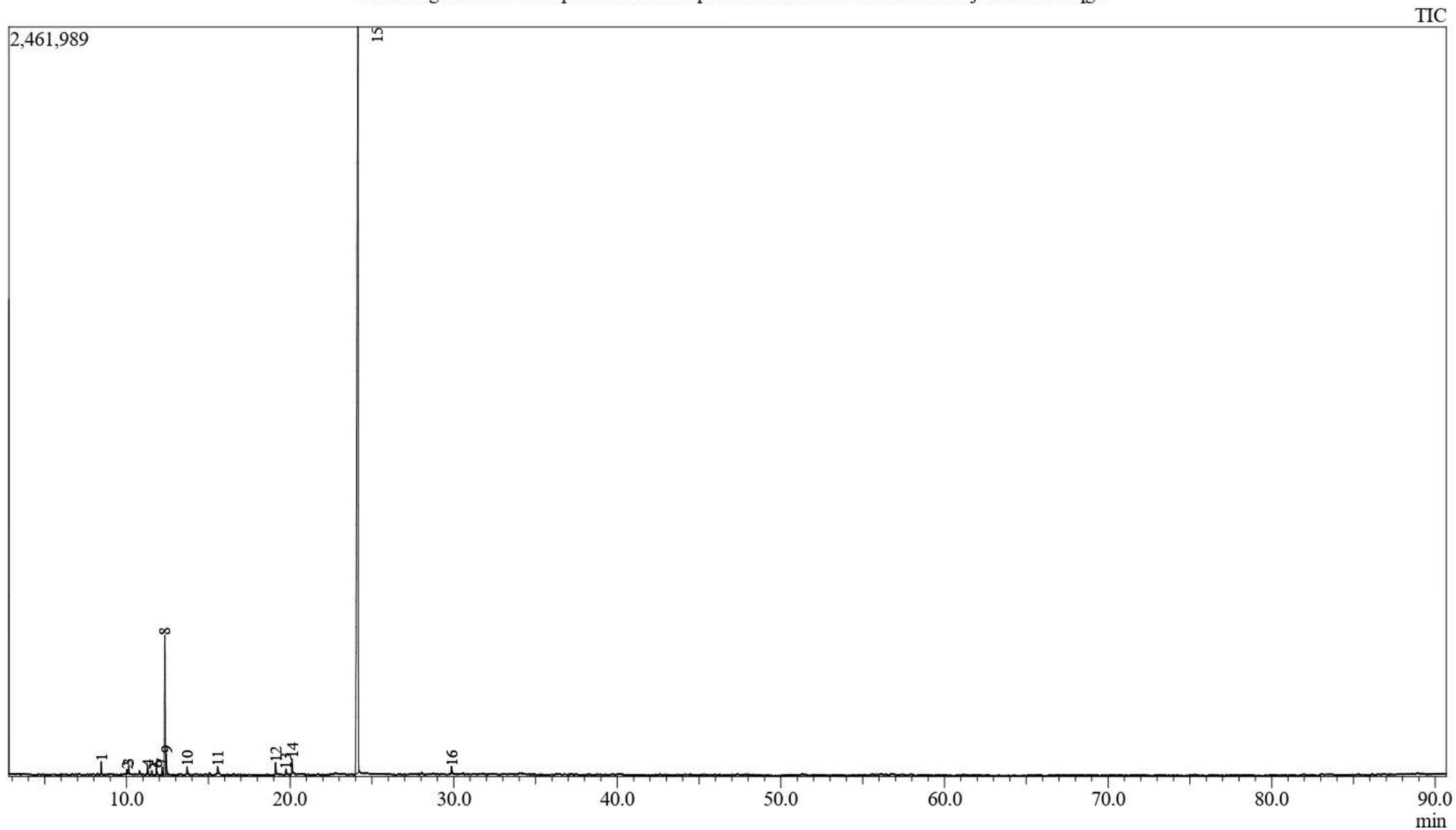
Email: ptapc.laghouat@gmail.com

Peak Report TIC

Peak#	R.Time	Area%	Similarity	Name
1	8.449	0.71	96	2-Pinene
2	10.015	0.25	94	Sabinene
3	10.120	0.48	96	Pinene <beta->
4	11.288	0.46	95	.alpha.-phellandrene (only name in Wiley6)
5	11.548	0.23	94	3-Carene
6	11.835	0.39	93	1,3-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-
7	12.167	0.47	95	o-Cymene
8	12.343	8.79	91	Cyclohexene, 3-methylene-6-(1-methylethyl)-
9	12.422	1.33	83	2-Oxabicyclo[2.2.2]octane, 1,3,3-trimethyl-
10	13.708	0.39	96	.gamma.-Terpinene
11	15.578	0.41	92	1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl-
12	19.104	0.88	87	Bicyclo[3.1.0]hexan-2-ol, 2-methyl-5-(1-methylethyl)-, (1.alpha.,2.alpha.,5.alpha.)-
13	19.743	0.35	93	.alpha.-Terpineol
14	20.104	1.03	97	Estragole
15	24.144	83.33	97	Anethole <(E)->
16	29.874	0.50	96	Caryophyllene
		100.00		

Technical platform of physico chemical analyses of Laghouat (TPPCA-CRAPC)
Email: ptapc.laghouat@gmail.com

Chromatogram DS D:\Les prestation\Start up\2024\Mai\Bahri Ibtissam Khadidja\data 1\DS.qgd



Résumé

Le présent travail consiste à évaluer l'effet des différentes méthodes d'extraction des huiles essentielles d'anis étoilé (Hydro-distillation HD, distillation à la vapeur DS, distillation Clevenger DC) sur le rendement d'extraction, la composition chimique ainsi que sur leurs activités antioxydantes vis-à-vis les tests suivants : piégeage des radicaux libres (DPPH), pouvoir réducteur du fer (FRAP) et capacité antioxydante totale (CAT). Les résultats obtenus ont montrés que la méthode d'extraction type distillation Clevenger DC a permis de fournir un rendement optimal de 8,50 %, alors que l'Hydro-distillation HD et distillation à la vapeur DS ont fournis des rendements d'extraction de 6,23 et 5,90 %, respectivement. Le test DPPH n'a montré aucune différence significative entre les méthodes d'extraction DS et DC. Par contre, le test FRAP a montré que la méthode DC avait le plus grand pouvoir réducteur. Tandis que le test CAT a montré que la méthode DS avait la plus grande capacité antioxydante. Nos résultats ont montrés clairement que la capacité des HE d'anis étoilé à combattre l'oxydation diffère selon la méthode d'extraction, c'est pourquoi nous recommandant de réaliser plusieurs tests pour évaluer l'activité antioxydante des HE.

Mots clé : HE, *illicium verum* ; rendement ; activité antioxydante ; clevenger ; hydrodistillation ; distillation à la vapeur

ملخص

يتطرق العمل الحالي إلى تقييم تأثير الطرق المختلفة لاستخلاص الزيوت الأساسية من نجمة الأرض بواسطة (التقطير المائي HD, DC Clevenger , التقطير بالبخار DS)

على كل من محصول الاستخلاص، التركيب الكيميائي وكذلك على أنشطتها المضادة للأكسدة عن طريق التجارب التالية: مسح الجذور الحر، قوة اختزال الحديد، والقدرة الكلية لمضادات الأكسدة.

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن طريقة الاستخلاص DC قدمت محصولاً مثالياً قدره 8.50% في حين أن التقطير المائي HD والتقطير بالبخار DS قدما محصولاً قدره 6.23 و 5.90% على التوالي. أظهر تجارب مسح الجذور الحر عدم وجود فرق كبير بين طرق الاستخراج التقطير بالبخار و التقطير Clevenger.

من ناحية أخرى تجارب قوة اختزال الحديد أن طريقة DC لديها أكبر قوة تخفيض. بينما أظهر اختبار القدرة أظهر

الكلية لمضادات الأكسدة أن طريقة التقطير بالبخار لديها أعلى قدرة مضادة للأكسدة.

كما أظهرت النتائج بوضوح أن قدرة نجمة الأرض على مكافحة الأكسدة تختلف باختلاف طريقة الاستخلاص. ولهذا نوصي بإجراء عدة اختبارات لتقييم نشاط مضادات الأكسدة للزيوت الأساسية.

الكلمات المفتاحية: Clevenger, الزيوت الأساسية, نجمة الأرض, المحصول, النشاط المضاد للأكسدة, لتقطير المائي, التقطير بالبخار.

Abstract

The present work consists of evaluating the effect of different methods of extraction of star anise essential oils (Hydro-distillation HD, steam distillation DS, Clevenger DC distillation) on the extraction yield chemical composition as well as on their antioxidant activities. with respect to the following tests: free radical scavenging (DPPH), iron reducing power (FRAP) and total antioxidant capacity (TAC). The results obtained showed that the Clevenger DC distillation type extraction method provided an optimal yield of 8.50%, while Hydro-distillation HD and steam distillation DS provided extraction yields of 6.23 and 5.90%, respectively. The DPPH test showed no significant difference between the DS and DC extraction methods. On the other hand, the FRAP test showed that the DC method had the greatest reducing power. While the TAC test showed that the DS method had the highest antioxidant capacity. Our results clearly showed that the ability of star anise EOs to combat oxidation differs depending on the extraction method, which is why we recommend carrying out several tests to evaluate the antioxidant activity of EOs.

Key words: EOs, *illicium verum*; yield ; antioxidant activity; clevenger; hydrodistillation ; steam distillation