



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Ziane Achour – Djelfa
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Agronomiques et Vétérinaires



Projet de fin d'étude
En vue de l'obtention du diplôme de master
Filière : Sciences Alimentaires
Option : agroalimentaire et contrôle de qualité

Caractérisation chimique de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii* Boiss. et Reut. dans la région de Djelfa

Présenté par :

- **BENZID Zohra Malak**

Soutenu le :04 /10/2023

Devant le jury compose de :

Dr. T. LAHRECHE

Université de Djelfa Président

Dr .F. BENMOUEFEKI

Université de Djelfa Examineur

Dr. M.KACIMI EL HASSANI

Université de Djelfa Promoteur

Année universitaire 2022-2023

Remerciements

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Allah pour m'avoir donnée l'opportunité de réaliser ce travail.

Ma sincère reconnaissance va aux honorables membres du jury pour avoir gracieusement accepté d'évaluer ce travail.

Je remercie chaleureusement Dr. Mohamed KACIMI EL HASSANI, mon dévoué promoteur pour ses précieux conseils et son soutien indéfectible qui m'ont accompagnée tout au long de la réalisation de ce projet de fin d'étude.

Enfin, je suis profondément reconnaissante à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail

Dédicace

Je dédie ce mémoire

À ma très chère mère

À ma famille, Saïf et Nour El Houda et ma chère tante Aïcha

À ma chère sœur CHAIMA

Et à mes collègues de travail Achouak et Djihane

Liste des abréviations

- AC:** Absorbance en absence de l'inhibiteur,
AE: Absorbance en présence de l'inhibiteur,
°C: degré Celsius,
CLHP: chromatographie liquide à haute performance,
CO₂: Dioxyde de carbone,
CPG: Chromatographie en phase gazeuse,
DMAPP: Diméthylallylpyrophosphate,
EFS: Extraction par un fluide supercritique,
ERO: Espèce réactive de l'oxygène,
ESAAM: Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes,
F: feuille,
FID: Flame ionisation detector,
FMC: Food Machinery Corporation-in-line,
FPP: Farnésylpyrophosphate,
FTIR: Fourier-transform infrared spectroscopy,
GC-MS: Gas chromatography-mass spectrometry,
GPP: Géranylpyrophosphate,
HD: Hydrodistillation,
HE: huile essentielle,
HETF: Huile essentielle de *Thymus fontanesii*,
I %: Pourcentage d'inhibition,
IC₅₀: Half maximal inhibitory concentration,
IPP: Isoprenoylpyrophosphate,
Min : minute,
MgSO₄: Sulfate de magnésium anhydre,
MS: Masse spectrometry,
OMS: Organisation mondiale de la santé,
pH: potentiel hydrogène,
R: Rendement,
T: tige,
Tr: temps de rétention,
UV-Vis: Ultraviolet-visible,

Liste des figures

Figure 1: Thymus fontanesii.....	6
Figure 2: Structure de quelques composés des huiles essentielles.	11
Figure 3: Montage d'extraction par entrainement à la vapeur d'eau.	16
Figure 4: Montage d'extraction par Hydrodistillation.	17
Figure 5: Technique d'extraction par solvant.	18
Figure 6: Extraction assistée par microondes.	19
Figure 7: Technique d'extraction par fluides supercritiques.	20
Figure 8: Montage d'hydrodistillation.	24
Figure 9: Extraction liquide/liquide.....	25
Figure 10: Filtration du distillat.....	26
Figure 11: Evaporation rotative.....	26
Figure 12: l'huile essentielle de T. fontanesii.....	26
Figure 13: Appareil de GC/MS.....	27
Figure 17 : Intégration du chromatogramme de l'huile essentielle de Thymus fontanesii.....	32
Figure 18 : Chromatogramme de l'huile essentielle de Thymus fontanesii.....	32

Liste des tableaux

Tableau 1: Classification de <i>Thymus fontanesii</i>	7
Tableau 2: Rendement en huile essentielle du <i>Thymus fontanesii</i>	29
Tableau 3: Rendement en huile essentielle du <i>Thymus fontanesii</i> en littérature.	30
Tableau 4: La composition chimique de l'huile essentielle de <i>Thymus fontanesii</i>	33
Tableau 5: Composition chimique de l'huile essentielle de <i>Thymus fontanesii</i> dans la littérature.....	36

Sommaire:

<i>Remerciements</i>	
<i>Dédicace</i>	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale	1
Chapitre I :Plantes aromatiques et médicinales	4
I.1. Les plantes aromatiques et médicinales:.....	5
I.1.1. Définitions :.....	5
I.1.2. Importances des plantes aromatiques et médicinales :.....	5
I.2. <i>Thymus fontanesii</i> :	6
I.2.1. Présentation de la plante:	6
I.2.2. Description botanique:	7
I.2.3. Propriétés thérapeutiques de cette plante:	7
I.2.4. Composition chimique:	8
Chapitre II :Généralités sur les huiles essentielles	9
II. Généralités sur les huiles essentielles :.....	10
II.1. Définition :.....	10
II.2. Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles :.....	10
II.3. Composition chimique des huiles essentielles :.....	10
II.4. Localisation et rendement en huiles essentielles :.....	13
II.5. Critères déterminants la qualité des huiles essentielles :.....	13
II.6. Caractérisation des huiles essentielles:	14
II.7. Domaine d'utilisation et activités biologiques des huiles essentielles	14
II.10. Toxicité des huiles essentielles:.....	Error! Bookmark not defined.
II.9. Méthodes d'extraction des huiles essentielles:	16
II.10. Analyse des huiles essentielles :.....	20
chapitre III :Matériel et méthodes	22
III. Matériel et méthodes :.....	23
III.1. Matériel végétale :.....	23
III.2. Matériels physiques :.....	23

III.3. Matériels chimiques :	23
III.4. Extraction de l'huile essentielle :	24
III.5. Analyse chromatographique :	26
Chapitre IV :Résultats et discussion	28
IV. Résultats et discussion :	29
IV.1. Rendement en huile essentielle :	29
IV.2. Composition chimique de l'huile essentielle :	32
Conclusion	38
Références bibliographiques	40
الملخص	
Résumé	
Abstract	

Introduction générale

Introduction générale

Depuis les civilisations anciennes jusqu'à l'ère contemporaine, les progrès scientifiques ont mis en lumière les qualités avantageuses des plantes médicinales et de leurs huiles essentielles. Ces extraits botaniques se sont révélés efficaces pour soigner, détendre, embellir et créer des parfums, en raison de leur faible toxicité. Cette pratique, connue sous le nom d'"aromathérapie", consiste à utiliser des huiles essentielles pour traiter toute une série de symptômes.¹

Selon l'Organisation mondiale de la santé, plus de 80 % de la population mondiale dépend fortement de la médecine traditionnelle comme principale source de soins de santé, principalement en raison de la pauvreté et de l'accès limité aux services médicaux modernes.²

L'Algérie possède une abondance significative de plantes aromatiques et médicinales qui trouvent leur utilité dans divers domaines tels que la pharmacie, la parfumerie, les cosmétiques et le secteur agroalimentaire. Ces plantes possèdent des attributs thérapeutiques, sensoriels et odorants, offrant des ressources précieuses telles que les huiles essentielles et les extraits qui sont souvent des mélanges complexes avec une valeur ajoutée substantielle.³

Dans ce contexte, nous nous sommes intéressés à un membre de la famille des Lamiacées : *Thymus fontanesii* L, communément appelé Zateur. Le thym est une plante aromatique très répandue en Algérie et largement utilisée par la population locale pour ses propriétés curatives.^{4,5}

Dans le domaine de la médecine traditionnelle et populaire algérienne, *T. fontanesii* sert d'antispasmodique, de carminatif, d'stomachique, d'expectorant, d'antitussif, d'antiseptique et d'anthelminthique pour certaines affections gastro-intestinales et respiratoires.⁵

L'objectif principal de notre recherche est de mettre en lumière la composition chimique des huiles essentielles dérivées de *Thymus fontanesii* Boiss. & Reut.

Introduction générale

Cette étude est divisée en deux parties fondamentales : La première partie comprend une analyse documentaire complète de la plante en question, tandis que la seconde partie comprend une exploration expérimentale, organisée en deux chapitres au sein de cette dissertation.

- Le premier chapitre décrit l'équipement et les méthodologies employées pendant la partie expérimentale:
 - l'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation
 - Analyse chromatographique de l'huile essentielle.
- Le deuxième chapitre présente et analyse des résultats obtenus leurs discussions. Et enfin, nous finirons par une conclusion et perspectives.

Chapitre I :

Plantes aromatiques et médicinales

I.1. Les plantes aromatiques et médicinales :

I.1.1. Définitions :

Selon l'Organisation mondiale de la santé (OMS), une plante médicinale est définie comme une plante qui contient dans un ou plusieurs de ses organes des substances qui peuvent être utilisées à des fins thérapeutiques ou servir de précurseurs pour la semi-synthèse chimio-pharmaceutique. La notion de plantes aromatiques se rapporte aux plantes émettant un arôme parfumé ou sucré, souvent appelées plantes à huiles essentielles. Ces huiles essentielles se concentrent dans des organes ou des segments spécifiques de la plante. En d'autres termes, il s'agit de plantes dont les feuilles, les fleurs, les tiges, les fruits, l'écorce ou les racines possèdent une concentration adéquate de molécules aromatiques. Les huiles essentielles constituent les principaux composants actifs des plantes aromatiques et médicinales.⁶

Sur le nombre considérable d'espèces végétales (estimé entre 800 000 et 1 500 000 par les botanistes), seulement 10 % environ sont classées comme aromatiques. Cependant, la capacité d'accumuler des huiles essentielles est une caractéristique que l'on retrouve dans certaines familles de plantes dispersées dans tout le règne végétal. Les familles dicotylédones sont particulièrement importantes dans ce contexte, puisqu'elles comprennent des familles telles que les Apiacées, les Astéracées, les Géraniacées, les Liliacées et les Lamiacées.^{7,8}

I.1.2. Importances des plantes aromatiques et médicinales :

Les plantes aromatiques et médicinales, ainsi que leurs huiles essentielles, ont des applications étendues dans la vie quotidienne, allant des herbes séchées aux extraits. De nombreux composés naturels issus des plantes aromatiques ont été identifiés dans le monde entier, et beaucoup d'entre eux trouvent une utilité dans la médecine traditionnelle pour la prévention et le traitement des maladies. Ces plantes représentent un réservoir précieux de médicaments et de produits de bien-être potentiels, suscitant un intérêt croissant de la part de divers secteurs tels que la pharmacie, la parapharmacie, les cosmétiques, la parfumerie, etc. En Algérie, la production de ces plantes atteint quelques centaines de stères par an, un chiffre relativement faible au regard du potentiel du pays. Parmi les plantes les plus recherchées sur le marché algérien et par les herboristes, le thym, objet de notre étude, occupe une place importante.^{6,7,9}

I.2. *Thymus fontanesii*:

I.2.1. Présentation de la plante:

Le terme "thym" provient du mot grec "Thymos", qui se traduit par "odeur". Son arôme est agréable, puissant, frais et balsamique. Dans la Rome antique, les philosophes consommaient des boissons infusées au thym avant de commencer leur travail. Ce stimulant influençait à la fois leurs fonctions mentales en améliorant l'intelligence, la mémoire et la concentration pendant les périodes de fatigue mentale, de stress et de travail excessif, ainsi que leur bien-être physique. Il favorise la circulation artérielle, augmente la tension artérielle, revigore le foie, facilite la digestion et renforce le système immunitaire. Le thym est largement utilisé comme ingrédient aromatique dans les créations culinaires telles que les soupes, les sauces et les viandes, en particulier dans la cuisine méditerranéenne.^{4,5}



Figure 1:*Thymus fontanesii*.¹⁰

I.2.1.1. Noms vernaculaires:

- En Français:

- ❖ Thym.¹¹

- En Arabe:

- ❖ Zaateur. ¹¹

I.2.1.2. Nom scientifique:

- ❖ *Thymus fontanesii* Boiss et Reut. ¹¹

I.2.2. Description botanique:

Le thym, arbuste odorant, se développe naturellement sur le Vieux Continent. On le trouve dans la région macaronésienne (y compris les îles Canaries, les Açores et Madère), en Afrique du Nord (Maroc, Tunisie, Algérie et Libye), dans la péninsule du Sinaï (Égypte), dans la péninsule ibérique (Espagne), ainsi qu'en Sibérie et en Europe du Nord. Néanmoins, la majorité des espèces de thym sont concentrées autour du bassin méditerranéen.¹²⁻¹⁴

I.2.2.1. Caractères botaniques:

Le genre *Thymus* représente une plante odorante, semi-ligneuse, à port dressé ou prostré. En Algérie, ce genre comprend 12 espèces distinctes. L'espèce *Thymus fontanesii* est exclusive à l'Algérie et à la Tunisie, et habite principalement les prairies et les maquis de la région de Tel ! Elle se caractérise par un calice à cinq dents allongées, subulées, dépassant la longueur du tube, et une lèvre supérieure divisée en son tiers supérieur. Ses tiges robustes sont dressées et ses feuilles oblongues et lancéolées sont partiellement interrompues à la base. Les fleurs, blanches ou pâles, sont légèrement plus longues que le calice.¹¹

I.2.2.2. Systématique de *Thymus fontanesii*:

Selon les travaux de Quezel et Santa (1963), la classification qu'occupe *Thymus fontanesii* dans la systématique est la suivante:¹¹

Tableau 1: Classification de *Thymus fontanesii*.

Embranchement:	Phanérogames ou Spermaphytes
Sous-embranchement:	Angiospermes
Classe:	Eudicots
Sous-classe:	Astéridées
Ordre:	Lamiales
Famille:	Lamiacées
Genre:	<i>Thymus</i>
Espèce:	<i>Thymus fontanesii</i> Boiss. et Reut.

I.2.3. Propriétés thérapeutiques de la plante étudiée :

Le thym est utilisé depuis longtemps pour ses vertus médicales, notamment comme antiseptique, antispasmodique et antitussif. L'huile de thym est appréciée pour ses puissantes propriétés stimulantes et

antimicrobiennes, souvent qualifiées d'"antibiotiques du pauvre". Elle combat efficacement les maladies microbiennes et sert d'antiseptique naturel puissant. Les qualités antimicrobiennes et antioxydantes de l'huile sont attribuées à sa teneur élevée en composés phénoliques, notamment le thymol, le carvacrol et le p-cymène-2,3-diol. En outre, *Thymus fontanesii* est traditionnellement utilisé à diverses fins, notamment contre les rhumes, les bronchites et les problèmes gastro-intestinaux. Son huile essentielle présente également de puissants effets antibactériens contre plusieurs souches.⁴

I.2.4. Composition chimique:

Le genre *Thymus* comprend une diversité considérable d'espèces et de variantes, ce qui a donné lieu à de nombreuses études sur les huiles essentielles de ce groupe. Les recherches ont démontré que les huiles essentielles de différentes espèces de *Thymus* sont caractérisées par une prédominance de thymol et/ou de carvacrol, accompagnés de linalol, p-cymène, γ -terpinène, bornéol, terpinène-4-ol, et 1,8-cinéole.

Le rendement en huile essentielle de *Thymus fontanesii* est particulièrement faible, environ 1,9 %. L'analyse par GC-MS de l'huile essentielle extraite de cette plante, récoltée à Sétif (Algérie), a mis en évidence un composé prédominant, le thymol (67,8 %), suivi du γ -terpinène (15,9 %) et du p-cymène (13,0 %).⁴

Chapitre II :

Généralités sur les huiles essentielle

II. Généralités sur les huiles essentielles :

II.1. Définition :

Les huiles essentielles, ou simplement les parfums, sont des produits volatils, légèrement aromatiques, généralement liquides à température ambiante et insolubles dans l'eau. Ils se caractérisent par leur parfum, propre à la plante ou à l'organe végétal dont ils sont issus, et qui leur confère leur valeur économique en tant que matière première pour l'industrie de la parfumerie et de la cosmétique. Les huiles essentielles sont des mélanges de produits ou produits obtenus à partir de matières d'origine végétale, soit par l'expression de l'exocarpe des agrumes, soit par distillation sèche.¹⁵

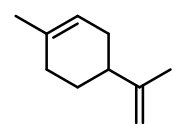
Cette définition assez stricte exclut les produits obtenus par extraction à l'aide de solvants organiques et les produits obtenus par d'autres procédés (fluide, fantaisie). Les produits obtenus par ces procédés présentent un grand intérêt dans des domaines tels que le médicament, la parfumerie, la cosmétique, l'agroalimentaire, l'industrie pharmaceutique, etc.¹⁶

II.2. Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles :

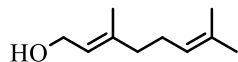
Les huiles essentielles (HE) sont généralement des liquides volatils, inflammables et aromatiques. Elles ont généralement une densité inférieure à 1, à quelques exceptions près. La plupart des HE sont incolores, mais certaines comme la tanaïsie sont bleues, la cannelle est rouge-brun et l'inule est verte. Elles ne se dissolvent pas dans l'eau mais peuvent se dissoudre dans les huiles et les solvants organiques comme l'alcool et l'éther. Les HE sont susceptibles de s'oxyder et de s'isomériser lorsqu'elles sont exposées à la lumière et elles sont douées d'un pouvoir rotatoire puisqu'elles sont formées principalement de composés asymétriques.¹⁷

II.3. Composition chimique des huiles essentielles :

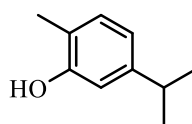
Les huiles essentielles (HE) contiennent généralement entre 20 et 60 molécules, mais elles peuvent en contenir jusqu'à 300. Ces huiles sont constituées de divers composés appartenant à différentes classes chimiques, principalement des composés terpéniques, ainsi que des phénylpropanoïdes et d'autres substances telles que des composés azotés et sulfuriques, bien que dans des proportions moindres.¹⁸



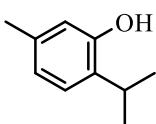
Limonene



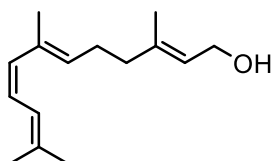
Geraniol



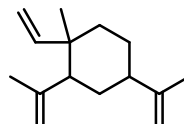
Carvacrol



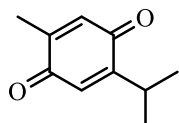
Thymol



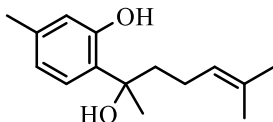
Farnesol



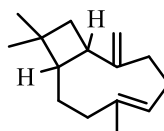
Beta-elemene



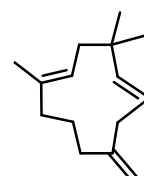
Thymoquinone



Alpha-bisabolol



Beta-carophyllene



Alpha-humulene

Figure 2: Structure de quelques composés des huiles essentielles.¹⁹

II.3.1. Groupe des terpènes et terpénoïdes :

La catégorie la plus importante, celle des terpènes, comprend environ 3 000 composés, tels que les monoterpènes (10 atomes de carbone), les sesquiterpènes (15 atomes de carbone) et les diterpènes (20 atomes de carbone). Les terpènes sont des molécules organiques dont les atomes de carbone sont des multiples de cinq, symbolisés par $(C_5H_8)_n$. Ils proviennent de l'isoprène, dont la forme active est l'isoprenoylpyrophosphate (IPP) qui se transforme en diméthylallylpyrophosphate (DMAPP). La combinaison de l'IPP et du DMAPP crée le géranylpyrophosphate (GPP) pour les monoterpènes en C_{10} . En outre, le GPP réagit avec un autre IPP pour former le farnésylpyrophosphate (FPP) pour les sesquiterpènes en C_{15} , et ainsi de suite pour les diterpènes, les sesterpènes, les triterpènes et les carotènes. Le point d'ébullition des terpènes augmente avec le nombre d'atomes de carbone, ce qui a un impact sur la volatilité. Les huiles essentielles (HE) sont souvent extraites par distillation à la vapeur d'eau, ce qui les rend riches en monoterpènes, suivis de diterpènes et de triterpènes en plus petites quantités.²⁰

II.3.2. Groupe des phénylpropanoïdes:

Le groupe des dérivés du phénylpropane ($C_6H_5-CH_2-CH_2-CH_3$) est moins courant et provient de l'acide shikimique, conduisant aux dérivés de l'acide cinnamique ($C_6H_5-CH=CH-COOH$). Ce sous-groupe comprend des aldéhydes (par exemple, le cinnamaldéhyde), des dérivés méthoxylés, des allylphénols (par exemple, l'eugénol) et des propénylphénols (par exemple, l'anéthole). Il forme également des lactones (par exemple, la coumarine), avec quelques cas de réduction de la chaîne aliphatique à un seul atome de carbone (par exemple, la vanilline).¹⁸

II.3.3. Composés nitriques et sulfuriques:

Les composés azotés et soufrés des huiles essentielles résultent souvent de la décomposition de molécules moins volatiles. L'oxydation d'acides spécifiques conduit à des peroxydes, qui se dégradent ensuite en alcools plus petits, en aldéhydes et en acides. Les acides organiques apparaissent rarement dans les huiles essentielles mais peuvent former des esters avec les alcools. Les carotènes se décomposent en ionones. Les composés sulfurés azotés sont peu fréquents dans les huiles essentielles mais se retrouvent dans les aliments grillés. Les composés solides présents dans les huiles essentielles sont des molécules de poids moléculaire élevé, qui dégagent souvent une forte odeur de soufre. Les molécules contenant du soufre et de l'azote, comme les aglycones, les glycosinolates et les isothiocyanates, sont présentes. Des composés azotés peuvent également apparaître occasionnellement dans les huiles essentielles.¹⁸

II.4. Localisation et rendement en huiles essentielles :

Les huiles essentielles (HE) sont générées par certaines familles de plantes dans tout le règne végétal, seules 10 % environ des espèces végétales étant considérées comme "aromatiques". Les HE sont des sécrétions naturelles que l'on trouve dans diverses parties de plantes telles que les fleurs, les feuilles, l'écorce et les racines. La récolte se fait sur les parties les plus concentrées ou sécrétrices pendant les périodes de rendement optimal. En raison des quantités minimales d'HE produites par les plantes, les rendements d'extraction sont généralement très faibles, souvent inférieurs à 2 %. L'iris, par exemple, a l'un des rendements les plus faibles, nécessitant une quantité importante de matériel végétal pour produire une petite quantité d'HE, ce qui explique son prix élevé sur le marché.⁸

Rendement:

Le rendement d'une extraction est calculé à partir de la formule suivante :

$$R = \frac{\text{masse del'huile}(g)}{\text{massede matiere vegetale}(g)} \times 100$$

II.5. Critères déterminants la qualité des huiles essentielles :

Il a été rapporté que les critères de qualité des huiles sont influencés par de multiples facteurs, dont voici un résumé :²¹

- ❖ La sélection des plantes repose sur le genre et l'espèce botaniques.
- ❖ Le chémotype, qui représente les diverses gammes de molécules chimiques qu'une espèce peut produire dans des conditions de croissance variables, est influencé par la lumière du soleil, la température, l'humidité, le type de sol, la pression atmosphérique et la photopériode.
- ❖ La partie spécifique de la plante choisie pour l'extraction influe considérablement sur la qualité de l'huile. Les différentes parties de la plante possèdent des compositions enzymatiques distinctes, ce qui entraîne des variations dans la composition des constituants. La spécification de la partie d'extraction est donc cruciale.
- ❖ La récolte doit avoir lieu lorsque les composés actifs les plus précieux de la plante sont à leur concentration maximale.
- ❖ Pour éviter l'oxydation et la polymérisation des composants, les huiles essentielles doivent être conservées dans des flacons en verre opaque hermétiquement fermés, dans un endroit frais, à l'abri de la lumière et de la chaleur.

II.6. Caractérisation des huiles essentielles :

De nombreux éléments sont susceptibles de modifier les essences dérivées des plantes. Les huiles essentielles sont notamment susceptibles d'être modifiées en raison de la vulnérabilité de leurs constituants à l'oxydation due à l'air et à la lumière. La résinification est un autre processus qui peut altérer ces huiles, entraînant des changements dans le parfum, la saveur et les attributs physiques et chimiques, ce qui les rend impropres à l'utilisation. La normalisation des huiles essentielles porte sur les points suivants :²²

- Les propriétés organoleptiques : y compris l'arôme, la couleur, l'apparence et la saveur.
- Les propriétés chimiques : comprenant les indices d'acide et d'ester.
- L'analyse du profil chromatographique et la détermination des quantités relatives des différents constituants.

II.7. Domaine d'utilisation et activités biologiques des huiles essentielles :

L'histoire de l'humanité est intimement liée aux huiles essentielles, qui sont utilisées depuis l'Antiquité. Les substances odorantes ont joué un rôle important dans la vie quotidienne à travers diverses applications, notamment :¹⁶

II.7.1. Utilisations culinaires :

Les huiles essentielles entrent dans la composition des aliments en tant qu'additifs aromatiques, épices et condiments occasionnels. Les exemples incluent le basilic (*Ocimum*), le gingembre (*Zingiber officinalis*), le persil (*Petroselinum crispum*), le poivre (piper) et les extraits d'agrumes.¹⁶

II.7.2. Industrie cosmétique :

Les parfums sont très demandés dans le secteur des cosmétiques. Les produits de toilette tels que les parfums, les savons, les shampooings et les dentifrices sont recherchés pour leurs délicieuses senteurs. À la recherche de nouvelles expériences, les industries des parfums et des cosmétiques utilisent largement des fragrances volatiles pour créer une gamme de produits toujours plus étendue.¹⁶

II.7.3. Activités biologiques :

Les huiles essentielles possèdent diverses activités biologiques et sont utilisées à des fins thérapeutiques en raison de leurs puissantes propriétés pharmacodynamiques. Elles agissent comme des antiseptiques, particulièrement pour les problèmes respiratoires et urinaires. Certaines ont des effets régulateurs sur la digestion en tant qu'agents eupeptiques et carminatifs. D'autres agissent comme des stimulants du système

nerveux central, pouvant causer des convulsions à fortes doses. De plus, elles présentent des qualités antispasmodiques, cholérétiques, stomachiques et vermifuges.

Ces huiles essentielles sont reconnues pour leurs propriétés antivirales et antimicrobiennes. Beaucoup d'entre elles possèdent également des propriétés antitoxiques, antivenimeuses, antioxydantes et antiparasitaires. Plus récemment, on leur attribue également des propriétés anticancéreuses.^{23,24}

II.8. Toxicité des huiles essentielles:

Les huiles et substances aromatiques sont généralement sans danger lorsqu'elles sont utilisées sous supervision médicale et à des doses appropriées. Toutefois, la confusion, l'intention suicidaire ou l'automédication inappropriée peuvent entraîner une toxicité. Certaines molécules aromatiques peuvent être très toxiques et faire l'objet de restrictions dans diverses industries. Par exemple, le menthol à haute dose peut entraîner des symptômes graves, tandis que la thuyone, présente dans diverses huiles essentielles, peut provoquer des convulsions et d'autres effets. Les huiles riches en pulégone peuvent provoquer des lésions hépatiques en raison de la formation de liaisons covalentes avec les protéines. [4]

II.9. Méthodes d'extraction des huiles essentielles :

Il existe plusieurs méthodes d'extraction des huiles essentielles, dont les principales sont :

II.9.1. Extraction par entraînement à la vapeur d'eau :

La distillation à la vapeur d'eau est une méthode autorisée d'extraction des huiles essentielles (HE), qui consiste à exposer le matériel végétal à la vapeur d'eau sans macération préalable. La vapeur obtenue, enrichie en composés volatils, est condensée et séparée en phases aqueuse et organique. Le contact direct entre l'eau et le matériel végétal, ainsi qu'entre l'eau et les molécules aromatiques, est évité afin de prévenir la dégradation. L'HE obtenue a un parfum délicat, et une distillation plus rapide permet d'obtenir des notes de tête riches en esters. Les fractions " de tête " aux parfums très volatils apparaissent en premier, mais le contact direct entre l'HE et l'eau provoque des réactions chimiques qui modifient la composition de l'extrait. Les conditions de distillation ont un impact sur le rendement et la composition des HE, ce qui a conduit à l'élaboration de modèles mathématiques pour l'optimisation. Dans de nombreux cas, une trentaine de minutes suffisent pour recueillir 95% des molécules volatiles, ce qui répond aux besoins de l'industrie. L'aromathérapie nécessite une distillation prolongée pour récupérer tous les composants aromatique.^{25,26}

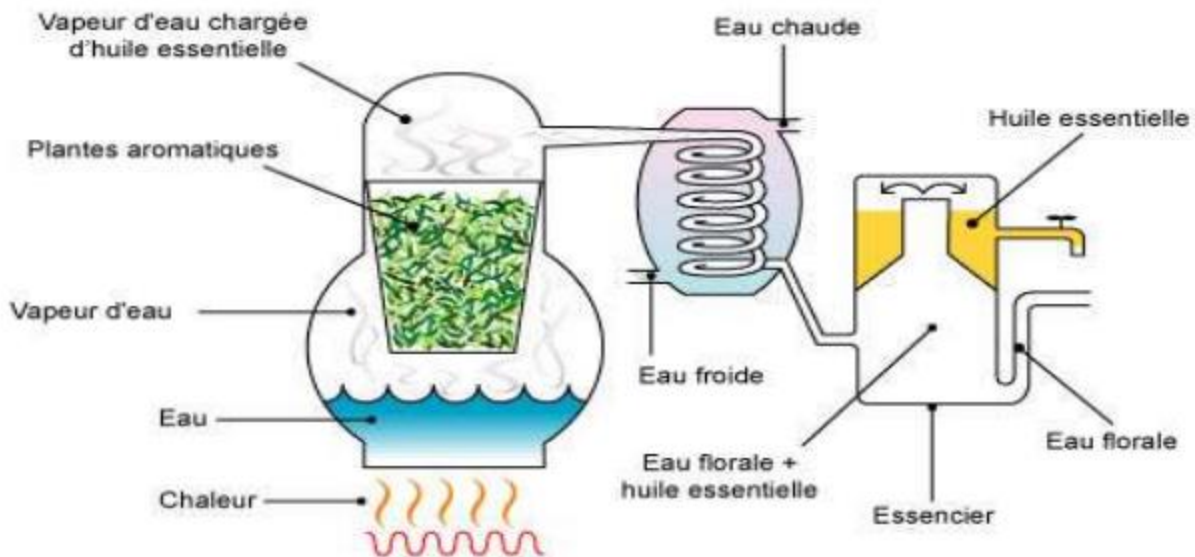


Figure 3: Montage d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.²⁷

II.9.2. Extraction par hydrodistillation :

Le procédé consiste à immerger les matières premières dans un bain d'eau et à les porter à ébullition sous pression atmosphérique. La distillation, avec ou sans inclusion des eaux aromatiques, présente des limites dues à l'impact de la vapeur. Les parties délicates des plantes, comme les fleurs, ne supportent pas la distillation à la vapeur d'eau. La composition de l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation (HD) diffère souvent du contenu végétal initial en raison de la fragilité des constituants. Le chauffage intense et prolongé pendant l'hydrodistillation peut dégrader les plantes et les molécules aromatiques, sous l'influence de l'eau, de l'acidité et de la température, ce qui entraîne des changements dans la composition. Les variations importantes de la composition des huiles essentielles relevées dans les revues de la littérature sont compréhensibles.²⁸⁻³⁰

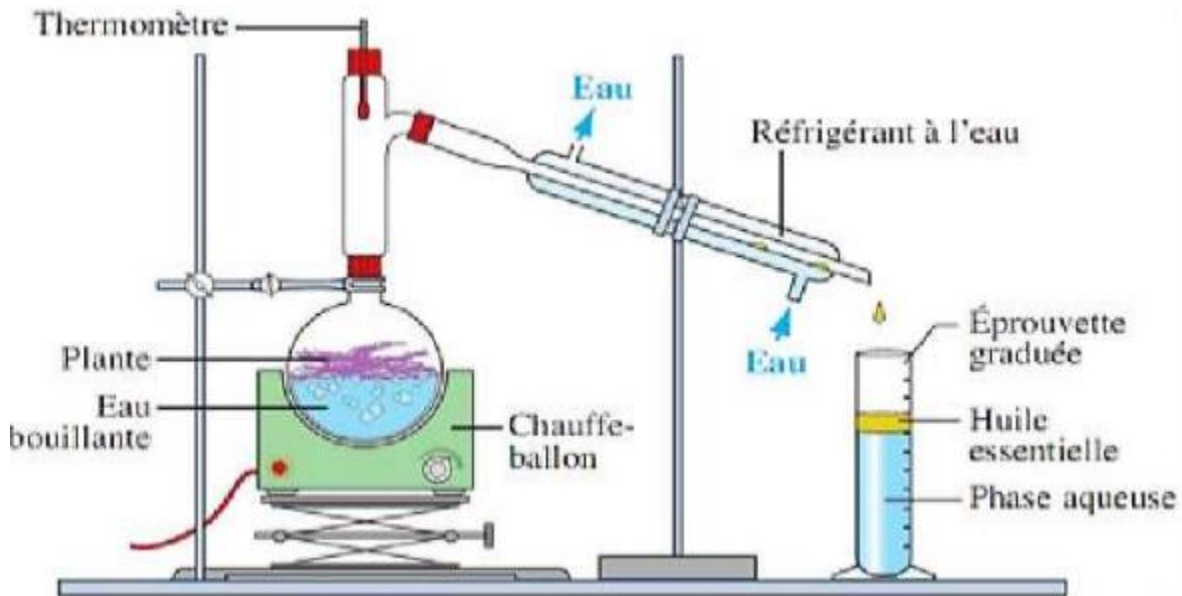


Figure 4: Montage d'extraction par Hydrodistillation.²⁷

II.9.3. Expression à froid:

Cette technique consiste à rompre mécaniquement les écorces d'agrumes afin d'extraire les essences volatiles des poches d'huile de l'écorce. Ce procédé, à l'origine manuel, a été mécanisé au début du 20e siècle afin d'en accroître l'efficacité et d'en réduire les coûts. Les méthodes contemporaines, comme le Food Machinery Corporation-in-line (FMC), permettent d'extraire simultanément le jus de fruit et l'essence sans contact. Cette méthode d'expression à froid est privilégiée pour ses résultats supérieurs à ceux de la distillation, qui produit des huiles aromatiques de moindre qualité en raison d'une teneur élevée en aldéhydes sensibles à l'oxydation et à la chaleur.³¹⁻³³

II.9.4. Extraction par solvant organique:

Les solvants couramment utilisés pour l'extraction sont l'hexane, le cyclohexane, l'éthanol, le dichlorométhane et l'acétone. Le choix du solvant dépend de sa stabilité, de son faible point d'ébullition et de sa non-réactivité. L'extraction se fait à l'aide d'un appareil Soxhlet, ce qui permet d'obtenir des extraits contenant des composés volatils et non volatils. Des variations permettent d'obtenir des hydrolysats, des alcoolats, des teintures, des résinoïdes et des concrètes. L'extraction par solvant "classique" charge le solvant en molécules aromatiques avant la distillation à pression atmosphérique. Malgré les inquiétudes qu'elle suscite, l'extraction par solvant organique volatil offre un rendement supérieur à celui de la distillation et permet d'éviter les effets de la vapeur d'eau. Les nouvelles techniques sont l'extraction assistée par micro-ondes et l'extraction au CO₂ supercritique.^{15,28}

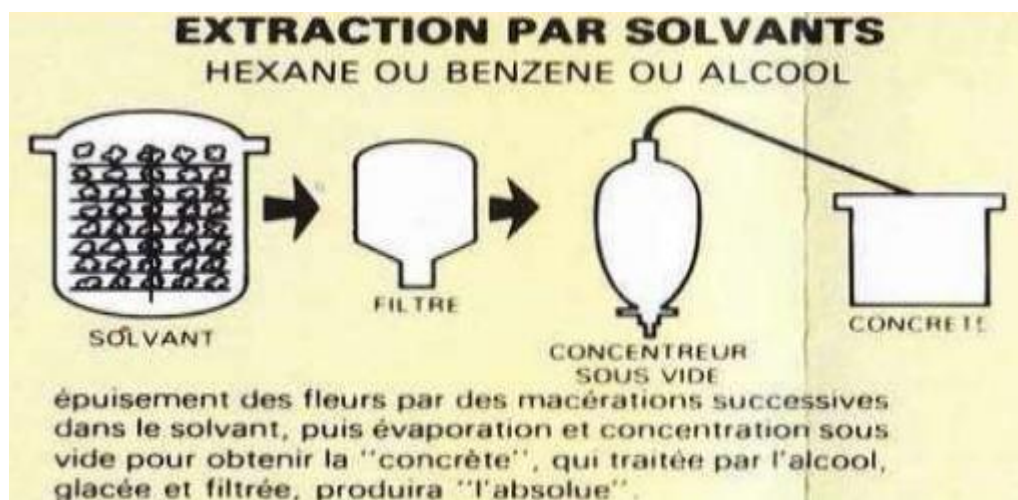


Figure 5: Technique d'extraction par solvant.²⁷

II.9.5. Extraction assistée par micro-ondes:

Ce procédé permet de réduire la durée de la distillation et d'augmenter le rendement, mais il n'est pas encore mis en œuvre dans l'industrie. La distillation assistée par micro-ondes fait l'objet de recherches et d'améliorations pour ses avantages tels que le respect de l'environnement et les économies d'énergie et de temps. L'extraction par micro-ondes sans solvant (SFME) est une méthode émergente qui combine le chauffage par micro-ondes et la distillation à sec pour une extraction efficace des huiles essentielles. La SFME consomme moins d'énergie, émet moins de CO₂ et est nettement plus rapide, ce qui permet d'obtenir des HE contenant davantage de composés oxygénés. Le protocole consiste à ajuster la quantité de matériel végétal et la puissance des micro-ondes, et il offre des temps d'extraction plus courts et de bons rendements. La SFME permet de relever certains défis de la distillation traditionnelle et d'obtenir une extraction efficace et respectueuse de l'environnement.³²

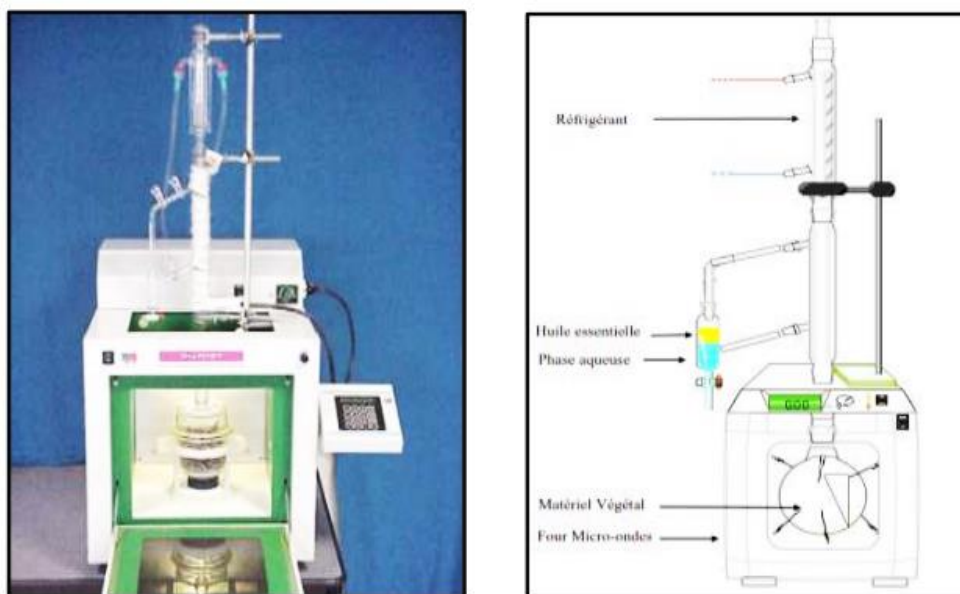


Figure 6: Extraction assistée par microondes.²⁷

II.9.6. Extraction par fluide à l'état supercritique :

L'extraction par fluide supercritique (ESF) utilise des solvants dans un état supercritique unique, souvent du dioxyde de carbone (CO_2) en raison de sa praticité et de sa sécurité. Cette technique respectueuse de l'environnement est plus rapide et utilise un minimum de solvants organiques par rapport aux méthodes traditionnelles. La composition des huiles essentielles obtenues par ESF peut différer de celle obtenue par hydrodistillation.^{34,35}

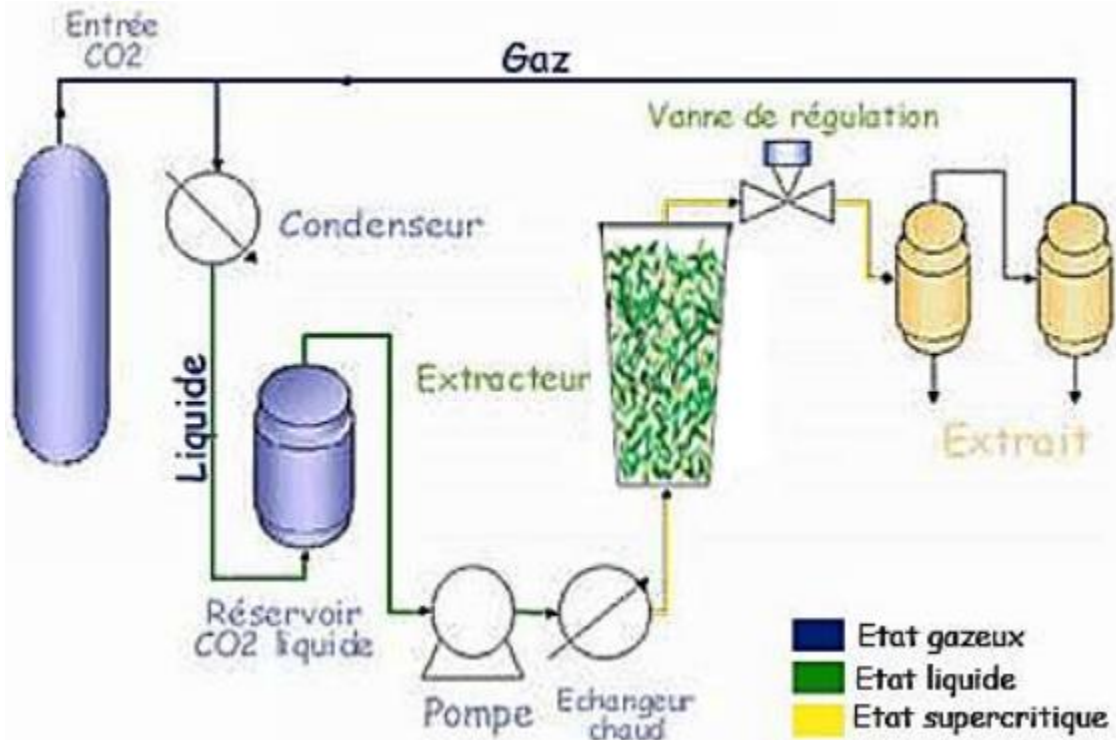


Figure 7: Technique d'extraction par fluides supercritiques.²⁷

II.10. Analyse des huiles essentielles :

Actuellement, la méthode la plus courante pour analyser et identifier les arômes et les huiles essentielles est la chromatographie en phase gazeuse (CPG). Cette technique facilite la séparation de quantités infimes de composants distincts dans les huiles essentielles. La chromatographie en phase gazeuse capillaire à haute résolution, avec des phases stationnaires adaptées aux exigences spécifiques de l'analyse des huiles essentielles, permet de relever efficacement les défis de la séparation des composés volatils de ces huiles.

La chromatographie en phase gazeuse offre la possibilité d'être couplée à différents détecteurs, ce qui permet d'obtenir diverses perspectives sur un seul produit. Les détecteurs les plus courants sont le détecteur de masse (MS), le détecteur à ionisation de flamme (FID) et, de plus en plus, le détecteur infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

En revanche, la chromatographie liquide à haute performance (CLHP) est également utilisée pour l'analyse des arômes et des huiles, mais son application dans ce domaine est limitée en raison de sa résolution inférieure à celle de la chromatographie gazeuse capillaire. En outre, les méthodes de détection de la CLHP ne sont pas bien adaptées à l'analyse des huiles essentielles. Les laboratoires de recherche adoptent souvent une approche hybride, combinant HPLC et GC. Cette technique consiste d'abord à séparer les classes fonctionnelles de l'huile par CLHP, puis à injecter les fractions obtenues dans la chromatographie en phase gazeuse pour une analyse plus approfondie.³⁶

Chapitre III :

Matériel et méthodes

III. Matériel et méthodes :

Ce chapitre décrit les matériels et les méthodes employés lors de la réalisation pratique du présent projet de fin d'étude.

III.1. Matériel végétale :

Notre étude s'est concentrée sur la plante *Thymus fontanesii* et plus particulièrement sur ses composants aériens, qui comprennent les tiges et les feuilles. *Thymus fontanesii* a été choisi en raison de ses caractéristiques uniques et de ses propriétés potentielles. En examinant ces parties spécifiques, nous avons cherché à acquérir une compréhension globale de la composition chimique de la plante et de ses applications potentielles.

III.1.1. Endroit d'échantillonnage :

Les parties aériennes de *T. fontanesii* ont été récoltées entre décembre 2022 et mars 2023, dans la province de Djelfa, à deux endroits différents : Sidi Baizid et Dar Chioukh.

III.1.2. Préparation des échantillons :

Après la collecte et le nettoyage des échantillons, ils sont soumis à un séchage à l'air libre dans une zone ombrée et à température ambiante, seules les parties aériennes (feuilles et tiges) sont sélectionnées pour la suite du traitement. Les échantillons sont ensuite coupés afin d'améliorer l'efficacité des procédures d'extraction ultérieures.

III.2. Matériels physiques :

- Montage de l'hydrodistillation (ballon, chauffe-ballon, réfrigérant, verreries appropriées) ;
- Evaporateur rotatif;
- Ampoule à décanter;
- Autre (élévateurs, support...)

III.3. Matériels chimiques :

- Ether d'éthylrique .
- Sulfate de magnésium anhydre ($MgSO_4$).
- Eau distillée.

III.4. Extraction de l'huile essentielle :

III.4.1. Mode opératoire :

III.4.1.1. Hydrodistillation :

Les échantillons de plantes séchées sont placés soigneusement dans un ballon à fond rond de 1 litre. On y ajoute 600 ml d'eau distillée, qui est reliée à un réfrigérant. L'application de chaleur déclenche la production de vapeur, qui finit par se condenser au contact du réfrigérant. Tout au long de ce processus. Le mélange est ensuite porté à ébullition pendant 2 heures et demie. Les vapeurs, chargées d'huile essentielle, s'accumulent dans un dernier récipient. Le distillat obtenu est ensuite scellé avec du parafilm et stocké dans un environnement frais et sombre.



Figure 8:Montage d'hydrodistillation.

III.4.1.2. Extraction liquide-liquide :

Transférer le distillat obtenu dans une ampoule à décantier de 1 litre. Introduire la quantité nécessaire de l'éther diéthylique. Agiter vigoureusement le mélange, puis le dégazer et le laisser décantier jusqu'à ce que deux phases distinctes se forment. Ces phases comprennent une couche supérieure, dite phase organique, constituant le mélange huile-solvant, et une phase inférieure aqueuse contenant de l'eau. Enfin, ces deux phases sont soigneusement séparées dans des conteneurs distincts.



Figure 9: Extraction liquide/liquide.

III.4.1.3. Élimination du solvant organique :

L'eau résiduelle dans la phase organique récupérée est éliminée en introduisant du sulfate de magnésium déshydraté (). Le mélange est ensuite filtré pour préserver les cristaux déshydratants.

La phase organique est ensuite soumise à une évaporation rotative, la température du bain-marie étant alignée sur le point d'évaporation du solvant (environ 35-36°C). L'huile essentielle obtenue est isolée, pesée puis placée dans un tube opaque et conservé au frais.

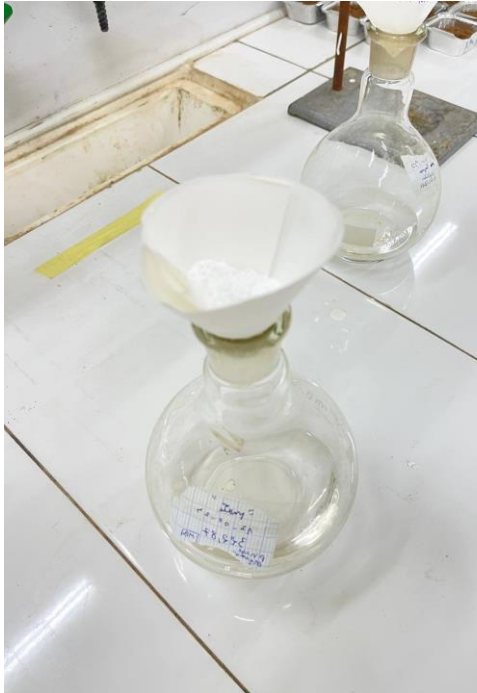


Figure 10: Filtration du distillat.



Figure 11: Evaporation rotative.

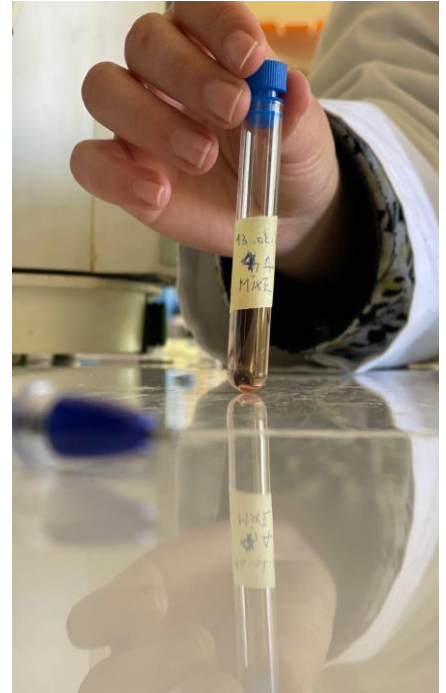


Figure 12: l'huile essentielle de *T. fontanesii*.

III.5. Analyse chromatographique :

L'analyse chimique de l'huile essentielle permet d'évaluer la variation de sa composition chimique en fonction des différences géographiques et saisonnières.

Une petite quantité d'huile essentielle (5 μ L) est diluée dans de l'hexane (1mL) et scellée dans un récipient à l'aide d'un septum haute performance. Ce mélange est analysé à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse Perkin Elmer Clarus 680 couplé à un spectromètre de masse Clarus SQ 8T, avec une colonne spécialisée. L'hélium est utilisé comme gaz vecteur et des réglages de température spécifiques sont appliqués pendant l'analyse. Les chromatogrammes obtenus sont examinés en détail par l'intégration de la surface des pics et la comparaison des spectres de masse théoriques et expérimentaux afin d'identifier les composés chimiques. Les résultats sont présentés sous forme de tableau, avec les noms des composés, les proportions, les structures et les numéros CAS.



Figure 13: Appareil de GC/MS.

Chapitre IV :

Résultats et discussion

IV. Résultats et discussion :

IV.1. Rendement en huile essentielle :

Le tableau suivant illustre les rendements de la plante de *Thymus* qui ont été étudiés au cours de deux saisons différentes.

Tableau 2: Rendement en huile essentielle du *Thymus fontanesii*.

Plante	Partie Aérienne	Mois	Région	Rendement (%)
<i>Thymus fontanesii</i>	Feuille	Décembre	Dar Chioukh -Djelfa	4.36%
	Tige	Décembre		~0.00%
	Parties aériennes (F+T)	Décembre		0.35%
	Feuille	Janvier	Sed Oum Drou, Sidi Baizid-Djelfa	0.32%
	Parties aériennes(F+T)	Janvier		0.19%
	Tige	Janvier		~0.00%
	Parties aériennes(F+T)	Janvier		0.12%
	Parties aériennes(F+T)	Février	Dar Chioukh -Djelfa	0.46%
	Parties aériennes(F+T)	Mars	Menaâ, Dar Chioukh -Djelfa	2.72%

F:feuille ; T:tige

Nous remarquons une variation mineure de la teneur en huile essentielle de *Thymus fontanesii* entre les différentes régions, sauf pour les feuilles en décembre, qui montrent le rendement le plus élevé avec 04,36%.

La différence saisonnière devient plus marquée lorsque nous extrayons l'huile des deux parties aériennes (tiges et feuilles), avec 02,72% au printemps contre 00,35% en hiver.

Le tableau ci-dessous présente les rendements de la plante *Thymus fontanesii* tels qu'ils sont étudiés et publiés dans la littérature.

Tableau 3:Rendement en huile essentielle du *Thymus fontanesii* en littérature.

Plante	Rendement (%)	Partie Aérienne	Technique D'extraction	Région	Auteurs
<i>Thymus fontanesii</i>	03.70%	F+T	Hydrodistillation	Tlemcen-Algérie	(Benyoucef <i>et al.</i> ,2018) ³⁷
	01.80 ± 0.01 à 02.60 ± 0.02%	F+T	Hydrodistillation	(Miliana, Tarik Ibn Ziad, Oued El Chorfa)-Algérie	(Sidali, Fauconnier, & Lognay, 2018) ³⁸
	02.40±0.8%	F+T	Hydrodistillation	Tarik Ibn Ziad - Algérie	(Sidali, Fauconnier, & Lognay, 2017) ³⁹
	02.00%	Feuille	Hydrodistillation	Mostaganem-Algérie	(Haddouchi <i>et al.</i> , 2011) ⁵
	03.09±0.54%	F+T	Hydrodistillation	Région nord-ouest de l'Algérie	Mohammedi, Bachik, , 2010) ⁴⁰
	00.90%	F+T	Hydrodistillation	Djelfa-Algérie	(Dob, Dahmane, & Chelghoum, 2006) ⁴¹
	01.90%	Feuille +Fleur	Hydrodistillation	Setif-Algerie	(Ghannadi <i>et al.</i> ,2004) ⁴

L'hydrodistillation des parties aériennes de *T. fontanesii* a donné une huile jaune dont la teneur varie de 00,12 % à 04,36 % (p/p). Ce rendement a été comparé aux résultats de plusieurs études antérieures, notamment celles de Mohammedi *et al.* ⁴⁰, Ghannadi *et al.* ⁴, et Dob *et al.* ⁴¹. Dans leurs études respectives, le rendement de l'huile essentielle obtenue était de 03,90 %, 01,90 %, et 00.90 %.

Il est important de souligner que ces variations saisonnières et régionales dans la teneur en huile essentielle de *Thymus fontanesii* peuvent avoir des implications significatives pour son utilisation dans diverses applications. Par exemple, la récolte des feuilles en décembre, lorsque le rendement est le plus élevé, pourrait être préférable pour la production d'huile essentielle à grande échelle. Cependant, il est également essentiel de prendre en compte les facteurs environnementaux et climatiques qui pourraient influencer cette variation.

De plus, la différence notable entre les saisons, avec une teneur en huile essentielle bien plus élevée au printemps par rapport à l'hiver, suggère que le moment de la récolte peut également jouer un rôle crucial dans la qualité de l'huile produite. Il peut être nécessaire d'ajuster les pratiques de récolte en fonction de ces variations saisonnières pour garantir une qualité constante du produit final.

En outre, cette observation souligne l'importance de mener des études approfondies pour comprendre les mécanismes sous-jacents de ces variations saisonnières et régionales. Cela pourrait permettre de développer des stratégies de culture et de récolte plus efficaces pour optimiser la production d'huile essentielle de *Thymus fontanesii*, tout en conservant sa qualité.

Il est également à noter que cette variation significative peut être attribuée à un certain nombre de facteurs, outre le lieu et la période de la récolte, la partie spécifique de la plante utilisée, la durée du processus de séchage et la méthode d'extraction choisie. Tous ces facteurs ont été identifiés comme ayant une influence directe sur la production d'huile essentielle.^{30,43}

IV.2. Composition chimique de l'huile essentielle :

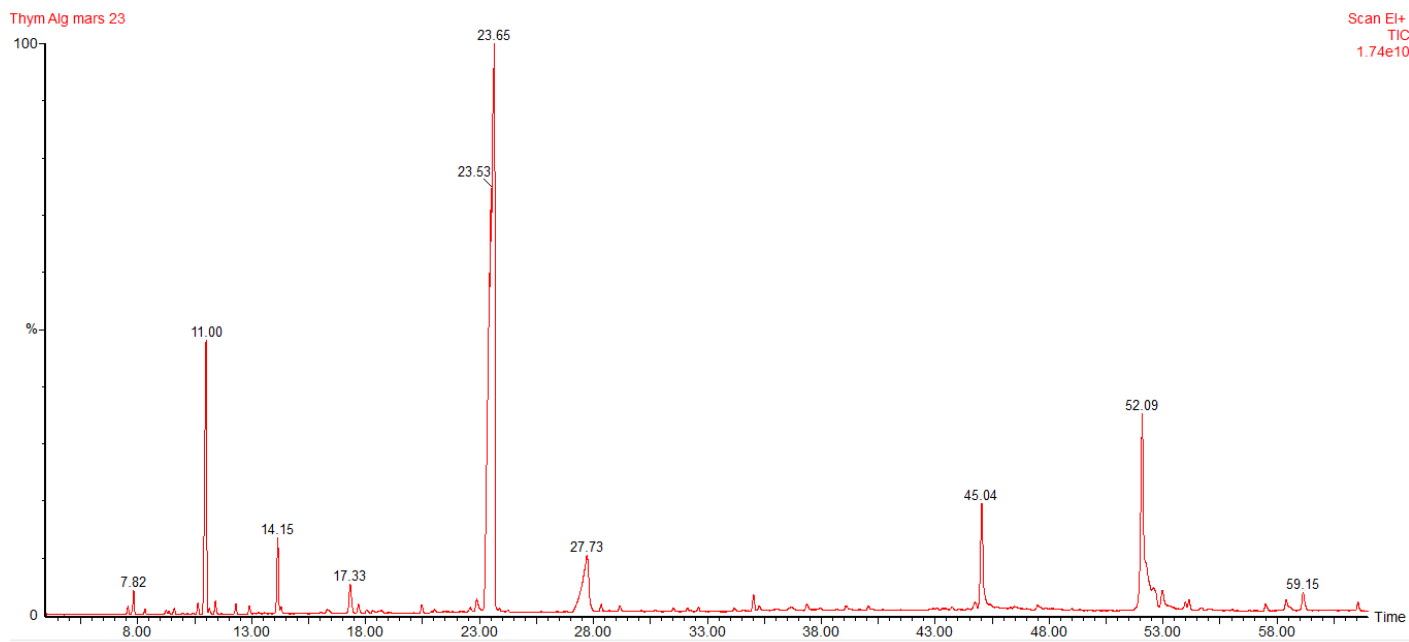


Figure 15 : Chromatogramme de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii*.

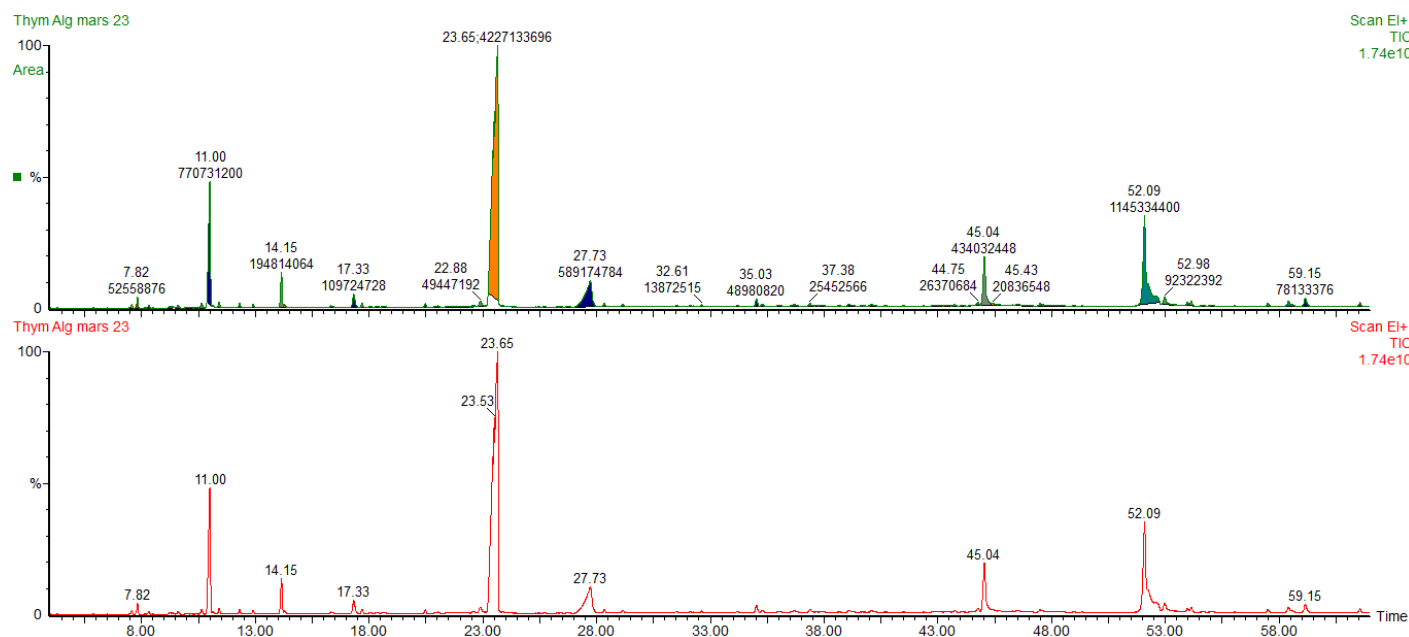
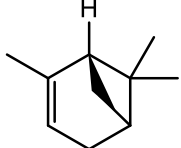
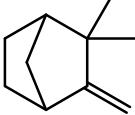
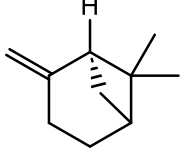
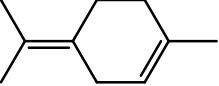
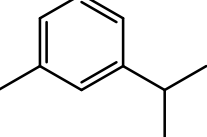
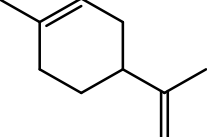
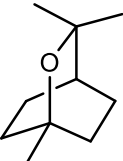


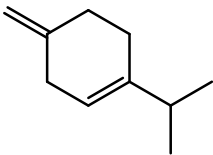
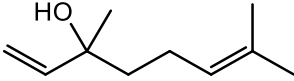
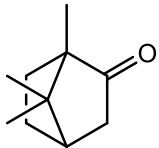
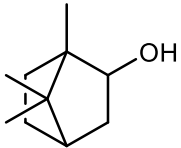
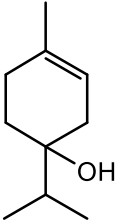
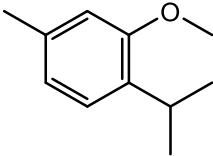
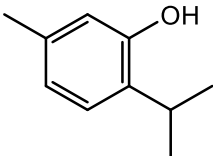
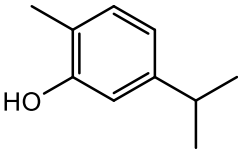
Figure 14 : Intégration du chromatogramme de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii*.

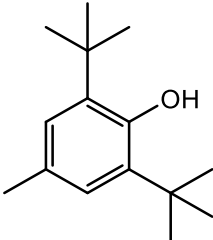
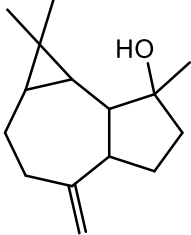
Les figures présentées ci-dessus montrent le profil chromatographique ainsi que l'intégration des pics résolus des composés organiques séparés.

La composition chimique de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii* extraite à partir d'un échantillon récolté pendant la saison printanière depuis la région de Menaâ et poussant sur rocailles ensoleillées à une altitude de 1060 m, en mars 2023, est présentée dans le tableau suivant :

Tableau 4: La composition chimique de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii*.

Tr (min)	Aire du pic	Composé	Pourcentage(%)	Structure
07.82	52558876	1R-(+)- α -Pinene	00.92	
08.32	13123460	Camphene	00.23	
09.62	15598733	β -Pinene-(1S)-(-)	00.27	
10.65	27282542	α -Terpinolene	00.48	
11.00	770731200	m-Cymene	13.62	
11.14	7885776.5	D-Limonene	00.14	
11.41	31807006	Eucalyptol	00.56	

12.31	25486226	γ -Terpinene	00.45	
14.15	194814064	β -Linalool	03.44	
16.32	21730964	Camphor	00.38	
17.33	109724728	endo-Borneol	01.94	
17.70	27238202	Terpinen-4-ol	00.48	
20.48	24467642	Isothymol methyl ether	00.43	
22.88	49447192	Thymol	00.87	
23.65	4227133696	Carvacrol	74.69	

32.13	11325578	Butylated Hydroxytoluène	00.20	
35.03	48980820	(-)-Spathulenol	00.87	

La composition chimique des constituants volatils de l'huile essentielle est présentée dans le tableau ci-dessus. 17 composés, constituant 98 % de l'huile essentielle totale, ont été identifiés avec succès. Les principaux constituants identifiés sont le carvacrol comme produit majoritaire suivi de m-cymène et endo bornéol. Ces résultats se montrent cohérents avec ceux cités dans la littérature notamment le produit majoritaire.

Toutefois, en raison de la diversité des chémotype, le métamorphisme chimique donne lieu à plusieurs produits majoritaires, souvent carvacrol et thymol pour le cas de *T. fontanesii* et en raison de la quantité du thymol y présente sous forme de traces, cela mène à déduire que la plante étudiée présente un profil chimique à carvacrol comme chémotype.

Dans d'autres études, différents constituants volatils quantitatifs de *T. fontanesii* algérien ont été rapportés, dans leur étude, Benchaâ et ses collègues ont recensé un total de quarante-sept composés présents dans l'huile essentielle (HE) de *T. fontanesii*, représentant ainsi environ 98,20 % de la composition de l'huile. Parmi ces composés, les principaux constituants se sont avérés être le carvacrol (52,10 %), suivi du thymol (13,30 %), du p-cymène (12,20 %) et du γ -terpinène (8,10 %) ⁴⁴. En revanche, dans l'étude menée par Benyoucef *et al.*, ils ont identifié 31 composés, parmi lesquels le thymol (76,60 %) et le p-cymène (7,40 %) prédominaient.

37

Cette variation significative dans la composition chimique de l'huile essentielle de *T. fontanesii* peut être attribuée à divers facteurs, notamment l'âge de la plante, la partie de la plante, le stade de développement, le lieu de culture, la période de récolte, et surtout le chémotype, car ils exercent une influence sur les voies de biosynthèse de la plante et, par conséquent, sur la proportion relative des principaux composés caractéristiques de l'huile essentielle. ⁴⁵

Des constituants similaires ont été signalés dans la composition de l'huile essentielle de diverses espèces de *Thymus* provenant de différents contextes climatiques, y compris *T. vulgaris*⁴⁶, *T. piperella*⁴⁷ et *T. capitatus*.⁴⁸

Tableau 5: Composition chimique de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii* dans la littérature.

No	Composé	(Nabet <i>et al.</i> ,2017) ⁴⁹	(Benchaa <i>et al.</i> ,2019) ⁴⁴	(Sidali, <i>et al.</i> , 2018) ³⁸	(Benyoucef <i>et al.</i> ,2018) ³⁷
1	α -Thujene	00.60	00.30	01.20 \pm 0.02	00.20
2	α -Pinene	00.80	01.60	03.20 \pm 1.2	00.90
3	Camphene	00.10	00.10	00.20 \pm 0.01	00.20
4	Oct-1-en-3-ol	-	00.10	-	00.50
5	β -Pinene	00.30	-	00.10 \pm 0.01	00.10
6	Myrcenes	01.80	01.10	01.50 \pm 0.09	02.10
7	α -Phellandrene	00.20	00.20	00.20 \pm 0.01	00.20
8	3-Carene	-	00.10	t	00.10
9	α -Terpinene	02.00	01.60	01.70 \pm 0.6	01.70
10	p-Cymene	07.40	12.20	17.50 \pm 0.3	07.40
11	1.8-Cineole	00.30	00.10	-	-
12	(Z)- β -Ocimene	-	t	-	00.60
13	Limonene	01.00	00.60	01.10 \pm 0.01	-
14	γ -Terpinene	13.00	08.10	08.80 \pm 0.6	02.30
15	trans-Sabinene hydrate	-	-	-	00.10
16	Terpinolene	-	00.20	-	00.20
17	Linalool	02.20	02.10	03.70 \pm 0.8	01.70
18	Chrysanthenone	-	-	-	-
19	Camphor	-	-	-	00.10
20	α -pinocarvone	-	-	-	-
21	Camphre	-	-	-	-
22	Borneol	00.20	00.30	02.20 \pm 0.03	00.30
23	Terpinen-4-ol	00.50	00.60	-	01.10
24	α -Terpineol	00.10	00.10	-	00.10
25	Verbenone	-	-	-	-
26	Carvone	-	-	-	-
27	Thymol	00.90	13.30	00.30 \pm 0.01	76.60
28	Carvacrol	67.60	52.10	54.70 \pm 1.2	00.60
29	Bornyl acetate	-	-	-	-
30	Eugenol	-	-	-	00.10
31	cis-Carvyl acetate	-	-	-	00.10
32	(E)- β -Caryophyllene	-	-	-	01.60
33	(E)- α -Bergamotene	-	-	-	t
34	α -Humulene	-	-	-	00.10

35	γ -Humulene	-	-	-	t
36	β -Bisabolene	-	-	-	00.10
37	δ -Cadinene	00.10	00.10	-	t
38	(E)- α -Bisabolne	-	00.40	-	00.10
39	Spathulenol	00.10	00.10	00.30 \pm 0.04	-
40	Globulol	-	00.40	-	-
41	Caryophyllene oxide	-	00.10	00.10 \pm 0.01	00.10
42	(E) β -ocimene	00.10	-	-	-
43	terpinolene	00.10	00.20	-	-
44	Thymol methyl ether	-	t	-	-
45	Pulgeone	00.10	-	-	-
46	Carvacrol methyl ether	-	00.70	00.4 \pm 0.02	-
47	Thymoquinone	-	-	-	-
48	α -Gurjunene	00.30	00.30	00.2 \pm 0.09	-
49	trans-Caryophyllene	00.20	00.20	00.4 \pm 0.02	-
50	(+)_Aromadendrene	t	00.30	00.2 \pm 0.01	-
51	Alloaromadendrene	t	00.10	t	-
52	γ -Cadinene	t	00.10	-	-
53	β -Cadinene	-	-	-	-
54	cis-Sabinene hydrate	-	00.10	00.30 \pm 0.01	-
55	2-Methylbutanoic acid	-	t	-	-
56	3-Heptanone	-	t	-	-
57	Verbenene	-	t	-	-
58	Sabinene	-	t	-	-
59	= ?3-Octanone	-	00.10	-	-
60	3-Octanol	-	t	-	-
61	β -Phellandrene	-	t	-	-
62	cis-Linalooloxide	-	t	-	-
63	1-Nonen-3-ol	-	00.10	-	-
64	p-Cymenene	-	00.20	-	-
65	Nonanal	-	-	-	-
66	Dihydrocarvone	-	00.10	-	-
67	β -Gurjunene	-	t	-	-
68	γ -Gurjunene	-	00.10	-	-
69	Germacrene D	-	t	-	-
70	Ledene	-	00.20	-	-
71	α -Muurolene	-	t	-	-
Total de l'identification %		99.90	98.20	98.60	99.30

Conclusion

Conclusion :

Les plantes médicinales demeurent une source fiable de composés actifs reconnus pour leurs propriétés thérapeutiques. Le thym, qui appartient à la famille des Lamiacées, est largement utilisé en Algérie dans divers domaines, grâce à ses propriétés thérapeutiques, en particulier antioxydantes.

La présente thématique de recherche a porté sur l'analyse phytochimique de l'huile essentielle de *Thymus fontanesii*.

La phase initiale a consisté à extraire l'huile essentielle, ce qui a permis de calculer le rendement de chaque extrait. Par la suite, grâce à la caractérisation chimique nous avons identifié les composés présents dans l'huile de *Thymus fontanesii*, confirmant ainsi que notre variété de thym est riche en carvacrol (thym a carvacrol), qui se démarque comme le composé prédominant, suivi par le m-cymène et l'endo-bornéol.

Ces découvertes ouvrent des perspectives prometteuses pour l'utilisation de cette huile essentielle dans des applications thérapeutiques, compte tenu de l'efficacité bien établie des antioxydants dans la prévention de diverses maladies, notamment le cancer et les maladies cardiovasculaires.

Notre pays se caractérise par une grande biodiversité, chaque plante contenant un grand nombre de métabolites secondaires, chacun doté de propriétés thérapeutiques et pharmacologiques distinctes qui ne demandent qu'à être exploitées.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. *Encyclopédie des plantes médicinales: [identification, préparations, soins]*. Ed. mise à jour. Larousse; 2002.
2. Vital PG, Rivera WL. Antimicrobial activity, cytotoxicity, and phytochemical screening of *Voacanga globosa* (Blanco) Merr. leaf extract (Apocynaceae). *Asian Pac J Trop Med*. 2011;4(10):824-828. doi:10.1016/S1995-7645(11)60202-2
3. Sahi L. La dynamique des plantes aromatiques et médicinales en Algérie.
4. Ghannadi A, Sajjadi SE, Kabouche A, Kabouche Z. *Thymus fontanesii* Boiss. & Reut. ♂ A Potential Source of Thymol-Rich Essential Oil in North Africa.
5. Haddouchi F, Chaouche T, Lazouni HA. Physicochemical study essential oils of *Thymus fontanesii* according to its conservation. Published online 2011.
6. Sghaier M. *DEVELOPPEMENT ET VALORISATION DES PLANTES AROMATIQUES ET MEDICINALES (PAM) AU NIVEAU DES ZONES DESERTIQUES de La Région MENA (Algérie, Egypte, Jordanie, Maroc et Tunisie).*; 2014.
7. Khia A, Ghanmi M, Satrani B, et al. Effet de la provenance sur la qualité chimique et microbiologique des huiles essentielles de *Rosmarinus officinalis* L. du Maroc. *Phytothérapie*. 2014;12(6):341-347. doi:10.1007/s10298-014-0895-x
8. Nadjib BM, Amine F. MÉTHODES D'EXTRACTION ET DE DISTILLATION DES HUILES ESSENTIELLES : REVUE DE LITTÉRATURE. Published online 2019.
9. Valter H, Hélène I, Lamia S. Le marché des plantes aromatiques et médicinales : analyse des tendances du marché mondial et des stratégies économiques en Albanie et en Algérie.
10. Krelouf M, Souagui S. *Etude phytochimique de thymus fontanesii de la région de BLIDA*. Thesis. 2020. Accessed September 14, 2023. <https://di.univ-blida.dz/jspui/handle/123456789/7474>
11. Bourlière F, Quezel, P. et Santa, S. — Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome I, 1962. Editions du Centre National de la Recherche Scientifique, Paris. *Rev D'Écologie Terre Vie*. 1962;16(4):459-459. Accessed August 19, 2023. https://www.persee.fr/doc/revec_0040-3865_1962_num_16_4_4313_t1_0459_0000_6
12. Morales Valverde R. Synopsis of the genus *Thymus* L. in the mediterranean area. *Lagasalia*. 1997;19(1):249-262. Accessed September 14, 2023. <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=224460>
13. Pedersen JA, Spanget-Larsen J. Gallate semiquinone radical tri-anion. Experimental and theoretical studies of the 13C hyperfine coupling constants. *J Mol Struct*. 2021;1241:130663. doi:10.1016/j.molstruc.2021.130663
14. Stahl-Biskup E. The Chemical Composition of *Thymus* Oils: A Review of the Literature 1960–1989. *J Essent Oil Res*. 1991;3(2):61-82. doi:10.1080/10412905.1991.9697915
15. Ochoa LRH. Substitution de solvants et matières actives de synthèse par un combiné «solvant/actif » d'origine végétale.

Références bibliographiques

16. Sall PMD. Etude Phytochimique, Activités Antimicrobiennes et Antioxydantes de Quelques Plantes Aromatiques et Médicinales Africaines.
17. mooh90. Propriétés physico-chimiques des huiles essentielles. Agronomie. Published August 17, 2020. Accessed August 17, 2023. <https://agronomie.info/fr/proprietes-physico-chimiques-des-huiles-essentielles/>
18. Bouyahya A, Abrini J, Bakri Y, Dakka N. Les huiles essentielles comme agents anticancéreux : actualité sur le mode d'action. *Phytothérapie*. Published online August 22, 2016. doi:10.1007/s10298-016-1058-z
19. Toure D. ETUDES CHIMIQUE ET BIOLOGIQUE DES HUILES ESSENTIELLES DE QUATRE PLANTES AROMATIQUES MEDICINALES DE CÔTE D'IVOIRE.
20. Soualeh N, Soulmani R. Huiles essentielles et composés organiques volatils, rôles et intérêts. *Phytothérapie*. 2016;14(1):44-57. doi:10.1007/s10298-016-1024-9
21. Jouault S. La qualité des huiles essentielles et son influence sur leur efficacité et sur leur toxicité.
22. Taleb-Toudert K. *Extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie (Nord Algérien) : évaluation de leurs effets sur la bruche de niébé Callosobruchus maculatus (Coleoptera : Bruchidae)*. Thesis. Université Mouloud MAMMERI; 2015. Accessed September 14, 2023. <https://www.ummt0.dz/dspace/handle/ummt0/1568>
23. Activités biologiques des huiles essentielles. Accessed August 17, 2023. <https://123dok.net/article/activit%C3%A9s-biologiques-des-huiles-essentielles.oz1I9n8q>
24. Bouchra C, Achouri M, Idrissi Hassani LM, Hmamouchi M. Chemical composition and antifungal activity of essential oils of seven Moroccan Labiatae against Botrytis cinerea Pers: Fr. *J Ethnopharmacol*. 2003;89(1):165-169. doi:10.1016/S0378-8741(03)00275-7
25. Gavahian M, Chu YH. Ohmic accelerated steam distillation of essential oil from lavender in comparison with conventional steam distillation. *Innov Food Sci Emerg Technol*. 2018;50:34-41. doi:10.1016/j.ifset.2018.10.006
26. Masango P. Cleaner production of essential oils by steam distillation. *J Clean Prod*. 2005;13(8):833-839. doi:10.1016/j.jclepro.2004.02.039
27. Goudjil MB. Composition chimique, activité antimicrobienne et antioxydante de trois plantes aromatiques. Published online 2016. doi:10.13140/RG.2.2.11204.65926
28. Lucchesi ME. Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des huiles essentielles.
29. Farhat A. Vapo-Diffusion assistée par Micro-ondes : Conception, Optimisation et Application.
30. Bruneton J, Poupon E. *Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales*. 5e éd. Lavoisier Tec & doc; 2016.
31. Ferhat MA, Boukhatem MN, Hazzit M, Chemat F. Rapid extraction of volatile compounds from *Citrus* fruits using a microwave dry distillation. *J Fundam Appl Sci*. 2018;8(3):753. doi:10.4314/jfas.v8i3.6

Références bibliographiques

32. Wang Z, Ding L, Li T, et al. Improved solvent-free microwave extraction of essential oil from dried *Cuminum cyminum* L. and *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. *J Chromatogr A*. 2006;1102(1-2):11-17. doi:10.1016/j.chroma.2005.10.032
33. Belsito EL, Carbone C, Di Gioia ML, et al. Comparison of the Volatile Constituents in Cold-Pressed Bergamot Oil and a Volatile Oil Isolated by Vacuum Distillation. *J Agric Food Chem*. 2007;55(19):7847-7851. doi:10.1021/jf070997q
34. Gomes PB, Mata VG, Rodrigues AE. Production of rose geranium oil using supercritical fluid extraction. *J Supercrit Fluids*. 2007;41(1):50-60. doi:10.1016/j.supflu.2006.08.018
35. Peterson A, Machmudah S, Roy BC, Goto M, Sasaki M, Hirose T. Extraction of essential oil from geranium (*Pelargonium graveolens*) with supercritical carbon dioxide. *J Chem Technol Biotechnol*. 2006;81(2):167-172. doi:10.1002/jctb.1375
36. Denayer R. Pour une analyse des huiles essentielles. *Chim Nouv*. 11.
37. Benyoucef F, Dib MEA, Arrar Z, Costa J, Muselli A. Synergistic Antioxidant Activity and Chemical Composition of Essential Oils From *Thymus fontanesii*, *Artemisia herba-alba* and *Rosmarinus officinalis*. *J Appl Biotechnol Rep*. 2018;5(4):151-156. doi:10.29252/JABR.05.04.03
38. Sidali L, Brada M, Fauconnier ML, Lognay G. Chemical composition and antioxidant activity of *Thymus fontanesii* essential oil from Algeria.
39. Sidali L, Brada M, Fauconnier ML, Lognay G, Heuskin S. Chemical composition, acute toxicity, antimicrobial and anti-inflammatory activities of *Thymus fontanesii* essential oil from Algeria. 2017;11.
40. Mohammedi Z, Bachik S. Potentiel antifongique et antiaflatoxinogène des huiles essentielles d'une plante endémique *Thymus fontanesii* Boiss. et Reut. 2010;5.
41. Dob T, Dahmane D, Benabdelkader T, Chelghoum C. Composition and Antimicrobial Activity of the Essential Oil of *Thymus fontanesii*. *Pharm Biol*. 2006;44(8):607-612. doi:10.1080/13880200600897106
42. Sobeh M, Rezaq S, Cheurfa M, et al. *Thymus algeriensis* and *Thymus fontanesii*: Chemical Composition, In Vivo Antiinflammatory, Pain Killing and Antipyretic Activities: A Comprehensive Comparison. *Biomolecules*. 2020;10(4):599. doi:10.3390/biom10040599
43. Russo M, Galletti GC, Bocchini P, Carnacini A. Essential Oil Chemical Composition of Wild Populations of Italian Oregano Spice (*Origanum vulgare* ssp. *hirtum* (Link) Letswaart): A Preliminary Evaluation of Their Use in Chemotaxonomy by Cluster Analysis. 1. Inflorescences. *J Agric Food Chem*. 1998;46(9):3741-3746. doi:10.1021/jf980087w
44. Benchaâ S, Hazzit M, Zermane N, Abdelkrim H. Chemical composition and herbicidal activity of essential oils from two Labiatae species from Algeria. *J Essent Oil Res*. 2019;31(4):335-346. doi:10.1080/10412905.2019.1567400

Références bibliographiques

45. Viuda-Martos M, Mohamady MA, Fernández-López J, et al. In vitro antioxidant and antibacterial activities of essential oils obtained from Egyptian aromatic plants. *Food Control*. 2011;22(11):1715-1722. doi:10.1016/j.foodcont.2011.04.003
46. Gouyon PH, Vernet P, Guillerm JL, Valdeyron G. Polymorphisms and environment: the adaptive value of the oil polymorphisms in *Thymus vulgaris* L. *Heredity*. 1986;57(1):59-66. doi:10.1038/hdy.1986.87
47. Boira H, Blanquer A. Environmental factors affecting chemical variability of essential oils in *Thymus piperella* L. *Biochem Syst Ecol*. Published online 1998.
48. Karousou R, Koureas DN, Kokkini S. Essential oil composition is related to the natural habitats: *Coridothymus capitatus* and *Satureja thymbra* in NATURA 2000 sites of Crete. *Phytochemistry*. 2005;66(22):2668-2673. doi:10.1016/j.phytochem.2005.09.020
49. Nabet N, Boudries H, Loupassaki S, Souagui S, Madani K, Carbonell-Barrachina A. Chemical composition, antimicrobial and antioxidant activities of *Thymus fontanesii* Boiss. et Reut. and *Origanum glandulosum* Desf. essential oils. *Int Food Res J*. 2017;24:2518-2525.

Références bibliographiques

الملخص

تندرج دراستنا في إطار تّمين النباتات الطبية في الجزائر (الزعرتر). يتضمن هذا البحث عدة خطوات رئيسية، بما في ذلك استخراج الزيت الأساسي من الأجزاء الهوائية من نبات الزعرتر عن طريق التقطير البخار والتوصيف الكيميائي للمركبات المستخرجة من الزيت

تكشف نتائجنا أن مستخلص الزعرتر يظهر عوائد استخراج متغيرة من 0.2% إلى 4.36%، اعتماداً على الموسم والمنطقة الجغرافية. بعد ذلك، من خلال التوصيف الكيميائي، تم تحديد المركبات الموجودة في الزيت مثل الكارفكرول على أنه المنتج الأكبر متبوعاً بـ م_ شيمان و اوندوبورنيول

الكلمات المفتاحية: الزعرتر، التركيب الكيميائي، الزيت الأساسي .

Résumé

Notre étude rentre dans le cadre de la valorisation des plantes médicinales en Algérie (*Thymus fontanesii*). Cette recherche comprend plusieurs étapes clés, notamment l'extraction par hydrodistillation des parties aériennes broyées de la plante *Thymus fontanesii* et la caractérisation chimique des composés extraits (HETF). Les résultats révèlent que l'extrait de thym présente des rendements d'extraction variables, allant de 0,12 % à 4,36 %, en fonction de la saison et de la région géographique. En outre, grâce à la caractérisation chimique, nous avons identifié les composés présents dans l'huile de *Thymus fontanesii*, notamment le carvacrol en tant que composé majoritaire, suivi du m-cymène et de l'endo-bornéol.

Mots clés : *Thymus fontanesii*, composition chimique, huile essentielle.

Abstract

Our study falls within the field of the valorisation of medicinal plants in Algeria (*Thymus fontanesii*). The research involved several key stages, including extraction by hydrodistillation of the crushed aerial parts of the *Thymus fontanesii* plant and chemical characterisation of the extracted compounds (HETF). The results show that thyme extract has variable extraction yields, ranging from 0.12% to 4.36%, depending on the season and geographical region. In addition, chemical characterisation enabled us to identify the compounds present in *Thymus fontanesii* oil, in particular carvacrol as the majority compound, followed by m-cymene and endo-borneol.

Key words: *Thymus fontanesii*, chemical composition, essential oil.