

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCCEN

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : Chimie pharmaceutique

Par : KHALDI Khawla

Sur le thème

Activité antioxydante des huiles essentielles de *Atractylis humilis*

Soutenu publiquement le 07 juillet 2021 à Tlemcen devant le jury composé de :

Pr. MERAD Meriem	Professeur	Université de Tlemcen	Présidente
Pr. BENSALD Okkacha	Professeur	Université de Tlemcen	Examineur
Pr. SELLES Chaouki	Professeur	Université de Tlemcen	Encadrant

Année universitaire : 2020-2021

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, j'aimerais remercier Dieu le tout puissant de m'avoir aidé à terminer ce modeste travail.

J'exprime mes plus sincères remerciements et gratitude à mon encadrant Pr Chaouki SELLES d'avoir accepté de diriger ce projet, ainsi que pour son soutien, son encouragement, son entière disponibilité et ses précieux conseils durant toute la période de l'élaboration de ce travail. Veuillez trouver ici, cher monsieur l'expression de ma respectueuse considération.

Je remercie les membres de jury qui ont bien voulu m'honorer par leur présence afin de juger mon travail :

Pr Merad Meriem à l'Université de Tlemcen qui m'a fait l'honneur d'accepter de présider ce jury.

Pr. Okkacha Bensaid à l'université de Tlemcen d'avoir accepté d'examiner ce mémoire.

Je remercie tous les membres de l'équipe de laboratoires (Lasnabio) Dr. Nassima Benmansour et Dr. Asma ALLAL pour leur accueil, leur sympathie ainsi que leurs idées constructives et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la concrétisation de ce travail.

Je tiens aussi à remercier ma famille d'être toujours là pour moi, mais surtout mes parents, pour m'avoir soutenu tout au long de mon parcours scolaire et universitaire, mes collègues de laboratoire et mes ami(e)s.

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail à:

À mes chers parents : mon père et ma mère

A mes chères sœurs Assia et Nafissa

A mon cher frère Oussama,

A tous les membres de ma famille, petits et grands

À mes collègues de la promotion

A tous mes chers ami(e)s.

Table des matières

TABLE DES MATIERES	I
LISTE DES FIGURES	VI
LISTE DES TABLEAUX	VII
INTRODUCTION	1
1. HUILES ESSENTIELLES	3
1.1. <i>Historique</i>	3
1.2. <i>Définition</i>	3
1.3. <i>Etat naturel, rôle et localisation chez la plante</i> :	4
1.4. <i>Composition chimique des huiles essentielles</i> :	4
1.4.1. Les terpènes	4
1.4.2. Les composés aromatiques	5
1.5. <i>Propriétés physicochimiques des huiles essentielles</i>	5
1.6. <i>Extraction des huiles essentielles</i> :	6
1.6.1. Entraînement à la vapeur d'eau	6
1.6.2. Hydrodistillation	7
1.6.3. Expression à froid	8
1.6.4. Enfleurage	8
1.6.5. Extraction par solvants organiques volatils	8
1.6.6. Extraction par le CO2 supercritique	8
1.7. <i>Les méthodes d'analyse des huiles essentielles</i>	8
1.8. <i>Domaines d'applications des huiles essentielles</i>	9
1.8.1. En industrie alimentaire	9
1.8.2. En parfumerie et cosmétologie	9
1.8.3. En aéro-ionisation :	9
1.8.4. En thérapeutique	9
1.8.4.1. Anti inflammatoire	9
1.8.4.2. Antibactérienne	10
1.8.4.3. Anti virale	10
1.8.4.4. Antifongique	10
1.8.4.5. Antiseptique	10
1.8.4.6. Antiparasitaire	10
1.8.4.7. Activité antioxydante	10
1.9. <i>Méthodes d'évaluation de l'activité anti oxydante</i>	11
1.9.1. TEST DPPH :	11
1.9.2. Test de réduction du fer FRAP :	12
2. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE DE L'ESPECE ATRACTYLIS HUMILIS (ASTERACEAE)	12
2.1. <i>Famille des Asteracées</i>	12
2.2. <i>Position systématique de la famille des Astéracées</i> :	13
2.3. <i>Applications médicinales et intérêt commercial, nutritionnel et pharmacologique des Astéracées</i> : 13	
2.4. <i>Présentation de l'espèce Atractylis humilis</i> :	14
2.4.1. Description botanique de l'espèce	14
2.4.2. Classification systématique	14
2.4.3. Usage thérapeutique	15
PRATIQUE : CHAPITRE MATERIEL ET METHODES	17
1. MATERIEL	18
2. METHODE D'EXTRACTION	18

2.1. Hydrodistillation.....	18
2.1.1. Protocole d'extraction.....	19
2.1.2. Procédé d'obtention de l'extrait d'hydrolat	20
2.1.3. Mesure de l'activité antioxydante de plante <i>Atractylis humilis</i>	21
2.1.3.1. Test de piégeage du radical libre (DPPH)	21
2.1.3.2. Test de la réduction du fer par la méthode du FRAP.....	21
PRATIQUE : RESULTATS ET DISCUSSION	23
1. COMPOSITION CHIMIQUE DES HUILES ESSENTIELLES D' <i>ATRACTYLIS HUMILIS</i> :	24
2. EVALUATION DE L'ACTIVITE ANTIOXYDANTE DE L'HE D' <i>ATRACTYLIS HUMILIS</i> :	25
2.1. Test du piégeage du radical libre DPPH :	25
2.2. Test de la réduction du fer : FRAP	28
CONCLUSION.....	31
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	33

Liste des Figures

Liste des Figures

FIGURE 1: STRUCTURE DE L'ISOPRENE	4
FIGURE 2 : MONTAGE D'ENTRAINEMENT A LA VAPEUR D'EAU	7
FIGURE 3 : MONTAGE DE L'HYDRODISTILLATION.....	8
FIGURE 4: REDUCTION DU RADICAL DPPH.....	12
FIGURE 5: PHOTOGRAPHIE DE LA PLANTE <i>ATRACTYLIS HUMILIS</i>	14
FIGURE 6: MONTAGE DE L'HYDRODISTILLATION TYPE CLEVANGER	19
FIGURE 7: PROCEDE D'OBTENTION DE L'HYDROLAT	20
FIGURE 8: COMPARAISON DE L'IC50 D'HUILE ESSENTIELLE D' <i>ATRACTYLIS</i> AVEC CELLE D'ACIDE ASCORBIQUE.	26
FIGURE 9: COURBE D'ÉVALUATION DU POUVOIR ANTIOXYDANT PAR LA METHODE DE FRAP DE L'ESPECE <i>ATRACTYLIS HUMILIS</i>	29

Liste des Tableaux

Liste des Tableaux

TABLEAU 1: LIEU DE RECOLTE, ET RENDEMENT EN HUILES ESSENTIELLES D' <i>A. HUMILIS</i>	24
TABLEAU 2: COMPOSITION CHIMIQUE D'HUILES ESSENTIELLES D' <i>ATRACTYLIS HUMILIS</i>	25
TABLEAU 3: LA CONCENTRATION IC50 DE L'HUILE D' <i>ATRACTYLIS HUMILIS</i> PAR LA METHODE DPPH	26
TABLEAU 4: ACTIVITE ANTIOXYDANTE D'EXTRAIT D' <i>ATRACTYLIS HUMILIS</i> PAR LA METHODE DPPH A DIFFERENTES CONCENTRATIONS. 27	
TABLEAU 5 : COMPARAISON DU POUVOIR ANTIOXYDANT DES HUILES ESSENTIELLES PAR LA METHODE DE FRAP DE L'ESPECE <i>A. HUMILIS</i> AVEC CELLE DE VITAMINE C.	29

Introduction

Pendant des siècles, l'usage des plantes aromatiques et médicinales furent la principale source de remède. Il a reconnu des énormes applications dans divers domaines (industrie de parfumerie, cosmétique, agroalimentaire et pharmaceutique) [1]Elles sont devenues au centre des préoccupations des politiques sectorielles et des orientations stratégiques de l'économie et génèrent des ressources de revenu importantes [2].

En effet, l'Algérie de par sa situation géographique exceptionnelle, est caractérisée par une très grande variation de reliefs et de climats. Sa flore jouit d'une très grande richesse où une biodiversité d'espèces végétales y poussent spontanément [3]Ces plantes contiennent des substances actives qui ont des propriétés médicinales considérables [4]qui, souvent sont dues à leur fraction volatile. Plusieurs travaux ont démontré que l'huile essentielle « HE » et les métabolites secondaires, présentent une activité biologique intéressante en tant qu'agents antibactériens, antifongiques, antioxydants et antiparasitaires [5] .Actuellement, l'utilisation des huiles essentielles à des fins thérapeutiques suscite un engouement important. Elle permet également à coordonner la santé physique et mentale [6]

A cet effet, et dans le cadre de la valorisation de la flore locale de la région de Tlemcen de l'ouest Algérien et dans un but d'explorer de nouveaux principes actifs à signification thérapeutique, nous nous sommes intéressés à une espèce appartenant à la famille des astéracées qui fait partie des familles les plus riches en huiles essentielles et qui est constituée de 12.000 espèces. Cette famille regroupe une quantité impressionnante de plantes médicinales à propriétés diverses : toniques (*Cichorium intybus* L), stimulantes (*Matricaria chamomilla* L), diurétiques (*Taraxacum officinal* L), sédatives (*Lactuca virosa* L), traitement de la syphilis(*Psiadia nigrescens* Humbert (Agnandraisoa), contre les pathologies cardiaques et les coliques (*Vernonia cinerea* L). [7]

Notre intérêt s'est porté sur l'étude de *Atractylis humilis*, une plante aromatique et médicinale méconnue et très peu utilisée par la population locale. Par ailleurs, la partie volatile n'a fait l'objet d'aucune étude scientifique.

Notre travail est réparti comme suit :

- Une recherche bibliographique sur *Atractylis humilis*.
- L'extraction des huiles essentielles de *Atractylis humilis*.

- L'évaluation de l'activité anti oxydante des huiles essentielles par les méthodes suivantes : DDPH et FRAP.

1. Huiles essentielles

1.1. Historique

L'histoire des huiles essentielles est associée à l'évolution de la civilisation. Elle remonte à 4000 ans avant JC. Dans toutes les régions du monde, l'histoire des peuples Egyptiens, Grecs, Romains, Chinois et Indiens montre qu'ils ont pratiqué l'aromathérapie dans la constitution de leurs remèdes pendant des siècles [8].

Les arabes et les Egyptiens ont prévalu des caractéristiques médicinales et aromatiques des plantes : conservation des momies, aromatisation des bains, désinfection des plaies avec des onguents et la fabrication des boissons aromatisées [9, 10]

En effet, les huiles essentielles ont bénéficié des avancées scientifiques au niveau des techniques d'obtention et de l'analyse de leur composition chimique.

Aujourd'hui, ces extraits sont largement utilisés dans divers domaines engendrant des revenus économiques énormes à l'échelle mondiale.

1.2. Définition

Le terme « huile essentielle » est défini conjointement par l'Agence nationale de sécurité du médicament (ANSM) pour les usages pharmaceutiques et cosmétiques et par l'AFNOR/ISO pour les usages aromatiques et alimentaires[8]

* Selon la Commission de la Pharmacopée européenne (2008) :[11]

« Produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, soit par un procédé mécanique approprié sans chauffage. L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition ».

* Selon AFNOR NF T 75-006 (1998) :

« Produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe de citrus, soit par distillation sèche. L'huile essentielle est ensuite séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques n'entraînant pas de changement significatif de sa composition... ».[12]

1.3. Etat naturel, rôle et localisation chez la plante :

Les huiles essentielles, autrement appelés huiles volatiles, sont des liquides huileux aromatiques concentrés et hydrophobes.

Elles sont extraites à partir des diverses parties du matériel végétal tels que :les fleurs (jasmin), feuilles (Ocotea laevis Kost), graines (longoza), racine (ail), fruit (citron) et écorce (cannelle) ...etc)[13].

Dans certaines plantes, l'essence est produite par des tissus sécréteurs, le plus souvent regroupées en poches ou canaux sécréteurs [10]. Dans d'autres, elle se trouve en liaison glucosidique à l'intérieur des tissus et ne se manifeste que lorsqu'on froisse, écrase, sèche ou distille la plante [14]

1.4. Composition chimique des huiles essentielles :

Il s'agit d'un mélange de molécules variées[15], comprenant majoritairement des terpènes (monoterpènes et sesquiterpènes) et des composés aromatiques qui sont moins fréquents.

La composition chimique des HE varie encore de façon appréciable avec le milieu et la période de la végétation. Elle peut aussi être modifiée au cours de l'extraction ou durant la conservation [16]

1.4.1. Les terpènes

Les terpènes ont été nommés en 1871 par Friedrich Kekulé von Stradonitz en référence à lade Terpentiniöl mot allemand qui est « essence de térébenthine » [8]

Ce sont des Hydrocarbures naturels dérivés de l'isoprène (2-methyl-1,3-butadiene) à cinq atomes de carbone (C_5H_8) de structure cyclique ou non (acyclique, monocyclique, bicyclique ou tricyclique).

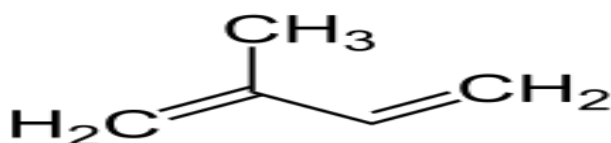


Figure 1: Structure de l'isoprène.

Ce sont des molécules composées d'un nombre variable d'unités d'isoprène, comptant les monoterpènes(C10), les sesquiterpènes(C15) et les diterpènes(C20) et les triterpènes (C30). Ils ont la même origine métabolique.

- **Monoterpènes :**

Ils sont constitués de deux unités d'isoprène (10 atomes de carbones) et peuvent être cyclique (p.cimène) ou acyclique (myrcène).

Ils sont utilisés pour leur propriétés antiseptiques et expectorantes. Cependant ils peuvent être dermocaustiques et agressifs pour les muqueuses tel que le limonène avec le risque de dermatite de contact allergique [17]

- **Les sesquiterpènes :**

Ils sont une classe de terpènes formés de trois unités isopréniques qui contiennent 15 carbones. Ils ont une vaste application dans le traitement de toutes les pathologies allergiques et inflammatoires [18]

1.4.2. Les composés aromatiques

Dérivés du phényl propane, ils sont beaucoup moins fréquents dans les huiles essentielles que les composés terpéniques [19].Ces composés sont très souvent des allyl- et propényl phénols , parfois des aldéhydes tels que : l'anéthole , l'ansaldehyde, le safrol , la vanilline ...

Ces composés aromatiques jouent un rôle très important dans la définition des caractères organoleptiques des huiles essentielles citant l'eugénol qui est responsable de l'odeur de clou de girofle [20]

1.5.Propriétés physicochimiques des huiles essentielles

Elles se caractérisent par leurs propriétés organoleptiques (odeur, couleur et gout)

Ce sont des substances fluides de densité inférieure à celle de l'eau à l'exception des essences de cannelle, du girofle et du saffras. Leurs couleurs sont généralement comprises dans une gamme entre l'incolore le jaune pâle.

Les huiles essentielles sont solubles dans les solvants organiques, légèrement solubles dans l'eau. Elles possèdent un indice de réfraction avec un pouvoir rotatoire. Différents indices chimiques (indice d'acide, d'ester et de carbonyle ...) peuvent leur être attribués

Le caractère odorant de ces essences est lié à la volatilité des molécules qui les composent, ce qui permet de les obtenir par entraînement à la vapeur d'eau.

1.6.Extraction des huiles essentielles :

C'est la principale étape dans laquelle on capte les produits les plus fragiles élaborées par les plantes.

Il y a plusieurs méthodes d'extraction des essences végétales qui sont mises en œuvre et le choix de la méthode la plus convenable revient à plusieurs facteurs citant : la nature du matériel végétale à traiter (graine, feuilles, racine.), la nature des composés (huiles essentielles, huiles lourdes ..) , le rendement en huile et la fragilité de certains constituants de l'huile à la température , la durée et le cout d'installation et de fonctionnement d'appareillage [21]

Parmi ces méthodes on peut citer :

1.6.1. Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. A la différence de l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct de l'eau et la matière végétale à traiter.

La drogue broyée est placée dans un alambic sur des plaques perforées et on injecte au travers de la masse végétale de la vapeur d'eau qui va entraîner les HE.

Les vapeurs sont condensées sur une surface froide et l'HE est séparée de l'eau par décantation dans un vase florentin.

Dans cette technique, l'absence de contact direct entre l'eau et la matière végétale, puis entre l'eau et les molécules aromatiques évite certains phénomènes d'hydrolyse ou de dégradation pouvant nuire à la qualité de l'huile.

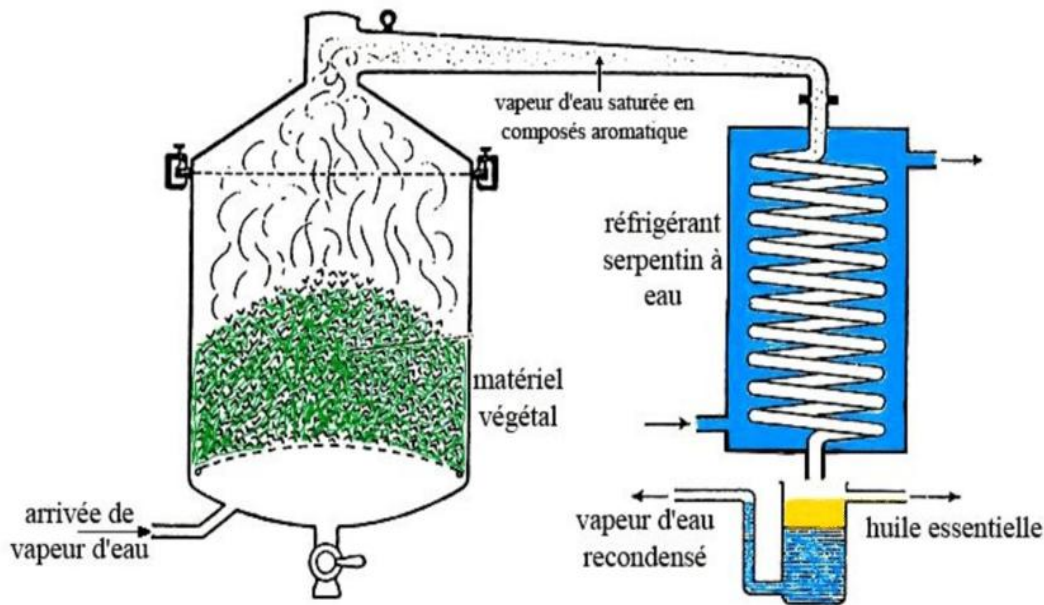


Figure 2 : Montage d'entraînement à la vapeur d'eau

1.6.2. Hydrodistillation

L'hydrodistillation est une variante de la méthode d'entraînement à la vapeur d'eau où la drogue découpée est directement placée dans l'eau portée ensuite à ébullition selon la pharmacopée française IX^{ème}.

Cette méthode repose sur le fait que la plupart des matières odorantes peuvent être entraînées à la vapeur d'eau, et l'appareillage utilisé est le clevenger.

Ce processus consiste à immerger le matériel végétal avec de l'eau, le tout est porté à l'ébullition. Sous l'effet de la chaleur, les cellules végétales s'éclatent et libèrent des molécules odorantes qui y sont contenues. Ces derniers forment avec la vapeur d'eau un mélange azéotropique. Ensuite, les vapeurs obtenues sont condensées dans un réfrigérant et les huiles essentielles se séparent de l'eau par différence de densité.

La durée de distillation peut varier en quelques heures en fonction du matériel utilisé et la matière végétale à traiter. Elle influence également le rendement et la composition de l'extrait obtenu.

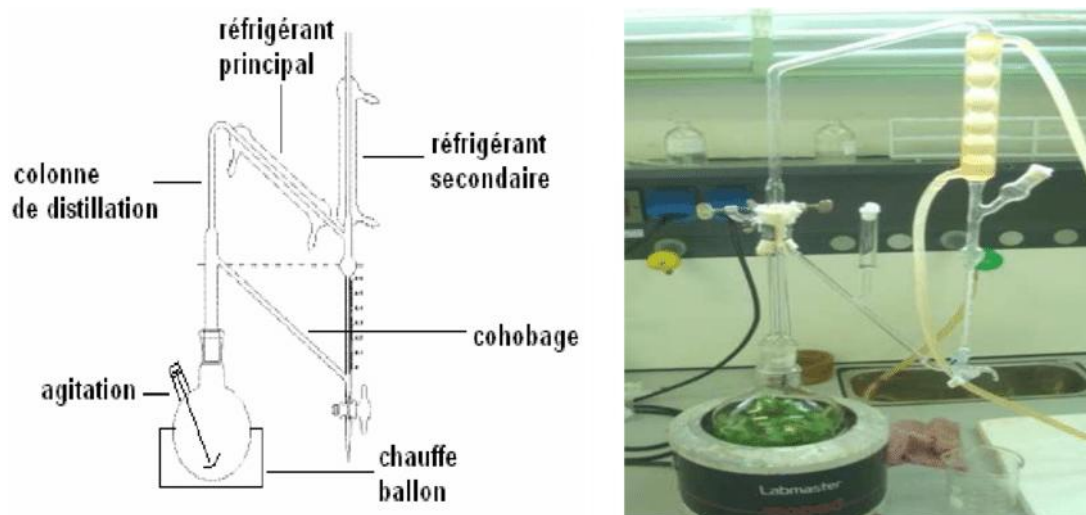


Figure 3 : montage de l'hydrodistillation.

1.6.3. Expression à froid

1.6.4. Enfleurage

1.6.5. Extraction par solvants organiques volatils

1.6.6. Extraction par le CO₂ supercritique

1.7. Les méthodes d'analyse des huiles essentielles

L'analyse des huiles essentielles est une opération délicate qui nécessite la mise en œuvre de plusieurs techniques :

- Chromatographie sur couche mince (CCM)
- Chromatographie en phase gazeuse (CPG)
- Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GPC/SM)
- La chromatographie liquide à haute performance (HPLC).

La technique la plus employée est l'utilisation du couplage d'une technique chromatographique généralement la CPG (chromatographie en phase gazeuse) avec une technique d'identification spectrale telle que la spectrométrie de masse (SM)

La chromatographie en phase gazeuse est la technique de séparation la plus utilisée dans le domaine des huiles essentielles, car elle permet d'effectuer l'individualisation des constituants à partir d'échantillons de l'ordre du milligramme voire du microgramme

Le couplage de la spectrométrie de masse par chromatographie en phase gazeuse (CPG/SM) est une technique permettant de séparer, d'identifier et de quantifier des mélanges complexes de produits chimiques. Ceci le rend idéal pour l'analyse des centaines de composés de poids moléculaire relativement bas mais il doit être suffisamment volatil et thermiquement stable.

1.8. Domaines d'applications des huiles essentielles

1.8.1. En industrie alimentaire

Les plantes aromatiques et leurs HE sont utilisées dans la conservation des denrées alimentaire [22]

En industrie agro-alimentaire, le carvacrol exerce une action antimicrobienne bien distinguée. Il est additionné à différents produits alimentaires [23] et sert à rehausser le goût et pour empêcher le développement des contaminants alimentaires [24]

1.8.2. En parfumerie et cosmétologie

L'introduction des HE dans les crèmes et les gels permet de préserver ces produits cosmétiques grâce à leur activité antiseptique et antioxydante tout en leur assurant une odeur agréable [25]

1.8.3. En aéro-ionisation :

Actuellement, il est possible d'aseptiser l'atmosphère des locaux avec un ionisateur d'huiles essentielles. Il se forme ainsi des aérosols vrais aromatiques, ionisés, créant de l'oxygène naissant ionique, qui est fortement bactéricide, tout en contribuant à dépolluer l'atmosphère [26]

1.8.4. En thérapeutique

Les huiles essentielles possèdent de nombreuses activités biologiques. En phytothérapie, elles sont utilisées pour leur propriétés antiseptiques et antimicrobiennes vis-à-vis des maladies infectieuses [27]

1.8.4.1. Anti inflammatoire

Les huiles essentielles possédant une proportion importante des aldéhydes qui ont des propriétés actives contre les différents types d'inflammation (rhumatisme, arthrite ...) agissant par voie interne sur la libération de l'histamine et sur les différents médiateurs de l'inflammation telle que l'huile essentielle de Gingembre [28]

1.8.4.2. Antibactérienne

Les phénols (thymol et carvacrol) ainsi que les mono terpénols (géraniol et menthol) et les aldéhydes (géralial) possèdent un effet antibactérien (bactériostatique et bactéricide).[29]

1.8.4.3. Anti virale

Les huiles essentielles riches en substances aromatiques se caractérisent par leurs pouvoir antiviral.[30]

1.8.4.4. Antifongique

Les essences aromatiques avec son caractère acide tels que les sesquiterpènes et les lactones sesquiterpéniques donnent des meilleurs résultats vis-à-vis les infections mycosiques.[31]

1.8.4.5. Antiseptique

Les aldéhydes et les composés terpéniques ont des propriétés désinfectante et antiseptique luttant contre la prolifération des germes pathogènes.[31]

1.8.4.6. Antiparasitaire

Les phénols possèdent un pouvoir antiparasitaire. [31]

1.8.4.7. Activité antioxydante

Le stress oxydant est impliqué dans de très nombreuses maladies comme facteur déclenchant ou associé à des complications.

Les cellules utilisent de nombreuses stratégies anti-oxydantes en consomment beaucoup d'énergie pour contrôler leur niveau d'espèces réactives de l'oxygène (ERO).

Les antioxydants sont identifiés comme des molécules capables de piéger les radicaux ou de fournir un pouvoir réducteur pour lutter contre le stress oxydatif, contribuant ainsi à

protéger le corps humain de plusieurs maladies attribuées aux réactions des radicaux libres. La défense anti-oxydante comprend des antioxydants synthétiques et naturels.

Actuellement, la recherche d'antioxydants naturels avec la vertu d'être non toxique a donné lieu à un grand nombre d'études. Dans la nature et en particulier dans le monde végétal, les plantes renferment de nombreuses substances bioactives qui présentent des propriétés anti-oxydantes [32]

Quelques travaux ont rapporté que certaines huiles essentielles sont plus efficaces que les antioxydants synthétiques. Les effets antioxydants d'huiles essentielles et d'extraits des plantes sont dus principalement à la présence des groupes d'hydroxyle dans leur structure chimique

1.9.Méthodes d'évaluation de l'activité anti oxydante

Les méthodes d'évaluation de l'activité anti oxydante ne sont pas standardisées. Chaque méthode est liée aux paramètres réactionnels : le solvant, le temps de réaction, le pH et varie en fonction de la nature des radicaux libres, ainsi que selon les techniques analytiques impliquées dans le fonctionnement des processus d'oxydation.

Dans notre travail, nous avons essayé d'évaluer l'activité anti oxydante des huiles essentielles in vitro selon deux méthodes d'analyse :

1.9.1. TEST DPPH :

Le composé chimique 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyle (α,α -diphenyl- β - picrylhydrazyle) fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure activité antioxydante des composés phénoliques.

Ce composé est un radical stable qui possède un électron célibataire sur l'atome de l'azote, caractérisé par une couleur violette et un pic d'absorption spectral maximal à 517nm.

La réduction du radical DPPH par un antioxydant se manifeste par une décoloration de DPPH violet (forme radicalaire) en jaune (forme réduite DPPH-H) lorsque l'électron célibataire s'apparie. Elle peut être suivie par spectrophotométrie UV visible, en mesurant la diminution de l'absorbance à 517nm provoquée par la présence des extraits phénoliques.

Cette décoloration est représentative de la capacité des composés phénoliques à piéger ces radicaux libres. Donc ce test est un bon révélateur du pouvoir anti radicalaire direct de différentes substances phénoliques des extraits.

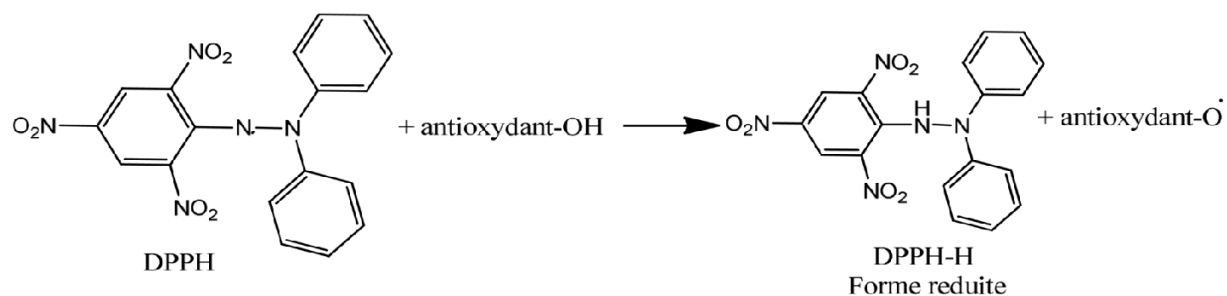


Figure 4: Réduction du radical DPPH

1.9.2. Test de réduction du fer FRAP :

Comme son nom l'indique, cette technique a été développée pour mesurer la capacité du plasma à réduire le fer ferrique (Fe^{3+}) en fer ferreux (Fe^{2+}). En effet le Fe^{3+} participe à la formation du radical hydroxyle par la réaction de Fenton. Le Fe^{2+} à un pH faible forme un complexe avec la 2,4,6-tris(2-pyridyl)-1,3,5-s-triazine (TPTZ) de couleur bleue qui a une absorption maximale à 594 nm. Ainsi, la formation de ce complexe indiquera un pouvoir réducteur et déterminera la capacité d'un composé à se comporter comme un anti-oxydant. Les valeurs sont obtenues par comparaison de l'absorbance à 594 nm du mélange réactionnel contenant l'échantillon à tester avec celle d'un mélange réactionnel contenant une concentration connue en Fe^{2+} . Ce test nous servira à évaluer l'activité anti-oxydante des composés purs uniquement.

2. Etude bibliographique de l'espèce *Atractylis humilis* (Asteraceae)

2.1.Famille des Astéracées

Elle provient du mot grec « Aster » signifiant « étoile » due à la forme de la fleur [33]Autrement appelée Composées (Compositae), elle est composée de fleurs minuscules, réunies en inflorescences appelées capitules. Le fruit est un akène généralement surmonté d'un pappus provenant du calice. C'est une grande famille de plantes d'angiospermes dicotylédones (principalement herbacées) appartenant aux classes des gamopétales ou astérides (Asteridae) et à l'ordre des Astérales.

Elle est présente dans toutes les régions du monde, principalement dans les régions tropicales et subtropicales bordant les zones semi-arides et désertiques.

Les composées ont une distribution mondiale avec une large diversification écologique.

Elle comprend près de 23000 espèces [34]réparties en 1500 genres avec tous les types biologiques: arbres, lianes, arbustes, plantes succulentes, épiphytes, plantes aquatiques, etc [34]mais la plupart des espèces sont surtout des plantes herbacées vivaces ou annuelles [35]

2.2.Position systématique de la famille des Astéracées :

La classification classique est représentée comme suit :[36]

- Règne : Plantae
- Sous-règne : Tracheobionta
- Embranchement : Phanerogamae (Phanérogames)
- Sous-embranchement : Magnoliophytina (Angiospermes)
- Classe : Magnoliopsida (Dicotyledones)
- Sous-classe : Asteridae
- Ordre : Asterales
- Famille : Astéracées (Composées)

2.3.Applications médicales et intérêt commercial, nutritionnel et pharmacologique des Astéracées :

Cette vaste famille est économiquement importante, elle fournit des plantes alimentaires : la laitue est la plante la plus cultivée de la famille, suivie de l'artichaut, de l'endive, du salsifis, de la chicorée, de l'estragon et du tournesol, De nombreuses autres espèces ont une utilisation ornementale tels que : la marguerite, le dahlia, le zinnia, le cosmos, le chrysanthème et l'aster.

Elle regroupe également un grand nombres des espèces utilisées en thérapeutique, ils sont inclus dans les revues médicales en raison de leurs lactones sesquiterpéniques : Armoise (artémisine) anti malarique ; *Arnica montana*: *Arnica vulnérable* ; *Anthemis nobilis* : Camomille romaine antispasmodique digestif[37]; *Matricaria recutita*: Camomille vraie dermatologie (externe)[37] ;*Tanacetum* sp: pyrèthre insecticide et Tussilago: tussilage pectorale.

L'usage thérapeutique majeur des astéracées est du essentiellement à leurs activités anti inflammatoires et antimicrobiennes.

2.4.Présentation de l'espèce *Atractylis humilis* :

Dans la famille des Astéracées, Le genre *Atractylis* comporte une trentaine d'espèces localisées sur le bord et les îles de la Méditerranée, au moins seize espèces sont présentes en Algérie où *Atractylis humilis*, largement répandue

- Nom : *Atractyle humble*.
- Nom scientifique : *Atractylis humilis* L ou *Atractylis coespitosa* L.
- Nom vernaculaire : Knoud[38] ,Kounida, Taboq.[39]
- Nom français : Chardon[38]



Figure 5: Photographie de la plante *Atractylis humilis*

2.4.1. Description botanique de l'espèce

L'espèce *Atractylis humilis* est une plante annuelle, vivace, épineuse à faible épines. Cette plante croit dans les forêts sur les zones rocheuses et les sols pierreux.

Plante à petites feuilles lancéolées linéaires à bords épaissis en nervure marginale et régulièrement dentés épineux, capitules globuleux, fleurs du rayon, racine grisâtre ligneuse, tiges droites et longues de 1-2 dm glabres, son involucre est cylindrique court glabre formé d'écailles.

2.4.2. Classification systématique

- Règne : Plantae
- Classe : Campanulidées
- Ordre : Asterales
- Famille : Asteraceae
- Sous famille : Cardueoidea

- Genre : *Atractylis*
- Espèce : *Atractylis humilis* L

2.4.3. Usage thérapeutique

Depuis des années, les peuples du bassin méditerranéen utilisent les plantes du genre *Atractylis* vue ses propriétés médicinales intéressante dans le traitement d'une variété des maladies.

Un décocté des feuilles fraîches de *Atractylis Babellii* a approuvé son efficacité dans le traitement de rhume et l'asthme [40]. Par ailleurs, les racines de *Atractylis polycephala*, sont employés contre le chole lithiasique et l'hépatite [41, 42]

D'autre part, *Atractylis gummifera* a des applications thérapeutiques et traditionnelles importantes où les racines fragmentés et séchés puis réduite en poudre mélangé avec les tiges feuillés de *Origanum compactum* et celle de *lavendula officinalis* utilisés en décoction contre les infections urinaires et les cystites [43]

La poudre des racines associé à le henné est employée en badigeonnage sur tout le corps afin d'éliminer les cellules mortes et blanchir la peau [40]

En plus, il a été signalé dans la médecine populaire d'Afrique du Nord, qu'on traitait les ulcères syphilitiques et blanchissait les dents. Un mélange d'une infusion à base du chardon, girofle et l'origan est utilisé contre les gingivites et pour soulager les maux des dents. Il est aussi appliqué traditionnellement pour arrêter les hémorragies et facilite l'accouchement

Les racines en poudre sont employées en cataplasme pour traiter les taches de rousseurs sur le visage [44]

L'espèce *A. humilis* avec ses deux parties aérienne et souterraine a été considéré comme un traitement naturel efficace pour lutter contre diverses maladies. Les racines décoctées sont utilisées contre les affections gastro-intestinales et les maladies du colon [38] mais aussi pour traiter les infections des voies urinaires et le goitre.

Par ailleurs, le mélange des cendres de la partie aérienne avec l'huile de cade a prouvé son efficacité contre les affections cutanées telles que l'eczéma et la gale

En plus, jusqu'au nos jours, cette espèce et contrairement aux autres espèces de *Atractylis* tel que : *Atractylis gummifera* (Chardon à glu) qui peut provoquer d'après

plusieurs travaux une hépatite aiguë, une hypoglycémie sévère et une insuffisance rénale [42] ;n'a jamais enregistré un empoisonnement.

Matériel et méthodes

1. Matériel

L'espèce *Atractylis humilis* a été récoltée dans la région de Tlemcen (Mafrouch) pendant le mois de Avril 2021.

Après avoir débarrassé la plante des débris, les deux parties aérienne et souterraine de la plante sont séchées, à l'ombre dans un endroit sec bien aéré et à l'abri de la lumière.

2. Méthode d'extraction

Actuellement, l'extraction des huiles essentielles du matériel végétal a reconnu un énorme progrès avec l'utilisation des diverses techniques. Cependant, la technique la plus recommandée par la pharmacopée européenne depuis des années repose sur l'appareillage de distillation avec un Clevenger. Ce dernier a été décrit par coking et Middleton en 1935

2.1. Hydrodistillation

Le principe d'hydro distillation consiste à une distillation hétérogène. D'abord on fait immerger la matière végétale à traiter dans l'eau porté à ébullition, sous l'effet de la chaleur la matière végétale libère des molécules odorantes contenant dans l'appareil sécréteur. Ces essences odorantes volatiles et semi volatiles sont entraînées par la vapeur d'eau formant un mélange azéotropique. Ces vapeurs sont par la suite, condensées dans un réfrigérant et l'huile essentielle se sépare de l'hydrolat par une différence de densité dont l'huile essentielle de faible densité surnage au-dessus de l'hydrolat.

A la fin de l'hydrodistillation, on obtient deux produits : une partie insoluble dans l'eau qui été décantée fournissant l'huile essentielle dense en principes non hydrosolubles tandis que la partie contenant les composés hydrosolubles autrement appelé « hydrolat » ou l'eau florale est chargé en substances oxygénés aromatiques d'essence et d'autres composés hydrosolubles non présents dans l'huile essentielle.

Cette technique peut atteindre plusieurs heures en relation avec le matériel végétal utilisé.



Figure 6: Montage de l'hydrodistillation type Clevenger

2.1.1. Protocole d'extraction

L'extraction des essences de *Atractylis humilis* été faite à l'aide d'un montage de type clevenger .

Dans un ballon, la plante est immergée dans une quantité d'eau dans un ballon rempli jusqu'au 2/3. Le mélange est porté à ébullition douce qui peut durer plusieurs heures (3h)

Les vapeurs obtenues sont ensuite condensées dans un réfrigérant.

A la fin de ce processus, on obtient deux phases : organique (riche en huiles essentielles) et aqueuse (représentée par l'hydrolat). Les deux phases sont séparées par une simple décantation.

A la phase organique récupérée, nous ajoutons un desséchant (sulfate de magnésium anhydre) afin d'éviter toute trace d'eau retenue dans cette phase.

Ensuite, les huiles essentielles récupérées sont recueillies dans des piluliers en verre ambré et conservées à 4 °C dans un réfrigérateur.

Rendement en huile essentielle :

Le rendement en huile essentielle (RHE) correspond au rapport entre la masse de l'HE (m HE) obtenue et la masse de matière végétale (m MV) utilisé

Il est exprimé en pourcentage. Il est estimé par la formule suivante :

$$\text{RHE \%} = \frac{m\text{HE}}{m\text{MV}} \times 100$$

2.1.2. Procédé d'obtention de l'extract d'hydrolat

Après chaque extraction, l'hydrolat a été récupéré dans des bouteilles en verre ambré et conservé à l'abri de la chaleur. Le volume total collecté a été soumis à une extraction liquide-liquide par un solvant apolaire en utilisant une ampoule à décanter.



Figure 7: Procédé d'obtention de l'hydrolat

L'hydrolat a été traité plusieurs fois par 50 ml d'éther diéthylique. A l'extract d'hydrolat obtenu, nous ajoutons un desséchant (MgSO_4) suivi d'une évaporation du solvant. L'extract d'hydrolat est récupéré dans des flacons opaques préalablement pesés

Le rendement en hydrolat se calcule par cette formule :

$$\%HY = \left[\frac{V}{V^\circ} \right] \times 100$$

%HY : rendement en hydrolat,

V : volume d'hydrolat après traitement en millilitre,

V° : volume total de l'hydrolat en millilitre

2.1.3. Mesure de l'activité antioxydante de plante *Atractylis humilis*

2.1.3.1. Test de piégeage du radical libre (DPPH)

Les radicaux du 2, 2-diphenyl-1-picryl-hydrazylhydrate sont dissous dans du méthanol généralement à 0,004 % (P/V).

D'abord, un contrôle négatif est préparé en mélangeant 50 µL de méthanol avec 1,95 ml de la solution méthanolique de DPPH. La lecture de l'absorbance est faite contre un blanc préparé pour chaque concentration à 517 nm et maintenu dans l'obscurité pendant 30 min à température ambiante.

Parallèlement, L'extrait de plante est mis en contact avec la solution radicalaire de DPPH.

Après l'incubation du mélange, l'absorbance est lue à 515-517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre (U.V/VIS)

50µl de chaque solution méthanolique des extraits à différentes concentrations sont ajoutés à 1,95 mL de la solution méthanolique du DPPH de 0,025 g/L.

Le contrôle positif est représenté par une solution d'un antioxydant standard :l'acide ascorbique dont l'absorbance a été mesuré dans les mêmes conditions que les échantillons[45]

Les résultats ont été exprimés en pourcentage d'inhibition (I%) :

$$\% I = (Abs\ contrôle - Abs\ test)/Abs\ contrôle \times 100$$

La IC 50 (concentration inhibitrice à 50%) permet de calculer la concentration de l'échantillon testé nécessaire pour réduire 50 % des radicaux DPPH. Elle est calculée graphiquement par la régression linéaire des graphes tracés donnant le pourcentage d'inhibition en fonction des différentes concentrations des fractions testées.

Les résultats sont exprimés par la moyenne de trois mesures.

2.1.3.2. Test de la réduction du fer par la méthode du FRAP

Cette méthode repose sur la réduction des antioxydants du complexe : ferrocyanure de potassium K₃Fe (CN)₆ .Elle est basée sur la réaction chimique de réduction du Fe⁺³ en Fe⁺². Cette capacité réductrice peut servir comme un indicateur significatif de l'activité

antioxydant potentielle d'un composé. Cette réaction est révélée par le virement de couleur jaune du fer ferrique (Fe^{3+}) en bleu vert du fer ferreux (Fe^{2+}). L'intensité de cette coloration est mesurée par spectrophotométrie à 700 nm contre un blanc semblablement préparé en calibrant l'appareil (spectrophotomètre UV-VIS).

On prend un millilitre de l'extrait à différentes concentrations, on le mélange avec 2,5 ml d'une solution tampon phosphate 0,2 M (pH 6,6) et 2,5 ml d'une solution de ferricyanure de potassium $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ à 1%. L'ensemble est incubé au bain marie à 50°C pendant 20 minutes. Puis refroidi à la température ambiante. Ensuite 2,5 ml d'acide trichloroacétique à 10% sont ajoutés pour stopper la réaction. Les tubes sont centrifugés à 3000 rpm pendant 10 minutes, 2,5 ml du surnageant sont mélangés à 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml d'une solution de chlorure ferrique FeCl_3 fraîchement préparé à 0,1%.

Le contrôle positif est représenté par une solution d'un antioxydant standard : l'acide ascorbique dont l'absorbance a été mesuré dans les mêmes conditions que les échantillons.

Une augmentation de l'absorbance correspond à une augmentation du pouvoir réducteur des essences testés.[46]

Pratique : Résultats et discussion

L'espèce *Atractylis humilis* a été récoltée durant le mois d'avril 2021 à la région de Mafrouch wilaya de Tlemcen où elle pousse en abondance.

L'extraction par hydrodistillation a donné lieu à deux types d'huiles essentielles ; rouge pour la partie aérienne et jaune pour les racines. Les rendements en huile essentielle sont présentés dans le tableau suivant

Tableau 1: Lieu de récolte, et rendement en huiles essentielles *d'A. humilis*.

Localité	Altitude (m)	Rendement en huile essentielle %	
		Partie aérienne	Racine
Tlemcen (Mafrouch)	1109	0.004	0.02

1. Composition chimique des huiles essentielles d'*Atractylis humilis* :

Après l'extraction des huiles essentielles des deux parties d'*Atractylis humilis* et leurs analyse par CPG et CPG/SM, il s'avère que l'HE produite par la partie aérienne était complètement différente de celle des racines. En effet, l'huile essentielle de la partie aérienne est riche en : phytone (30.6%) suivi par l'acide hexadécanoïque (13.1%) et le cembrène (9.2%). Par ailleurs, celle des racines a été principalement dominée par : β élémène (34.1%), α selinène (22.8%), β selinène (14.3%) et oxyde de ledène (12.2%).

Tableau 2: composition chimique d'huiles essentielles *d'Atractylis humilis* .

Partie de la plante	Racine	Partie aérienne
Composition Chimique	β élémène (34.1%)	Phytone (30.6%)
	α selinène (22.8%)	Acide hexadecanoïque(13.1%)
	β selinène (14.3%)	
	Oxyde de ledene (12.2%)	Cembrène(9.2%)

2. Evaluation de l'activité antioxydante de l'HE *d'Atractylis humilis* :

2.1. Test du piégeage du radical libre DPPH :

Le radical libre DPPH a permis l'estimation de l'activité antioxydante. C'est un radical synthétique de couleur violette qui vire vers le jaune quand il est capté par les extraits testés.

Ce virage de couleur est accompagné d'une diminution de l'absorbance de DPPH à 517nm réduit par l'extrait de la plante, pendant 30 minutes à l'obscurité. Généralement une grande capacité de piégeage (réduction) des radicaux libres est considérée comme une grande activité antioxydante.

L'intensité de la couleur jaune reflète la capacité anti radicalaire de l'extrait, et dépend de la nature, la concentration et la puissance de cet extrait. Dans notre étude nous avons opté pour tester l'huile essentielle des deux parties de la plante étudiée. Les résultats obtenus ont permis de tracer la courbe. Les données relatives à l'activité antioxydante des huiles essentielles, exprimée en IC50 (mg/ml) sont présentés dans le tableau dont la comparaison et la validation des résultats sont effectués avec un contrôle positif utilisant l'acide ascorbique.

Tableau 3: La concentration IC₅₀ de l'huile d'*Atractylis humilis* par la méthode DPPH

	IC ₅₀ (mg/ml) Huile essentielle
Partie aérienne	25.64
Racine	32.94
Acide ascorbique	0.06

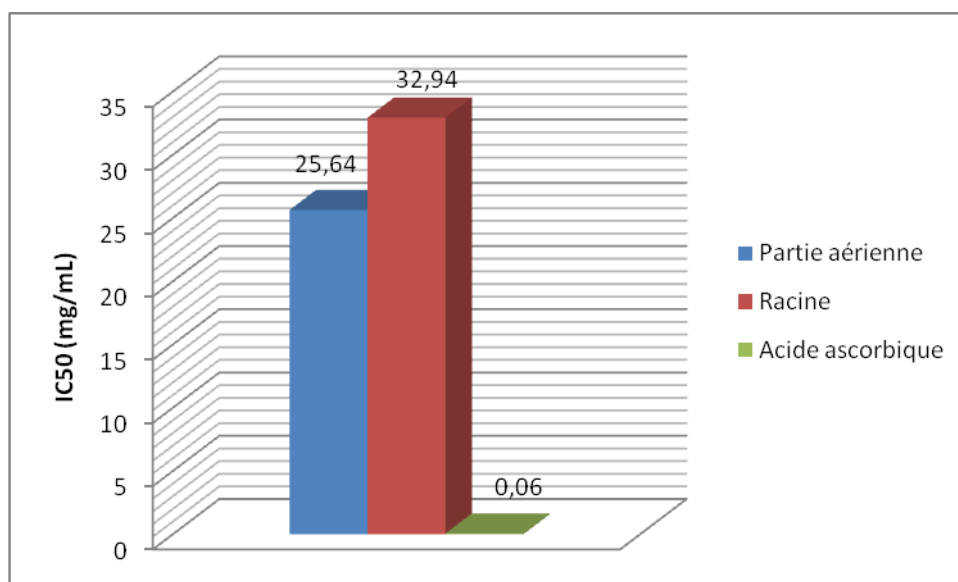
Figure 8: comparaison de l'IC₅₀ d'huile essentielle d'*Atractylis* avec celle d'acide ascorbique.

Tableau 4: Activité antioxydante d'extrait d'*Atractylis humilis* par la méthode DPPH à différentes concentrations.

Organes		Huiles essentielles				
Partie aérienne	Concentration(mg/ml)	40	30	20	10	5
	Inhibition %	71.5	58.7	39.1	18.3	6
	IC50 (mg/ml)	25.64				
Racine	Concentration(mg/ml)	40	30	20	10	5
	Inhibition %	60.8	45.2	31.9	16.2	5.5
	IC50 (mg/ml)	32.94				
Acide ascorbique	Concentration(mg/ml)	0.08	0.06	0.05	0.04	
	Inhibition %	97.9	50.4	39	20.7	
	IC50 (mg/ml)	0.06				

L'activité antioxydante de l'huile essentielle d'*Atractylis humilis* a été évaluée selon la méthode de DPPH qui est l'une des méthodes les plus recommandées et utilisées d'après plusieurs études scientifiques [47].

D'après les résultats obtenus, notre l'huile possède une activité anti oxydante inférieure à celle de la vitamine C. La plus faible activité anti radicalaire (71% et 60%) a été exposée par l'huile essentielle de la partie aérienne et des racines à une concentration de 40 mg/ml que les plus faibles valeurs IC50 possèdent les plus fortes activités de piégeage des radicaux libres.

L'effet antioxydant de notre l'huile essentielle d'*Atractylis* pourrait être du à la présence d'une grande proportion des composés phénoliques. Il a été rapporté que ces composés phénoliques ont la capacité à piéger les radicaux libres ,en raison de leur pouvoir à céder l'hydrogène arrêtant par la suite la chaine de propagation de ces radicaux pendant le processus d'oxydation notamment celle des lipides .[48]Ce résultat est en accord avec les travaux menés

sur les extraits de *S. montana* L, espèce riche en composés phénoliques ,qui sont responsables de nombreuses activités biologiques notamment l'activité antioxydante .[49]

2.2. Test de la réduction du fer : FRAP

La capacité réductrice d'un composé peut servir comme un indicateur significatif de son pouvoir antioxydant potentiel.

Nous avons évalué l'activité antioxydant des huiles essentielles de la partie aérienne et racine d'*Atractylis humilis* en utilisant la méthode de FRAP. Cette dernière est un essai simple, rapide et reproductible .[50] Cette technique universelle peut être appliquée aussi bien chez les plantes que les plasmas et dans les extraits organiques et aqueux.[51]

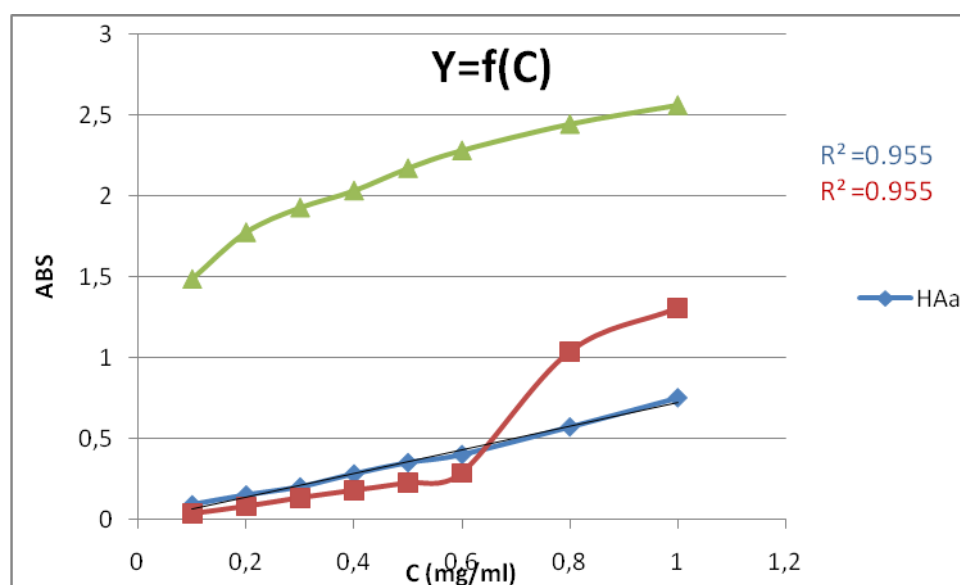
Une gamme de concentrations des dilutions allant de 0.1 à 1 mg/ml a été réalisée et testée.

Nous remarquons que le pouvoir réducteur augmente avec la concentration testée. A la lecture des résultats, l'huile essentielle des racines a été caractérisée par le pouvoir antioxydant élevé ($DO > 1$) mais qui reste inférieur à celui de l'acide ascorbique utilisé comme témoin.

Les résultats des DO nous ont permis de tracer les courbes (figure 9)

Tableau 5 : comparaison du pouvoir antioxydant des huiles essentielles par la méthode de FRAP de l'espèce *A. humilis* avec celle de vitamine C.

Concentration (mg/ml)	Absorbance (DO) à 700nm		
	HE des parties aériennes	HE des racines	Acide ascorbique
1	0.75	1.31	2.562
0.8	0.57	1.04	2.445
0.6	0.4	0.29	2.282
0.5	0.35	0.23	2.171
0.4	0.28	0.183	2.033
0.3	0.2	0.137	1.928
0.2	0.15	0.084	1.775
0.1	0.09	0.039	1.485

Figure 9: Courbe d'évaluation du pouvoir antioxydant par la méthode de FRAP de l'espèce *Atractylis humilis*.

Le pouvoir réducteur de l'espèce *Atractylis humilis* est probablement dû à la présence de groupement hydroxyle dans les composés phénoliques qui peuvent servir comme donneur d'électron. En effet, les antioxydants sont considérés comme des réducteurs et inactivateurs des oxydants.[52]

Plusieurs études antérieures ont également montré que le pouvoir réducteur d'un composé peut servir comme un révélateur de son activité antioxydante potentielle [53, 54]

Conclusion

L'usage des plantes aromatiques et médicinales et l'extraction des huiles essentielles furent la principale source de remède .il a reconnu également des énormes applications dans divers domaines.

Dans le contexte de ce mémoire, nous nous sommes intéressés à étudier et valoriser une espèce qui pousse spontanément dans les hauteurs de Tlemcen ; il s'agit de *Atractylis humilis*. C'est une plante médicinale très intéressante d'un point de vue de son activité biologique et qui reste très peu étudiée. Ses huiles essentielles n'ont jamais fait l'objet d'aucun travail jusqu'à ce jour.

Notre travail s'est porté sur l'extraction et l'évaluation de l'activité antioxydantes des huiles essentielles de deux parties (aérienne et racines) de l'espèce *Atractylis humilis*.

L'étude réalisée sur cette plante a montré que l'huile essentielle s'est montrée intéressante par la présence de sesquiterpènes hydrocarbonés comme le β -elemene, α -selinene et β -selinene comme constituants prédominants dans l'huile essentielle des racines. Cependant, la composante principale d'huile essentielle des parties aériennes est la phytone.

L'étude de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de l'espèce *Atractylis humilis* selon la méthode de la réduction du fer et celle du piégeage du radical libre DPPH a montré que les essences de cette plante possèdent une activité antioxydante moyenne nettement inférieure à celle de l'acide ascorbique.

D'après plusieurs études, il apparait que cette activité antiradicalaire est corrélée avec les teneurs en composés phénoliques.

Il est donc très probable que les huiles essentielles contiennent des différents composés qui une fois purifiés peuvent présenter une activité comparable à celle de l'acide ascorbique et une meilleure alternative des additifs synthétiques. Des recherches complémentaires sont nécessaires pour identifier, isoler et purifier ces composés.

Dans l'avenir, nous envisageons d'explorer d'autres propriétés biologiques de *Atractylis humilis* à savoir : l'activité anti inflammatoire, antifongique et antibactérienne.

Références Bibliographiques

1. Nebia, B., *Etude des activités biologiques de l'huile essentielle de l'armoise blanche" Artemisia herba alba Asso"*. 2016, Université Mustapha Stambouli de Mascara, Département de Biologie.
2. Khattali, H., M. Sghaier, and T. Gammoudi. *Etude de la filiere des plantes aromatiques et médicinales et perspectives de développement dans le sud est tunisien*. in *International symposium on Medicinal and Aromatic Plants-SIPAM 2012 997*. 2012.
3. Baba Aissa, F., *Les plantes médicinales en Algérie*. coédition Bouchene et ad. Diwan, Alger, 1991: p. 29.
4. Nouioua, W., *Biodiversité et ressources phylogénétiques d'un écosystème forestier «Paeonia mascula (L.) Mill»*. 2012, Thèse de magister en biodiversité et gestion des écosystèmes: Université de Sétif 1 - Ferhat Abbas Département de Biologie et d'Ecologie Végétale.
5. Belhadj, S, et al., *Activités antioxydantes et antibactériennes des extraits et des huiles essentielles de deux plantes médicinales: Laurus nobilis et Eucalyptus globulus*. 2020, Université de Jijel.
6. MARCHAND, J. *Utilisation de l'aromathérapie dans le traitement du stress et de l'insomnie*. 1993 UNIVERSITE DE LORRAINE.
7. Rivière, C., et al., *Les plantes médicinales de la région nord de Madagascar: une approche ethnopharmacologique*. Bulletin de la Société Française d'Ethnopharmacologie, 2005. **36**: p. 36-49.
8. SARRA, L., *LES HUILES ESSENTIELLES ET L'AROMATHERAPIE*. 2019.
9. Möller, K., *La distillation à l'alambic: un art à la portée de tous*. 2008: Editorial Unico.
10. Charabot, E., J. Dupont, and L. Pillet, *Les huiles essentielles et leurs principaux constituants*. 1899, C. Béranger.
11. PARLE, O., *huiles essentielles*. 1991.
12. BELKHIRI, F.Z., *Etude de l'activités antibactérienne des huiles essentielles de Rosmarinus officinalis L*. 2015 Université Mohamed Khider – Biskra.
13. Belakhdar, J., *La pharmacopée marocaine traditionnelle*. Médecine arabe ancienne et savoirs populaires Paris: Ibis Press, 1997: p. 348.
14. Schauenbergue, P. and F. Paris, *Guide des plantes médicinales: Analyse, description et utilisation de 400 plantes*, Ed. Detachaux et Niesilté, 2010.
15. Azevedo, N.r.R., et al., *Chemical variability in the essential oil of Hyptis suaveolens*. Phytochemistry, 2001. **57**(5): p. 733-736.
16. Block, S.S., *Disinfection, sterilization, and preservation*. 2001: Lippincott Williams & Wilkins.
17. Bégin, D. and M. Gérin, *La substitution des solvants par le d-limonène*. Health (NIOSH), 2000.
18. Silvant, C., *L'Aromathérapie: La nature au service de l'humanité*. 2015: Editions Publibook.
19. Couic-Marinier, F. and A. Lobstein, *Composition chimique des huiles essentielles*. Actualités pharmaceutiques, 2013. **52**(525): p. 22-25.
20. KEZZOUNA, R., *Etude de l'activités antibactérienne des huiles essentielles de Juniperus phonicea. L*. 2015, Université Mohamed Khider – Biskra.
21. CICILE, J.-C., *Distillation. Absorption. Etude pratique*. Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés, 2001. **2**(J2610): p. J2610. 1-J2610. 20.
22. Lis-Balchin, M., et al., *Antimicrobial activity of Pelargonium essential oils added to a quiche-filling as a model food system*. Letters in applied microbiology, 1998. **27**(4): p. 207-210.
23. Rhayour, K., *Etude du mécanisme de l'action bactéricide des huiles essentielles sur Esherichia coli, Bacillus subtilis et sur Mycobacterium phlei et Mycobacterium fortuitum*. 2002.
24. Demetzos, C., et al., *Chemical analysis and antimicrobial activity of the resin Ladano, of its essential oil and of the isolated compounds*. Planta medica, 1999. **65**(01): p. 76-78.
25. Vargas, I., et al., *Antimicrobial and antioxidant compounds in the nonvolatile fraction of expressed orange essential oil*. Journal of food protection, 1999. **62**(8): p. 929-932.
26. Janssen, A., J. Scheffer, and A.B. Svendsen, *Antimicrobial activities of essential oils*. Pharmaceutisch Weekblad, 1987. **9**(4): p. 193-197.
27. Kaloustian, J., et al., *Étude de six huiles essentielles: composition chimique et activité antibactérienne*. Phytothérapie, 2008. **6**(3): p. 160-164.
28. Sellal, A.H., *Activités antioxydante et anti-inflammatoire des extraits aqueux et éthanolique du gingembre* UNIVERSITE FERHAT ABBAS -SETIF- 2018.
29. Oussou, K.R., et al., *Activités antibactériennes des huiles essentielles de trois plantes aromatiques de Côte-d'Ivoire*. Comptes Rendus Chimie, 2004. **7**(10-11): p. 1081-1086.

30. Zeghib, A., *Etude phytochimique et activités antioxydante, antiproliférative, antibactérienne et antivirale d'extraits et d'huiles essentielles de quatre espèces endémiques du genre Thymus*. Université de Constantine 1-2013.
31. Mayer, F., *Utilisations thérapeutiques des huiles essentielles: Etude de cas en maison de retraite*. 2012, Université de Lorraine.
32. Ziad, R., C. Menasria, and M. Boudjouref, *Contribution à l'étude des activités biologiques d'une plante de la famille des Astéracées*. 2020 Université L'Arbi Ben Mhidi Oum El Bouaghi .Département des Sciences de La Nature et de la Vie.
33. Brahim, H., *Valorisation et identification structurale des principes actifs de la plante de la famille asteraceae Scorzonera Undulata*. UNIVERSITE MENTOURI- CONSTANTINE. 2017.
34. Barreda, V.D., et al., *Early evolution of the angiosperm clade Asteraceae in the Cretaceous of Antarctica*. Proceedings of the National Academy of Sciences, 2015. **112**(35): p. 10989-10994.
35. Bremer, K., 1994. *Asteraceae: cladistics and classification*. Timber Press, Portland, Oregon.
36. Mezache, N., *Détermination structurale et évaluation biologique de substances naturelles de quelques espèces de la famille Asteraceae*. UNIVERSITE MENTOURI – CONSTANTINE 2010.
37. Petitet, F., *Les matricaires, des «camomilles» d'intérêt pour la phyto-aromathérapie*. Phytothérapie, 2016. **14**(3): p. 196-202.
38. Cheriti, A., et al., *Plantes de la pharmacopée traditionnelle dans la région d'El-Bayadh (Algérie)*. Fitoterapia (Milano), 1995. **66**(6): p. 525-538.
39. Quezel, P. and S. Santa, *Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales*. 1963.
40. Ghourri, M., et al., *Etude floristique et ethnobotanique des plantes médicinales de la ville d'El Ouatia (Maroc Saharien)*. Kastamonu University Journal of Forestry Faculty, 2012. **12**(2): p. 218-235.
41. ZEKKOUR, M., *Les risques de la phytothérapie, Monographies des plantes toxiques les plus usuelles au Maroc*. 2008. UNIVERSITE MOHAMED V-SOUISSI FACULTE DE MEDECINE ET DE PHARMACIE ,RABAT.
42. Chermat, S. and R. Gharzouli, *Ethnobotanical study of medicinal flora in the North East of Algeria-An empirical knowledge in Djebel Zdim (Setif)*. Journal of Materials Science and Engineering 2015. **5**: p. 50-9.
43. Benkhniq, O., et al., *Etude ethnobotanique des plantes médicinales dans la région de Mechraâ Bel Ksiri (Région du Gharb du Maroc)*. Acta botánica barcinonensia, 2010: p. 191-216.
44. Hachi, M., et al., *CONTRIBUTION A L'ETUDE FLORISTIQUE ET ETHNOBOTANIQUE DE LA FLORE MEDICINALE UTILISEE AU NIVEAU DE LA VILLE DE KHENIFRA (MAROC)/[CONTRIBUTION TO THE STUDY AND FLORISTIC ETHNOBOTANY FLORA MEDICINAL USE AT THE CITY OF KHENIFRA (MOROCCO)]*. International Journal of Innovation and Applied Studies, 2015. **11**(3): p. 754.
45. Bougandoura, N. and N. Bendimerad, *Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de Satureja calamintha ssp. Nepeta (L.) Briq*. Nature & Technology, 2013(9): p. 14.
46. Singleton, V.L. and J.A. Rossi, *Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents*. American journal of Enology and Viticulture, 1965. **16**(3): p. 144-158.
47. Moon, J.-K. and T. Shibamoto, *Antioxidant assays for plant and food components*. Journal of agricultural and food chemistry, 2009. **57**(5): p. 1655-1666.
48. Sánchez-Moreno, C., J.A. Larrauri, and F. Saura-Calixto, *A procedure to measure the antiradical efficiency of polyphenols*. Journal of the Science of Food and Agriculture, 1998. **76**(2): p. 270-276.
49. Četković, G.S., et al., *Antioxidant potential, lipid peroxidation inhibition and antimicrobial activities of Satureja montana L. subsp. kitaibelii extracts*. International Journal of Molecular Sciences, 2007. **8**(10): p. 1013-1027.
50. Benzie, I.F. and J.J. Strain, *The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": the FRAP assay*. Analytical biochemistry, 1996. **239**(1): p. 70-76.
51. Li, H.-B., et al., *Antioxidant properties in vitro and total phenolic contents in methanol extracts from medicinal plants*. LWT-Food Science and Technology, 2008. **41**(3): p. 385-390.
52. Siddhuraju, P. and K. Becker, *The antioxidant and free radical scavenging activities of processed cowpea (Vigna unguiculata (L.) Walp.) seed extracts*. Food chemistry, 2007. **101**(1): p. 10-19.
53. Jeong, S.-M., et al., *Effect of heat treatment on the antioxidant activity of extracts from citrus peels*. Journal of agricultural and food chemistry, 2004. **52**(11): p. 3389-3393.
54. Kumaran, A. and R.J. Karunakaran, *In vitro antioxidant activities of methanol extracts of five Phyllanthus species from India*. LWT-Food Science and Technology, 2007. **40**(2): p. 344-352.

Résumé :

Ces dernières années, l'usage des plantes médicinales et aromatiques a reconnu un engouement intéressant dans divers domaines.

Dans ce contexte nous nous sommes intéressés à étudier et valoriser une espèce de la famille des astéracées c'est l'*Atractylis humilis*, une plante aromatique et médicinale très peu abordée dans la littérature et très intéressante d'un point de vue de son activité biologique.

Après l'extraction des huiles essentielles de cette plante par la méthode de l'hydrodistillation , leurs compositions chimiques ont été identifiées par CPG et CPG/SM

Il a été montré que le composé majoritaire des huiles essentielles des parties aériennes s'était le phytone, alors que celle des racines s'était riche en sesquiterpènes hydrocarbonés à savoir: β -elemene, α -selinene et β -selinene.

Ensuite, on a testé l'activité biologique antioxydante de ces huiles essentielles selon deux méthodes très recommandées qui sont la DPPH et FRAP

les résultats obtenus ont montré la présence d'une activité antioxydante moyenne qui était probablement due aux polyphénols .

Mots clés : huile essentielle, hydrodistillation , composés phénoliques, activité antioxydante .

Abstract :

In recent years, the use of medicinal and aromatic plants has recognized an interesting craze in various fields.

In this context we were interested in studying and promoting a species of the asteraceae family, it is *Atractylis humilis*, an aromatic and medicinal plant that has hardly been discussed in the literature and is very interesting from the point of view of its biological activity. .

After extracting the essential oils from this plant by the hydrodistillation method, their chemical compositions were identified by CPG and CPG / SM

It was shown that the major component of the essential oils of the aerial parts was phytone, while that of the roots was rich in hydrocarbon sesquiterpenes namely: β -elemene, α -selinene and β -selinene.

Then, we tested the antioxidant biological activity of these essential oils according to two highly recommended methods which are DPPH and FRAP

the results obtained showed the presence of an average antioxidant activity which was probably due to the polyphenols.

Key words : essential oil, hydrodistillation , phenolic compounds, antioxidant activity .

ملخص :

في السنوات الأخيرة ، أدرك استخدام النباتات الطبية والعطرية اهتماماً مثيراً في مختلف المجالات . في هذا السياق ، كنا مهتمين بدراسة نوع من عائلة *asteraceae* « *Atractylis humilis* » ، وهو نبات عطري وطبي لم تتم مناقشته كثيراً في الأدبيات وهو مثير جداً للاهتمام من وجهة نظر نشاطه البيولوجي.

بعد استخلاص الزيوت العطرية من هذا النبات بطريقة التقطير المائي ، تم التعرف على تركيباتها الكيميائية بواسطة CPG و CPG / SM تبين أن المكون الرئيسي للزيوت الأساسية للأجزاء العلوية هو phytone، بينما كان الجذور غنية بمواد sesquiterpènes hydrocarbonés وهي: β -elemene و α -selinene و β -selinene.

بعد ذلك ، اختبرنا النشاط البيولوجي المضاد للأكسدة لهذه الزيوت الأساسية وفقاً لطريقتين موصى بهما بشدة وهما DPPH و FRAP أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها وجود نشاط مضاد للأكسدة متوسط والذي ربما يرجع إلى مادة فينولية.

الكلمات المفتاحية: زيت عطري ، التقطير المائي ، مركبات فينولية ، نشاط مضاد للأكسدة .