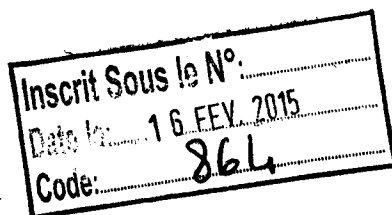


# THESE

Présentée à

**L'Université Aboubekr BELKAID – Tlemcen –  
Institut de Chimie**

**Pour l'obtention du grade de Doctorat d'Etat  
Es-Sciences Physiques  
Option Chimie**



Par

**Abdelhafid BENMANSOUR**

*Etude et valorisation de l'armoïse blanche de l'ouest algérien  
et des noyaux de deux variétés de dattes algériennes*

Soutenu le 28 Janvier 1999 devant la commission d'examen



Mr	M.H. GUERMOUCHL	Pr. à l'USTHB-Alger	Président
Mme	D. EL-ABED	Pr. à l'U d'Oran Es-Senia	Examinatrice
Mr	A.Y. BADJAH-HADJ-AHMED	Pr. à l'USTHB-Alger	Examineur
Mr	S. HACINI	Pr. à l'U d'Oran Es-Senia	Examineur
Mr	S.A. TALEB BENDIAB	Pr. à l'UAB-Tlemcen	Rapporteur
Mr	S. BELAADI	Pr. ANDRU	Invité
Mr	S.E. CHITOUR	Pr. à l'ENP-Alger	Invité



**A toute ma famille**

**A tous mes amis**



## REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Chimie et Phytochimie de l'Institut des Sciences de la Nature de l'Université Aboubekr Belkaïd de Tlemcen, sous la direction de Monsieur le Professeur S.A. TALEB BENDIAB.

Que Monsieur S.A. TALEB BENDIAB veuille bien trouver ici l'expression de ma profonde gratitude, pour m'avoir confié le sujet et en avoir dirigé la réalisation, tout en me faisant bénéficier de son expérience, de sa compétence et de sa rigueur scientifique.

A Monsieur M.H. GUERMOUCHE, Professeur à l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumédiène Alger, qui a bien voulu me faire l'honneur de présider le jury de soutenance.

A Madame D. EL-ABED, Professeur à l'Université d'Oran Es-Sénia,

à Monsieur A.Y. BADJAH-HADJ-AHMED, Professeur à l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumédiène Alger,

à Monsieur S. HACINI, Professeur à l'Université d'Oran Es-Sénia, qui ont bien voulu accepter de juger ce travail, j'exprime mes respectueux remerciements.

Je remercie également Monsieur le Professeur S. BELAADI Directeur Général de l'Agence Nationale pour le Développement de la Recherche Universitaire et Monsieur S.E. CHITOUR, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, pour avoir accepté d'assister comme membres invités à ce jury.

J'adresse mes vifs remerciements à Monsieur R. LAMARTINE, Professeur à l'Université Claude Bernard Lyon I, pour m'avoir accueilli et facilité l'exécution de travaux d'analyse en particulier l'utilisation de l'appareil à distiller à bande tournante et l'analyse par CG-SM, dans le Laboratoire de Chimie Industrielle. Je le remercie également pour m'avoir fourni les étalons nécessaires à mes analyses.

Je remercie également les collègues chercheurs du Laboratoire de Chimie Organique de l'Université Claude Bernard Lyon I, pour m'avoir aidé à mener à bien la partie isolation des sesquiterpènes.

Je remercie vivement Messieurs VASSILEV et particulièrement N. MACHEV, professeurs à l'Université de Plovdiv - Bulgarie - pour leur contribution à l'étude biochimique des espèces étudiées.

Ce travail ne serait pas sans l'environnement dont j'ai bénéficié et j'associe à mes remerciements tous ceux qui m'ont aidé et soutenu par leur compétence comme Messieurs H.A. LAZZOUNI, D. SMAHI, H. BOUABDELLAH, D. BENMANSOUR, M. DALI et tant d'autres.

## RESUME DE THESE

### Résumé

Ce travail porte sur la valorisation de l'*Artemisia herba alba* de l'Ouest algérien et les noyaux de deux variétés de dattes les plus répandues en Algérie connues sous les noms de « Degla Beïda » et « Deglet noir ».

L'étude des constituants volatils de la première espèce prouve encore une fois l'extrême variabilité de la composition de ces huiles essentielles déjà signalée par l'ensemble des chercheurs qui se sont intéressés à cette plante. Les chémotypes en fonction du ou des constituants terpéniques majoritaires sont dépendants de la situation géographique et de la période de cueillette de la plante.

Le fractionnement des huiles essentielles à l'aide d'une colonne à bande tournante sous pression réduite et l'analyse par CG/SM de deux fractions riches en sesquiterpènes ont permis la mise en évidence de douze monoterpènes, un hydrocarbure et quatorze sesquiterpènes nouvellement décrit pour cette espèce.

La purification de fractions riches en constituants sesquiterpéniques par chromatographie sur colonne à permis l'isolation de sept constituants avec un degré de pureté intéressant et l'identification d'un nouveau sesquiterpène.

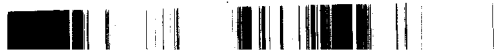
Les résidus de l'*Artemisia herba alba*, après extraction des principes volatils, et les noyaux des deux variétés de dattes, sont respectivement des rejets des industries cosmétiques et agro-alimentaires. Leur composition chimique, leur teneur en protéines, leur composition en acides aminés ainsi que leurs valeurs biologiques comparées à celles de l'oeuf, leurs attribuent des qualités nutritionnelles intéressantes pour être employés comme additifs dans l'alimentation de bétail. De plus, l'activité enzymatique des noyaux de dattes est très faible, ce qui leur permet un temps de stockage assez long après leur broyage en farine.

### Abstract

This work deals with the valorization of *Artemisia herba alba* of the west of Algeria and the stones of two varieties of the most wide spread dates in Algeria, know as « Degla Beïda » and « Deglet Noir ».

The study of volatile constituents of the first species, proves once again the extreme variability of the chemical composition of those essential oils, already mentioned by all the researchers who had worked on this plant. The chemotypes in fraction of most terpenic constituent or constituents are dependant on the geographical situation and on the picking period of the plant.

The craking of the essential oils with a turning band column under reduced pressure and the CG/SM analysis of two fractions (craks) rich in sesquiterpenes, gave prominence to twelve sesquiterpenes, one hydrocarbon and fourteen sesquiterpenes novelty described for this species.



The column chromatography purification of the fractions (craks) rich in sesquiterpenic constituents, allowed the isolation of seven constituents with an interesting degree of purity and the identification of a new sesquiterpene.

The residuum of the *Artemisia herba alba*, after extraction of the essential oils and the stones of the two varieties of dates, represent the waste of cosmetic and food industry respectively. Their chemical composition, their content in proteins, their composition in amino-acids as well as their biological value, compared to that of eggs, gives them a nourishing quality interesting enough to be used as additional feeding to live stock. The enzymatic activity of the date stones is very low and this enables them to have a high capacity of storage after their pounding into flour.

## ملخص

إن عملنا يهدف إلى إعادة ل (*Artemisia herba alba*) لمنطقة الغرب الجزائري و كذلك إلى نواة نوعان من التمور المنتشرة بكثرة في الجزائر و هما: "الدقلة البيضاء" و "دقلة نور". دراسة المركبات المتبخرة من النوع الأول يقيم الدليل على مدى تنوع مكونات الزيوت الأساسية التي قد ذكرها جلّ الباحثين الذين درسوا هذا النوع من النبات. دراسة تغير أغلبية المكونات الزيتية تبين أنها خاضعة للموقع الجغرافي و كذلك إلى موسم قطف النبتة. تجزئة الزيوت الأساسية بواسطة عمود يحتوي على شريط دوراني تحت ضغط منخفض و كذلك بواسطة التحليل الكروماتوغرافي و المنظار الطيفي الكنتلي لجزيين غنيين بالترين و نصفه أبرزت إثنا عشر أحادي الترين، نوع واحد من المحروقات و أربعة عشر ترين و نصفه قد تمّ وصفهم لأول مرة بالنسبة لهذا النوع.

تصفية الجزيئات الغنية بالترين و نصفه بواسطة التحليل الكروماتوغرافي على عمود سمح بعزل مكونات ذو درجة من الصفاء تثير الإهتمام و مكن من التعرف على نوع جديد من الترين و نصفه.

إن بقايا نبتة الشيح (*Artemisia herba alba*) بعد استخلاص العناصر المتطايرة منها و كذلك نوى التمر المنتشرتان بكثرة في الجزائر، هما من المخلفات الصناعية لمواد التجميل و التغذية الصناعية. إن محتوياتهما الكماوية و المقارنة ما بين مدى إحتوائهما على البروتينات و الأحماض الأمية مع القيمة الغذائية للبيض تخول لهما قيمة غذائية هامة يمكن إستعمالهما كمظفات لأغذية الأنعام. النشاط الأنزيمي لنوى التمر ضعيف جدًا ما يسمح بتخزينه مدة أطول بعد سحقه على شكل طحين.

# SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE .....	1
-----------------------------	---

## PREMIERE PARTIE

### PRÉSENTATION ET BOTANIQUE DE L'ARTEMISIA HERBA ALBA ET NOYAUX DE DATTES

#### CHAPITRE I

##### PRESENTATION ET BOTANIQUE DE L'ARTEMISIA HERBA ALBA

I-1 : ORIGINE ET RÉPARTITION GÉOGRAPHIQUE .....	3
I-2 : CLASSIFICATION ET SYSTÉMATIQUE .....	3
I-3 : CARACTÈRES BOTANQUES .....	4
I-3-1 : Partie aérienne .....	5
I-3-2 : Partie souterraine ou racine .....	8
I-4 : ECOLOGIE DE LA PLANTE .....	8
I-5 : USAGE DE LA PLANTE .....	9

#### CHAPITRE II

##### PRÉSENTATION ET BOTANIQUE DES NOYAUX DE DATTES

II-1 : APERÇU SUR LE PALMIER DATTIER ET SON FRUIT .....	10
II-2 : TRAVAUX ANTÉRIEURS ET UTILISATION DES NOYAUX DE DATTES .....	11
II-3 : PRÉSENTATION DES DEUX VARIÉTÉS DE NOYAUX DE DATTES ÉTUDIÉES .....	11

## DEUXIEME PARTIE

### ETUDE DES HUILES ESSENTIELLES DE L'ARTEMISIA HERBA ALBA

INTRODUCTION .....	14
--------------------	----

#### CHAPITRE I

##### ETUDE DES HUILES ESSENTIELLES DES DIFFÉRENTES STATIONS

I-1 : STATIONS D'ÉTUDES .....	16
I-2 : ESTIMATION BIOMÉTRIQUE DES STATIONS .....	20
I-3 : LA CUEILLETTE ET PÉRIODES DE CUEILLETTE .....	28
I-4 : EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES .....	29
I-4-1 : Procédé d'extraction .....	29

I-4-2 : Préparation des échantillons à l'extraction .....	31
I-4-3 : Durée d'extraction .....	31
I-5 : TENEUR ET CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES ET CHIMIQUES .....	32
I-5-1 : Teneurs en huiles essentielles .....	32
I-5-2 : Etude de quelques caractéristiques physiques et chimiques .....	33
I-5-2-1 : Caractéristiques chimiques .....	33
I-5-2-2 : Caractéristiques physiques .....	35
I-6 : ETUDE COMPARATIVE PAR CPG DES HUILES ESSENTIELLES PAR ZONE D'ÉTUDE ET PAR PÉRIODE DE CUEILLETTE .....	37
I-6-1 : Analyse par chromatographie en phase gazeuse .....	39
I-6-2 : Discussion et comparaisons des résultats .....	58
I-6-2-1 : Par station .....	58
I-6-2-2 : Entre stations .....	65
I-6-3 : chemotypes de la plante .....	68
I-6-4 : Conclusion .....	69

## CHAPITRE II

### ETUDE COMPARATIVE ENTRE LES SOMMITÉS ET LE RESTE DE LA PLANTE (PARTIE AÉRIENNE) DES HUILES ESSENTIELLES DE DEUX RÉGIONS SEBDOU ET EL-ARICHA

II-1 : INTRODUCTION .....	70
II-2 : TENEURS ET CARACTÉRISTIQUES PHYSIQUES ET CHIMIQUES .....	71
II-2-1 : Teneurs en huiles essentielles des deux parties de la plante .....	71
II-2-2 : Caractéristiques physiques et chimiques .....	72
II-2-2-1 : Caractéristiques chimiques .....	72
II-2-2-2 : Caractéristiques physiques .....	74
II-3 : ETUDE COMPARATIVE DE CONSTITUANTS DES HUILES ESSENTIELLES DES DEUX PARTIES DE LA PLANTE .....	75
II-4 : DISCUSSION DES RÉSULTATS ET CONCLUSION .....	79

## CHAPITRE III

### ANALYSE DE FRACTIONS D'HUILES ESSENTIELLES D'ARMOISE BLANCHE OBTENUES PAR DISTILLATION

III-1 : INTRODUCTION .....	85
III-2 : FRACTIONNEMENT DES HUILES ESSENTIELLES PAR DISTILLATION .....	89
III-3 : ANALYSE PAR CG/SM DE DEUX FRACTIONS ENRICHIES EN SESQUITERPÈNES .....	90
III-4 : CONCLUSION .....	112



## CHAPITRE IV

### TENTATIVE D'ISOLEMENT DES SESQUITERPÈNES

IV-1 : INTRODUCTION.....	131
IV-2 : PURIFICATION DES SESQUITERPÈNES .....	131
IV-3 : AFFINITÉ DES SOLVANTS D'ÉLUTION UTILISÉS POUR LA SÉPARATION DES SESQUITERPÈNES.....	134
IV-4 : IDENTIFICATION DES SESQUITERPÈNES .....	135

## TROISIEME PARTIE

### ETUDE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DE L'ARTEMISIA HERBA ALBA ET NOYAUX DE DEUX ESPÈCES DE DATTES

INTRODUCTION.....	141
-------------------	-----

## CHAPITRE I

### METHODES D'ANALYSES UTILISÉES

I-1 : MATÉRIEL VÉGÉTAL.....	144
I-2 : DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU.....	145
I-3 : DÉTERMINATION DE L'HUMIDITÉ .....	145
I-4 : DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN CENDRE .....	145
I-5 : DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN CELLULOSE.....	146
I-6 : DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRE GRASSE.....	147
I-7 : DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN PROTÉINES BRUTES.....	147
I-8 : DÉTERMINATION DES PROTÉINES PURES .....	150
I-9 : DÉTERMINATION DE L'AZOTE NON PROTÉIQUE.....	150
I-10 : DOSAGE DES ACIDES AMINÉS INDIVIDUELS.....	150
I-11 : DOSAGE DES GLUCIDES .....	152
I-12 : DOSAGE DE L'AMIDON.....	155
I-13 : DÉTERMINATION DE L'ACTIVITÉ ENZYMATIQUE DES NOYAUX DE DATTES .....	157
I-13-1 : Détermination de l'activité de la catalase .....	157
I-13-1-1 : Définition.....	157
I-13-1-2 : Principe .....	157
I-13-1-3 : Mode opératoire.....	158
I-13-2 : Détermination de l'activité de la peroxydase.....	159
I-13-2-1 : Définition.....	159
I-13-2-2 : Principe .....	159

I-13-2-3 : Mode opératoire.....	159
I-13-3 : Détermination de l'activité de l'ascorbate oxydase.....	160
I-13-3-1 : Définition.....	160
I-13-3-2 : Principe .....	160
I-13-3-3 : Mode opératoire.....	160
I-13-4 : Détermination de l'activité des lipases.....	161
I-13-4-1 : Définition.....	161
I-13-4-2 : Principe .....	162
I-13-4-3 : Mode opératoire.....	162

## CHAPITRE II

### RESULTATS ET DISCUSSION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE

#### DES DEUX ESPÈCES ETUDIÉES

II-1 : TENEUR EN EAU ET EN HUMIDITÉ DE L'ARMOISE BLANCHE ET NOYAUX DE DATTES .....	164
II-2 : TENEUR EN PROTÉINES ET AZOTE NON PROTÉIQUE.....	165
II-3 : TENEUR EN GLUCIDE ET AMIDON.....	166
II-4 : COMPOSITION CHIMIQUE TOTALE DES ÉCHANTILLONS ÉTUDIÉS.....	167
II-5 : COMPOSITION EN ACIDES AMINÉS .....	170
II-6 : SITUATION DES TENEURS EN ACIDES AMINÉS PAR RAPPORT À DES VÉGÉTAUX USUELS ET DES GLANDS DE CHÊNES ALGÉRIENS .....	175
II-7 : ESTIMATION QUALITATIVE DES PROTÉINES D'ARMOISE BLANCHE ET NOYAUX DE DATTES .....	180
II-8 : NOTION DE « NITROGÈNE FREE EXTRACTIVE » (N.F.E) .....	184
II-9 : ANALYSES SPÉCIFIQUES AUX NOYAUX DE DATTES : DÉTERMINATION DE L'ACTIVITÉ ENZYMATIQUE.....	184
II-10 : CONCLUSION.....	186
<b>CONCLUSION GÉNÉRALE .....</b>	<b>188</b>
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>191</b>
<b>ANNEXE EXPERIMENTALE .....</b>	<b>196</b>
<b>Indexe des formules.....</b>	<b>208</b>

## INTRODUCTION GENERALE

L'*Artemisia herba alba* asso, plante aromatique, connue sous le nom d'armoïse blanche en français ou « chih » en Algérie, est une plante spontanée qui affectionne les climats chauds et désertiques. Elle abonde dans les déserts du moyen orient, d'extrême orient et autour du bassin méditerranéen.

En Algérie, on la rencontre sur les hauts plateaux, dans diverses régions du Sahara et aussi dans les zones côtières. A l'exception de l'alfa, la steppe algérienne est presque exclusivement occupée par cette plante. Il n'est pas rare de la rencontrer sur plusieurs milliers d'hectares dans les zones steppiques de l'ouest algérien.

Elle est utilisée par les populations locales et même citadines pour divers usages en médecine traditionnelle et dans le domaine culinaire pour l'aromatisation de boissons chaudes.

Rationnellement, on lui reconnaît des pouvoirs antiseptiques, antispasmodiques et antitumorales. On lui attribue une action diurétique et elle est aussi employée en ophtalmologie et en dermatologie.

Ses huiles essentielles sont largement utilisées dans les industries des parfums et cosmétiques. Son emploi dans l'industrie alimentaire reste très limité à cause de la toxicité des thujones, en particulier la  $\beta$  thujone.

Le Maroc est presque l'unique exportateur des huiles essentielles de cette plante dans le monde.

Elle se caractérise par un extraordinaire polymorphisme chimique, à tel point, qu'à l'état actuel de la recherche, on lui attribue plus de douze chemotypes classés en fonction du ou des constituants majoritaires de ses huiles essentielles.

Les résidus de l'armoïse blanche, après extraction des principes volatils, ne sont pas utilisés de façon rationnelle. Très souvent, séchés, ils sont utilisés par les populations locales pour le chauffage domestique.

Les noyaux de dattes, sous produits de diverses petites industries alimentaires, sont eux aussi négligés et ne trouvent aucune utilisation rationnelle.

Les populations du sud algérien s'en servent essentiellement comme source de chaleur domestique.

Cette étude a pour objet d'essayer de valoriser ces sous produits, particulièrement comme additif à l'alimentation de bétail qui fait défaut en Algérie.

Elle a pour objectif également de contribuer à la connaissance des huiles essentielles de l'armoise blanche, produits qui posent de sérieux problèmes de normalisation pour leur commercialisation, à cause, de la grande diversité de leur composition, reconnue par l'ensemble des scientifiques et utilisateurs.

Ce travail est mené en trois parties.

La première partie donne un descriptif assez succinct de l'utilisation et de la botanique des deux espèces étudiées.

La deuxième est consacrée à l'étude des huiles essentielles de l'armoise blanche. Dans cette partie, nous avons tenté de définir des chemotypes de la plante suivant un itinéraire nord-sud de l'ouest algérien, allant de la côte jusqu'à Béchar sur une distance d'environ mille kilomètres. Nous avons comparé les constituants terpéniques de deux parties de la plante (partie aérienne) sommités et reste de la plante. Un fractionnement des huiles essentielles utilisant une colonne à distiller à bande tournante sous pression réduite ainsi qu'une étude de deux fractions par couplage CG/SM sont exécutés. Aussi, une isolation des constituants sesquiterpéniques est également tentée.

La troisième partie porte sur l'étude des constituants chimiques organiques (protéines, amidon, cellulose, etc...) de trois échantillons d'armoise blanche : plante entière avant l'extraction des huiles essentielles, sommités et feuilles d'armoise et plante entière en pleine inflorescence après extraction des huiles essentielles ; ainsi que deux variétés de noyaux de dattes les plus répandues en Algérie « Degla Beïda » et « Deglet Nour ». L'intérêt comme additif dans l'alimentation de bétail des deux espèces étudiées est estimé et mis en valeur.

A notre connaissance, aucune étude visant à valoriser les sous produits des deux espèces plus haut citées n'a été exécutée à ce jour. De même aucun travail spécifique aux sesquiterpènes de l'armoise blanche n'est cité par la bibliographie.



# PREMIERE PARTIE

Présentation et Botanique  
de l'*Artemisia herba alba*  
et noyaux de dattes

# CHAPITRE I

## PRESENTATION ET BOTANIQUE

### DE L'*ARTEMISIA HERBA ALBA*

#### I-1 : ORIGINE ET REPARTITION GEOGRAPHIQUE

La nomenclature scientifique de l'armoise blanche est *Artemisia herba alba*, figurant dans la nouvelle flore d'Algérie de Quezel et Santa (1).

Le nom *Artemisia* vient du mot *artemis*. Cette dernière a été identifiée avec la Diane des Romains en raison des bienfaits qu'elle prodiguait aux hommes. Autrefois, les gens prétendaient que les feuilles de cette plante mises dans les chaussures le matin permettaient de faire de longs trajets à pieds sans fatigue (10).

L'*Artemisia herba alba* du nom français armoise blanche est connue en Algérie sous le nom de « Chih ». Elle est appelée aussi Semencontra de barbarie.

L'armoise blanche, plante spontanée, est essentiellement steppique. Elle est très répandue en Afrique du Nord, au Moyen Orient et dans les régions Irano-Touraniennes. Elle abonde dans le désert du Neguev, dans celui du Sinaï, dans les steppes d'Espagne et dans les Hauts Plateaux sahariens (3,4,5). Elle recouvre plus de six millions d'hectares dans les steppes d'Algérie et se présente sous forme de buissons blancs, laineux et espacés (6). Ce qui lui a valu l'appellation française armoise blanche. Elle s'étend sur tous les Hauts Plateaux sahariens.

Dans le sud-ouest algérien, cette espèce est particulièrement abondante du sud de Sebdou jusqu'à la limite du désert (Béchar).

#### I-2 : CLASSIFICATION ET SYSTEMATIQUE

Le genre *Artemisia* comporte plus de 200 espèces. L'*Artemisia herba alba* fait partie de la famille des composés provenant de l'embranchement des phanérogames, du mot grecque phanéos (visible) et gamos (mariage), appelée actuellement spermaphytes.

C'est une famille qui est considérée comme la plus vaste des phanérogames. Elle comporte près de 1000 genres et 1500 espèces. Elle est classée parmi les Angiospermes qui se caractérisent par des feuilles carpellaires, repliées sur elles-mêmes, formant un ovaire clos abritant les ovules (7).

En fait, à cause de la grande diversité du genre *Artemisia*, des problèmes se rapportant à la systématique de la plante sont encore non résolus. Sa classification dans la systématique la plus utilisée est celle donnée par Quezel et Santa (8) que nous pouvons résumer comme suit :

Embranchement	:	Phanérogames
Sous embranchement	:	Angiospermes
Classe	:	Dicotylédone gamopétales
Sous-classe	:	Gamopétales épigyne isostémones
Ordre	:	Asterales
Famille	:	Synantherées ou composées
Sous-famille	:	Tubiliglores
Tribus	:	Anthémidées
Genre	:	<i>Artemisia</i>
Espèce	:	<i>Artemisia herba alba</i> asso.

Des noms vernaculaires lui sont connus : Alala – Chih – Toumgalle – Abelbel – Zeri – Zezzari (Kabyle) – Ifsi et Odessir (9).

Rappelons néanmoins que Guy Deysson (7), l'a classé parmi les radiers, avec fleurs tubuleuses, régulières, mâles ou femelles au centre et fleurs mâles ou stériles, ligulées à trois dents à la périphérie.

### I-3 : CARACTERES BOTANIQUES

Ouzada (9) donne une description très fidèle de cette plante. Globalement elle est décrite en deux parties (Figure 1), la partie aérienne et la partie souterraine.

### I-3-1 : Partie aérienne

Elle est composée par la partie ligneuse ou tige, les feuilles et la fleur.

- **Tiges** (Figure 1(a)) : Les tiges sont nombreuses, ramifiées et tomenteuses grâce au fonctionnement des assises secondaires. Elles se présentent sous forme de véritables petits troncs. Chaque tige se distingue par une taille comprise le plus souvent entre 30 et 50 centimètres.
- **Feuilles** (Figure 2(b)) : Elles sont courtes, pubescentes, pennatipartitées, blanches et laineuses. Elles sont complètes et formées d'un limbe à nervation peuné ou palmée, d'un pétiole et d'une base foliaire élargie en gaine et menue de deux stipules.

Les feuilles des rameaux supérieurs sont très réduites. Il semblerait que cette restriction progressive du feuillage et le développement de l'appareil souterrain pour une meilleure absorption, sont à la base de l'aptitude de cette plante à supporter la déshydratation et la sécheresse.

- **Fleurs** (Figure 1(c)) : Elles sont de couleurs jaunes, toutes tubuleuses, groupées en capitules dont le réceptacle ne présente pas d'écailles. Les capitules sont disposés en grappes ou en panicules. L'inflorescence d'ensemble se présente sous forme de capitule panciflore, sessile ou subsessile très petit, étroit (de 1 à 1,5 mm), sur lequel sont insérés successivement des bractées externes vertes assimilables à un involucre.

Les bractées fertiles sont de tailles beaucoup plus réduites que les bractées stériles auillant chacune une fleur et l'ensemble forme une fleur composée.

La fleur est du type floral composée de cinq sépales, cinq pétales, cinq étamines et deux carpelles. Le calice est très réduit en forme de bourrelet annulaire. La corolle se termine par trois dents. L'androcée est formé de cinq étamines alternipétales égales. Les anthères sont soudés entre eux et forment un tube entourant le style des synanthères. Le gynécée est formé par deux carpelles concrescents donnant un ovaire inféré uniloculaire. L'ovaire est surmontée par un style unique portant à son extrémité supérieure des poils collecteurs de pollen.



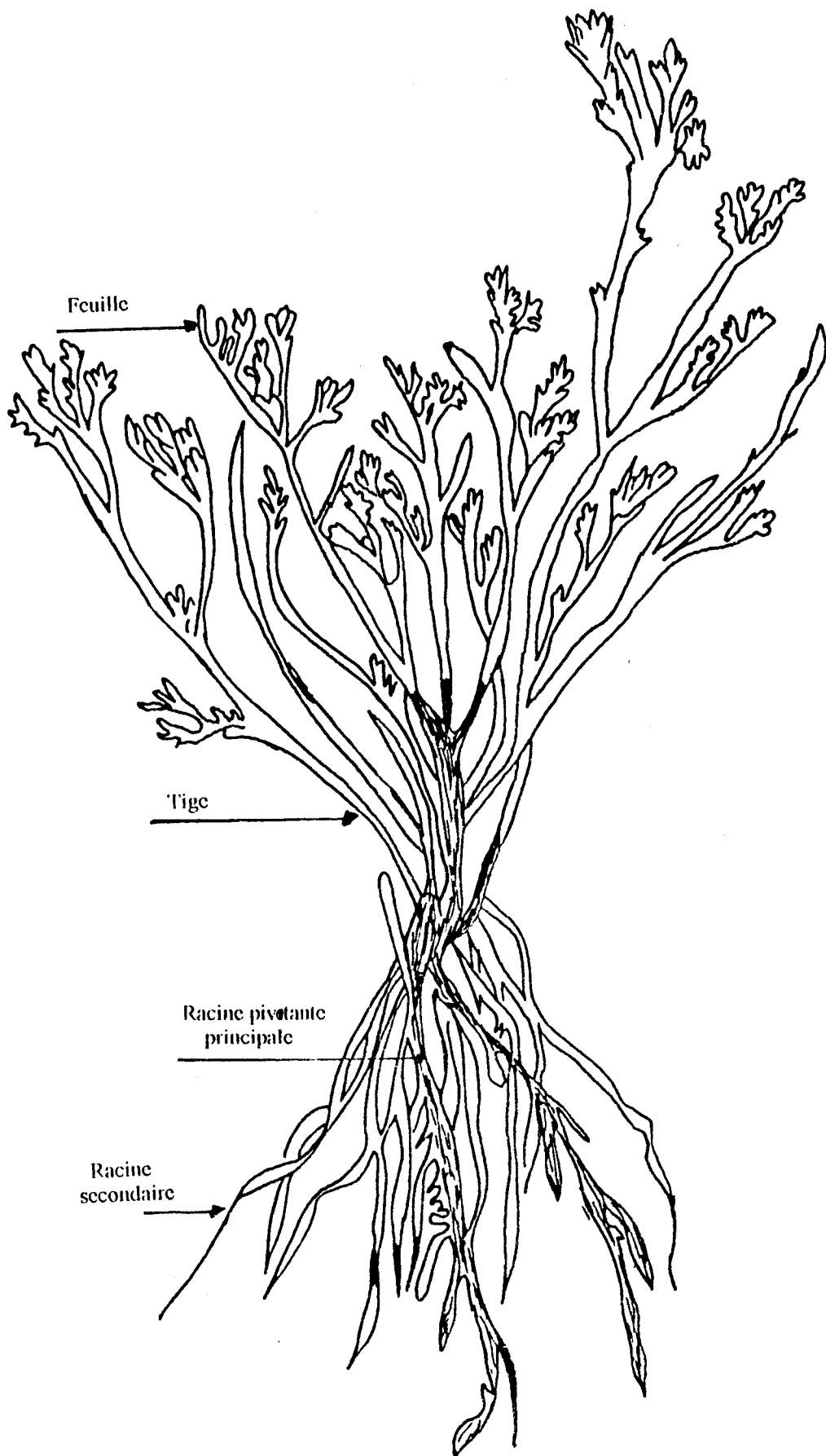


Fig. 1(a) : Morphologie générale de l'*Artemisia herba alba*



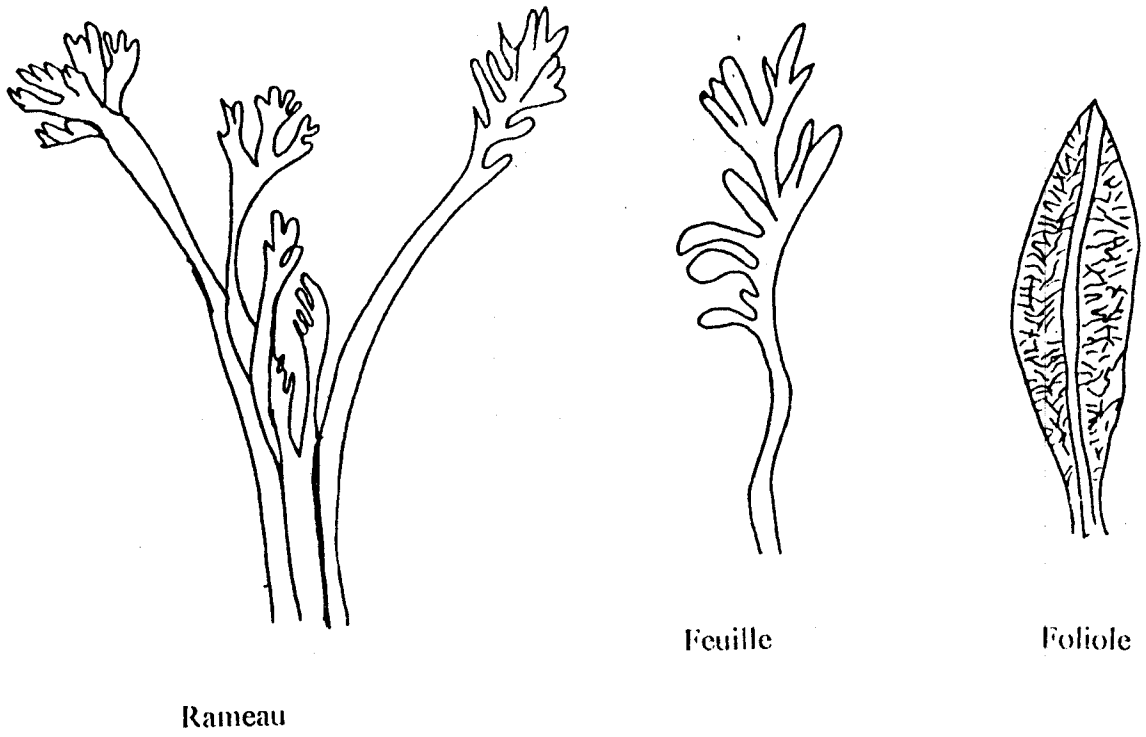


Fig. 1(b) : Morphologie de la feuille d'*Artemisia herba alba*

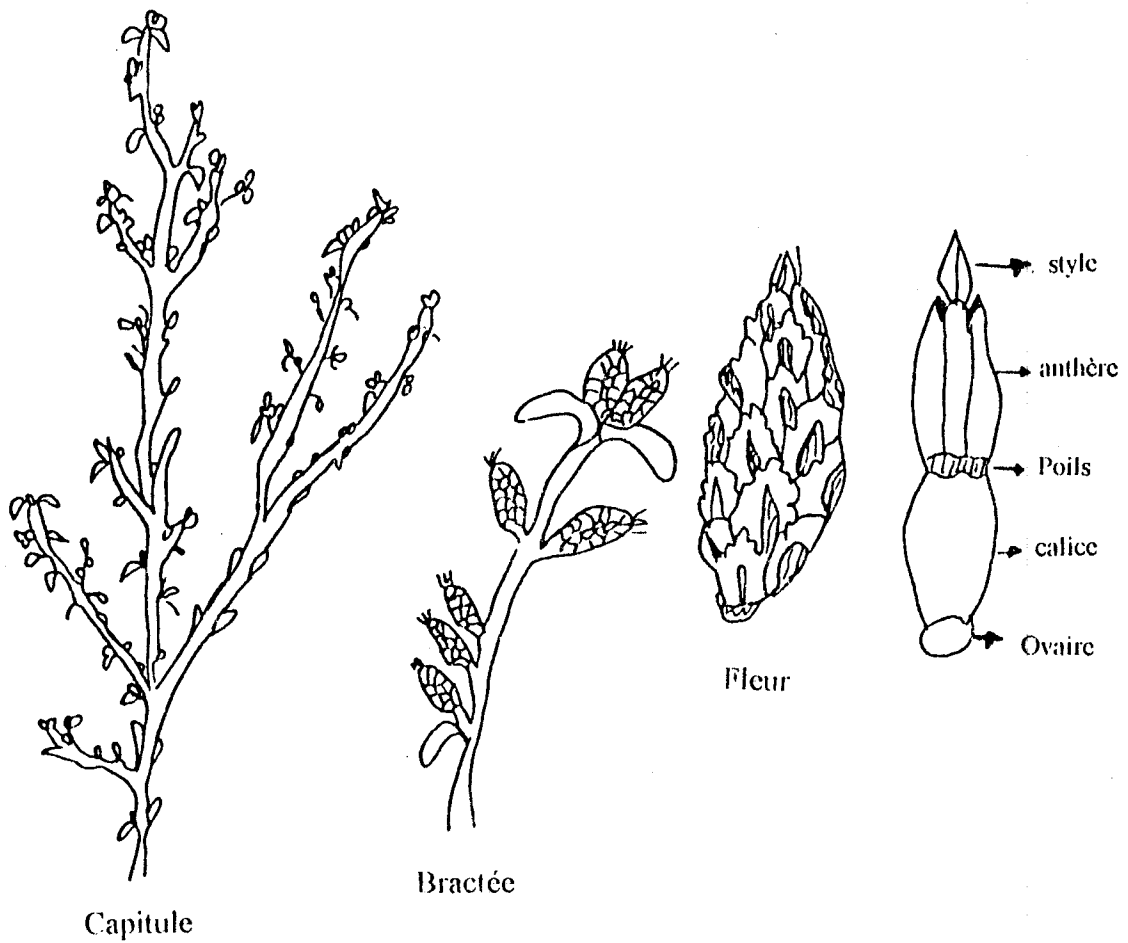


Fig. 1(c) : Morphologie de la fleur d'*Artemisia herba alba*

Le fruit est un akène indéhiscent ne contenant qu'une seule graine sans aigrette et portant une seule couronne membraneuse formée d'écailles distinctes.

### I-3-2 : Partie souterraine ou racine

Elle se compose d'une racine principale qui s'enfonce dans le sol comme un pivot, bien distincte des racines secondaires, d'où son nom de racine pivotante. Elle est très épaisse, ligneuse, très enfoncée et tient solidement au sol. En fait, elle tient et retient solidement le sol. C'est une plante difficile à arracher entièrement.

Dans des conditions édaphiques, la plante étale ses racines sous les pierres où on peut trouver des poches de loess et les enfonce radialement à la recherche de l'eau.

### I-4 : ECOLOGIE DE LA PLANTE

En général, l'armoise blanche se développe dans les steppes argileuses où les précipitations sont de l'ordre de 200 mm/an. Son développement est lié à la nature du sol. En effet il faut qu'il soit peu perméable, tassé et colmaté (11). Accompagnée de l'alfa « *Stipa tenassima* », elle couvre souvent de très grandes superficies dans les Hauts Plateaux (parfois plusieurs dizaines de km<sup>2</sup>). Sa présence est plus fréquente en bordure des oueds et dans les dayas (dépression de la steppe à sol imperméable qui sont des secteurs plus ou moins humides) (12).

C'est une espèce qui a un caractère d'appétence très apprécié par les ovins (13,14). Elle constitue un moyen naturel de lutte contre l'érosion et aussi la désertification (15).

On la rencontre également dans des bioclimats arides frais ou semi-arides au pied des djebels à des altitudes comprises entre 300 et 400 m avec une pluviométrie moyenne de l'ordre de 220 mm.

C'est une plante très résistante au climat désertique. Elle s'y adapte par une réduction de transpiration grâce à un important dépôt cireux et par un ralentissement de son développement (16). Son dessèchement est également évité par le grand développement de l'appareil souterrain d'absorption et par la réduction de sa surface foliaire (17).

## I-5 : USAGE DE LA PLANTE

L'armoise blanche est très utilisée en pharmacologie traditionnelle pour traiter les maux les plus divers tels que les ulcères, les dyspepsies, les troubles hépatiques, les aphtes, les mycoses les piqûres d'insectes et de scorpions, les troubles hépatiques et plusieurs formes d'empoisonnement.

On lui reconnaît en effet des pouvoirs antiseptiques, antispasmodiques et même antitumorales probablement liées aux principes amers (18).

D'autres auteurs lui attribuent une action diurétique et sa capacité à éliminer la cellulite. Elle est également employée en ophtalmologie et en dermatologie (19).

En alimentation, elle sert à l'aromatisation de certaines boissons (18).

L'utilisation industrielle de ces huiles essentielles dans l'industrie alimentaire reste très limitée et ce, à cause de la grande hétérogénéité de leur composition (20) d'une part et d'autre part à cause de la présence dans leur composition de la  $\beta$  thujone. En effet en 1974, le conseil européen préconisa que le taux des thujones ne doit pas dépasser 5 mg/kg dans les aliments et les boissons (18).

Les huiles essentielles sont au contraire très utilisées en parfumerie et cosmétologie même si leur commercialisation pose de sérieux problèmes à ce jour, et ce, précisément à cause de l'hétérogénéité de leur composition.

Il a été prouvé que les huiles essentielles sont dotées d'une activité antibactérienne (21). Elles inhibent la croissance de quatre souches bactériennes 2gram(+) (*staphylococcus* et *streptococcus hemolyticus* et 2gram(-) (*E-coli* et *Salmonella typhosa*).



## CHAPITRE II

### PRESENTATION ET BOTANIQUE

### DES NOYAUX DE DATTES

#### II-1 : APERÇU SUR LE PALMIER DATTIER ET SON FRUIT

Le palmier dattier est connu depuis la préhistoire. On le trouve essentiellement en zone aride de l'Euphrate aux Canaries en passant par le désert saharien et le Sahara. Son implantation domestique s'accroît de nos jours de plus en plus dans le désert américain.

Le dattier est l'arbre par excellence des oasis désertiques. Appelé *Daktulos* par les Grecs et *Daktylus* par les romains, le nom hébraïque du dattier et *Tamar* celui de la datte Dachel.

Le palmier dattier appartient au genre *Phoenix* qui désigne les végétaux des pays chauds et humides.

On connaît douze espèces du genre *Phoenix*. Trois sont africaines et huit asiatiques. Le palmier dattier, *Phoenix dactilifera* est la seule espèce commune aux deux continents.

Le nom botanique du dattier *Phoenix dactilifera* signifie « palmier, porteur de dattes » (68).

On connaît plusieurs variétés de dattes. Elles sont généralement classées selon leur consistance :

- Les dattes molles : se sont les plus répandues, leur teneur en eau est très élevée. Elles sont généralement séchées pour faire durée leur conservation.
- Les dattes semi-molles : dont font partie « Deglet Nour » variété presque exclusivement algérienne.
- Les dattes sèches : sont de couleur claire, de texture farineuse et de consistance dure.

En plus de sa consommation directe comme fruit exotique, la datte est utilisée dans l'industrie alimentaire pour la production de farine, de sucre et de boissons (liqueurs) alcoolisées (69).

## **II-2 : TRAVAUX ANTERIEURS ET UTILISATION DES NOYAUX DE DATTES**

Les noyaux de dattes sont peu utilisés. Une de leur application est leur torréfaction en mouture à additionner au café (70).

Les noyaux de la variété « dattes sèches » qui sont en grande partie consommés sur place par les habitants du sud, sont le plus souvent utilisés localement comme source d'énergie domestique.

Peu de travaux sont cités par la littérature sur ces sous produits. Maâtallah (71) et Houichiti (72) ont proposé leur utilisation en tant qu'additif à l'alimentation de bétail. Ce dernier préconise leur emploi en quantité limitée à cause de leur faible teneur en matière azotée.

Sawaya et al (73), lors d'une étude menée sur les noyaux de dattes de deux grandes cultures d'Arabie Saoudite, ont montré qu'ils étaient riches en protéines, relativement riches en matières grasses dont les principaux composants sont les acides oléique, myristique et palmitique, et relativement riches en acides aminés particulièrement l'arginine, l'acide glutamique et l'acide aspartique.

L'Algérie, souffrant d'un manque flagrant de produit fourragé, nous nous proposons dans notre travail de valoriser les noyaux de dattes en tant qu'additif dans l'alimentation de bétail. Une étude sur la composition chimique des noyaux des deux variétés de dattes les plus répandues en Algérie appelées par les populations locales « Deglat Beïda » et « Deglet Nour » sera menée dans la troisième partie.

## **II-3 : PRESENTATION DES DEUX VARIETES DE NOYAUX DE DATTES ETUDIEES**

Comme nous l'avons souligné plus haut, le choix des espèces étudiées est inspiré par l'abondance de leur production locale. En effet, ce sont les deux variétés les plus rencontrées en Algérie.



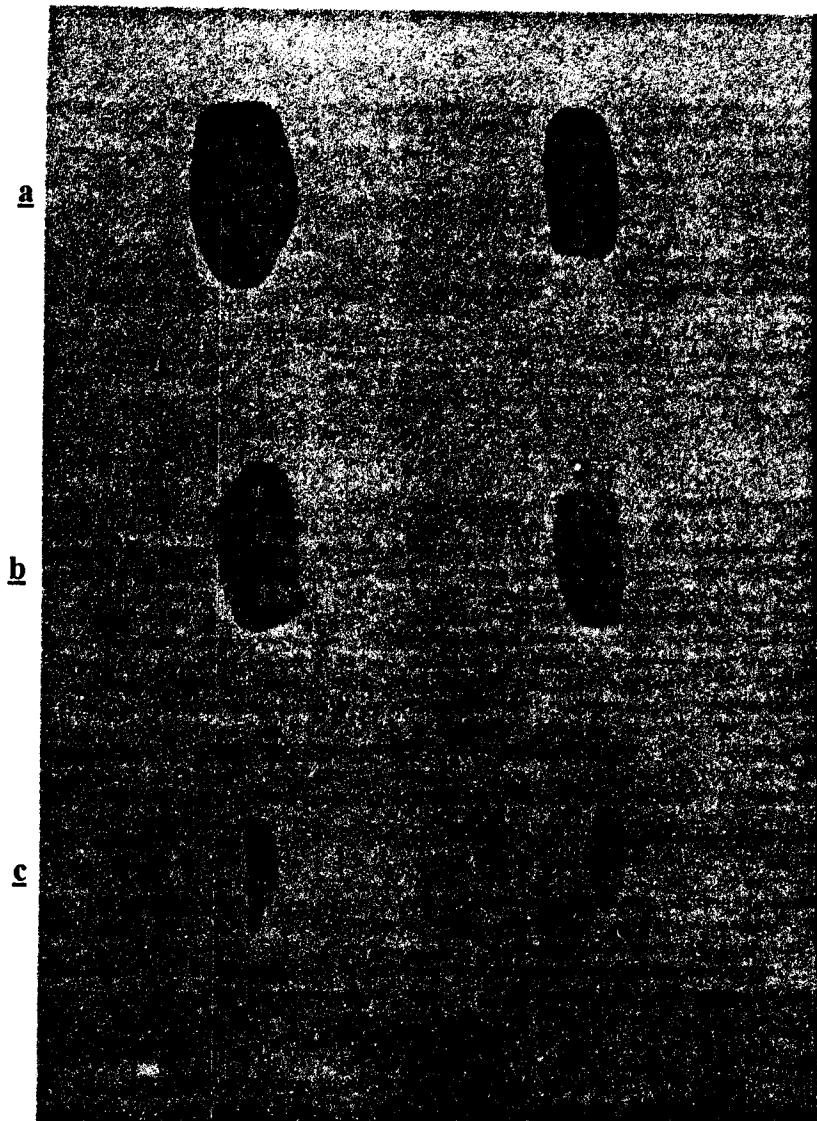
« Degla Beïda » fait partie de la variété des dattes sèches est pour la plupart consommée sur place par les populations locales et aussi utilisée pour diverses industries agro-alimentaires.

« Deglet Nour » réputée en qualité à l'échelle mondiale est en partie destinée à l'exportation. Les fruits de moindre qualité sont réduits en pâte et utilisés pour la confiserie traditionnelle.

La figure 2 représente les deux variétés étudiées. De couleur marron claire à foncée, les noyaux sont de forme ovoïde, allongée, séparée du fruit par une enveloppe transparente et présentant une rainure le long de leur structure.

En moyenne, la variété « Deglat Beïda » mesure 2,3 à 2,7 cm de longueur et 5,8 à 6,2 mm de diamètre. La deuxième variété plus courts est moins épais mesure de 2 à 2,4 cm de long et 3,8 à 4,2 mm de diamètre.

Les noyaux représentent près du quart en poids pour la première variété et généralement moins du huitième en poids pour la deuxième.



**Fig. 2 : Variétés de noyaux de dattes étudiés**

- à gauche : Deglet Nour
- à droite : Degla Beïda

**a : Dattes entières**

**b : Coupes longitudinales**

**c : Noyaux**



# DEUXIEME PARTIE

Etude des huiles essentielles  
de l'*Artemisia herba alba*

## INTRODUCTION

La notion d'huile essentielle prend des sens différents selon l'utilisateur ou le professionnel qui en fait l'étude (22).

Elles sont définies comme étant des produits odorants, obtenus soit par entraînement à la vapeur d'eau des végétaux ou de parties de végétaux, soit par expression du péricarpe comme dans le cas des citruses.

En France, elles sont caractérisées par les méthodes d'analyses et constantes analytiques adoptées par la Commission de Normalisation du Syndicat National des fabricants et importateurs d'huiles essentielles et produits aromatiques naturels de Grasse créée en 1959.

Elles sont réglementées par l'Association française de normalisation AFNOR (23) ou la commission internationale formée par les pays producteurs et importateurs (24).

Ces normes indiquent les méthodes d'obtention, la partie de la plante hydrodistillée et les intervalles des valeurs des différentes constantes physico-chimiques, parfois même des chromatogrammes types d'huiles essentielles commercialisées.

Bien que faisant l'objet de transactions commerciales, les huiles essentielles d'armoise blanche ne sont pas citées dans ces normes, sinon, comme huiles essentielles d'*Artemisia* à thujone ». Des chromatogrammes obtenus par chromatographie en phase gazeuse sur colonne remplie et sur colonne capillaire sont donnés sous l'indice des normes NFT 75-408 correspondante à la norme ISO 7355-1985.

Pour tenter de normaliser les huiles essentielles de cette plante, des études de chemotypes furent entreprises par Beljilali et al (25, 26). Ils dénombrèrent sept chemotypes dans différentes régions du Maroc : chemotype à  $\alpha$ -thujone, à  $\beta$ -thujone, à camphre, à chrysanthénone, à davanone et à l'acétate de chrysanthenyl ainsi qu'un chemotype mixte ou intermédiaire à camphre et  $\alpha$ -thujone.

Signalons au passage que le Maroc est le premier exportateur d'huile essentielle d'armoise blanche dans le monde avec plus de 100 tonnes/an.

Fenersteïn et al en 1986 (27) firent une étude similaire pour différentes populations du Negev et du Sinai. Le cinéol 1,8 apparaît être le constituant majoritaire pour trois régions sur cinq étudiées. Les deux autres sont dominées respectivement par le cis chrysanthénol et l'acétate de cis chrysanthényl.

Ce même auteur (28) étudia les huiles essentielles de différentes populations d'armoise blanche d'Espagne. Le camphre et le cinéol 1,8 sont les plus prépondérants dans ces huiles.

Soit au total au moins onze types chimiques différents pour cette plante sont mis à jour. C'est dire combien cette plante paraît complexe dans son évolution biologique et particulièrement par la production de ses principes volatils.

Dans l'idée d'étendre cette étude au territoire algérien, nous nous sommes proposés de rechercher des chemotypes spécifiques de cette plante à l'ouest et au sud-ouest algérien.

On entend par chemotype, le type chimique d'une plante classé en fonction du constituant majoritaire de ses huiles essentielles. De même, on entend par chemotype mixte ou chemotype intermédiaire, le type chimique d'une plante classé en fonction de 2 ou plusieurs constituants majoritaires de prépondérance voisine.

Dans le deuxième chapitre de cette partie, on procédera à une étude comparative des huiles essentielles de deux parties de la plante : les sommités et le reste de la plante.

Le troisième chapitre sera consacré à l'étude par CG/SM de deux fractions d'huile essentielle enrichies en constituants sesquiterpéniques par distillation à bande tournante sous pression réduite.

Enfin dans le quatrième chapitre, on s'intéressera plus particulièrement à l'étude des constituants sesquiterpéniques des huiles essentielles de cette plante.

# CHAPITRE I

## ETUDE DES HUILES ESSENTIELLES DES DIFFÉRENTES STATIONS

### I-1 : STATIONS D'ETUDES

La carte de situation ci-après (figure 3) montre la position géographique du nord vers le sud des stations choisies pour entreprendre cette étude. Ce choix est soumis à la contrainte de l'existence de la plante d'une part et d'autre part aux différentes données pédologique, climatologique et altimétrique.

Nous donnons dans ce qui suit un aperçu succinct des différentes zones d'études. Les renseignements nous ont été fournis par les laboratoires de cartographie et de bioclimatologie de l'Institut de Biologie de l'Université de Tlemcen.

Au nombre de huit : Beni-saf, Zenata, Sebdou, Laouedj, El Aricha, Bougtob, Aïn Es-Sefra et Kenadza ; ces stations sont citées selon leur position géographique du nord vers le sud.

- **Beni-Saf** : station du littoral subissant directement l'influence maritime. Elle se caractérise par un climat méditerranéen du type semi-aride chaud avec une température minimale annuelle supérieure à 7°C et des précipitations comprises entre 150 et 300 mm/an.

La zone d'étude est située principalement en bordure de la route sur 7 km. Les touffes bien fournies sont très peu denses. On les trouve essentiellement sur les flancs des collines avoisinants la route.

La superficie totale de la zone est estimée à 70 hectares.

- **Zenata** : à 720m d'altitude, elle se situe dans le semi-aride à hiver tempéré. Les températures sont comprises entre 6 et 35°C. La pluviométrie est de l'ordre de 350mm/an.

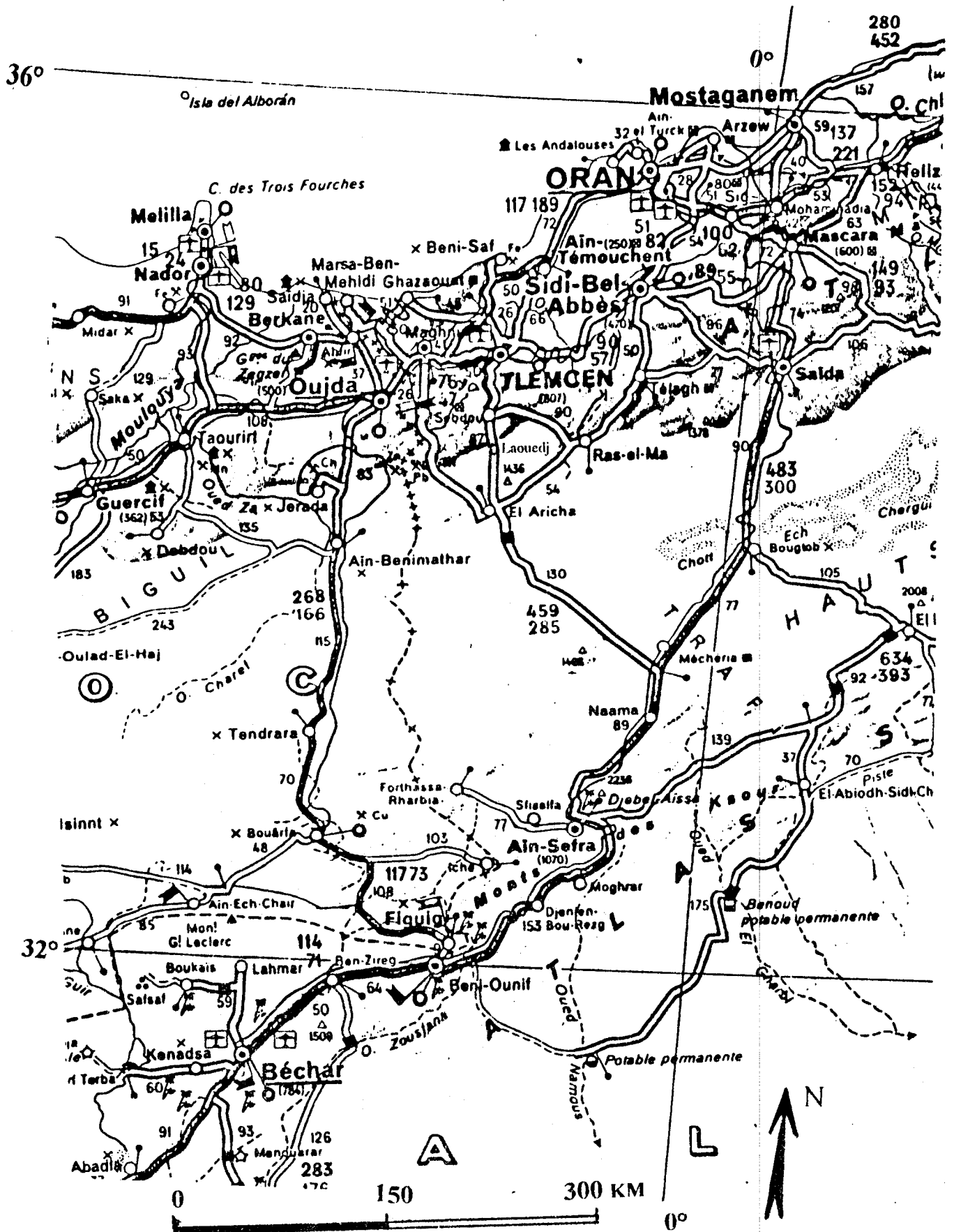


Fig. 3(a) : Carte de situation de la zone d'étude



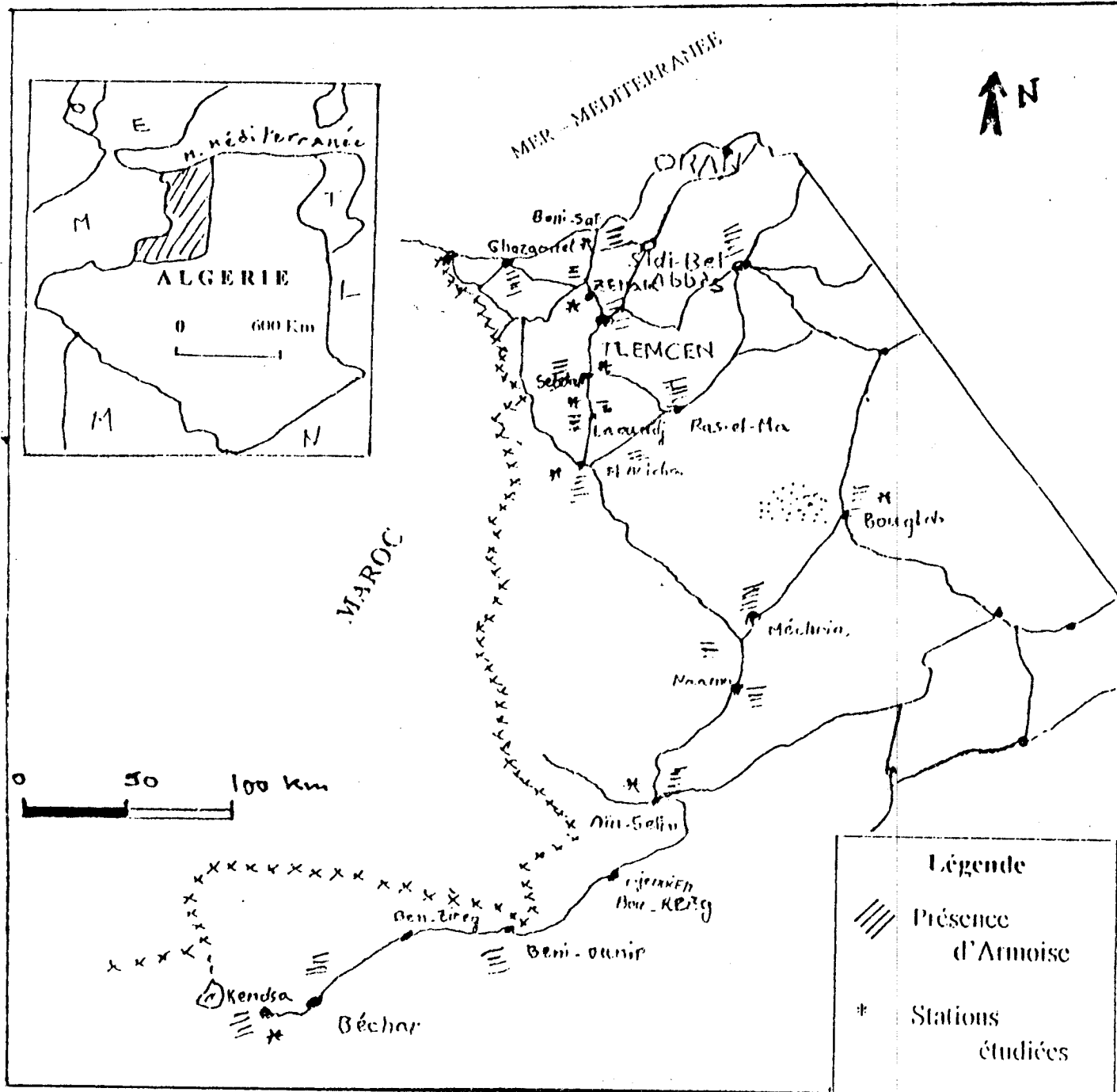


Fig. 3(b) : Carte représentant les stations d'étude



La zone d'étude se situe à environ 4 kilomètres au nord-est de l'agglomération. Les touffes sont bien fournies. La superficie d'étude est estimée entre 40 et 50 hectares.

- **Sebdou** : Elle est caractérisée par un climat continental semi-aride froid. Les moyennes des précipitations sont de 150 à 250 mm/an. La température minimale annuelle est supérieure à  $-3^{\circ}\text{C}$ .

La particularité de cette station est qu'elle a la forme d'une cuvette que les géologues nomment « fosse de Sebdou ».

La zone d'étude se situe à 4 km au sud-ouest de l'agglomération. Elle couvre le terrain à perte de vue en coexistence avec l'alfa. La fréquence des touffes d'armoïse est moyennement existante à fréquente. L'estimation de la surface est de plus de 5000 ha.

- **Laouedj et El Aricha** : Distantes d'une vingtaine de kilomètres du nord vers le sud, ces deux stations sont similaires aussi bien par leur climat, leur altitude que la texture de leur sol. Elles sont situées dans l'étage climatique semi-aride. Les précipitations annuelles dépassent rarement les 50 mm/an. Leurs superficies respectives estimées sont semblables à celle de Sebdou.

Les touffes d'armoïse coexistent avec l'alfa et sont plus fréquentes à El Aricha.

- **Bougto** : Elle se caractérise par un climat aride à per-aride saharien avec des saisons estivales couvrant presque 10 mois de l'année. Les précipitations dépassent rarement les 30 mm/an.

Les touffes d'armoïse sont moyennement à peu existantes avec une faible présence d'alfa.

La superficie estimée est semblable aux précédentes.

- **Aïn Es-Sefra** : Située à 1070 mètres d'altitude, elle est classée dans l'étage climatique aride inférieur à hivers froids, vers l'aride inférieur à hivers frais. Les températures moyennes sont d'environ  $7^{\circ}\text{C}$  en hiver et  $29^{\circ}\text{C}$  en été. Elle reçoit entre 150 à 200 mm/an de pluie.

Dans la zone étudiée, l'alfa n'occupe plus le terrain, seule l'armoïse est présente avec une fréquence de touffes mal réparties très faible à faible sur de grandes étendues.

La superficie estimée est dans l'ordre de grandeur des précédentes.

- **Kenadza** : Elle appartient à l'étage bioclimatique semi-aride moyen à hiver froid vers le semi-aride inférieur à hiver froid. C'est un climat typiquement saharien. Elle reçoit entre 250 à 300 mm/an de précipitation et est à 565 mètres d'altitude.

On constate là aussi l'absence de l'alfa. Les touffes occupent très faiblement le terrain sur de grandes étendues.

## **I-2 : ESTIMATION BIOMETRIQUE DES STATIONS**

Le but de cette étude est de procéder à un échantillonnage homogène aussi représentatif que possible des stations étudiées. Elle a pour objectif également, de donner un aperçu de l'homogénéité des terrains ainsi qu'une estimation de la biomasse pour une éventuelle exploitation industrielle.

Pour faire cette estimation nous avons pratiqué la méthode dite « au pas aléatoire » décrite par Amzallag et Piccioly (114), par Scherrer B. (115) et par Chessel (116). C'est une méthode qui consiste à partir d'un point arbitraire sur le terrain d'étude, à marquer un certain nombre de points par distance plus ou moins régulière et couvrant une superficie que l'on estime au départ. Le prélèvement se fait à chaque point marqué sur une surface que l'opérateur détermine

Par cette méthode nous avons fait des prélèvements de la plante sur trois hectares distincts pour la station de Béni-Saf, deux hectares également distincts pour la station de Zenata et dix hectares pour toutes les autres stations.

Nous avons procédé à des prélèvements équivalents à vingt-cinq points à l'hectare chaque point comptant pour deux mètres carrés. Cette opération est faite pour les trois périodes d'étude :

période 1 = avril, période 2 = juin et période 3 = septembre.



Dans les tableaux I(a), I(b) et I(c), nous avons regroupé l'ensemble des résultats obtenus pour les trois périodes d'étude. A savoir le nombre de points où la plante est inexistante, le nombre de points où les touffes existent, les poids équivalents aux 50 mètres carrés équivalent au vingt-cinq points marqués ainsi que l'extrapolation à l'hectare.

Au vu des nombres de points occupés ou non occupés par les touffes d'armoise sur le total des surfaces estimées, nous pouvons déjà dire que les stations de Sebdou, Laouedj et El-Aricha sont les plus denses, les stations de Bougtob, Aïn Es-Sefra et surtout Kenadsa les plus au sud sont les plus clairsemées et les stations du nord Béni-Saf et Zenata moyennement occupées.

**TABLEAU I: Distribution spatiale des touffes d'armoise dans les stations étudiées pour 25 points de 2 m<sup>2</sup> repartis en un hectare.**

**Poids moyen a l'hectare (en Kg)**

**TABLEAU I(a) : 1<sup>ème</sup> période**

Station N° ha	BENI SAF				ZENATA				SEBDOU			
	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha
1	18	7	1.185	237	13	12	1.84	368	14	11	0.975	195
2	14	6	0.983	196.6	17	14	2.293	458	14	11	1.048	209.6
3	16	9	1.541	308.2	...	...	...	...	16	9	0.896	176.2
4	...	...	...	...	...	...	...	...	18	7	0.73	146
5	...	...	...	...	...	...	...	...	12	13	1.22	244
6	...	...	...	...	...	...	...	...	13	12	1.15	230
7	...	...	...	...	...	...	...	...	14	11	1.093	218.1
8	...	...	...	...	...	...	...	...	15	10	0.906	181.5
9	...	...	...	...	...	...	...	...	17	8	0.814	162.8
10	...	...	...	...	...	...	...	...	13	12	1.195	239
<b>TOTAL</b>	<b>48</b>	<b>22</b>	<b>3.709</b>	<b>741.8</b>	<b>30</b>	<b>26</b>	<b>4.133</b>	<b>826</b>	<b>146</b>	<b>104</b>	<b>10.027</b>	<b>2002.2</b>

Les poids sont exprimés en Kg.



TABLEAU I(a) (suite) : 1<sup>ème</sup> période

Station N° ha	LAOUEDJ				EL ARICHA				BOUGTOB			
	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha
1	16	9	0.81	162	12	13	1.48	296	20	5	0.725	145
2	12	13	1.086	217.2	14	11	1.23	246	19	6	0.928	185.6
3	15	10	0.852	170.4	11	14	1.642	328.4	17	8	1.302	260.4
4	16	9	0.762	152.4	13	12	1.416	283.2	21	4	0.64	128
5	14	11	0.956	191.2	16	9	1.088	217.6	20	5	0.778	155.6
6	17	8	0.644	128.2	12	13	1.418	303.6	22	3	0.442	88.4
7	13	12	1.016	203.2	13	12	1.346	269.2	18	7	1.036	207.2
8	15	10	0.878	175.6	17	8	0.876	175.2	19	6	0.916	183.2
9	14	11	0.916	183.2	15	10	1.188	237.6	20	5	0.798	159.6
10	12	13	1.126	225.2	11	14	1.662	332.4	22	3	0.494	98.8
<b>TOTAL</b>	<b>144</b>	<b>106</b>	<b>9.046</b>	<b>1808.6</b>	<b>134</b>	<b>116</b>	<b>13.346</b>	<b>2689.2</b>	<b>198</b>	<b>52</b>	<b>8.059</b>	<b>1611.8</b>

TABLEAU I(a) (suite) : 1<sup>ème</sup> période

Station N° ha	AIN ESSEFRA				KENADSA			
	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha
1	20	5	0.425	85	22	3	0.16	32
2	17	8	0.696	139.2	21	4	0.204	40.8
3	22	3	0.276	55.2	22	3	0.186	37.2
4	19	6	0.498	99.6	20	5	0.296	59.2
5	16	9	0.816	163.2	23	2	0.138	27.6
6	18	7	0.564	112.8	22	3	0.146	29.2
7	15	10	0.888	177.6	20	5	0.276	55.2
8	17	8	0.714	142.8	21	4	0.194	38.8
9	13	12	1.024	204.8	20	5	0.278	55.6
10	20	5	0.416	83.2	23	2	0.13	26
<b>TOTAL</b>	<b>177</b>	<b>73</b>	<b>6.317</b>	<b>1263.4</b>	<b>214</b>	<b>36</b>	<b>2.008</b>	<b>401.6</b>

TABLEAU I(b) : 2<sup>ème</sup> période

Station N° ha	BENI SAF				ZENATA				SEBDOU			
	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha
1	16	9	3.32	664	8	17	4.35	870	13	12	2.195	439
2	18	7	2.518	503.6	12	13	3.261	652.2	15	10	1.941	388.2
3	11	14	4.982	996.4	...	...	3.261	1522.2	16	9	1.862	372.4
4	...	...	...	...	...	...	...	...	10	15	2.816	563.2
5	...	...	...	...	...	...	...	...	13	12	2.308	461.6
6	...	...	...	...	...	...	...	...	12	13	2.51	502
7	...	...	...	...	...	...	...	...	10	15	2.913	582.6
8	...	...	...	...	...	...	...	...	15	10	1.897	379.4
9	...	...	...	...	...	...	...	...	15	10	2.044	408.8
10	...	...	...	...	...	...	...	...	12	13	2.496	499.2
<b>TOTAL</b>	<b>45</b>	<b>30</b>	<b>10.82</b>	<b>2164</b>	<b>20</b>	<b>30</b>	<b>10.872</b>	<b>3044.4</b>	<b>131</b>	<b>119</b>	<b>22.982</b>	<b>4596.4</b>

TABLEAU I(b) (suite) : 2<sup>ème</sup> période

Station N° ha	LAOUEDJ				EL ARICHA				BOUGTOB			
	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha
1	17	8	1.605	321	11	14	3.375	675	21	4	0.95	190
2	15	10	1.896	379.2	13	12	2.846	569.2	20	5	1.056	211.2
3	17	8	1.496	299.2	14	11	2.728	545.6	19	6	1.33	266
4	14	11	2.072	414.4	12	13	3.152	630.4	21	4	0.774	154.8
5	16	9	1.73	346	10	15	3.564	712.8	22	3	0.642	128.4
6	13	12	2.248	449.6	13	12	2.716	543.2	21	4	0.816	163.2
7	14	11	2.186	437.2	12	13	3.148	629.6	19	6	1.302	260.4
8	15	10	1.922	384.4	10	15	3.426	685.2	20	5	1.024	204.8
9	13	12	2.406	481.2	16	9	2.082	416.4	22	3	0.616	123.2
10	16	9	1.692	338.4	15	10	2.412	482.4	19	6	1.192	238.4
<b>TOTAL</b>	<b>150</b>	<b>100</b>	<b>19.253</b>	<b>3850.6</b>	<b>126</b>	<b>124</b>	<b>29.449</b>	<b>5889.8</b>	<b>204</b>	<b>46</b>	<b>9.702</b>	<b>1940.4</b>

TABLEAU I(c) : 3<sup>ème</sup> période

Station N° ha	BENI-SAF				SEBDOU				LAOUEDJ			
	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha
1	16	9	2.445	489	15	10	1.035	207	14	11	0.975	195
2	18	7	1.844	368.8	16	9	0.893	175.6	13	12	1.224	244.8
3	10	15	3.921	784.2	13	12	1.241	248.2	14	11	1.086	217.2
4	...	...	...	...	15	10	1.058	211.6	12	13	1.298	259.6
5	...	...	...	...	15	10	0.931	186.2	16	9	0.876	175.2
6	...	...	...	...	13	12	1.195	239	13	12	1.052	230.4
7	...	...	...	...	13	12	1.206	241.2	17	8	0.828	165.6
8	...	...	...	...	15	10	0.984	196.8	11	14	1.388	277.4
9	...	...	...	...	13	12	1.137	227.4	14	11	1.052	210.4
10	...	...	...	...	12	13	1.373	274.6	15	10	0.982	196.4
<b>TOTAL</b>	<b>44</b>	<b>31</b>	<b>8.21</b>	<b>1642</b>	<b>140</b>	<b>110</b>	<b>11.053</b>	<b>2207.6</b>	<b>139</b>	<b>111</b>	<b>10.761</b>	<b>2172</b>

TABLEAU I(c) (suite) : 3<sup>ème</sup> période

Station N° ha	EL-ARICHA			
	Nb pt vide	Nb pt plein	Pds au 50 m <sup>2</sup>	Poids a l' ha
1	14	11	1.075	215
2	11	14	1.284	256.8
3	13	12	1.178	235.6
4	16	9	0.824	164.8
5	14	11	1.016	203.2
6	12	13	1.222	244.4
7	15	10	0.932	186.4
8	14	11	1.054	210.8
9	11	14	1.36	272
10	16	9	0.89	178
<b>TOTAL</b>	<b>136</b>	<b>114</b>	<b>10.835</b>	<b>2167</b>

Le test d'homogénéité spatial ou test du  $\chi^2$  (117) appliqué par bloc de stations pour les mêmes périodes de cueillette tableau II(a), montre qu'il existe une grande similitude d'homogénéité de distribution des touffes d'armoise pour les stations de Sebdou, Laouedj et El-Aricha. La valeur de  $\chi^2$  ou risque est de 10% pour les périodes 1 et 3 et de 5% pour la deuxième période.

Au contraire est exception faite pour la deuxième période pour les trois stations les plus au sud et les deux stations du nord, la distribution spatiale des touffes n'est presque pas comparable. En effet même avec un risque de 1%, l'homogénéité entre les stations n'est pas acceptée.

La valeur du risque à cinq pour cent acceptée pour la deuxième période entre Bougtob, Aïn Es-Sefra et Kenadsa est le reflet d'une répartition non homogène des touffes sur l'ensemble du sol occupé par la plante.

La comparaison entre les périodes pour les mêmes stations, tableau II(b), confirme l'homogénéité spatiale pour chacune d'entre elles même avec un risque à 10%.

**TABLEAU II : Comparaison des répartitions spatiales des touffes entre stations et par station**

**TABLEAU II(a) : Comparaison par bloc de station pour les mêmes périodes**

Stations	Périodes	$\chi^2$	Risque: $\alpha$	$\chi^2$ table	Observations
Béni-Saf et Zenata	1	19.37	1%	13.82	N'accepte pas n'accepte pas
	2	17.1	1%	13.82	
Sebdou, Laouedj et El-Aricha	1	1.34	10%	4.64	Accepte accepte accepte
	2	5.13	5%	5.99	
	3	0.12	10%	4.61	
Bougtob, Aïn Es-Sefra et Kenadsa	1	16.32	1%	13.82	N'accepte pas Accepte
	2	5.26	5%	5.99	

1 = avril

2 = juin

3 = septembre

Tableau II(b) : Comparaison entre les périodes pour les mêmes stations

Stations	Périodes	$\chi_c^2$	Risque: $\alpha$	$\chi^2$ table	Observations
Béni-Saf	1 et 2	1.86	10%	2.71	accepte
	1 et 3	2.08	10%	2.71	accepte
	2 et 3	2.53	10%	2.71	accepte
Zenata	1 et 2	0.64	10%	2.71	accepte
Sebdou	1 et 2	1.8	10%	2.71	accepte
	1 et 3	0.28	10%	2.71	accepte
	2 et 3	0.62	10%	2.71	accepte
Laouedj	1 et 2	2.6	10%	2.71	accepte
	1 et 3	0.18	10%	2.71	accepte
	2 et 3	1.32	10%	2.71	accepte
	1 et 2	0.5	10%	2.71	accepte
El-Aricha	1 et 3	0.04	10%	2.71	accepte
	2 et 3	0.8	10%	2.71	accepte
Bougtoob	1 et 2	0.44	10%	2.71	accepte
Aïn Es-Sefra	1 et 2	2.3	10%	2.71	accepte
Kenadsa	1 et 2	0.04	10%	2.71	accepte

La comparaison des densités massiques ou test d'homogénéité de densité (118) entre les stations deux à deux pour la même période de cueillette tableaux III(b), III(c) et III(d) montrent qu'à l'exception de Laouedj et El-Aricha troisième période qui sont comparables avec un risque de 29% ; toutes les densités massiques ne sont pas comparables même avec un risque  $\alpha = 1\%$ .

Le tableau III(a) donne les valeurs de  $\sigma$  (écart type) estimé en kilogramme par hectare, par station et par période de cueillette.

Le détail du calcul du  $\chi^2$  et du  $t_\alpha$  est donné dans l'annexe expérimentale.

**TABLEAU III : Comparaison des densités (massiques) entre station**

avec  $\alpha = 29\%$  ;  $t^\alpha = 1,04$  (table)

$\alpha = 1\%$  ;  $t^\alpha = 3,30$  (table)

**TABLEAU III(a) : Valeur de  $\sigma$  (écart type) en KG estimé par station et par période  $\sigma_1 =$  période 1 ,  $\sigma_2 =$  période 2,  $\sigma_3 =$  période 3**

Stations	BE	ZE	SE	LA	EL	BO	KE
$\sigma_1$	5	8	4	5	5	6	2
$\sigma_2$	11	22	7	8	7	4	3
$\sigma_3$	9		4	3	7		

**TABLEAU III(b) : Comparaison des densités (massiques) entre station pour la 1<sup>ère</sup> période de cueillette**

Stations	BE-ZE	BE-SE	BE-LA	BE-EL	BE-BO	BE-AIN	BE-KE	ZE-SE
$t^\alpha$ (cal)	29.55	411	295.88	540.11	208.57	203.04	158.62	346.45

Stations	ZE-LA	ZE-EL	ZE-BO	ZE-AIN	ZE-KE	SE-LA	SE-LE	SE-BO
$t^\alpha$ (cal)	252.69	479.16	177.85	148.12	163.72	47.73	169.72	85.53

Stations	SE-AIN	SE-KE	LA-EL	LA-BO	LA-AIN	LA-KE	EL-BO	EL-AIN
$t^\alpha$ (cal)	233.53	642.69	196.91	39.44	147.84	413.11	218.11	386.62

Stations	EL-KE	BO-AIN	BO-KE	AIN-KE
$t^\alpha$ (cal)	671.66	82.12	302.55	377.92



**TABEAU III (c) : Comparaison des densités (massiques) entre station pour la 2<sup>ème</sup> période de cueillette**

Stations	BE-ZE	BE-SE	BE-LA	BE-EL	BE-BO	BE-AIN	BE-KE	ZE-SE
t <sup>α</sup> (cal)	87.96	416.42	266.28	637.84	48.89	202.17	351.20	402.55

Stations	ZE-LA	ZE-EL	ZE-BO	ZE-AIN	ZE-KE	SE-LA	SE-LE	SE-BO
t <sup>α</sup> (cal)	290.32	571.92	62.25	33.63	131.15	110.93	206.58	697.39

Stations	SE-AIN	SE-KE	LA-EL	LA-BO	LA-AIN	LA-KE	EL-BO	EL-AIN
t <sup>α</sup> (cal)	683.67	815.38	303.31	337.68	471.38	588.78	774.54	952.19

Stations	EL-KE	BO-AIN	BO-KE	AIN-KE
t <sup>α</sup> (cal)	1083.91	201.44	402.05	236.43

**TABEAU III(d) : Comparaison des densités (massiques) entre station pour la 3<sup>ème</sup> période de cueillette**

Stations	BE-SE	BE-LA	BE-EL	SE-LA	SE-EL	LA-EL
t <sup>α</sup> (cal)	141.62	145.22	96.96	12.2	8.55	1.038

BE : Béni-Saf      ZE : Zenata      LA : Laouedj      EL : El-Aricha  
 BO : Bougtob      AIN : Aïn Es-Sefra      KE : Kenadsa      SE : Sebdu

**I-3 : LA CUEILLETTE ET PERIODES DE CUEILLETTE**

Seule la partie aérienne de la plante est concernée. Les bouquets ou touffes sont coupés à leur partie inférieure à l'aide de sécateurs.

Nous avons effectué nos cueillettes sur trois périodes de l'année : la mi-avril, la fin juin et le début de septembre pour chaque station. Elles ont été effectuées durant l'année 1992 pour Béni-saf, Sebdu, Laouedj, El Aricha, Bougtob, et en 1993 pour Zenata, Aïn Es-Sefra et Kenadza. Pour Zenata et les trois stations les plus au sud, seuls deux prélèvements correspondants aux deux premières périodes ont été faits. En effet la troisième cueillette n'a pu avoir lieu à Zenata à cause du surpâturage de la zone et à Bougtob, Aïn Es-Sefra et Kenadza à cause des conditions édaphiques très rudes additionnées au surpâturage des lieux par le cheptel.





## **I-4 : EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES**

### **I-4-1 : Procédé d'extraction**

Les procédés d'extraction des huiles essentielles des plantes aromatiques sont très largement décrits et vulgarisés (30).

Comme méthodes classiques, nous pouvons citer :

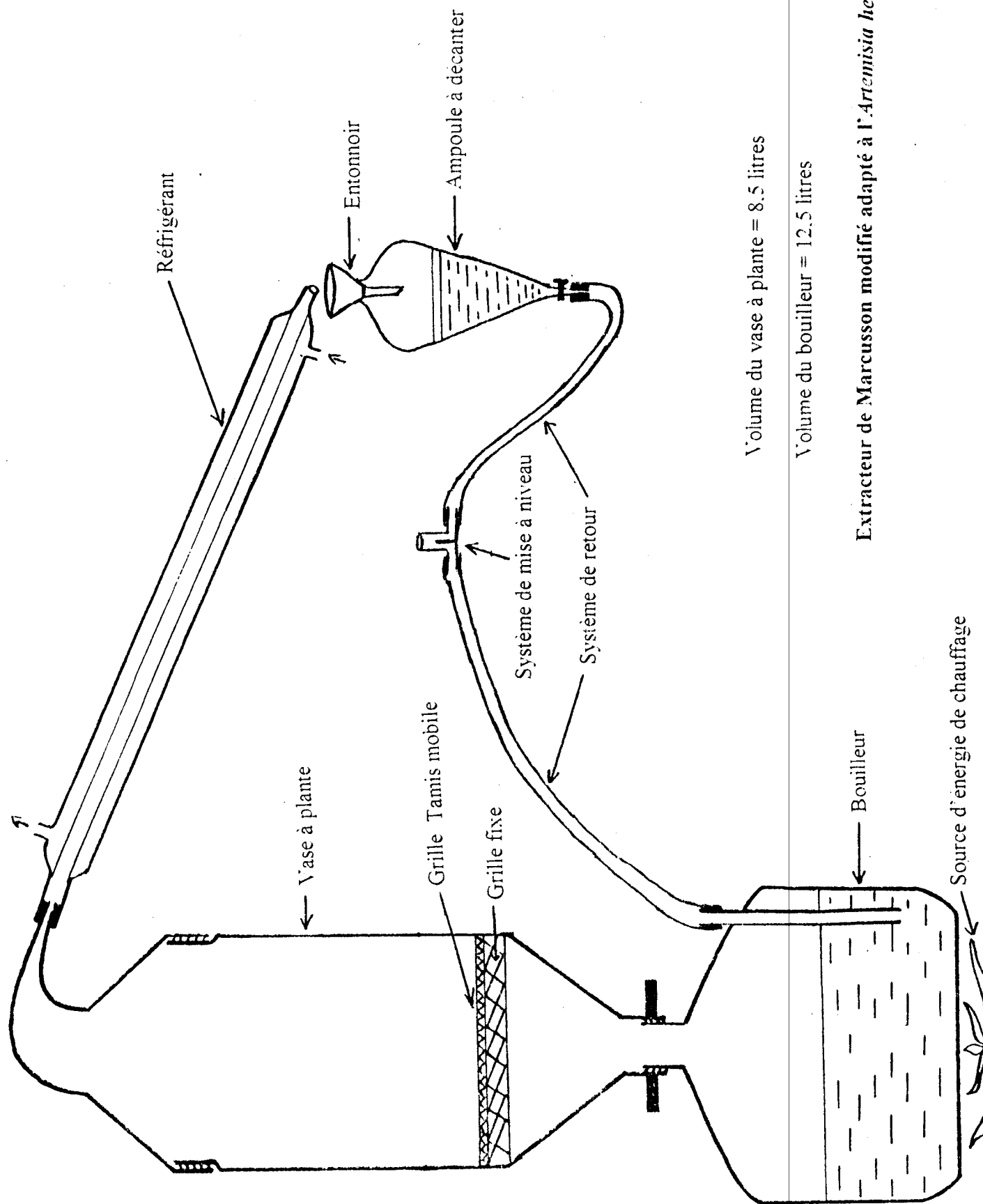
- La méthode de Moritz ou hydrodistillation. Dans ce cas la plante est au contact de l'eau qui est directement chauffée. Les vapeurs refroidies décantent l'huile essentielle surnageante qui est séparée de la phase aqueuse.
- La méthode de Parnas-Wagner où le matériel végétal est placé sur une grille perforée au-dessus de la base de l'alambic et n'est pas au contact avec l'eau. Les principes volatils sont entraînés par les vapeurs d'eau puis refroidis et enfin séparés de la phase aqueuse par décantation.

Ces deux méthodes ont toutes deux comme inconvénient majeur, la possibilité de ne pouvoir traiter qu'une quantité très limitée en poids de la plante dans le laboratoire d'une part et d'autre part, utilisent une quantité d'eau limitée qui conditionne le temps d'extraction.

D'autres méthodes sont utilisées mais sont peu adaptées aux plantes aromatiques, telles l'extraction par effleurage appliquée pour l'extraction des principes odorants des fleurs et aussi l'extraction par solvant au Soxhlet qui en même temps que les huiles essentielles, cette dernière méthode entraîne aussi d'autres constituants plus lourds. Habituellement, par ce procédé on extrait les concrètes.

Pour notre part, nous avons voulu être dans les conditions d'extraction les plus proches de celle utilisées par l'industrie des plantes aromatiques. Pour cela, nous avons conçu et élaboré notre propre extracteur que nous avons adopté à notre plante. C'est en fait une variante de l'extracteur de Marcusson (Schéma ci-après).

L'extracteur est fabriqué en tôle inoxydable ayant la possibilité de recevoir entre 3 à 5 kilogrammes de plante. Il fonctionne en continue grâce à un système de retour d'eau des vapeurs condensées dans le bouilleur.



Volume du vase à plante = 8,5 litres

Volume du bouilleur = 12,5 litres

Extracteur de Marcusson modifié adapté à l'*Artemisia herba alba*

Cet extracteur présente les avantages suivants :

- Utilisation d'une quantité limitée d'eau dans le bouilleur 5 à 7 litres d'eau (à moitié remplie) seulement sont portés à ébullition. Les vapeurs diffusent à travers le vase à plante en entraînant les principes volatils. Ces vapeurs sont condensées au travers du réfrigérant. Le condensat est recueilli dans une ampoule à décanter. Un système de mise à niveau des eaux permet le retour du surplus vers le bouilleur. Seule une très petite quantité équivalente aux vapeurs condensées retourne vers le bouilleur. En définitive, l'ébullition des eaux dans le bouilleur n'est pas affectée.
- Le temps nécessaire à l'épuisement des extraits de la plante peut être optimisé par l'opérateur.
- Le temps de charge et de décharge de l'extracteur est relativement court.
- Relativement léger et peu encombrant, il est très simple à installer dans un laboratoire.
- Très robuste, il nécessite pratiquement aucun entretien particulier.

Globalement, cet extracteur très commode pour l'extraction des huiles essentielles des plantes aromatiques, se rapproche le plus des procédés actuellement employés dans l'industrie.

#### **I-4-2 : Préparation des échantillons à l'extraction**

Dans le souci de respecter au plus les recommandations des normes et des utilisateurs (22,23), nos échantillons fraîchement cueillis, sont entreposés dans un endroit aéré et ombragé. Le temps de passage à l'extraction doit être le plus bref possible. Généralement, le stockage de nos échantillons ne dépasse pas trois jours ce qui reste dans les limites acceptables par l'industrie.

#### **I-4-3 : Durée d'extraction**

La durée optimale pour extraire la quasi-totalité des huiles d'armoise et estimé par nos soins est de deux heures. C'est le temps nécessaire pour extraire plus de 95% des huiles essentielles de notre plante par l'extracteur décrit plus haut.

## I-5 : TENEUR ET CARACTERISTIQUES PHYSIQUE ET CHIMIQUE

### I-5-1 : Teneurs en huiles essentielles

Les teneurs moyennes en extraits sont obtenues à partir de quantités de la partie aérienne de la plante comprise entre 3 à 4 kilogrammes.

Les rendements en pourcentage sont calculés par le rapport quantité d'extrait sur quantité de plante.

Le tableau IV regroupe les valeurs moyennes de ces rendements par période de cueillette et par station d'étude.

**Tableau IV : Rendements moyens des huiles essentielles par période de cueillette et station d'étude.**

Périodes	Avril	Juin	Septembre
Rendements	%	%	%
Stations			
Béni-Saf	0,94	1,11	0,62
Zenata	0,32	1,00	-
Sebdou	0,27	0,44	0,62
Laouedj	0,02	0,51	0,68
El-Aricha	0,07	0,61	0,46
Bougto	0,11	0,24	-
Aïn Es-Sefra	0,2	0,35	-
Kenadsa	0,14	0,18	-

Il apparaît au vu de ces résultats que les meilleurs rendements sont obtenus pour la fin juin exception faite pour les stations de Sebdou et Laouedj où c'est la période de septembre qui donne le plus d'extrait.

Nous remarquons l'absence de la plante pour les stations les plus au sud en pleine zone steppique et à la limite du désert : Bougto, Aïn Es-Sefra et Kenadsa. En effet, comme nous l'avons déjà signalé lors du premier chapitre, la saison estivale en ces lieux est très prolongée, entre 8 à 9 mois dans l'année, et la plante

éprouve beaucoup de difficultés à résister à de telles conditions. De plus, ces endroits souffrent d'un surpâturage des lieux.

Dans ces stations, les plantes encore existantes sont presque dépourvues de toutes leurs feuilles.

La station de Zenata également souffre de surpâturage des lieux. La plante est presque inexistante pendant le mois de septembre.

Les rendements des huiles essentielles obtenus sont du même ordre de grandeur que ceux obtenus pour l'armoise du Maroc (15). Deux exceptions sont à noter pour les stations de Beni-Saf et Zenata où ils sont plus importants. Cela, provient certainement du fait que ces deux stations bénéficient d'un climat méditerranéen très prononcé de part leur proximité de la mer Méditerranée et du taux de précipitation et d'humidité important.

### **I-5-2 : Etude de quelques caractéristiques physiques et chimiques**

#### **I-5-2-1 : Caractéristiques chimiques**

Nous avons étudié en particulier les indices d'acides et indices d'esters. Ces indices ont été déterminés conformément aux normes AFNOR, respectivement NFT 75-103 et NFT 75-104 (23).

Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau V.

Nous remarquons au vu des résultats obtenus l'extrême diversité des valeurs enregistrées pour les différentes stations et pour les différentes périodes de cueillette. Cette remarque s'applique particulièrement pour l'indice d'acide où le minimum est de 2,7 pour la période de juin et pour la station d'El-Aricha et le maximum est de 13 pour la station de Kenadsa et pour la même période de cueillette.

Il est intéressant de remarquer l'augmentation des valeurs de l'indice d'acide avec le vieillissement ou maturité de la plante. Ainsi, pour une même station, les valeurs les plus faibles sont enregistrées pendant la période d'avril où la plante est jeune et augmente de façon parfois remarquable en juin pour varier peu jusqu'à septembre.

**Tableau V : Indices d'acides et indices d'esters des différentes stations étudiées selon la période de cueillette.**

Périodes Stations	Indice d'acide			Indice d'ester		
	Avril	Juin	Septembre	Avril	Juin	Septembre
Béni-Saf	5,9	8,1	9,0	55,0	55,5	54,5
Zenata	6,8	10,2	-	50,0	50,0	-
Sebdou	5,2	5,3	5,5	55,0	55,0	54,0
Laouedj	3,9	4,3	4,3	56,0	56,0	54,0
El-Aricha	2,7	3,7	3,9	55,5	56,0	55,0
Bougto	7,8	13	-	56,5	54,0	-
Aïn Es-Sefra	3,6	8,2	-	56,5	56,0	-
Kenadsa	6,8	13	-	55,0	48,0	-

Cette constatation est d'autant plus marquée pour les stations de l'extrême sud, Bougto, Aïn Es-Sefra et Kenadsa où l'écart entre les valeurs est de 5 unités entre avril et juin.

Faute de valeurs données par la bibliographie se rapportant à cette plante, nous les avons comparées à différentes huiles commercialisées, connues et normées par l'Association Française de Normalisation (23). (Conf. Tableau VII).

Nous constatons que les indices d'acide de l'armoise sont dans le domaine de ceux du géranium, inférieurs à ceux de la cannelle de Chine et du vétiver. Ils sont en revanche supérieurs à la plupart des valeurs données par le tableau VII. Rappelons au passage que les huiles essentielles du géranium, cannelle de Chine et vétiver sont très utilisées dans l'industrie des parfums (31).

La variation de l'indice d'ester est peu significative. On observe cependant une légère diminution des valeurs avec la maturation de la plante.

L'écart entre la plus petite valeur, 48 pour juin et pour Kenadsa et 56,5 pour avril et pour Bougtob et Aïn Es-Sefra, est à peine de 8,5 unités d'indice. Ce qui est peu comparé à la plupart des valeurs données par le tableau VII. Par exemple, les différences d'indice entre le maximum et le minimum sont de 67 pour les petits grains bigaradiers, 62,5 pour les lavandes de France ou encore 60 pour les petits grains de Paraguay.

C'est une donnée qui peu être exploitée pour la reconnaissance des huiles essentielles de notre plante si elle s'avère aussi monotone pour d'autres régions voir pour d'autres pays.

### I-5-2-2 : Caractéristiques physiques

Nous donnons dans ce qui suit les indices de réfraction et le pouvoir rotatoire des différents échantillons. Ces deux caractéristiques sont déterminées selon les normes AFNOR (23) NFT 75-112 et NFT 75-113 respectivement.

Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau VI.

**Tableau VI : Indices de réfraction et pouvoir rotatoire des différentes stations étudiées selon la période de cueillette.**

Périodes Stations	Indice de réfraction à 20 °C			Pouvoir rotatoire à 20 °C		
	Avril	Juin	Septembre	Avril	Juin	Septembre
Béni-Saf	1,4730	1,4755	1,4765	-26	-37	-32
Zenata	1,4745	1,4732	-	-19	-28	-
Sebdou	1,4695	1,4719	1,4725	-39	-41	-29
Laouedj	1,4785	1,4792	1,4795	-17	-29	-35
El-Aricha	1,4771	1,4783	1,4790	-28	-33	-21
Bougtob	1,4760	1,4775	-	-26	-36	-
Aïn Es-Sefra	1,4760	1,4777	-	-13	-18	-
Kenadsa	1,4770	1,4796	-	-21	-24	-

**Tableau VII : Valeurs d'indices d'acide, d'ester, de réfraction et pouvoir rotatoire de quelques huiles essentielles normées (23).**

Huiles Essentielles	I. A.		I. E.		I. R. à 20 °C		P. R. à 20 °C	
	Min.	Max.	Min.	Max.	Min.	Max.	Min.	Max.
Menthe poivrée	-	-	11	34	1,4600	1,4670	-10	-30
Géranium	4	10	31	80	1,4600	1,4770	-7	-14
Romarin	-	1	20	20	1,4600	1,4750	-1	+25
Bergamote	-	2	86	129	1,4640	1,4680	+8	+30
Sauge d'Espagne	-	2	15	55	1,4650	1,4720	-12	+17
Cubèbe	-	1	2	5,6	1,4920	1,5020	-43	-20
Persil	-	6	-	11	1,5100	1,5220	-11	-4
Palmarosa	-	1	7	50	1,4710	1,4780	-1,4	+3
Petit grain bigaradier	-	2	140	217	1,4560	1,4720	-6	+1
Cannelle de Chine	-	15	-	-	1,6000	1,6140	-	-
Petit grain de Paraguay	-	2	110	170	1,4570	1,4650	-3,5	0
Ylang ylang	-	3	38	185	1,4980	1,5130	-63	-25
Bois de santal	-	5	4,5	18	1,5040	1,5100	-8	-3
Lavande de France	-	1	102	165	1,4580	1,4640	-11	-7
Lavandin abrialis	-	1	77	106	1,4590	1,4660	-5	-2
Lavandin grosso	-	1	100	137	1,4580	1,4620	-7	-4
Mentha arvensis	-	1	5	30	1,4560	1,4660	-29	-15
Citron	-	3	-	-	1,4740	1,4760	+57	+65
Macis	-	6	6	9	1,4690	1,4880	+2	+45
Cardamome	-	6	92	150	1,4620	1,4680	+22	+41
Vétiver	14	35	5	16	1,5210	1,5300	+19	+38
Hysope	-	2	5	36	1,4730	1,4860	-25	-6

I.A. : Indice d'acide

I.E. : Indice d'ester

I.R. : Indice de réfraction

P.R. : Pouvoir rotatoire



A l'exception d'une légère augmentation des valeurs de l'indice de réfraction avec la maturité de la plante, il ne semble y avoir aucune autre relation pouvant être exploitée au vu des résultats obtenus.

Comparer aux résultats obtenus par Beljilali et Richard (35) lors de l'étude de quelques peuplements d'armoise blanche du Maroc, nos valeurs sont légèrement supérieures. Ces mêmes auteurs soulignent le peu de renseignements que l'on peut tirer de l'observation de cet indice.

Nous faisons remarquer cependant qu'ils sont dans l'ordre de grandeur des huiles essentielles du géranium, du romarin, du palmarosa du citron, du macis et du hysope (tableau VII).

Les pouvoirs rotatoires de nos échantillons sont tous lévogyres et varient de -17 à -41. Ils restent très comparables à ceux trouvés dans les armoises blanches du Maroc (35). Ils sont compris entre les huiles essentielles d'ylan ylang, de menthe poivrée, de cubèbe et de menthe arvensis (tableau VII).

#### **I-6 : ETUDE COMPARATIVE PAR CPG DES HUILES ESSENTIELLES PAR ZONE D'ETUDE ET PAR PERIODE DE CUEILLETTE**

L'armoise blanche en tant que plante aromatique est largement exploitée pour ces huiles essentielles (20). C'est une huile essentiellement destinée pour la parfumerie. Elle se caractérise par une odeur aromatique verte herbacée où la fraîcheur de la thujone est combinée avec une riche note secondaire de foin.

La connaissance de la composition chimique des constituants des huiles essentielles est un critère de qualité très recherché par les utilisateurs.

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'étude par CPG des constituants les plus abondants dans les huiles essentielles d'*Artemisia herba alba* des différentes stations étudiées.

Nous procéderons à la comparaison de leur composition suivant la période de cueillette et la zone d'étude. Plus particulièrement, nous suivrons l'évolution de 14 constituants dont 6 sont cités par la littérature comme pouvant être très abondants dans la plante : le camphène, le cinéol 1,8, la chrysanthénone, l' $\alpha$  et

$\beta$ thujone et le camphre. L'acétate de cis chrysanthényl et la davanone sont aussi cités comme pouvant être abondants, mais n'ont pas été mis en évidence dans nos échantillons précisément à cause de leur faible proportion.

Parmi les 14 constituants, 10 d'entre eux : l' $\alpha$  pinène, le  $\beta$  pinène, le cinéol 1,8, l' $\alpha$  terpinène, le  $\gamma$  terpinène, l' $\alpha$  thujone, la  $\beta$  thujone, le camphre, le terpinéol et la carvone ont été reconnus et identifiés par rapport à leurs étalons authentiques\*. Le camphène, le sabinène, le p-cymène et la chrysanthénone sont identifiés grâce à leurs abondances relatives dans la plante, et par comparaison de données bibliographiques de leur séquence de sortie dans des colonnes de polarité voisine de celle utilisée dans notre étude ainsi que leur indice de rétention (15,25,26,27,28,33,35).

En effet, l'étude bibliographique nous a permis de constater l'abondance des 14 constituants cités dans les huiles essentielles de peuplements d'armoise blanche du Maroc, d'Espagne, du désert du Niger et du désert du Sinaï. Ces composés quoique presque toujours existants, sont parfois absents dans la plante.

Le tableau VIII donne leur abondance relative (Maximum et minimum) dans les pays et régions précédemment cités. Leurs indices de rétentions sont donnés conformément au manuel des monoterpènes de Swigar et Silverstein édité par Aldrich Chemical Company (33). Ces indices sont calculés sur une colonne OV 101 à 5% sur chromosob G, 60-80 mesh, DMCS de 2,5 m x 6 mm en programmation de  $t^\circ$  de 70 à 190  $^\circ\text{C}$  (2 $^\circ$ /min).

**Tableau VIII : Constituants reconnus existants dans l'armoise blanche avec abondance relative et leur indice de rétention**

Constituants	I <sub>R</sub>	Abondance	
		Min. %	Max. %
1 - α pinène	932	Tr	1,8
2 - Camphène	948	0	11
3 - Sabinène	965	0	5
4 - β pinène	988	0	0,5
5 - P. cymène	1015 (90°C)	0	3,3
6 - Cinéol 1,8	1017 (80°C)	Tr	38
7 - α terpinène	1015 (100°C)	0	0,7
8 - γ terpinène	1053	0	2,5
9 - Chrysenthénone	1100 (100°C)	0	51
10 - α thujone	1100 (110°C)	Tr	69
11 - β thujone	-	Tr	70
12 - Camphre	1126	Tr	59
13 - α terpinéol	1177	0	7,2
14 - Carvone	1223	0	0,8

#### I-6-1 : Analyse par chromatographie en phase gazeuse

L'analyse chromatographique est faite sur un appareil PYE UNICAM Philips Série 4550 équipé d'un enregistreur intégrateur Série 4811.

Nous avons utilisé une colonne capillaire de 25 m de long et de 0,22 mm de diamètre intérieur imprégnée d'une phase SE 30.

Nos conditions d'analyses sont :

Débit du gaz vecteur (N<sub>2</sub>) 1ml/min.

Température colonne : en programmation de température de 70 à 160 °C à 2°/min.

Température injecteur : 200 °C.

Température détecteur : 220 °C.

Détecteur à ionisation de flamme

Débit d'air 400 ml/min.

Débit d'H<sub>2</sub> 40 ml/min.

Ces conditions correspondent à une optimisation maximum pour la séparation de nos constituants sur la colonne utilisée.

Les résultats obtenus par période de cueillette et par station d'étude sont présentés dans les tableaux suivants.

**Tableau IX : Station de Béni-Saf (année de cueillette 1992)**

Périodes Constituants	N° pic sur chrom.	Avril		Juin		Septembre	
		RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%
α pinène	1	-	-	7,13	0,56	7,21	1,39
Camphène	2	7,67	0,43	7,69	5,17	7,77	5,66
Sabinène	3	-	-	-	-	8,74	0,12
β pinène	4	-	-	10,17	0,15	10,45	0,29
P. cymène	5	-	-	10,57	0,40	10,67	0,76
Cinéol 1,8	6	11,02	0,79	11,01	2,90	11,11	2,89
α Terpinène	7	-	-	12,42	0,11	-	-
γ Terpinène	8	-	-	-	-	-	-
Chrysanthénone	9	14,62	3,13	14,38	0,30	14,56	0,99
α thujone	10	15,66	14,08	14,59	3,27	14,68	2,75
β thujone	11	16,95	32,64	16,13	40,55	16,05	33,62
Camphre	12	18,60	6,69	17,21	26,35	17,28	35,88
α terpinéol	13	21,05	0,82	20,93	0,46	21,03	0,22
Carvone	14	-	-	24,21	0,32	24,25	0,16
<b>Total %</b>			<b>58,6</b>		<b>80,54</b>		<b>84,73</b>

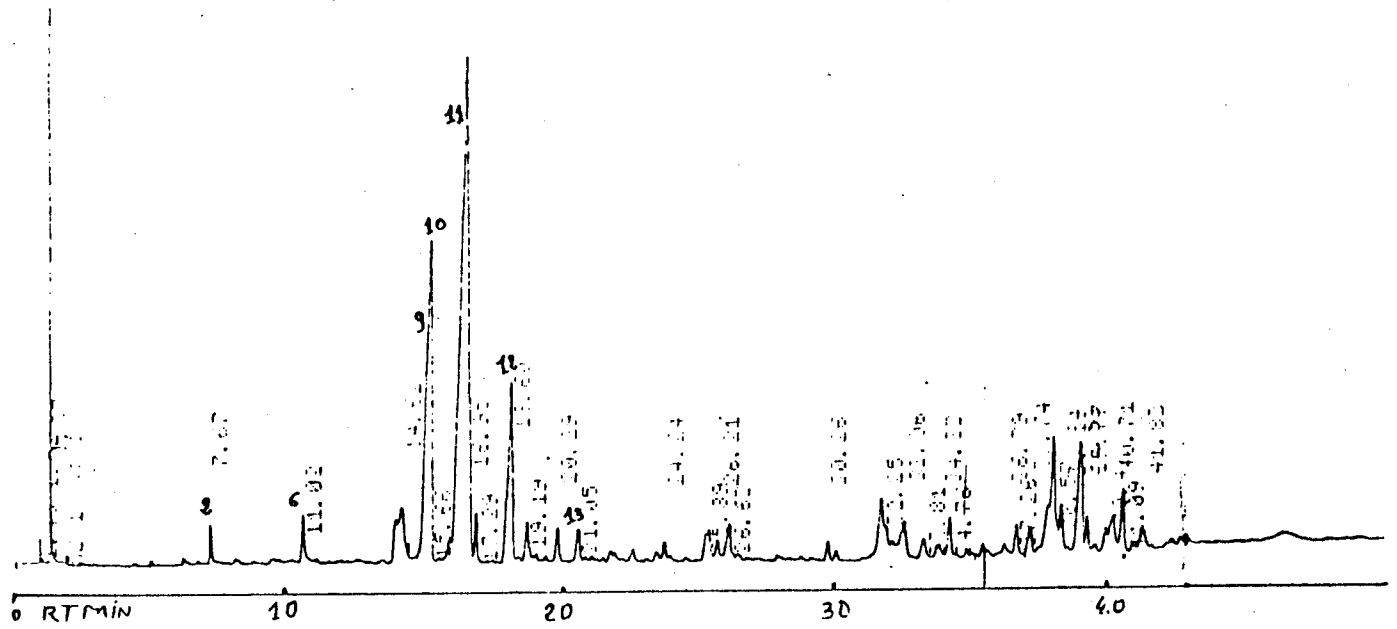


Fig. 4 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Béni-Saf (Avril 1992)

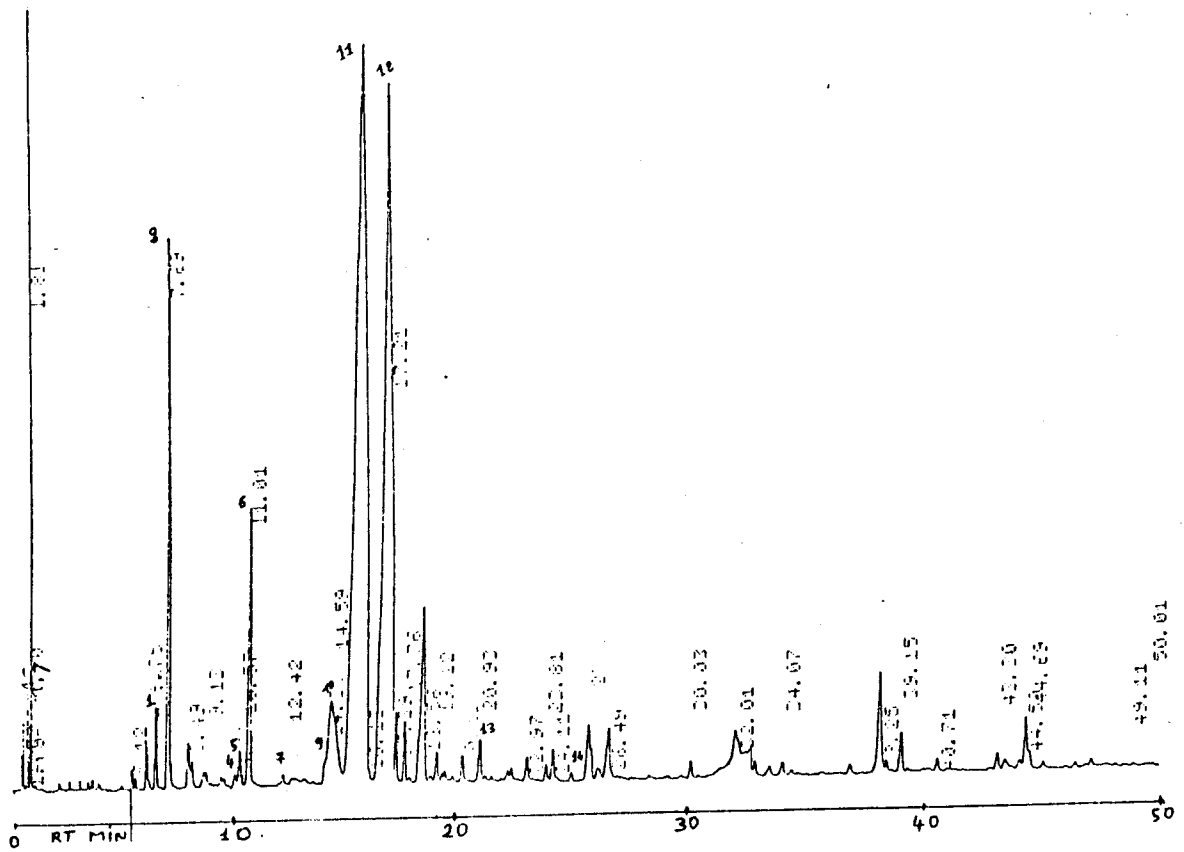


Fig. 5 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Béni-Saf (Juin 1992)



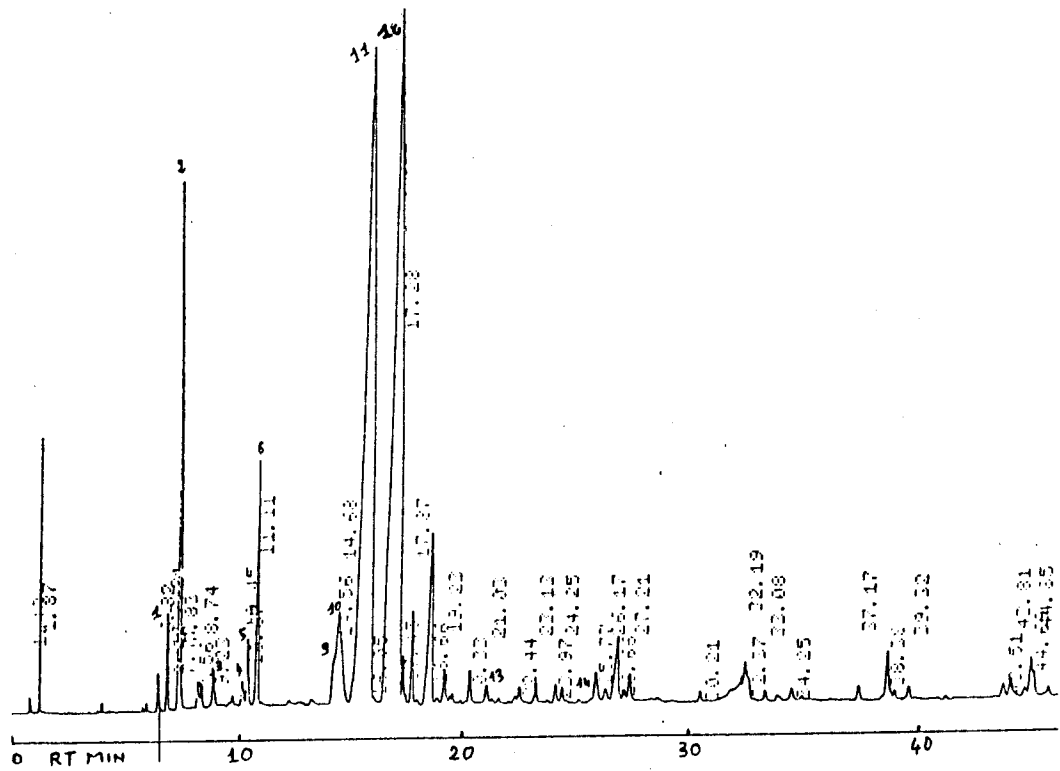


Fig. 6 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Béni-Saf (Septembre 1992)

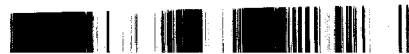


Tableau X : Station de Zenata (année d'étude 1993)

Périodes Constituants	N° pic sur chrom.	Avril		Juin	
		RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%
α pinène	1	7,20	1,17	7,28	1,09
Camphène	2	-	-	-	-
Sabinène	3	-	-	-	-
β pinène	4	10,08	0,84	10,00	1,41
P. cymène	5	10,54	6,04	-	-
Cinéol 1,8	6	10,96	6,17	10,98	5,11
α Terpinène	7	12,16	5,01	12,27	0,97
γ Terpinène	8	12,93	0,95	-	-
Chrysanthénone	9	14,76	13,56	14,48	3,06
α thujone	10	15,06	4,31	14,97	18,84
β thujone	11	15,84	2,10	15,43	10,91
Camphre	12	17,22	5,23	17,81	27,28
α terpinéol	13	20,47	0,96	21,58	6,81
Carvone	14	24,71	0,61	24,87	1,11
<b>Total %</b>			<b>46,95</b>		<b>64,32</b>

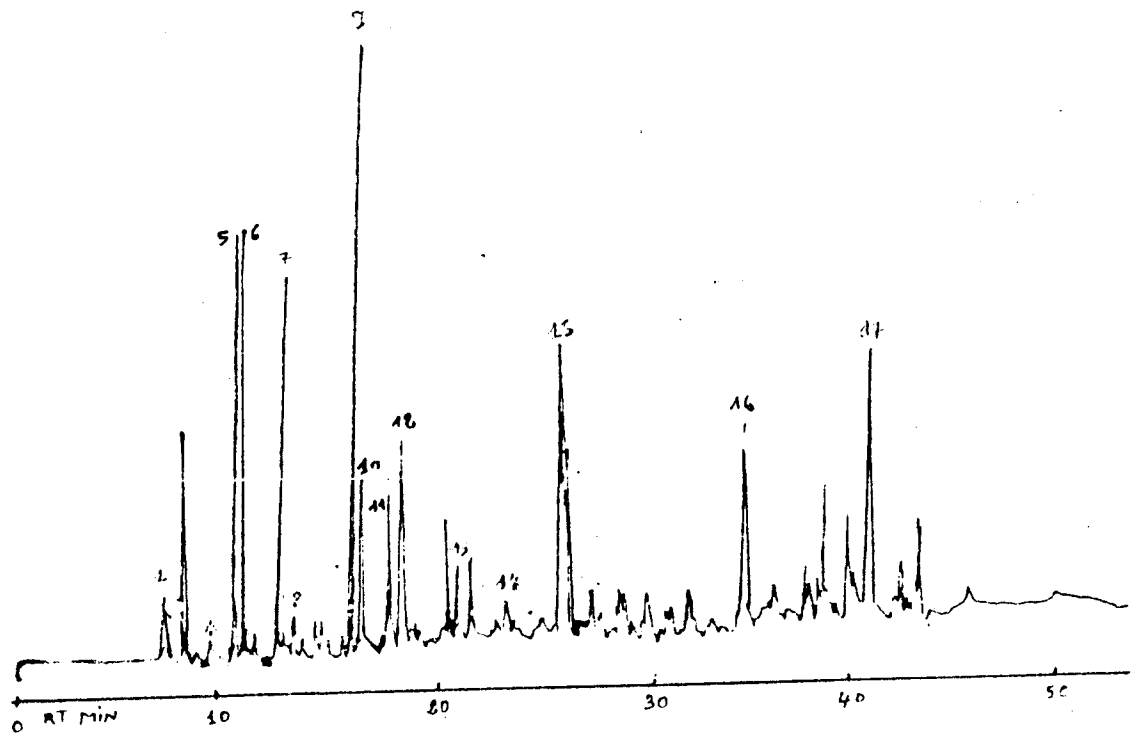


Fig. 7 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Znata (Avril 1993)

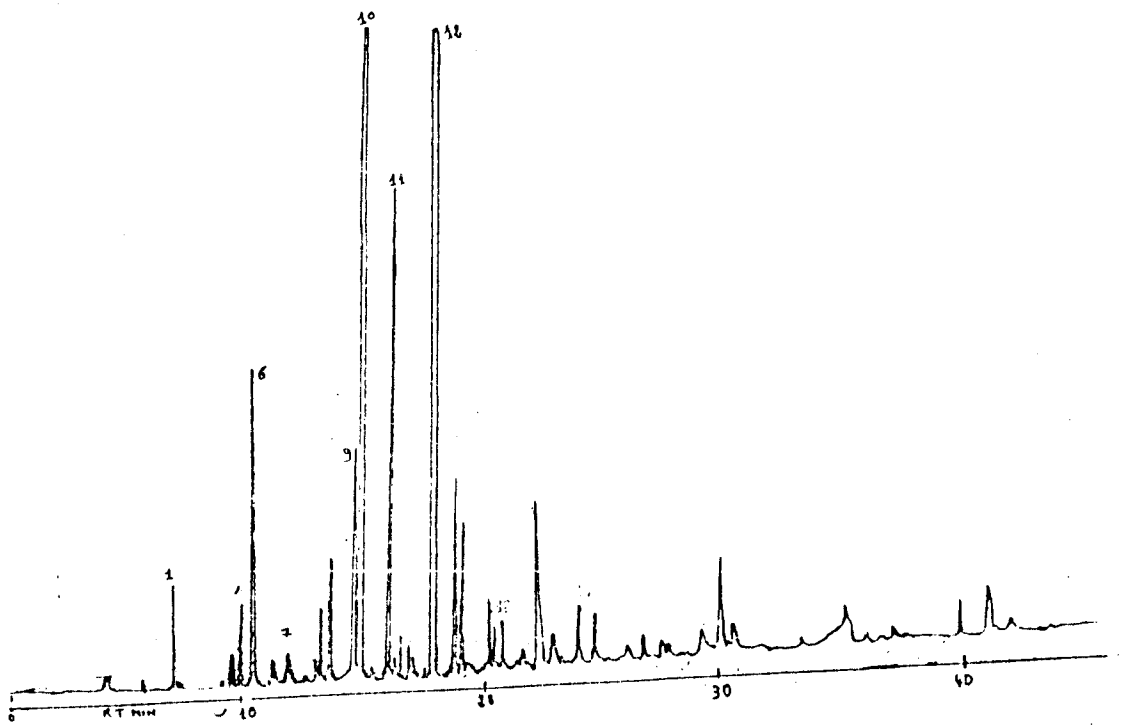


Fig. 8 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Znata (Juin 1993)

44

6014





Tableau XI : Station de Sebdou (année d'étude 1992)

Périodes Constituants	N° pic sur chrom.	Avril		Juin		Septembre	
		RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%
α pinène	1	7,24	1,33	7,23	1,98	7,20	0,83
Camphène	2	7,72	3,63	7,75	3,81	7,73	4,24
Sabinène	3	8,73	0,22	8,75	0,24	8,74	0,46
β pinène	4	10,15	0,22	10,47	0,33	-	-
P. cymène	5	10,65	0,42	10,69	0,61	10,67	0,28
Cinéol 1,8	6	11,12	4,53	11,16	5,77	11,21	9,81
α Terpinène	7	12,51	0,13	-	-	12,42	0,61
γ Terpinène	8	-	-	-	-	13	1,43
Chrysanthénone	9	-	-	14,55	0,93	-	-
α thujone	10	14,65	4,14	14,63	2,55	14,78	5,65
β thujone	11	16,21	45	16,21	53,13	15,77	31,34
Camphre	12	17,11	21	17,11	16,44	17,09	25,80
α terpinéol	13	21,03	0,25	21,03	0,25	21,07	0,57
Carvone	14	24,21	0,24	23,96	0,22	24,22	0,20
<b>Total %</b>			<b>81,11</b>		<b>86,26</b>		<b>81,22</b>



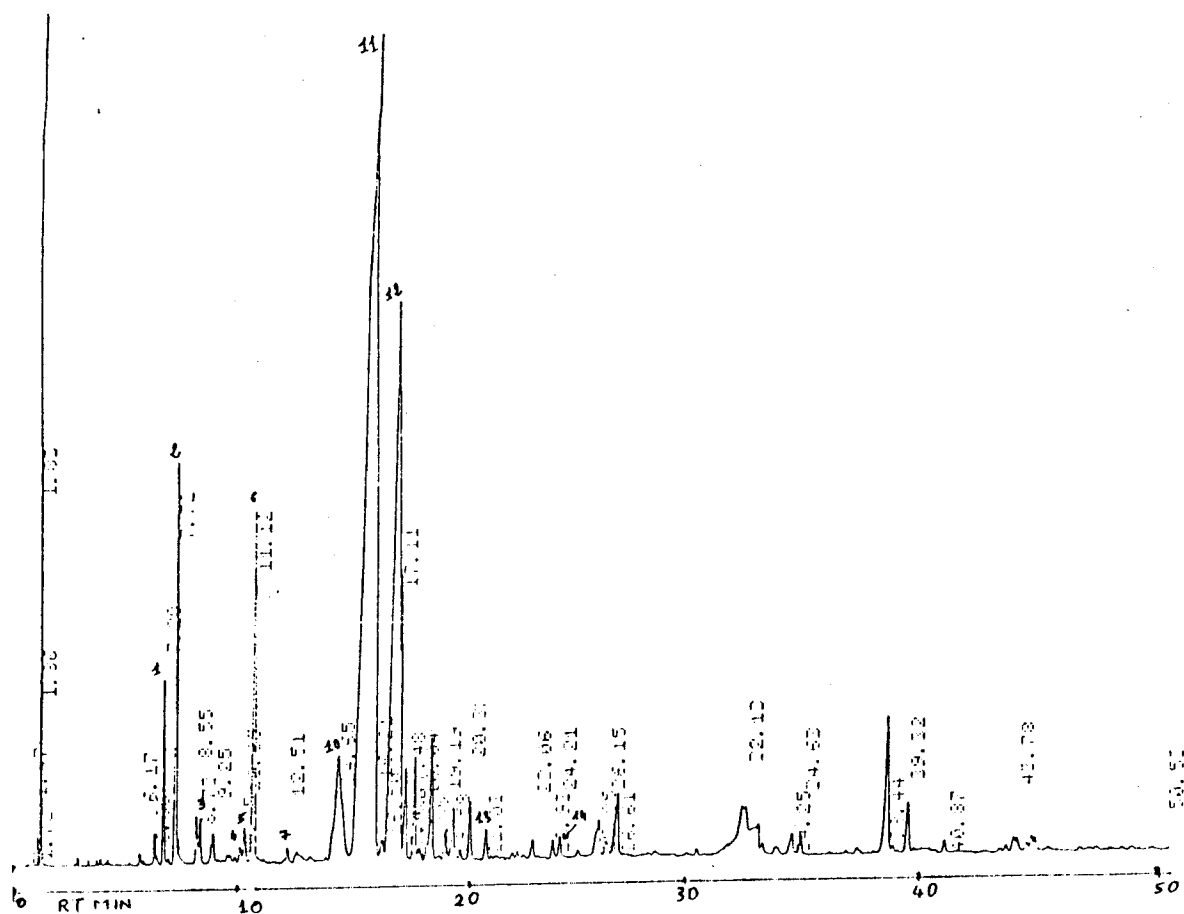


Fig. 9 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Sebdo (Avril 1992)

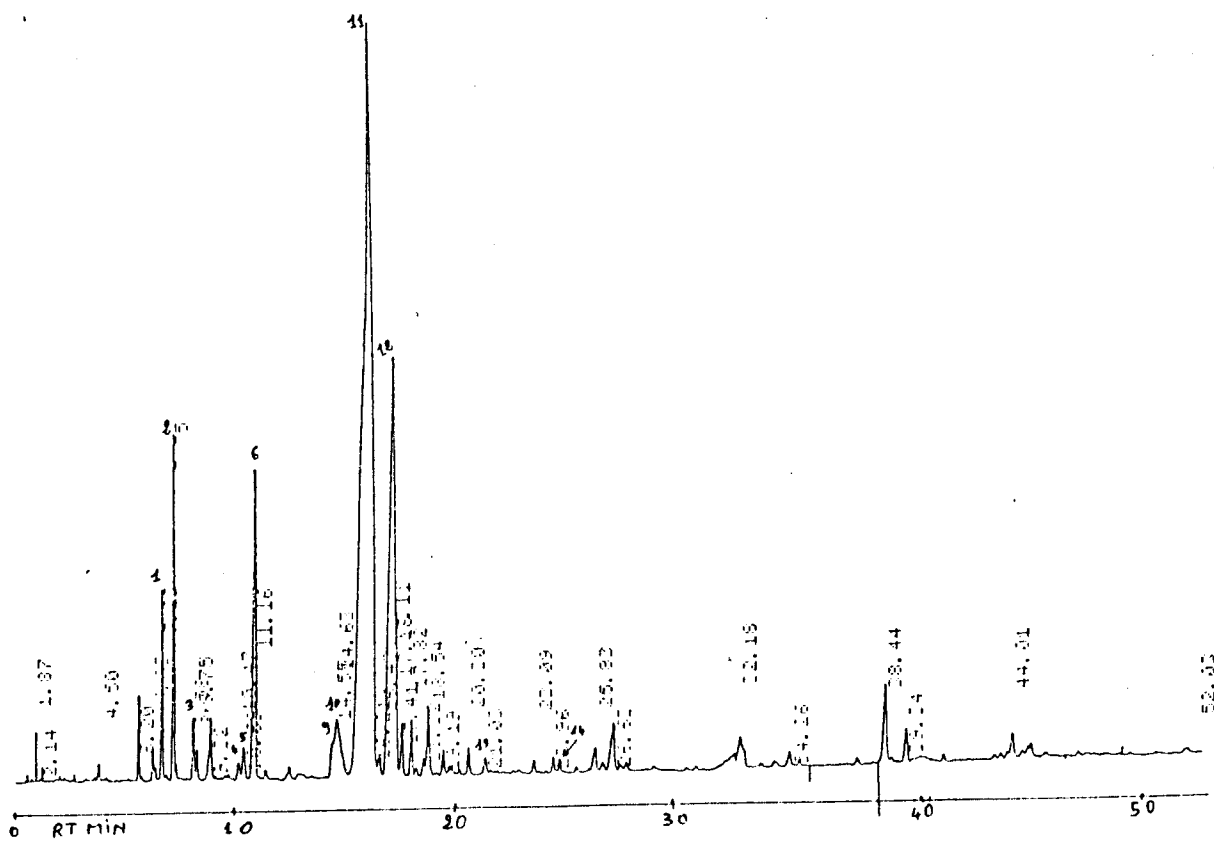


Fig. 10 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Sebdo (Juin 1992)



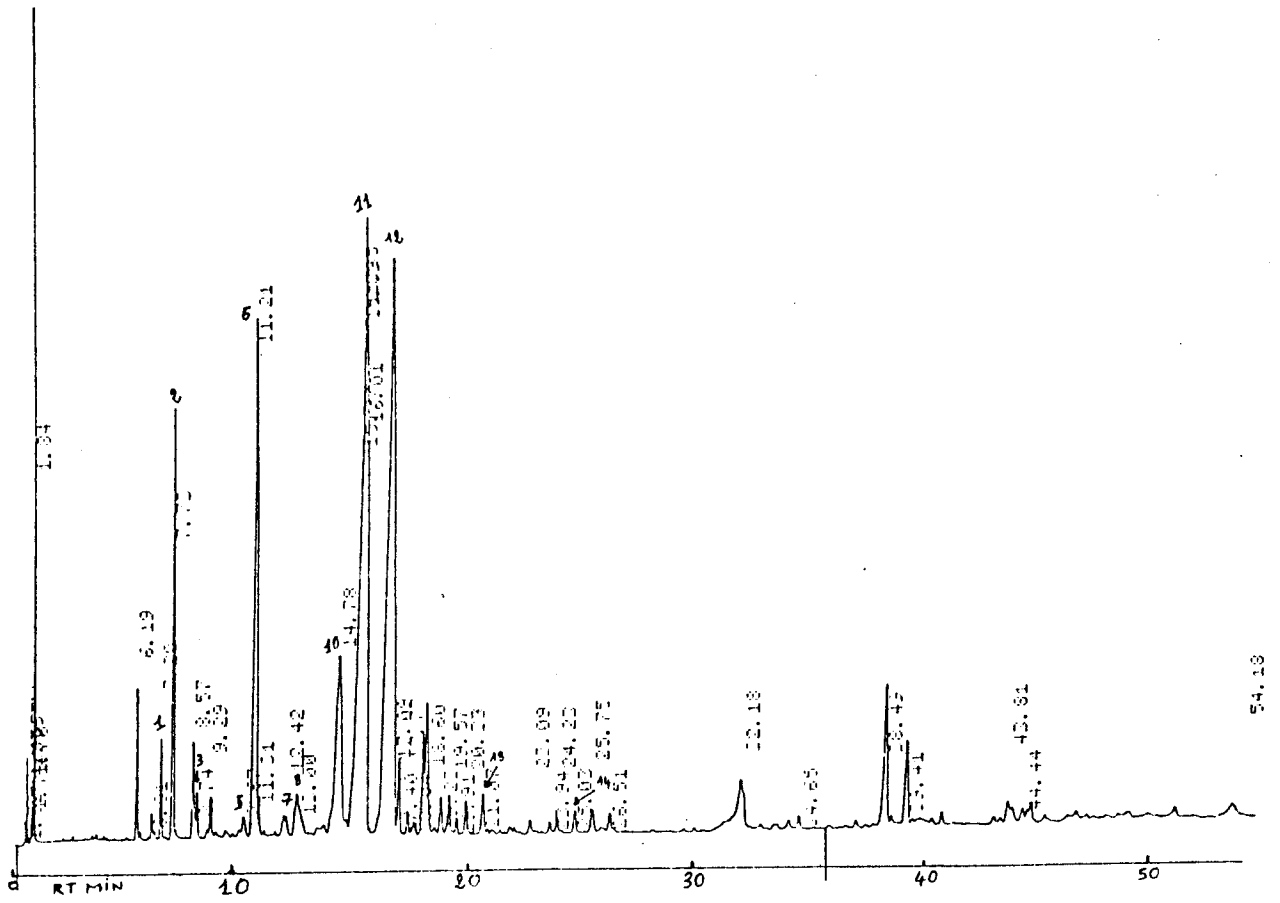


Fig. 11 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Sebdlou (Septembre 1992)

Tableau XII : Station de Laouedj (année d'étude 1992)

Périodes Constituants	N° pic sur chrom.	Avril		Juin		Septembre	
		RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%
α pinène	1	7,24	0,38	7,17	0,52	7,03	0,07
Camphène	2	7,76	2,57	7,69	3,27	7,34	3,14
Sabinène	3	8,62	0,17	-	-	8,82	2,35
β pinène	4	10,52	0,13	-	-	10,10	0,35
P. cymène	5	10,73	0,37	10,64	0,37	10,54	3,40
Cinéol 1,8	6	11,16	4,60	11,15	7,31	11,88	0,14
α Terpinène	7	-	-	-	-	-	-
γ Terpinène	8	-	-	12,92	0,39	-	-
Chrysanthénone	9	-	-	-	-	13,93	0,98
α thujone	10	14,7	3,60	14,55	1,45	14,97	4,97
β thujone	11	16,2	43,08	16,16	50,03	15,30	40,12
Camphre	12	17,13	19,93	17,05	20,31	16,29	15,68
α terpinéol	13	21,11	0,47	21,00	0,52	20,09	0,16
Carvone	14	24,02	0,24	23,89	0,22	23,98	0,22
<b>Total %</b>			<b>75,64</b>		<b>84,39</b>		<b>60,89</b>

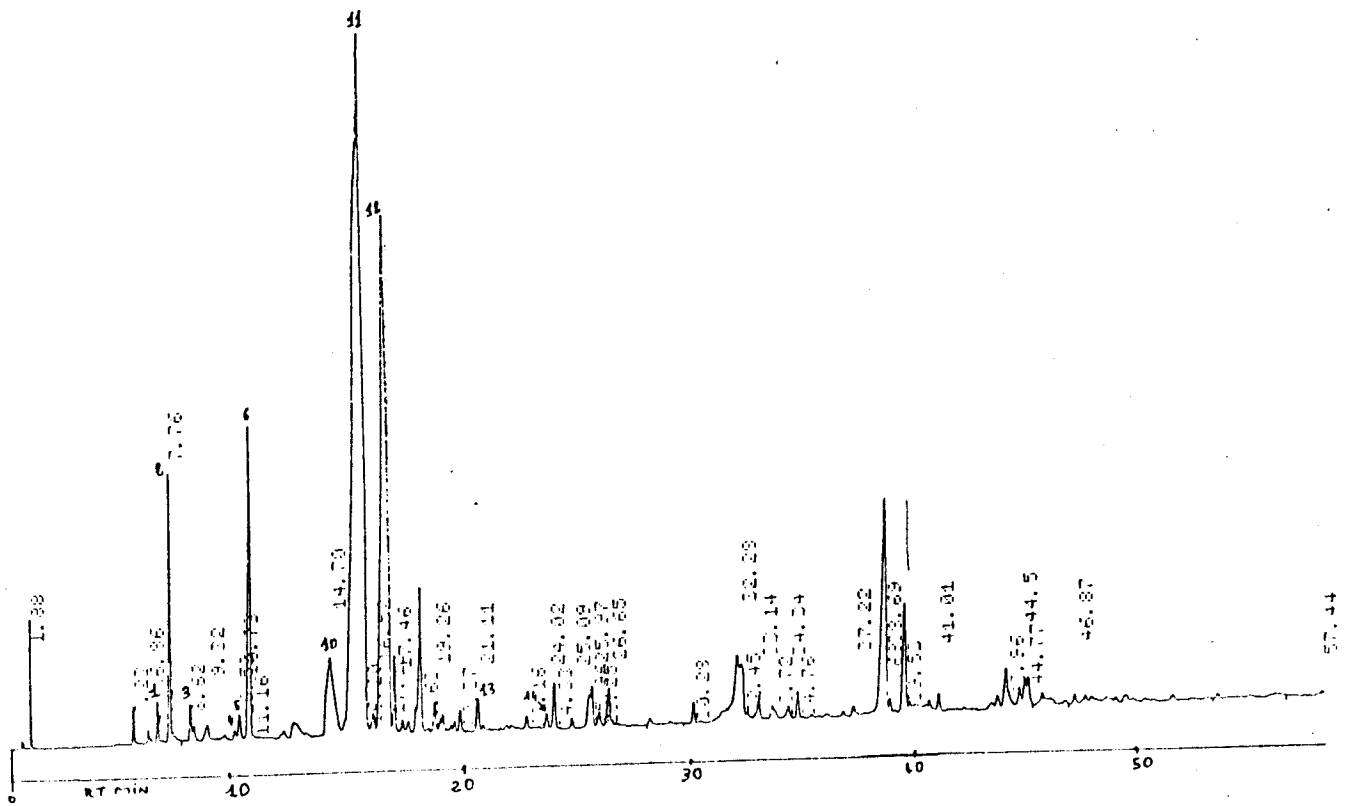


Fig. 12 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Laouedj  
(Avril 1992)

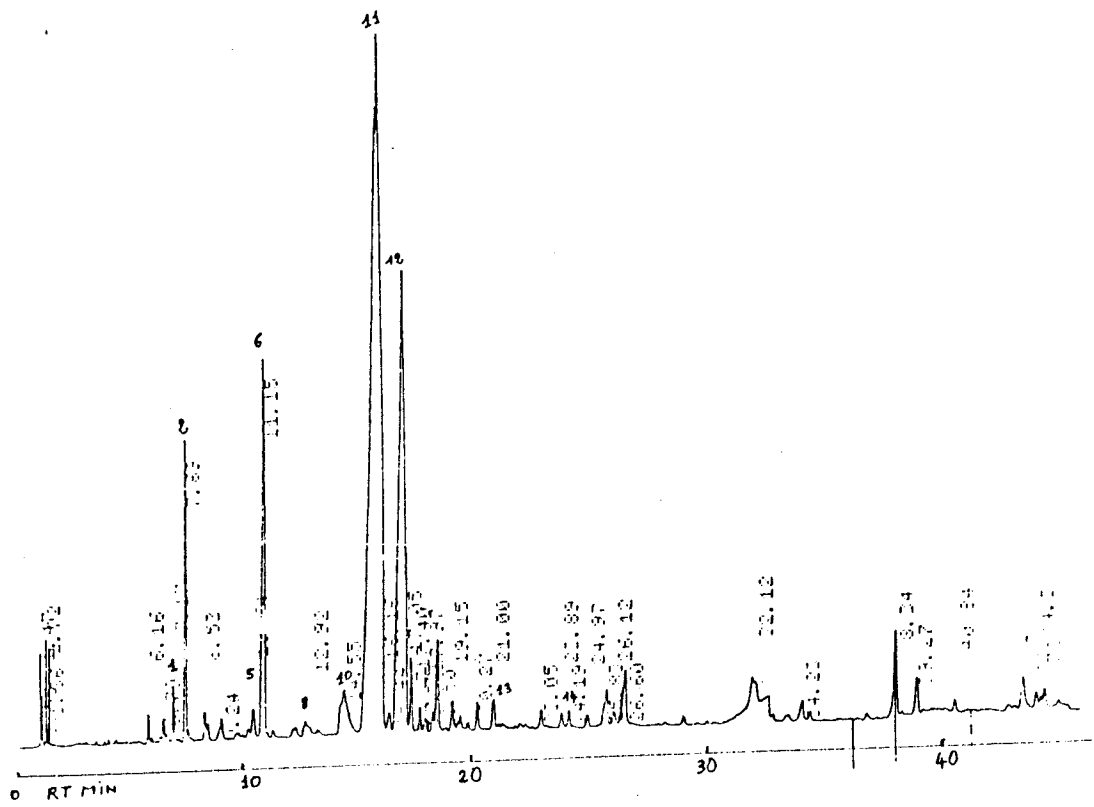


Fig. 13 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Laouedj  
(Juin 1992)



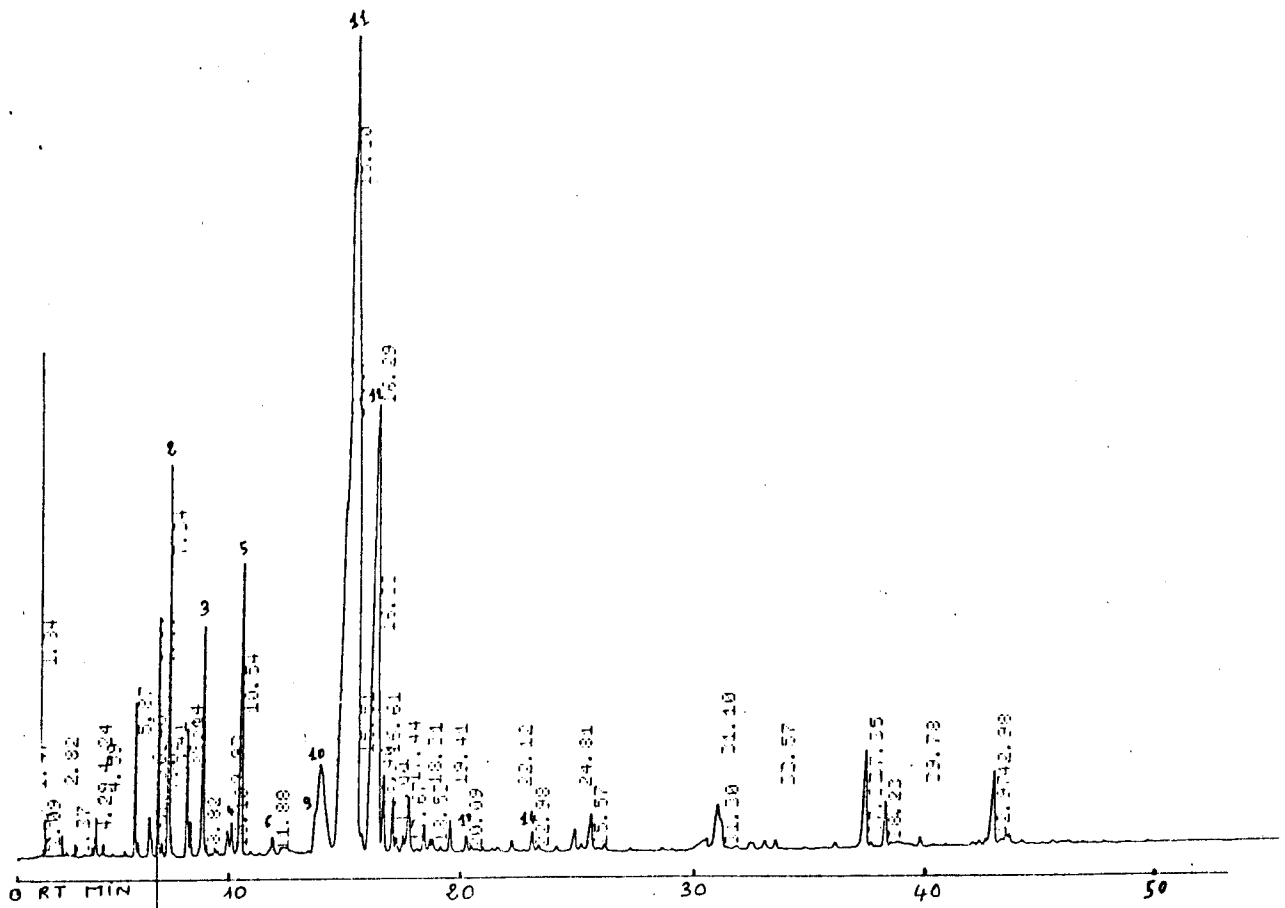


Fig. 14 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Laouedj (Septembre 1992)



Tableau XIII : Station d'El-Aricha (année d'étude 1992)

Périodes Constituants	N° pic sur chrom.	Avril		Juin		Septembre	
		RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%
α pinène	1	7,2	0,46	7,19	0,68	6,84	2,42
Camphène	2	-	-	7,72	3,28	7,21	2,60
Sabinène	3	-	-	8,73	0,27	8,82	2,26
β pinène	4	10,46	1,40	10,45	0,23	10,07	0,29
P. cymène	5	-	-	10,66	0,41	10,51	3,34
Cinéol 1,8	6	11,70	1,05	11,17	5,83	11,83	0,30
α Terpinène	7	12,58	0,69	12,52	0,16	-	-
γ Terpinène	8	-	-	-	-	-	-
Chrysanthénone	9	14,53	0,80	14,60	6,47	13,77	1,90
α thujone	10	15,78	13,93	14,79	3,11	-	-
β thujone	11	16,91	15,50	16,22	44,66	15,45	57,91
Camphre	12	18,62	2,43	17,15	18,15	16,22	10,03
α terpinéol	13	21,13	0,18	21,04	0,38	20,05	0,23
Carvone	14	24,10	0,17	23,24	0,23	22,93	0,20
<b>Total %</b>			<b>36,61</b>		<b>83,88</b>		<b>82,48</b>

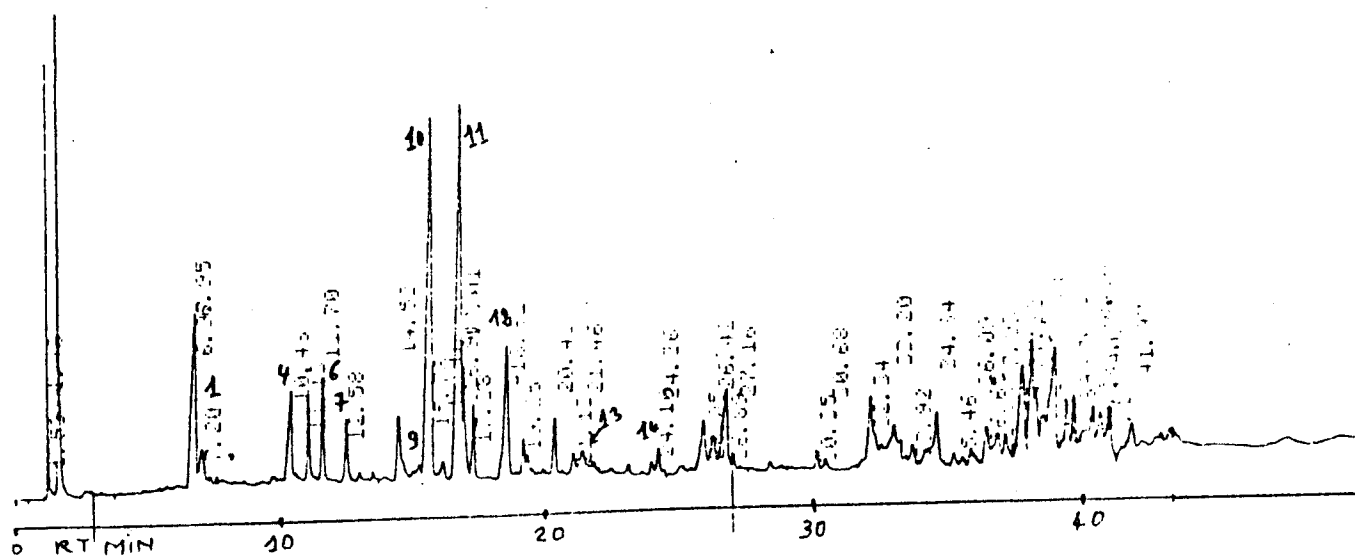


Fig. 15 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* d'El-Aricha (Avril 1992)

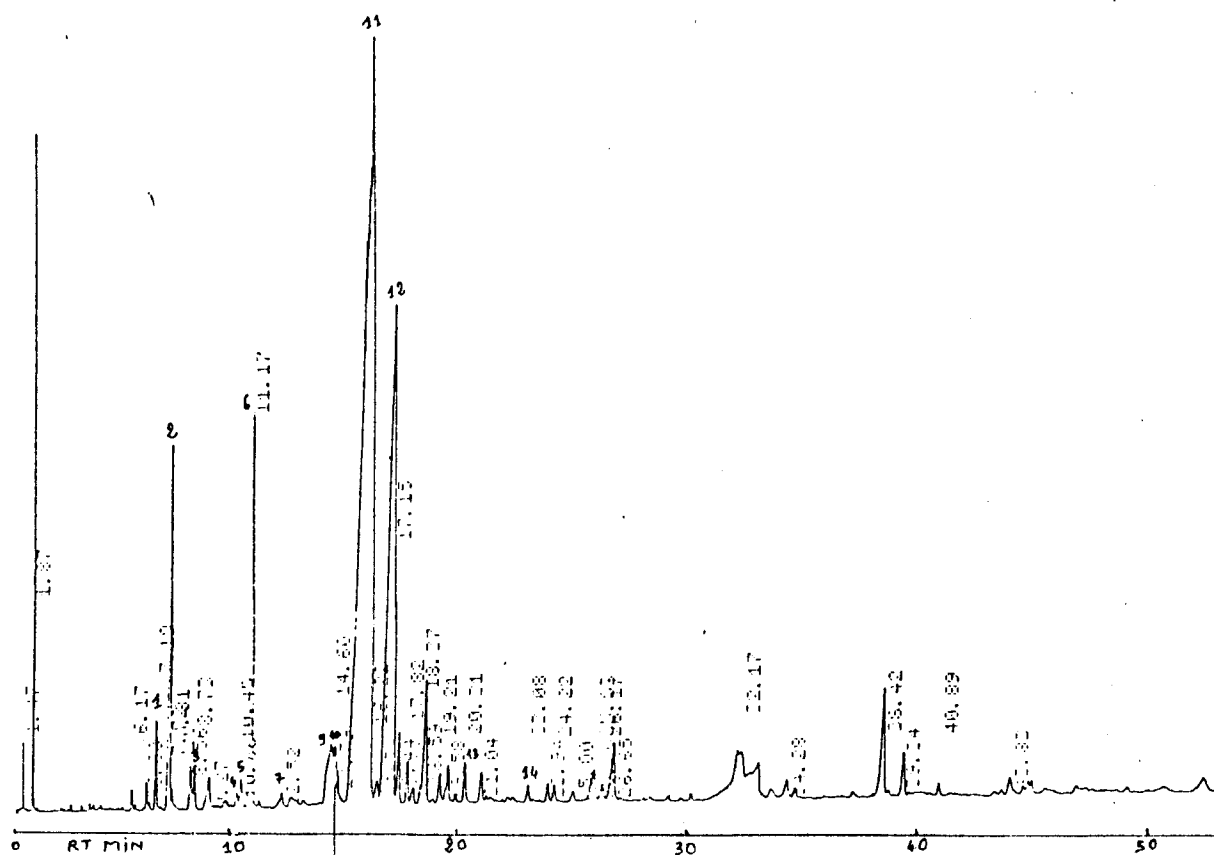


Fig. 16 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* d'El-Aricha (Juin 1992)





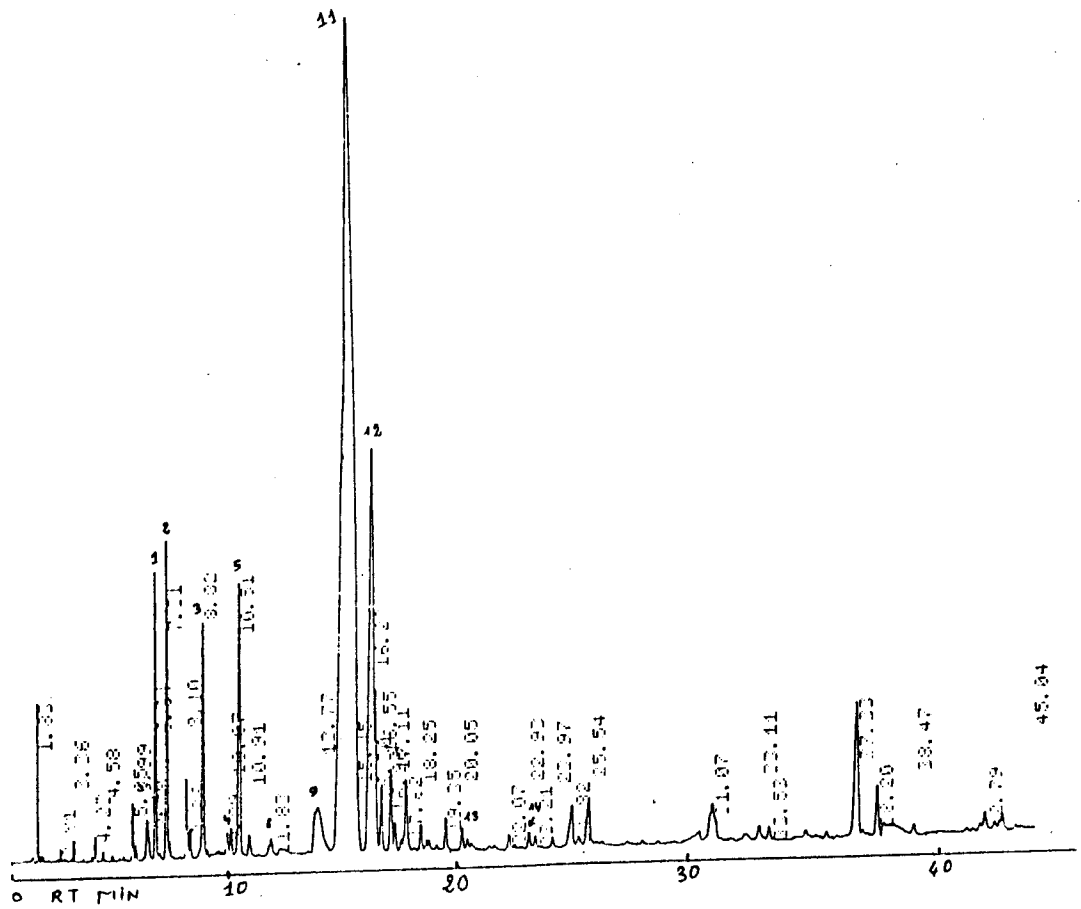


Fig. 17 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* d'El-Aricha (Septembre 1992)

**Tableau XIV : Station de Bougtob (année d'étude 1992)**

Périodes Constituants	N° pic sur chrom.	Avril		Juin	
		RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%
α pinène	1	7,4	0,54	7,42	0,11
Camphène	2	7,68	1,57	7,75	3,31
Sabinène	3	-	-	8,74	0,14
β pinène	4	-	-	-	-
P. cymène	5	-	-	10,66	0,67
Cinéol 1,8	6	11,07	4,01	11,11	4,5
α Terpinène	7	-	-	-	-
γ Terpinène	8	12,97	0,94	-	-
Chrysanthénone	9	14,53	0,68	-	-
α thujone	10	14,73	5,90	14,74	6,28
β thujone	11	15,64	15,63	16,15	40,91
Camphre	12	16,87	26,60	17,16	24,70
α terpinéol	13	20,98	0,42	21,08	0,50
Carvone	14	25,01	0,63	25,79	0,74
<b>Total %</b>			<b>56,92</b>		<b>81,86</b>

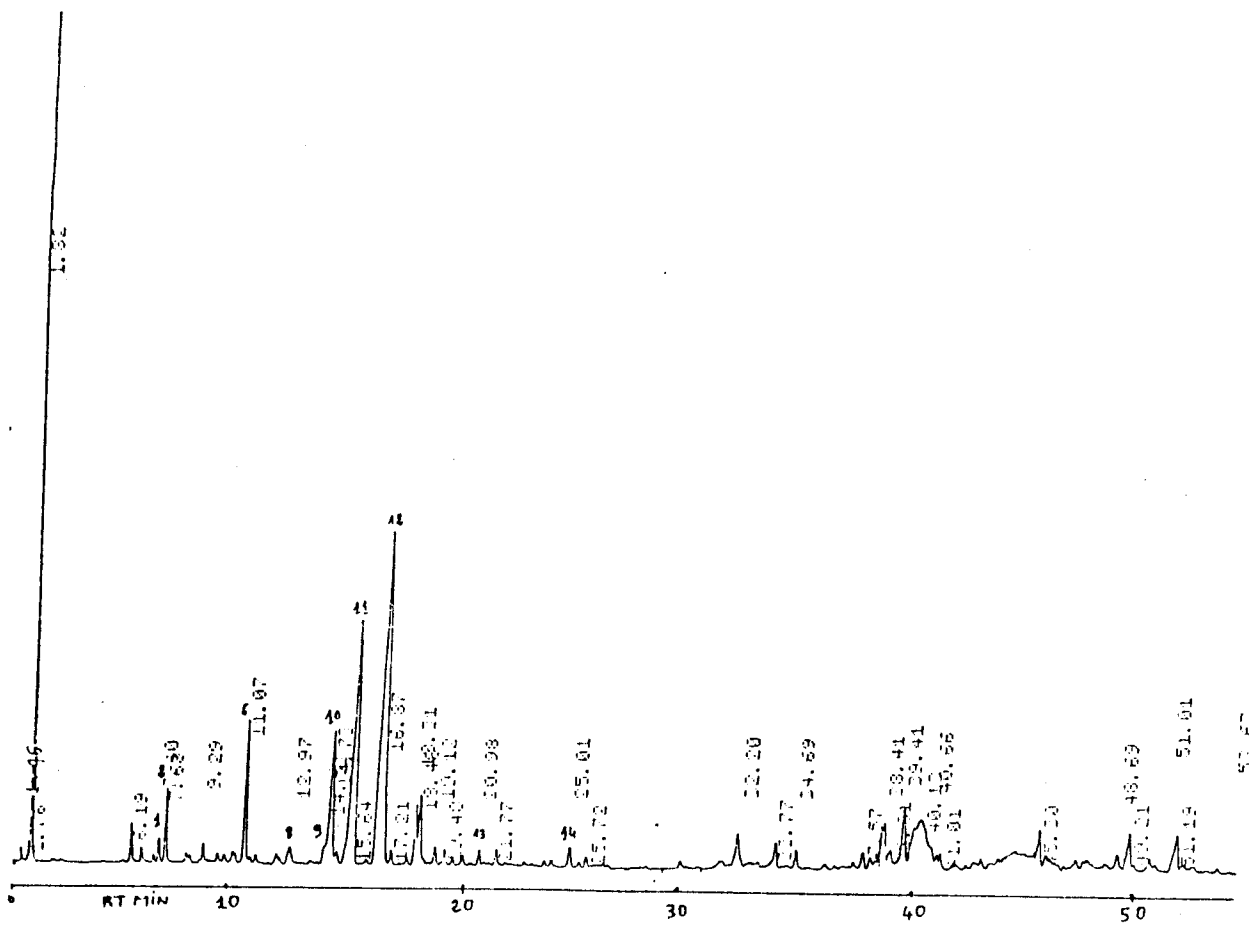


Fig. 18 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Bogtob (Avril 1992)

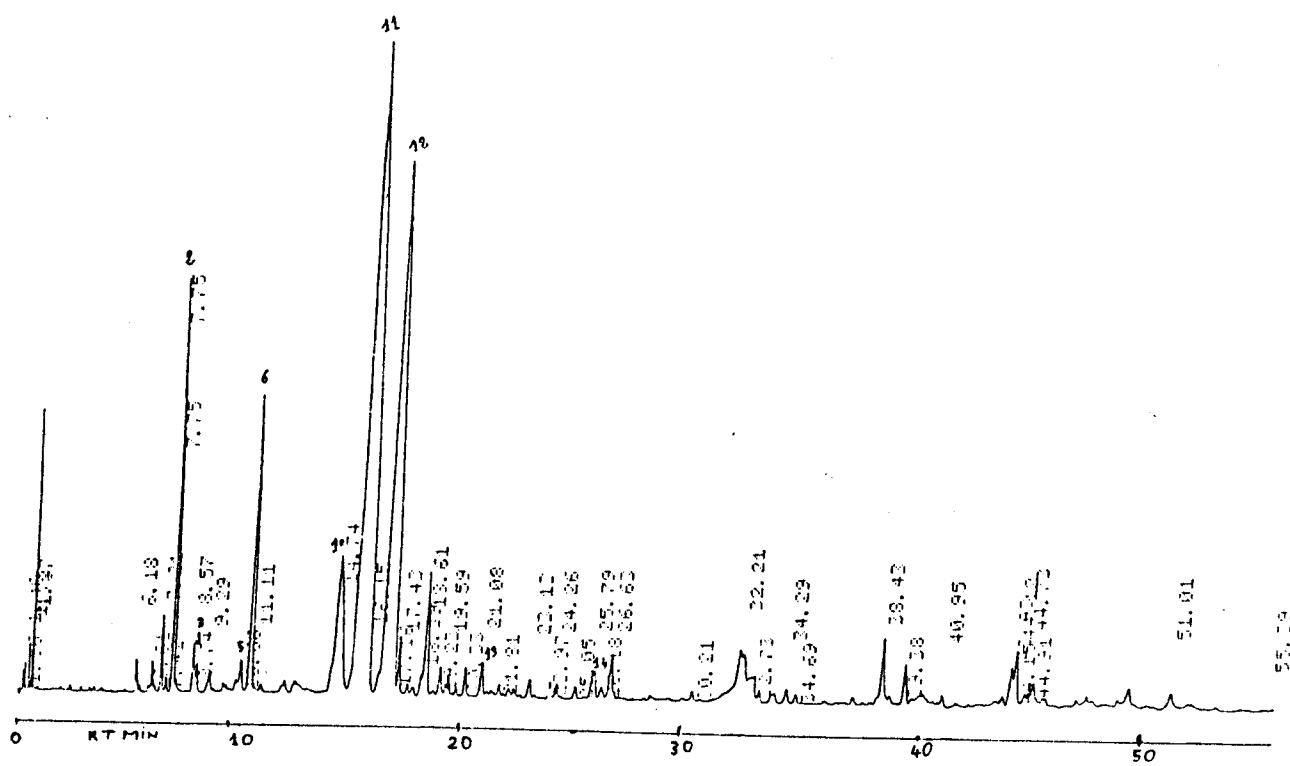


Fig. 19 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Bogtob (Juin 1992)



Tableau XV : Station d'Aïn Es-Sefra (année d'étude 1993)

Périodes Constituants	N° pic sur chrom.	Avril		Juin	
		RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%
α pinène	1	7,24	9,14	7,28	3,21
Camphène	2	7,74	2,17	7,91	0,73
Sabinène	3	8,67	7,71	8,62	0,96
β pinène	4	10,00	1,41	-	-
P. cymène	5	-	-	-	-
Cinéol 1,8	6	-	-	-	-
α Terpinène	7	12,64	0,31	-	-
γ Terpinène	8	12,91	0,43	-	-
Chrysanthénone	9	14,69	4,07	14,62	14,78
α thujone	10	15,01	1,06	15,09	12,80
β thujone	11	16,04	20,11	16,06	29,43
Camphre	12	17,81	13,23	17,92	13,71
α terpinéol	13	20,25	2,81	21,12	0,48
Carvone	14	24,59	1,04	24,56	0,81
<b>Total %</b>			<b>63,49</b>		<b>76,91</b>



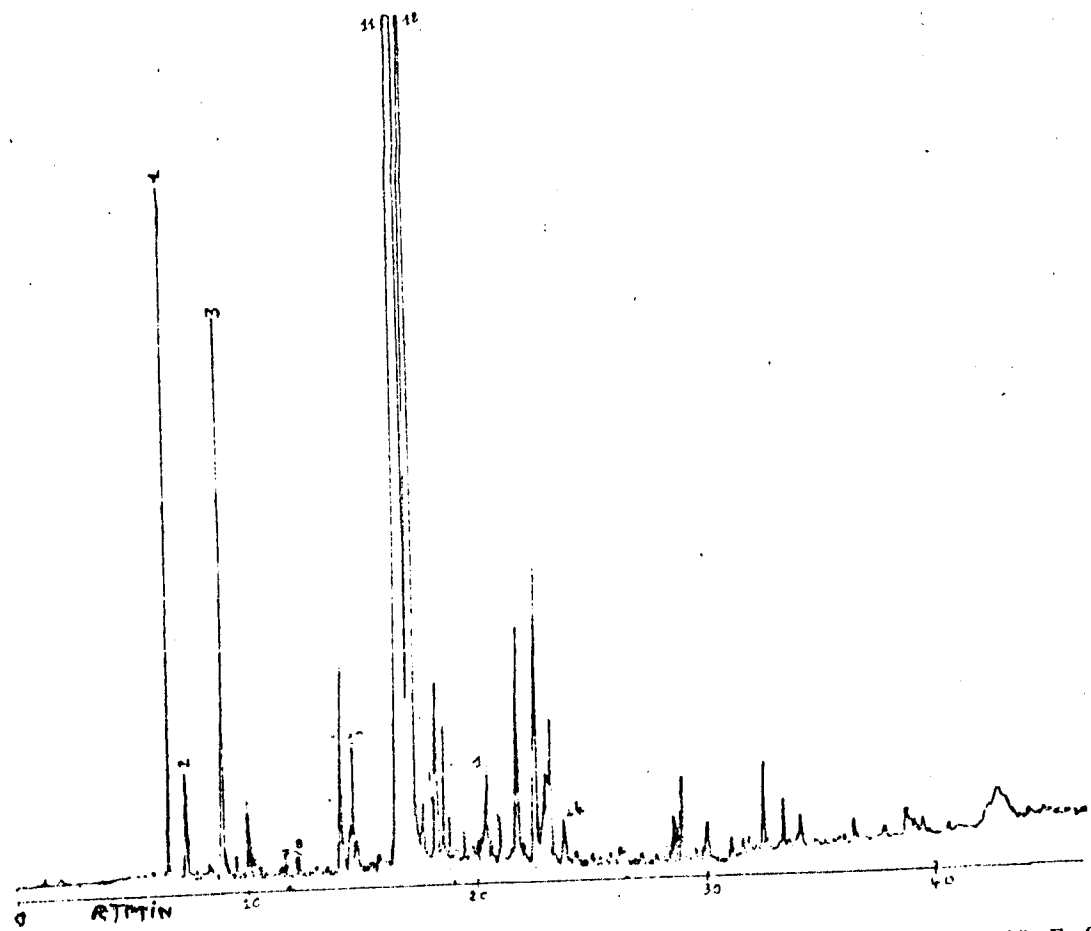


Fig. 20 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Ain Es-Sefra (Avril 1993)

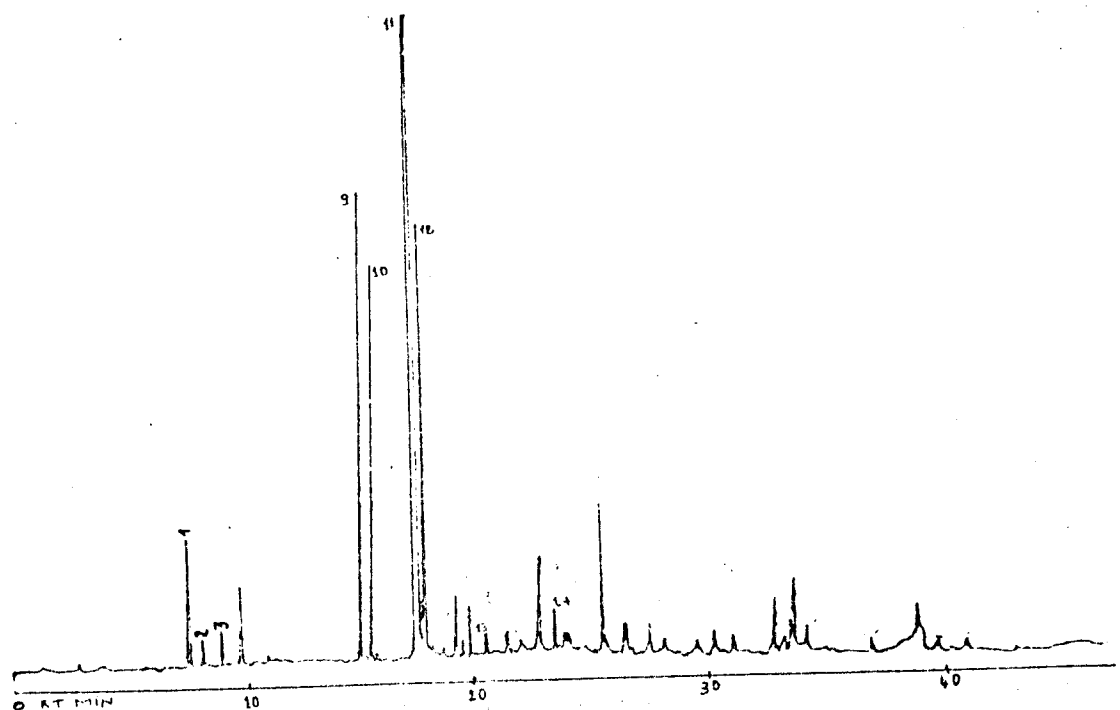


Fig. 21 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Ain Es-Sefra (Juin 1993)



Tableau XVI : Station de Kenadsa (année d'étude 1993)

Périodes Constituants	N° pic sur chrom.	Avril		Juin	
		RT <sub>min</sub>	%	RT <sub>min</sub>	%
α pinène	1	7,21	2,67	7,22	8,81
Camphène	2	7,89	5,93	7,81	2,83
Sabinène	3	8,4	1,10	8,42	0,14
β pinène	4	9,89	0,1	-	-
P. cymène	5	10,01	3,47	10,05	5,96
Cinéol 1,8	6	10,84	1,26	10,94	3,46
α Terpinène	7	-	-	-	-
γ Terpinène	8	12,55	0,12	-	-
Chrysanthénone	9	14,58	2,41	14,71	1,12
α thujone	10	14,89	6,78	15,21	2,38
β thujone	11	15,49	11,78	16,09	17,36
Camphre	12	17,65	27,02	17,77	19,42
α terpinéol	13	21,61	1,73	22,09	5,11
Carvone	14	25,03	0,31	-	-
<b>Total %</b>			<b>64,79</b>		<b>67,06</b>

### I-6-2 : Discussion et comparaisons des résultats

#### I-6-2-1 : Par station

##### \* Béni-Saf : (tableau IX)

L'α pinène, le β pinène, le p cynène et la carvone apparaissent pendant la deuxième et la troisième période de cueillette. Ces périodes correspondent respectivement à la plante mature et à son inflorescence. Bien que restant dans les limites des proportions citées dans le tableau VIII, leur pourcentage relatif augmente de la deuxième à la troisième période à l'exception de la carvone où la situation est

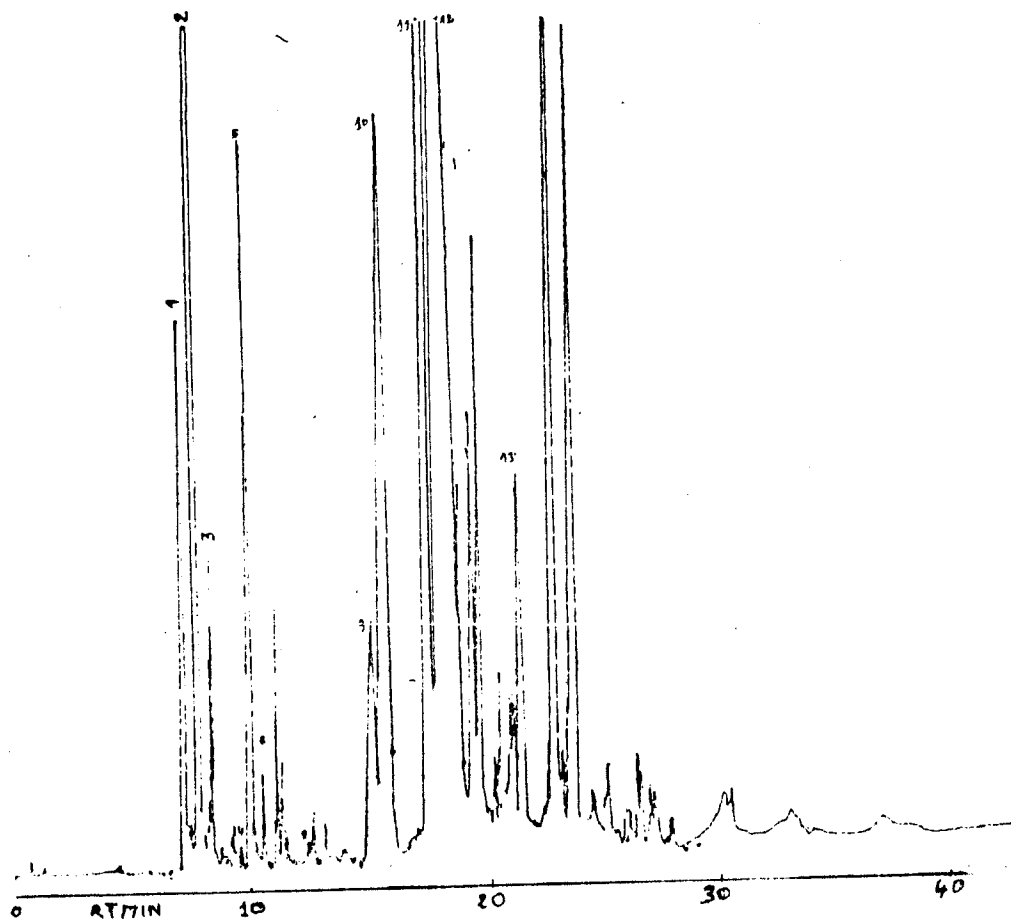


Fig. 22 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Kenadsa (Avril 1993)

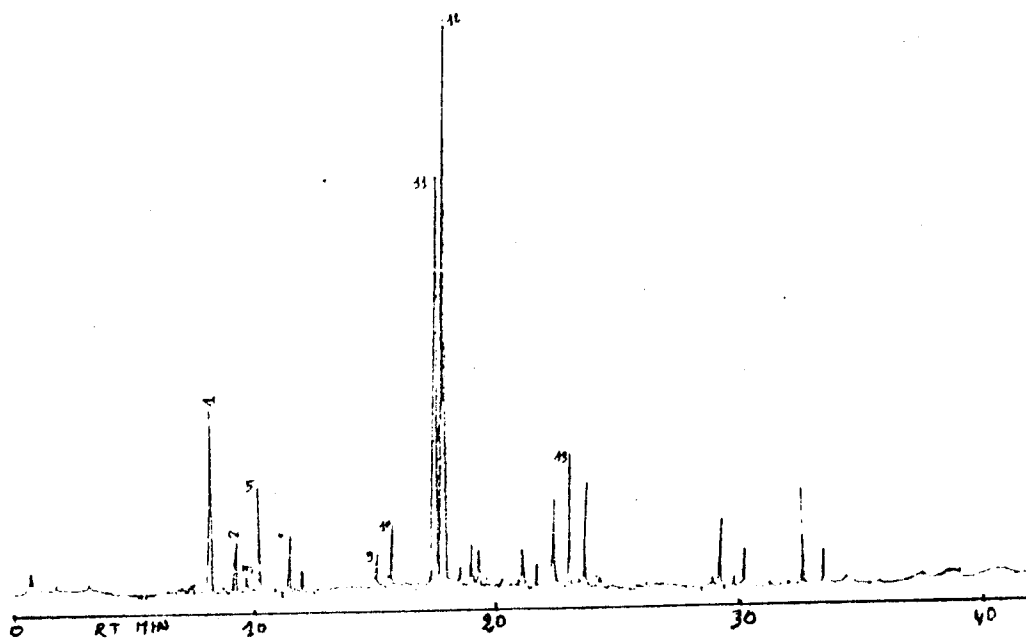


Fig. 23 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles de l'*Artemisia herba alba* de Kenadsa (Juin 1993)



inversée. Le sabinène est présent uniquement pendant la troisième période avec une faible teneur.

L' $\alpha$  terpinène apparaît uniquement pendant la deuxième période avec lui aussi une faible teneur.

Le camphène, le cinéol 1,8, la Chrysanthénone, l' $\alpha$  et  $\beta$  thujone, le camphre et l' $\alpha$  terpinéol sont présents durant les trois stades de développement de la plante.

La Chrysanthénone diminue en proportion de la première à la deuxième période pour augmenter en septembre.

Une régression des abondances est observée pour l' $\alpha$  thujone et l' $\alpha$  terpinéol de la période une à la période trois et est significative pour le premier produit. Au contraire, une augmentation est observée pour le camphène et le camphre et est très significative pour le camphre particulièrement entre la première et la deuxième période.

La  $\beta$  thujone augmente de façon très appréciable de la première à la deuxième période pour diminuer enfin de façon assez sensible à l'inflorescence de la plante.

Il est important de remarquer les fortes teneurs enregistrées pour la  $\beta$  thujone et le camphre durant la deuxième et également la troisième période. Tous les pourcentages observés restent dans les limites des proportions données dans le tableau VIII.

**\* Zenata : (tableau X)**

Nous rappelons que seules les deux premières périodes ont pu être étudiées par suite de l'absence totale de la plante pendant la troisième période, causée par le surpâturage excessif de la zone.

Nous constatons l'absence du camphène. Le sabinène est présent avec un taux moyennement important durant la deuxième période ; à l'inverse du p cymène et du  $\gamma$  terpinène qui eux aussi moyennement importants durant la première période sont inexistant à la deuxième.

L' $\alpha$  pinène, le  $\beta$  pinène le cinéol 1,8, l' $\alpha$  terpinène et la chrysanthénone régressent en proportion de la première à la deuxième période de cueillette. Cette



régression est surtout apparente pour l' $\alpha$  terpinène (1,6% à 0,9%) et la chrysanthénone (de 13% à 3%). A l'inverse, l' $\alpha$  thujone, la  $\beta$  thujone, le camphre, l' $\alpha$  terpinéol et la carvone augmentent de la première à la deuxième période et est très significative pour le camphre et l' $\alpha$  terpinéol respectivement de 2,1% à 17,28% et 0,96% à 6,81%.

Pour cette station le camphre avec 27% durant la deuxième période, est trois fois plus important que pour la première période. La chrysanthénone (1<sup>ère</sup> période) avec 13,5% ; est près de quatre fois plus importante que pour la deuxième période. La  $\beta$  thujone devient cinq fois plus importante de la première à la deuxième période et la situation est pratiquement inversée pour l' $\alpha$  thujone.

**\* Sebdu :** (tableau XI)

Nous constatons pour cette station la présence de la chrysanthénone en très faible quantité uniquement pendant la deuxième période et l'absence de l' $\alpha$  terpinène pendant la même période. Le  $\gamma$  terpinène est présent lui aussi en faible quantité pendant uniquement la troisième période. Le  $\beta$  pinène en proportion appréciable par rapport au maximum requis (0,5%) est également absent pendant la troisième période.

Le sabinène et le cinéol 1,8 augmentent en proportion de la première à la troisième période. Cette augmentation est très sensible pour le cinéol 1,8.

L' $\alpha$  pinène, le p cymène ainsi que la  $\beta$  thujone affichent les plus grandes proportions pendant la deuxième période. Particulièrement pour la  $\beta$  thujone laquelle régresse de façon très sensible à la troisième période. Au contraire l' $\alpha$  thujone et le camphre affichent leur plus faible pourcentage pendant la deuxième période.

La carvone enfin reste pratiquement stable pendant les trois périodes avec une diminution peu significative.

**\* Laouedj :** (tableau XII)

Nous constatons l'absence de l' $\alpha$  terpinène pour les trois périodes, de celle de la chrysanthénone pour les deux premières ainsi que celle du sabinène et du

$\beta$  pinène pour la deuxième, quoique, les proportions des deux derniers augmentent de façon relativement sensible de la première à la troisième période.

Les proportions du p cymène et de la carvone restent pratiquement stables durant les trois cueillettes.

L' $\alpha$  thujone passe par un minimum à la deuxième période pour augmenter de façon sensible à la troisième période.

L' $\alpha$  pinène, le camphène, le cinéol 1,8, la  $\beta$  thujone, le camphre et l' $\alpha$  terpinéol présentent tous un maximum à la deuxième période. Les proportions de l'ensemble de ces produits diminuent de façon très sensible de la deuxième à la troisième cueillette.

**\* El-Aricha : (tableau XIII)**

Nous remarquons l'absence du  $\gamma$  terpinène pour les trois périodes ainsi que celle du camphène, du sabinène et du p cymène pour la première. Les deux derniers augmentent de façon appréciable de la deuxième à la troisième période ; à l'inverse du camphène qui diminue légèrement.

L' $\alpha$  terpinène est également absent pendant la troisième période et est à son maximum pendant la première période pour ensuite diminuer relativement de façon importante à la deuxième.

Nous constatons également l'absence de l' $\alpha$  thujone durant la troisième période laquelle de plus diminue de façon spectaculaire de la première à la deuxième période (de 14% à 3%).

Le cinéol 1,8, la chrysanthénone, le camphre, l' $\alpha$  terpinéol et la carvone présentent un maximum à la deuxième période. La variation de leurs proportions est remarquable particulièrement pour les trois premiers.

Le  $\beta$  pinène régresse de la première à la troisième période. Il est intéressant de remarquer son pourcentage à la première période qui dépasse largement le maximum connu pour cette plante (1,4% contre 0,5% au maximum tableau VIII).

Enfin la  $\beta$  thujone augmente de façon très appréciable de la première à la deuxième période pour atteindre son maximum à la troisième.

Pour les trois dernières zones d'étude, seules les cueillettes d'avril et juin sont étudiées. En effet, les situations géographiques et les conditions climatiques de ces stations font que la plante commence déjà à être à son état d'inflorescence pendant le mois de juin. Le pastoralisme aidant en ces lieux, la plante est pratiquement inexistante en septembre. Rappelons que la saison estivale dans ces zones rudes pendant près de neuf mois et qu'elle est déjà très avancée au mois de juin.

**\* Bougtob :** (tableau XIV)

Nous remarquons l'absence de l' $\alpha$  terpinène pour les deux périodes, le sabinène, le  $\beta$  pinène et le p cymène pour la première période ainsi que le  $\gamma$  terpinène et la chrysanthénone pour la deuxième.

L' $\alpha$  pinène et le camphène régresse en proportion de la première à la deuxième période de cueillette.

Pour tous les autres produits, une augmentation des pourcentages est enregistrée avec la période particulièrement la  $\beta$  thujone et le camphre.

**\* Aïn Es-Sefra :** (tableau XV)

Le p cymène et le cinéol 1,8 sont inexistant. Le  $\beta$  pinène, l' $\alpha$  et  $\gamma$  terpinène n'apparaissent pas au cours de la deuxième période. L' $\alpha$  pinène, le camphène, le sabinène, l' $\alpha$  terpinéol et la carvone régressent de la première à la deuxième période. Cette régression est très sensible pour les deux premiers constituants.

Il est intéressant de remarquer les proportions anormalement élevées pour l' $\alpha$  pinène (9,14% en avril et 3,21% en juin) alors que le maximum recensé pour la plante est de 1,8% (tableau VIII).

La  $\beta$  thujone, la chrysanthénone et l' $\alpha$  thujone augmentent tous les trois de la première à la deuxième période et particulièrement les deux derniers constituants. Le camphre reste stable pendant les deux cueillettes.

**\* Kenadsa :** (tableau XVI)

On constate l'absence de l' $\alpha$  terpinène pour la première période, du  $\beta$  pinène,  $\gamma$  terpinène et carvone pour la deuxième période.

A l'exception du camphre, de l' $\alpha$  thujone et la chrysanthénone qui régressent de façon sensible d'avril à juin, tous les autres constituants au contraire augmentent dans le sens des périodes de cueillettes. Cette augmentation est pratiquement importante pour l' $\alpha$  pinène, l' $\alpha$  terpinéol et la  $\beta$  thujone.

Notons comme pour la station précédente, la teneur anormalement élevée de l' $\alpha$  pinène. Rappelons que ces deux stations ont comme point commun leur situation géographique, c'est les stations les plus au sud à la limite du Sahara.

A la suite de toutes les observations données, nous n'avons relevé aucune évolution monotone de constituants, ni aucune stabilité de leur composition d'une période de cueillette à une autre et dans une même station. Il est par conséquent très imprudent de s'affirmer sur une quelconque évolution biologique de la plante en relation avec la variation saisonnière.

Nous confirmons par cette étude, l'extrême variabilité de la composition des huiles essentielles de cette plante, déjà remarquée par la plupart des auteurs ; en particulier par Benjilali et al (25,26) ; par le docteur Brian M. Lawrence et R.J. Reynolds (34) et surtout par Feuerstein et al (5) sur une étude menée sur deux populations d'armoise du désert du Negev. Ces derniers ont mené une analyse des huiles essentielles d'armoise blanche de deux populations sur trois périodes de cueillette correspondantes à mars, mai et novembre des régions précédemment citées.

Les résultats de leurs études consignés dans le tableau XVII, se rapportent aux variations saisonnières des composés majoritaires des deux stations. Ils montrent qu'il n'est pas évident de pouvoir faire une corrélation entre les constituants d'une même station et encore moins de deux stations différentes.

**Tableau XVII : Variations saisonnières des constituants majoritaires des huiles essentielles d'armoise blanche de deux populations du désert du Negev**

Stations	Sde Boker			Mizpe Ramon		
	Mars	Mai	Novembre	Mars	Mai	Novembre
Camphène	0.2	0.5	1.0	2.9	3.4	3.5
P. cymène	0.3	1.5	0.7	3.0	2	2.1
1,8 Cinéol	6.6	13	4.0	23.5	38	35
$\alpha$ thujone	1.2	4.2	9.0	5.1	1.4	2.4
$\beta$ thujone	13.0	12.4	10.0	8.0	0.7	7.5
Camphre	9.0	9.0	10.5	21.0	25.4	21.2
$\alpha$ terpinéol	0.9	1.5	2.1	4.1	5.0	2.4
Acétate de cis Chrysenthényl	0.3	0.2	-	0.3	0.1	0.1
$\beta$ cubébène	0.6	tr	6.0	0.6	2.2	0.2
Artémisia alcool	11.0	10	5.2	0.6	0.4	0.4
Santolina alcool	12.8	6.0	5.0	-	0.7	0.3
Yomogi alcool	9.6	8.8	5.0	0.5	0.3	0.3
Lyratol	5.0	5.7	8.2	7.5	3.4	4.8
<b>TOTAL %</b>	<b>72.5</b>	<b>83.8</b>	<b>71.1</b>	<b>79.3</b>	<b>86</b>	<b>83</b>

#### I-6-2-2 : Entre stations

Comme il a été souligné dans le précédent paragraphe, il n'existe presque pas de similitudes dans l'évolution de la composition des huiles essentielles dans une même station. Cette même remarque s'applique avec plus d'insistance entre les stations étudiées. Il en est de même pour l'étude faite par Fewrstein et al sur les populations du Negev.

La disparité des proportions de certains constituants est encore plus accrue chez cet auteur. Nous citons les exemples du cinéol 1,8, de l'artémisia alcool du santonila alcool et du yomogi alcool entre Sde Boker et Mizpe Ramon ainsi que l'exemple de la  $\beta$  thujone dans Mizpe Ramon.

Les seules ressemblances que l'on peut prendre en considération dans nos stations sont :

- La même évolution de l' $\alpha$  pinène pour les stations de Sebdou, Laouedj et El-Aricha. Ces régions ont comme point commun la proximité, la nature du sol, des altitudes peu différentes et surtout un climat très ressemblant.
- La teneur très élevée de ce même produit par rapport au maximum connu (tableau VIII) pour les deux stations les plus au sud, situées toutes les deux aux portes du désert. Rappelons qu'à l'exception de la proximité, les stations de Aïn Es-Sefra et Kenadsa sont différentes par leurs altitudes, la pédologie de leur sol et même leur microclimat.
- Enfin et surtout les proportions dominantes des thujones et camphre pour l'ensemble des stations (tableau XVIII).

La teneur globale en huiles essentielles par station semble fournir un indice remarquable de leur évolution. En effet, exception faite pour la station d'El-Aricha, la teneur globale la plus importante est toujours enregistrée pour la deuxième période de cueillette, c'est à dire au mois de juin.

**Tableau XVIII : Evolution des trois principaux constituants des huiles essentielles des stations étudiées :  $\alpha$  thujone,  $\beta$  thujone et camphre.**

Stations	Périodes	% $\alpha$ thujone	% $\beta$ thujone	% camphre	TOTAL %
Béni-Saf 1992	1	14,08	32,64	6,69	53,41
	2	3,27	40,55	26,35	70,17
	3	2,75	33,62	35,88	71,25
Zenata 1993	1	4,31	2,10	5,23	11,64
	2	18,84	10,91	27,28	59,09
Sebdou 1992	1	4,14	45	21	70,14
	2	2,55	53,13	16,44	72,12
	3	5,65	31,34	25,80	62,79
Laouedj 1992	1	3,60	43,08	19,23	66,61
	2	1,45	50,03	20,31	71,79
	3	4,97	40,12	15,68	56,77
El-Aricha 1992	1	13,93	15,50	2,43	31,86
	2	3,11	44,68	18,15	65,94
	3	-	57,91	11,03	68,94
Bougto 1992	1	5,90	15,63	26,60	48,13
	2	6,28	40,91	24,70	71,89
Aïn Es-Sefra 1993	1	1,06	20,11	13,23	34,40
	2	12,80	29,43	13,71	59,94
Kenadsa 1993	1	6,78	11,78	27,02	45,58
	2	2,38	17,36	19,42	39,16

1 = Avril

2 = Juin

3 = Septembre

Il est intéressant de remarquer que pour les stations étudiées durant l'année 1992 et par la même, la teneur globale la plus faible et de 32% pour El-Aricha et atteint plus de 72% pour Sebdou. Elle est légèrement plus faible pour celles étudiées en 1993. Elle est au maximum de 59% pour Zenata et Aïn Es-Sefra pour le mois de juin et régresse à 39% pour Kenadsa pour la même période.

Dans les faits, et sauf pour Zenata et Aïn Es-Sefra (2<sup>ème</sup> période) les proportions enregistrées pour l'année 1993 sont plus faibles en constituants par rapport à l'année 1992, à l'exception d'El-Aricha (1<sup>ère</sup> période).

Le minimum est enregistré pour Zenata pendant le mois d'avril (11,64%). Ce déficit semble être compensé par la présence de la Chrysanténone (13,56%) et par les pics non identifiés numéros 15 (5,9%), 16 (6,29%) et 17 (8,4%). Notre étude bibliographique suggère respectivement l'acétate de cis chrysanthényl, l'artémisia alcool et santolina alcool (conf. Figure 7).

Globalement pour l'année 1993, nous avons constaté la présence légèrement plus marquée des constituants plus lourds dans les huiles essentielles de l'armoise blanche. Ce qui nous permet de suggérer une éventuelle relation cyclique annuelle dans l'évolution biologique de la plante. C'est une observation qui mérite d'être élucidée.

### **I-6-3 : chemotypes de la plante**

Si on se réfère à la notion classique de chemotype, on déterminerait plusieurs pour notre plante et pour la même région. Ainsi par exemple, pour la zone de Béni-Saf, nous pourrions définir notre plante à majorité  $\beta$  thujone pour avril et juin et intermédiaire en  $\beta$  thujone - camphre pour septembre. Pour Sebdou elle est à majorité  $\beta$  thujone pour les deux premières périodes et à camphre pour la troisième période.

A l'exception de Laouedj qui peut être classé de façon classique comme chemotype à  $\beta$  thujone, les huiles essentielles de l'armoise blanche de toutes les autres zones étudiées, évoluent en fonction de la période de cueillette de façon :

- Soit à s'équilibrer en deux produits majoritaires comme dans le cas de Béni-Saf et Kenadsa.
- Soit même à inverser les proportions du constituant majoritaire comme dans le cas de Sebdou à la troisième période où le camphre décline la  $\beta$  thujone ou encore dans le cas de Bougtob où la  $\beta$  thujone décline le camphre.
- Soit enfin, on assiste à une différence de proportions peu significative entre les trois produits, comme dans le cas de Aïn Es-Sefra.





Pour conclure, à notre sens, il serait imprudent d'attribuer systématiquement des chemotypes à la plante. Il sera plus juste de parler de constituant(s) majoritaire(s) pour une période de cueillette définie dans le temps.

Ce résultat peut être exploité pour l'utilisation par l'industrie des plantes aromatiques. On peut en effet diriger la production et l'exploitation des huiles essentielles de l'armoise blanche en fonction des besoins des utilisateurs en produits bien déterminés qui sont censés exister en grandes proportions.

#### **I-6-4 : Conclusion**

Cette étude nous a permis de comprendre et de confirmer l'extrême complexité de l'évolution biologique de la plante dans la production de ses huiles essentielles.

Nous avons montré qu'il n'y a pas de règles précises régissant la composition des produits volatils dans l'armoise blanche ; ni dans une même région, entre deux périodes de cueillettes différentes et encore moins entre deux régions distinctes.

La notion de chemotype perd son sens et ne semble pas être une caractéristique pour la plante. On devra, à notre sens, parler de produit(s) majoritaire(s) en fonction de la période et l'année de cueillette pour une région donnée.

## CHAPITRE II

### ETUDE COMPARATIVE ENTRE LES SOMMITÉS ET LE RESTE DE LA PLANTE (PARTIE AÉRIENNE) DES HUILES ESSENTIELLES DE DEUX RÉGIONS SEBDOU ET EL-ARICHA

#### II-1 : INTRODUCTION

Dans cette partie, nous avons procédé à une étude similaire à celle menée pour la recherche de chemotypes à la différence près que nous avons distingué deux parties pour la plante.

- **Les sommités** : ou partie supérieure de la plante composée de feuilles et tiges vertes claires légèrement jaunâtres, tendres au toucher.
- **Le reste de la plante** : constituée par le reste de la partie aérienne de la plante démunie des sommités. Cette partie est constituée de feuilles vertes foncées reliées aux rameaux de couleurs marrons foncés.

Cette étude a été initiée par le fait que les sommités sont beaucoup plus prisées par le cheptel présent et également par le fait que les habitants des hauts plateaux et même ceux du sud utilisent plus la partie tendre de la plante pour ses divers usages connus.

Pour cette étude, la cueillette des touffes est sélective. Nous avons choisi des touffes saines bien fournies et non broutées par le cheptel.

De la même façon que précédemment, nous avons procédé à trois périodes de cueillettes pour deux régions différentes Sebdoou et El-Aricha au cours de l'année 1993.

La partie verte ou tendre de la plante est séparée du reste de la partie aérienne au laboratoire. Chaque partie est pesée séparément et séchée à l'ombre selon le mode décrit dans la préparation de l'échantillon à l'extraction dans le paragraphe I-4-2.



## II-2 : TENEURS ET CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET CHIMIQUES

### II-2-1 : Teneurs en huiles essentielles des deux parties de la plante

Les teneurs moyennes des huiles essentielles extraites des deux parties de la plante sont regroupées dans le tableau XIX

**Tableau XIX : Teneurs des huiles essentielles des sommités et restes de la plante pour les trois périodes de cueillette**

Périodes	Avril		Juin		Septembre	
	S %	R.P. %	S %	R.P. %	S %	R.P. %
Partie de la plante						
Stations						
Sebdou	0,66	0,13	1,94	0,41	1,56	0,73
El-Aricha	1,08	0,11	2,70	0,75	2,19	1,09
% S	Sebdou 5,0		4,7		2,1	
% R.P.	El-Aricha 9,8		3,6		2,0	

S = sommité      R.P. = reste de la plante (partie aérienne)

Le tableau XIX donne également les rapports des teneurs entre les deux parties de la plante pour les trois périodes.

Il est intéressant de remarquer que la concentration en huile essentielle est beaucoup plus importante dans les sommités que dans le reste de la plante. En particulier, pour la période d'avril et plus particulièrement pour la station la plus au sud d'El-Aricha, les sommités renferment près de dix fois plus d'huile essentielle à poids égal comparé au reste de la plante.

Comme attendu, le plus fort rendement est obtenu pour le mois de juin. Cependant la différence des proportions entre les deux parties tend à diminuer avec la maturité de la plante. En effet, au mois de septembre la différence des proportions est à peine de 2 fois plus pour les deux stations.

La comparaison des rapports entre les deux stations nous fournit un indice important sur la rapidité de maturation de la plante. Il apparaît que pour El-Aricha située à près de 50 kilomètres au sud de Sebdou, la maturation de la plante se fait beaucoup plus rapidement. Pour preuve, le rapport pourcentage sommet sur pourcentage reste de la plante, décroît de près de trois fois entre juin et avril pour tendre à rejoindre celui de Sebdou en septembre.

Une situation à peu près opposée s'observe pour la station de Sebdou où la maturation est accélérée entre juin et septembre. Ce dernier rapport est de deux fois plus entre ces périodes alors qu'il varie peu entre avril et juin.

Globalement, la valeur de ces rapports semble nous fournir un indice important liant l'évolution biologique de la plante avec sa situation écologique générale.

## II-2-2 : Caractéristiques physiques et chimiques

### II-2-2-1 : Caractéristiques chimiques

Nous avons déterminé comme précédemment les indices d'acides et d'esters conformément aux normes AFNOR NFT 75-103 et NFT 75-104 (23).

Les valeurs expérimentales sont regroupées respectivement dans les tableaux XX et XXI

**Tableau XX : Valeurs d'indices d'acide des sommités et du reste de la plante de Sebdou et El-Aricha.**

Périodes Partie de la plante Stations	Avril		Juin		Septembre	
	S	R.P.	S	R.P.	S	R.P.
Sebdou	3,3	5,2	6,2	4,9	7,0	8,2
El-Aricha	3,4	2,2	2,2	1,9	4,9	6,4

**Tableau XXI : Valeurs d'indices d'ester des sommités  
et du reste de la plante de Sebdou et El-Aricha.**

Périodes	Avril		Juin		Septembre	
	S	R.P.	S	R.P.	S	R.P.
Partie de la plante						
Stations						
Sebdou	49	38	47	44	52	49
El-Aricha	43	50	49	54	51	49

Les mêmes observations faites lors de l'étude portant sur les chemotypes peuvent être faites sur les indices d'acides. En effet, en apparence il n'existe pas de relation claire liant les différentes valeurs.

On remarque cependant les faibles valeurs enregistrées pour la station d'El-Aricha par rapport à la station de Sebdou. Ce qui a été constaté lors de l'étude portant sur les chemotypes, même si les cueillettes sont faites après une année d'intervalle.

Nous attirons l'attention également sur les valeurs anormalement élevées pendant la troisième période particulièrement pour le reste de la plante et la situation inverse pour la deuxième période. Remarquons aussi les faibles valeurs enregistrées pour El-Aricha pendant le mois de juin. De même les inversions de situation des valeurs d'indice enregistrées pendant la première période.

En clair, et comme déjà fait observé lors de l'étude sur les chemotypes, l'indice d'acide ne fournit que peu de renseignements sur l'évolution de la plante.

Les indices d'ester bien que légèrement plus faibles, restent approximativement dans les valeurs observées dans le tableau II pour les mêmes stations. Il est plus important pour les sommités que pour le reste de la plante pour Sebdou et pour les trois périodes et la situation s'inverse pour El-Aricha, sauf pour la troisième période où les deux valeurs sont voisines.

**II-2-2-2 : Caractéristiques physiques**

Les indices de réfraction et le pouvoir rotatoire sont déterminés à 20 °C conformément aux normes AFNOR NFT 75-112 et NFT 75-113 (23).

Les résultats obtenus sont consignés dans les tableaux XXII et XXIII.

**Tableau XIX : Indice de réfraction à 20 °C des sommités et du reste de la plante de Sebdou et El-Aricha.**

Périodes	Avril		Juin		Septembre	
	S	R.P.	S	R.P.	S	R.P.
Partie de la plante						
Stations						
Sebdou	1,4714	1,4734	1,4708	1,4718	1,4734	1,4739
El-Aricha	1,4739	1,4759	1,4720	1,4720	1,4749	1,4751

**Tableau XX : Pouvoir rotatoire à 20 °C des sommités et du reste de la plante de Sebdou et El-Aricha.**

Périodes	Avril		Juin		Septembre	
	S	R.P.	S	R.P.	S	R.P.
Partie de la plante						
Stations						
Sebdou	-42	-35	-46	-32	-39	-26
El-Aricha	-37	-29	-42	-28	-35	-19

Les indices de réfraction restent toujours plus élevés pour le reste de la plante par rapport aux sommités pour les deux stations et pour les trois périodes étudiées. Les valeurs trouvées sont dans les ordres de grandeur de celles observées dans le tableau VI.

Les pouvoirs rotatoires évoluent dans le même sens que ceux observés dans le tableau VI, à l'exception du reste de la plante pour la première période et pour les deux stations.

Ils sont toujours supérieurs en valeur absolue pour les sommités, dans le domaine lévogyre. Cette dernière observation nous permet de suggérer que l'activité biologique de la partie jeune de la plante est plus intense. C'est un résultat remarquable qui mérite d'être approfondi.

### II-3 : ETUDE COMPARATIVE DE CONSTITUANTS DES HUILES ESSENTIELLES DES DEUX PARTIES DE LA PLANTE

De la même façon que pour la détermination de chemotype, nous avons suivi l'évolution des 14 constituants des huiles essentielles pour les deux parties de la plante et pour les trois périodes de cueillette.

Ce suivi est fait par chromatographie en phase gazeuse avec les mêmes conditions citées dans le paragraphe I-6-1 pour l'étude des chemotypes

Les tableaux XXIV et XXV regroupant les proportions relatives des constituants des sommités et du reste de la plante pour les trois périodes.

**Tableaux XXIV : Proportions des constituants dans les sommités de Sebdou et El-Aricha.**

Stations Périodes Constituants	N° pic sur chrom.	Sebdou			El-Aricha		
		Avril	Juin	Sept.	Avril	Juin	Sept.
		%	%	%	%	%	%
α pinène	1	0,44	1,25	0,62	1,03	0,95	1,00
Camphène	2	1,24	3,10	2,75	1,42	1,23	1,89
Sabinène	3	0,55	0,58	0,29	0,67	Tr	Tr
β pinène	4	-	-	-	-	-	-
P. cymène	5	-	-	0,73	-	-	-
Cinéol 1,8	6	4,61	6,20	6,83	1,75	4,07	5,38
α Terpinène	7	-	-	-	-	-	-
γ Terpinène	8	0,91	0,63	-	-	-	-
Chrysanthénone	9	Tr	Tr	Tr	Tr	Tr	Tr
α thujone	10	1,78	0,63	1,25	2,05	1,55	2,52
β thujone	11	60,35	57,72	59,61	67,21	75,76	64,25
Camphre	12	15,80	15,74	18,06	9,02	5,48	11,33
α terpinéol	13	0,56	0,78	0,51	0,29	0,98	0,35
Carvone	14	0,45	-	0,60	0,45	-	0,48
<b>TOTAL %</b>		<b>86,69</b>	<b>87,30</b>	<b>91,29</b>	<b>83,28</b>	<b>90,47</b>	<b>87,20</b>

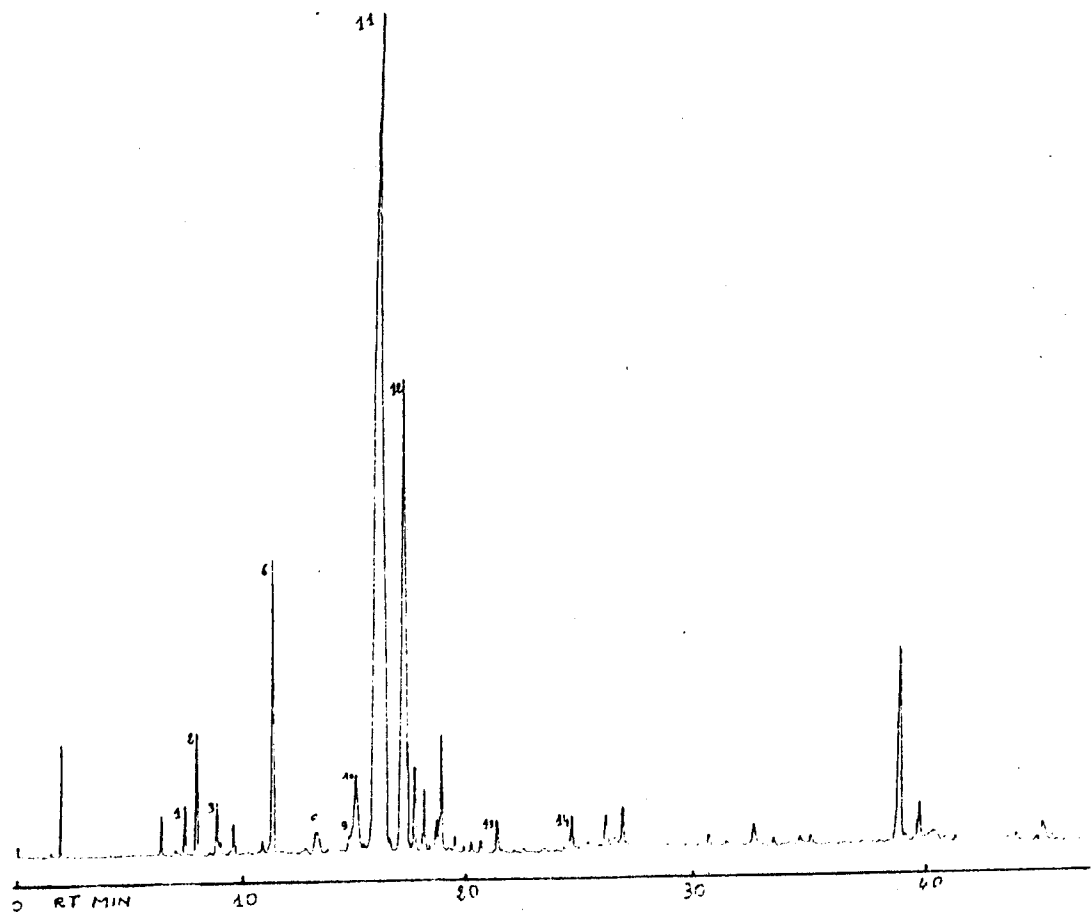


Fig. 24 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles des sommets  
d'*Artemisia herba alba* de Sebdo (Avril 1993)

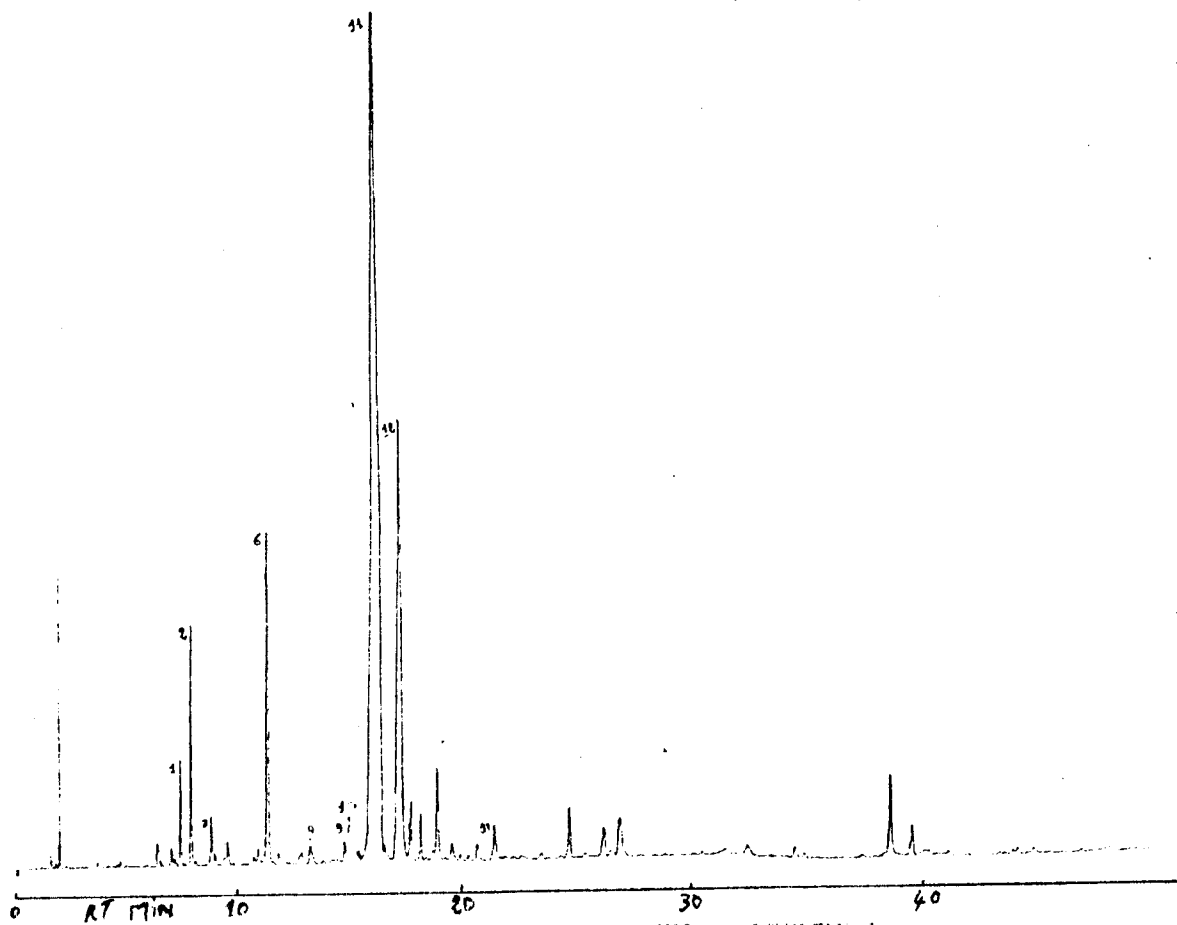


Fig. 25 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles des sommets  
d'*Artemisia herba alba* de Sebdo (Juin 1993)





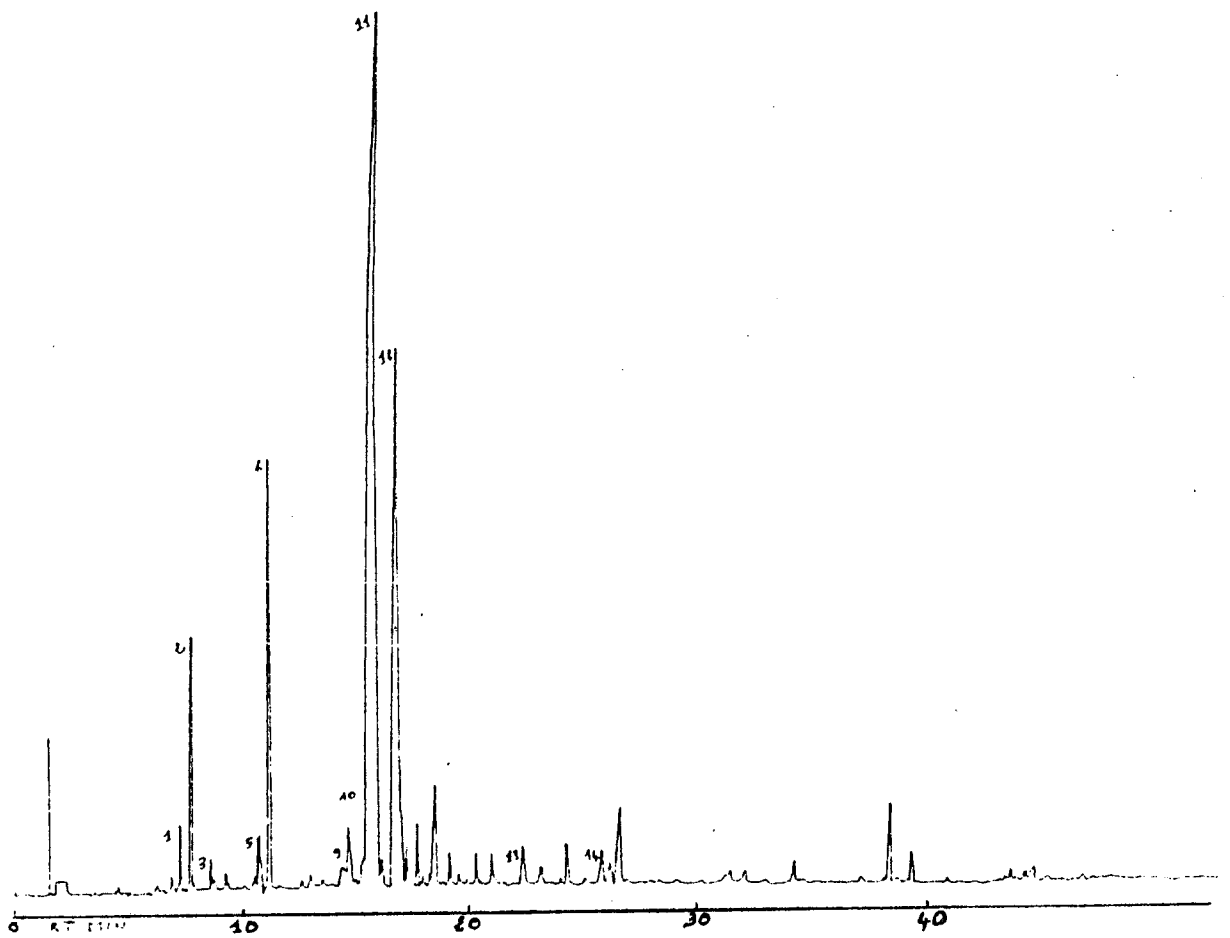


Fig. 26 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles des sommités  
d'*Artemisia herba alba* de Sebdo (Septembre 1993)

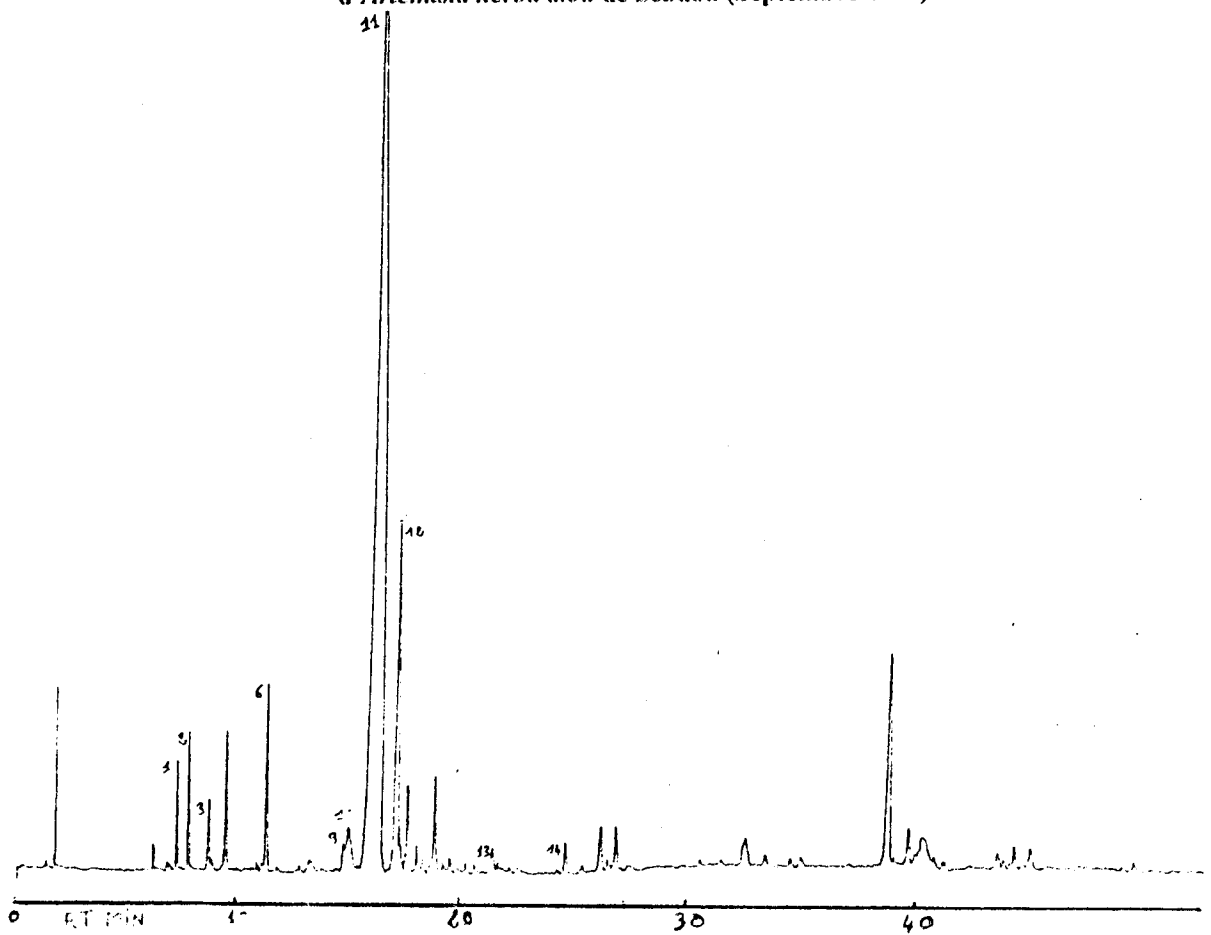


Fig. 27 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles des sommités  
d'*Artemisia herba alba* d'El-Aricha (Avril 1993)



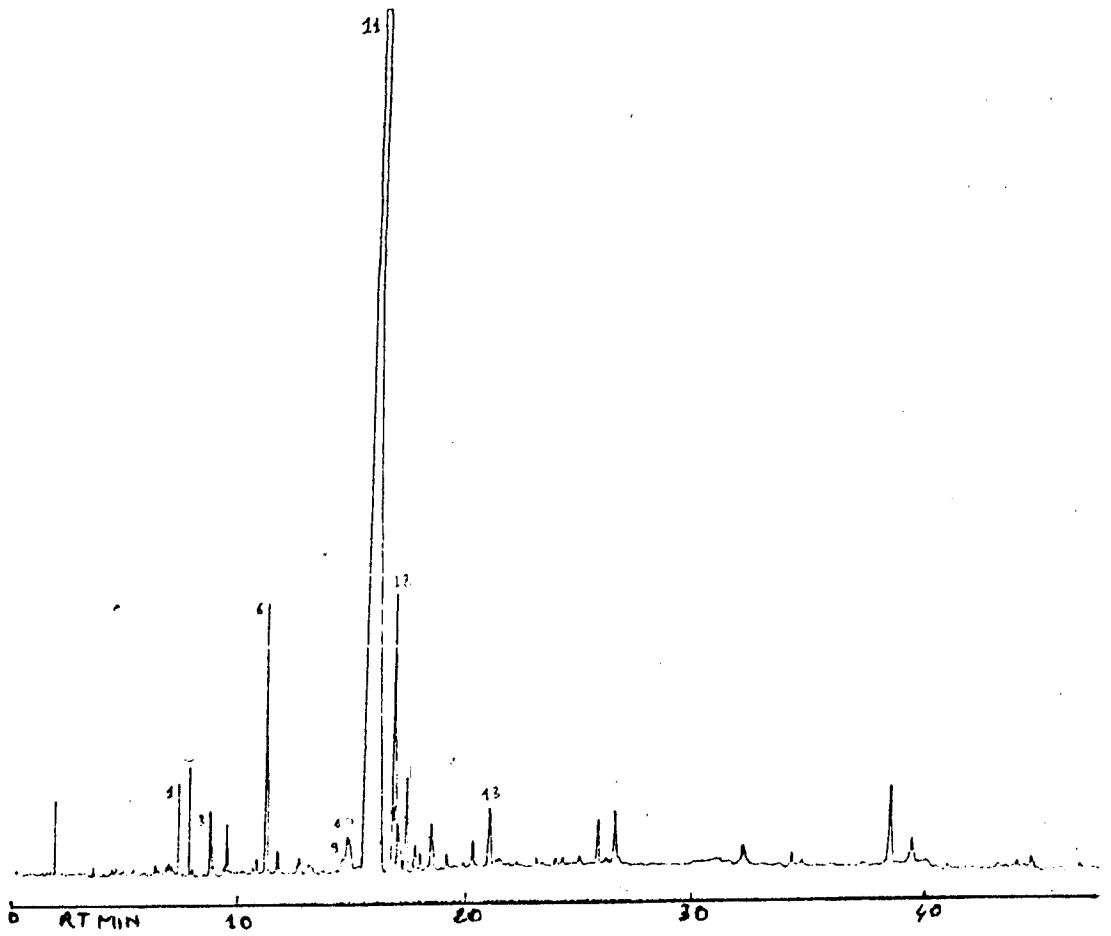


Fig. 28 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles des sommités  
d'*Artemisia herba alba* d'El-Aricha (Juin 1993)

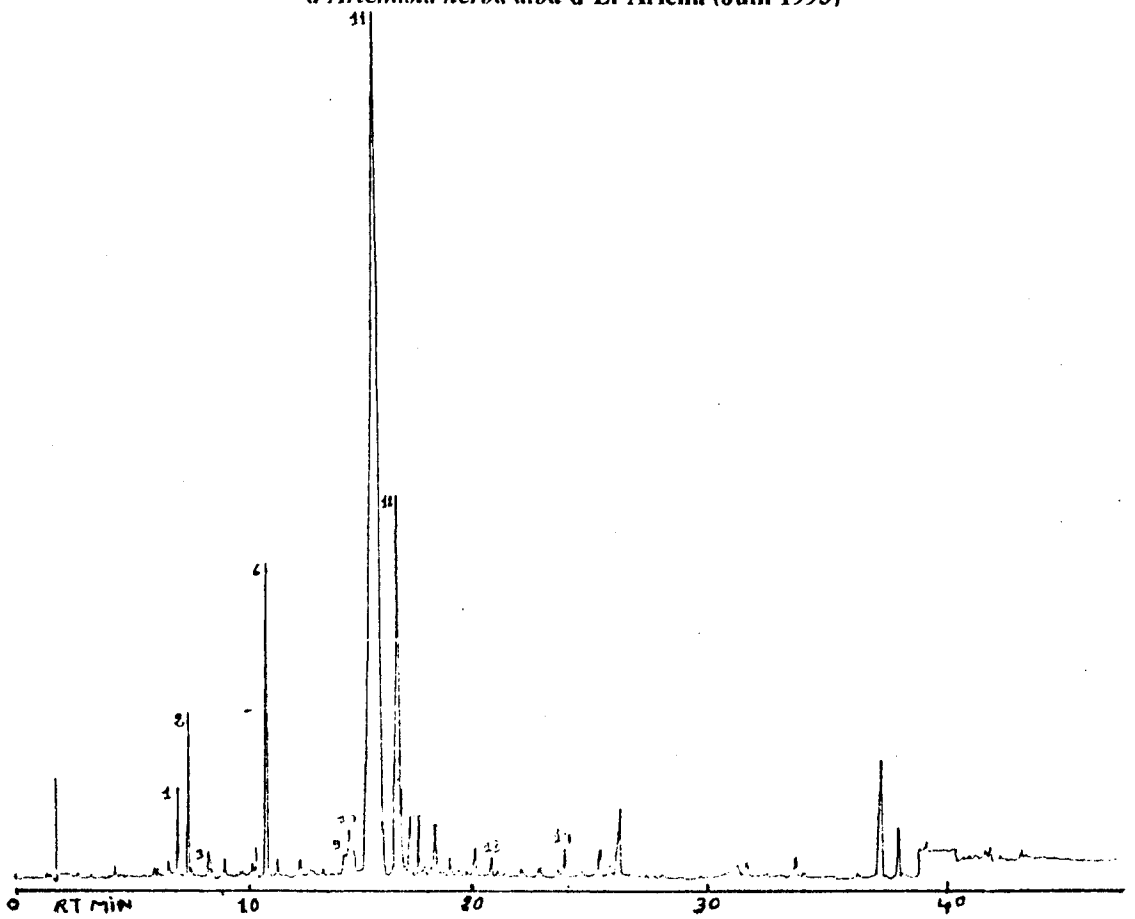


Fig. 29 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles des sommités  
d'*Artemisia herba alba* d'El-Aricha (Septembre 1993)



**Tableaux XXV : Proportions des constituants  
dans le reste de la plante de Sebdou et El-Aricha.**

Stations	N° pic sur chrom.	Sebdou			El-Aricha		
		Avril	Juin	Sept.	Avril	Juin	Sept.
Périodes		%	%	%	%	%	%
Constituants		%	%	%	%	%	%
α pinène	1	0,36	0,49	0,53	0,51	0,56	0,99
Camphène	2	1,78	2,26	3,54	1,21	1,12	2,26
Sabinène	3	0,40	0,29	-	0,30	0,34	0,26
β pinène	4	-	-	-	-	-	-
P. cymène	5	-	0,29	0,71	-	0,28	0,64
Cinéol 1,8	6	6,03	5,05	9,38	2,59	3,87	6,87
α Terpinène	7	-	-	-	-	-	-
γ Terpinène	8	-	-	-	-	-	-
Chrysanthénone	9	Tr	Tr	0,66	Tr	Tr	0,26
α thujone	10	1,94	2,42	1,50	Tr	3,07	1,54
β thujone	11	57,07	56,87	47,91	67,80	70,60	60,90
Camphre	12	13,15	16,90	19,29	9,66	7,79	11,55
α terpinéol	13	0,45	0,66	0,50	0,32	0,55	0,32
Carvone	14	-	-	-	0,46	-	0,26
<b>TOTAL %</b>		<b>81,91</b>	<b>85,23</b>	<b>83,27</b>	<b>82,85</b>	<b>88,18</b>	<b>85,85</b>

#### II-4 : DISCUSSION DES RESULTATS ET CONCLUSION

Il apparaît clairement selon les pourcentages obtenus pour les différents constituants suivis par chromatographie, qu'il n'existe presque pas de relation logique dans l'évolution de leurs proportions entre les sommités et le reste de la plante, et ce, pour les deux stations étudiées.

Nous constatons néanmoins l'inexistence du β pinène pour les deux parties de la plante et l'absence de l'α et γ terpinène pour le reste de la plante pour les deux stations.

Les différences des proportions des constituants constatées entre les sommités et le reste de la plante pour les deux stations sont insuffisantes pour pouvoir faire la distinction des deux parties par chromatographie.

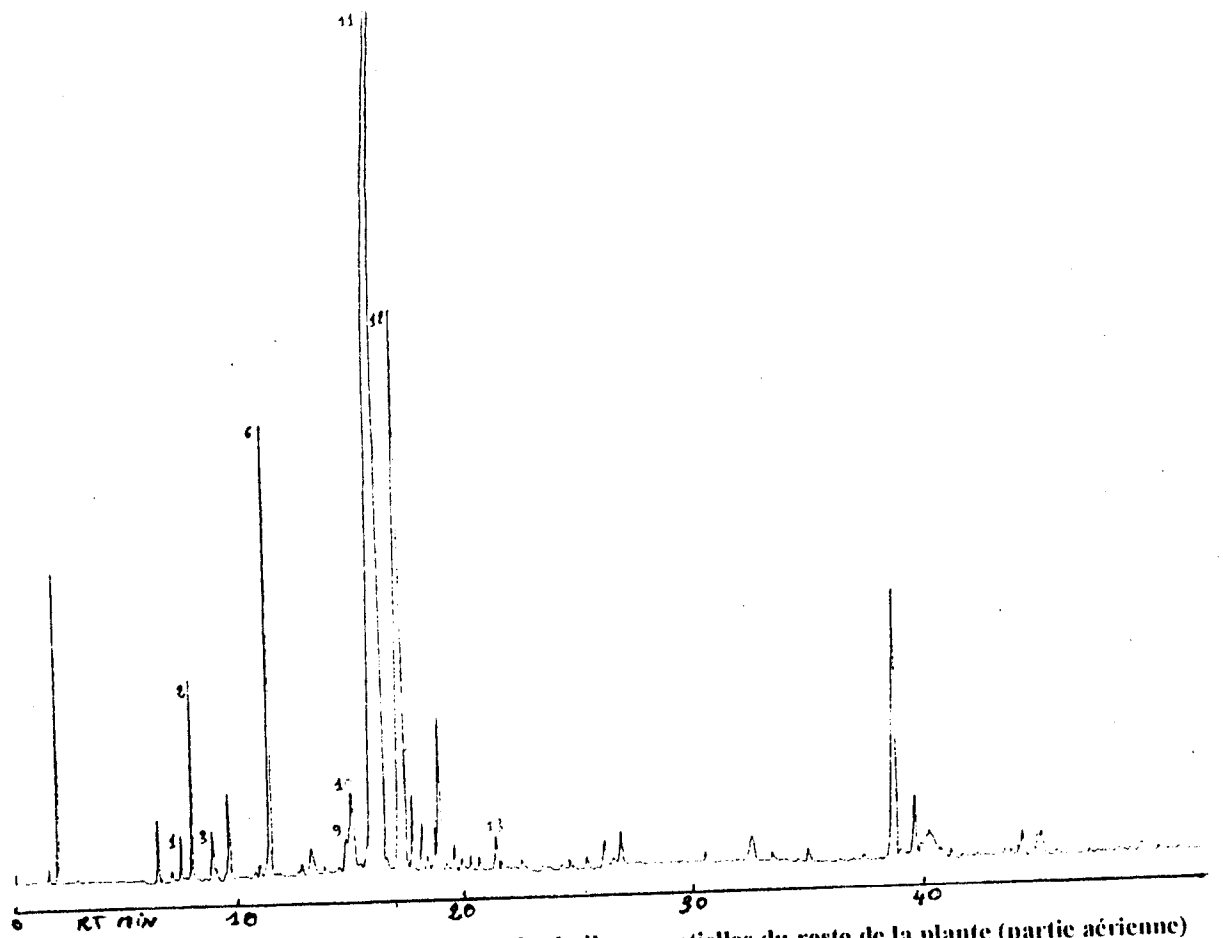


Fig. 30 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles du reste de la plante (partie aérienne)  
d'*Artemisia herba alba* de Sebdlou (Avril 1993)

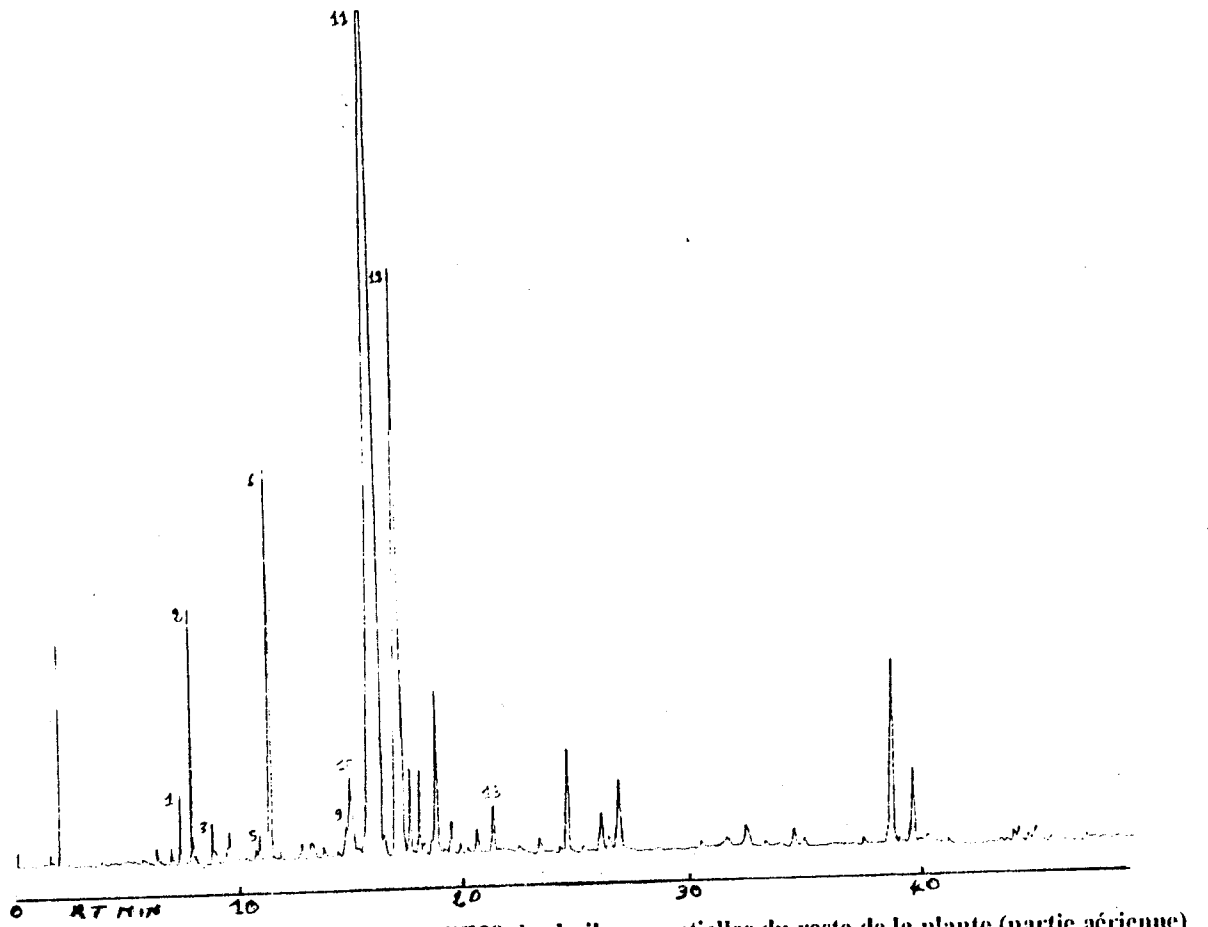


Fig. 31 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles du reste de la plante (partie aérienne)  
d'*Artemisia herba alba* de Sebdlou (Juin 1993)



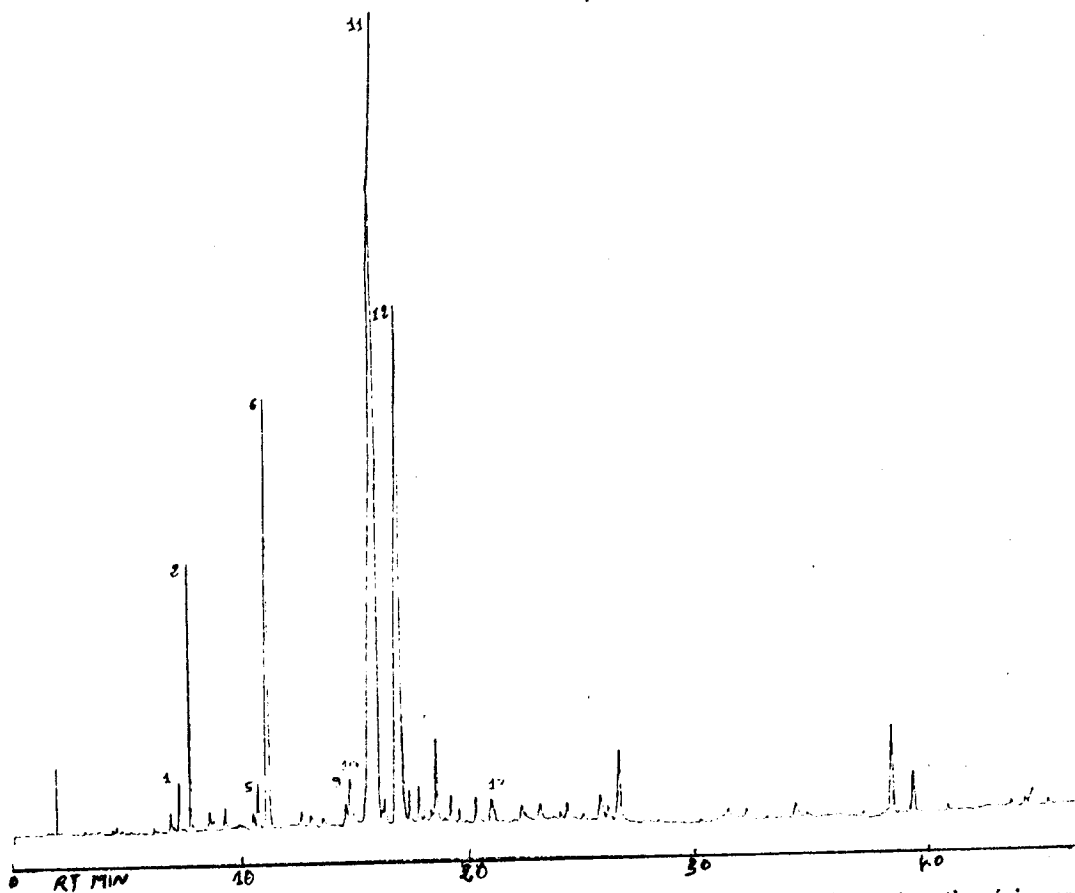


Fig. 32 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles du reste de la plante (partie aérienne)  
d'*Artemisia herba alba* de Sebdou (Septembre 1993)

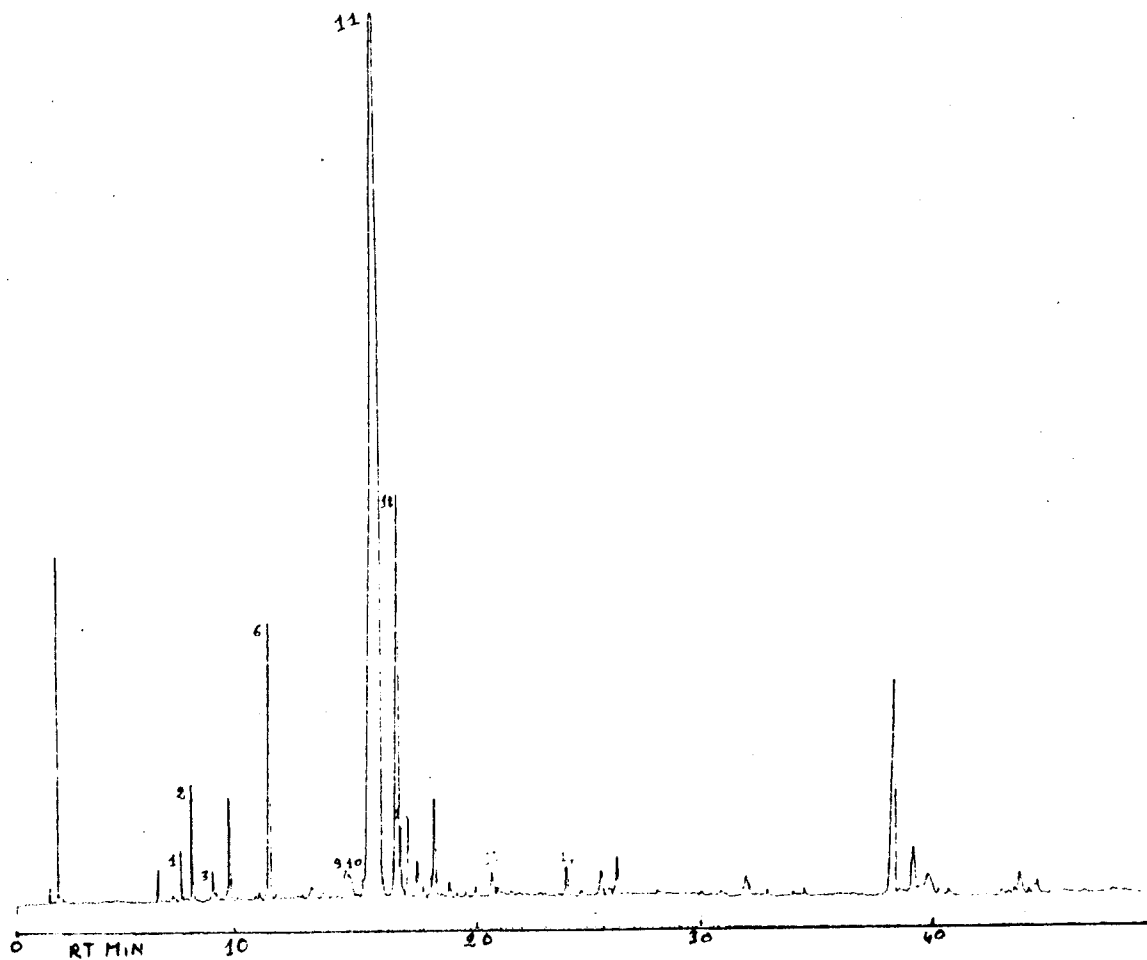


Fig. 33 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles du reste de la plante (partie aérienne)  
d'*Artemisia herba alba* d'El-Aricha (Avril 1993)



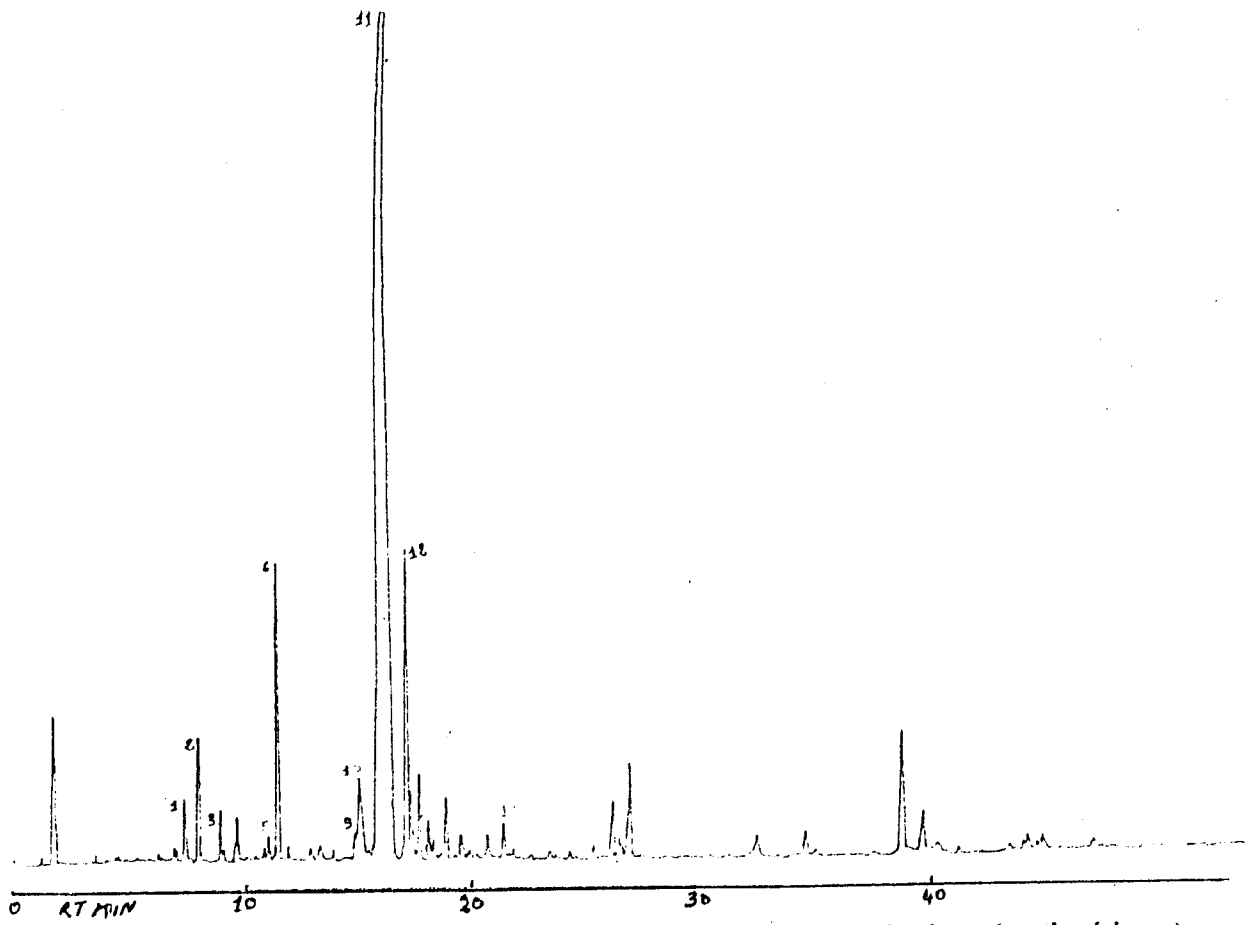


Fig. 34 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles du reste de la plante (partie aérienne)  
d'*Artemisia herba alba* d'El-Aricha (Juin 1993)

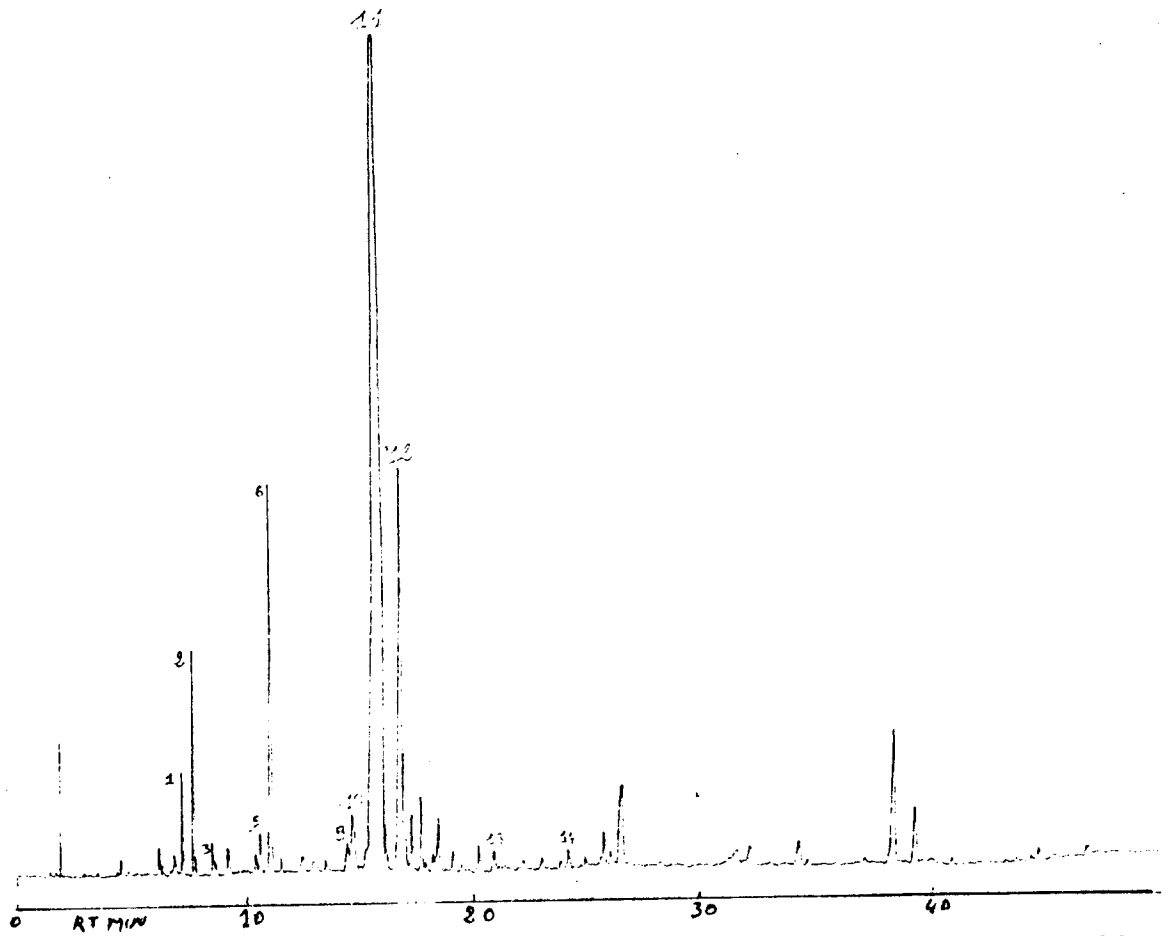


Fig. 35 : Chromatogramme sur SE30 des huiles essentielles du reste de la plante (partie aérienne)  
d'*Artemisia herba alba* d'El-Aricha (Septembre 1993)



Nous remarquons aussi que le total en pourcentage est toujours plus élevé pour les sommités par rapport au reste de la plante et pour les deux stations.

Il est par contre plus intéressant de comparer ces résultats à ceux obtenus pour les mêmes stations une année auparavant (tableau XXVI).

- Le pourcentage total pour la station de Sebdou reste dans le même ordre de grandeur pour la première et la deuxième période. Il diminue de près de 20% à la troisième période.
- Pour cette même station, les proportions en  $\alpha$  thujone et camphre sont plus fortes dans l'année 1992. Au contraire la  $\beta$  thujone est relativement stable et est plus importante pour l'année 1993 et plus particulièrement pendant la troisième période.

**Tableau XXVI : Proportions des principaux constituants pour les stations de Sebdou et El-Aricha (année 1992 et 1993).**

Stations	Périodes	% $\alpha$ thujone	% $\beta$ thujone	% camphre	TOTAL %
Sebdou plante entière 1992	1	4,14	45,00	21,00	70,14
	2	2,55	53,13	16,44	72,12
	3	5,65	31,34	25,80	62,79
Sebdou Sommités 1993	1	1,78	60,35	15,80	77,93
	2	0,63	57,72	15,74	74,09
	3	1,25	59,61	18,06	70,92
Sebdou reste de la plante 1993	1	1,94	57,07	13,15	72,16
	2	2,42	56,87	16,90	76,19
	3	1,50	47,91	19,29	68,70
El-Aricha Plante entière 1992	1	13,93	15,50	2,43	31,86
	2	3,11	44,68	18,15	65,94
	3	-	57,91	11,03	68,94
El-Aricha Sommités 1993	1	2,05	67,21	9,02	78,28
	2	1,55	75,76	5,48	82,79
	3	2,52	64,25	11,33	78,10
El-Aricha reste de la plante 1993	1	Tr	67,80	9,66	77,46
	2	3,07	70,60	7,79	81,46
	3	1,54	60,90	11,55	73,99

1 = Avril

2 = Juin

3 = Septembre

- La station d'El-Aricha montre une stabilité assez importante pour la  $\beta$  thujone et le camphre pour l'année 1993, à l'inverse de l'année 1992 où ils sont en quantités appréciables uniquement pendant les deux dernières périodes.
- La stabilité et la prépondérance accrue de la  $\beta$  thujone pour les deux stations durant l'année 1993, nous font réviser nos réflexions sur les chemotypes de l'armoise blanche. En effet, les proportions en  $\beta$  thujone pour les deux stations dominant de loin les autres produits existants (minimum 48% pour le reste de la plante de Sebdou en troisième période, jusqu'à 75% pour les sommités d'El-Aricha deuxième période).

Ce résultat très apparent, reconferme nos présomptions sur des évolutions biologiques cycliques annuelles différentes pour la plante.

Il semblerait selon Martini et Rossi lors d'une intervention dans les Troisièmes Journées Scientifiques Internationales de la foire de la lavande à Digne Les Bains en 1984 (88), que les chemotypes à  $\alpha$  thujone et à camphre restent inchangés durant deux années consécutives, alors que celui de la  $\beta$  thujone évolue. C'est un résultat qui n'est pas mis en évidence dans notre étude, bien au contraire et dans une certaine mesure le tableau XXVI contredit l'observation faite par ces deux auteurs.

Des études restent à réaliser pour connaître les raisons de cette extraordinaire polymorphisme chimique propre à cette plante.



## CHAPITRE III

### ANALYSE DE FRACTIONS D'HUILES ESSENTIELLES D'ARMOISE BLANCHE OBTENUES PAR DISTILLATION

#### III-1 : INTRODUCTION

L'étude faite localement pour la détermination de chemotypes par chromatographie en phase gazeuse dans les conditions citées précédemment, montre clairement le très fort pourcentage enregistré pour les constituants monoterpéniques par rapport aux constituants sesquiterpéniques.

C'est un résultat qui est confirmé par l'ensemble des auteurs qui ont analysé les huiles essentielles de la plante dans différents pays. Une exception est connue, c'est celle d'un chemotype à davanone mis en évidence par Benjillali et al (26).

Le nombre de constituants de différentes populations d'armoise blanche dans différents pays en particulier le Maroc, l'Espagne et dans le désert du Sinai et Negev est estimé par nos soins à environ cent deux. Soixante trois seulement parmi eux sont identifiés avec certitude.

Il est communément reconnu que la composition des huiles essentielles des végétaux en général, dépend de la façon dont ces derniers sont extraits. Ainsi, en utilisant l'hydrodistillation ou méthode de Moritz (30), Belabbès et Al (27), lors d'une étude sur quelques spécimens d'armoise blanche de différentes régions d'Algérie, ont mis en évidence des composés spécifiques. Ces mêmes auteurs (29), ont proposé un mode de dosage par spectroscopie infrarouge des composés prédominants des huiles essentielles et concrètes d'armoise blanche.

Dans le tableau XXVII nous avons regroupé les différents constituants identifiés dans les huiles essentielles d'armoise blanche par famille de composés. Il spécifie également le lieu d'existence et la teneur maximum enregistrée pour chaque produit (5), (15), (18), (19), (26), (28), (34), (35), (36).

**Tableau XXVII : Constituants identifiés dans les huiles essentielles de différentes populations d'armoise blanche.**

	Terpénoïdes	Maroc %	Espagne %	Déserts du Negev et Sinaiï %
mono cyclique monoterpène	Pcymène	3,3	3,9	2,1
	α terpinène	0,7	0,3	-
	γ terpinène	2,2	1,8	0,5
	δ terpinéol	-	-	0,7
	α phéllandrène	0,3	-	-
	β terpinéol	-	Tr	-
	Terpinène 4-ol	2,2	4,8	5,0
	α terpinéol	5,3	6,3	-
	P cymène 8-ol	1	0,5	0,6
	Piperitol	-	0,5	0,7
	Terpenyl acétate	-	0,4	0,6
	Thymol	Tr	Tr	0,2
	1,8 cinéol	14	13,3	50
	Cumin aldehyde	1,2	0,6	-
	Eucarvone	1,4	-	-
	Terpinolène	-	Tr	-
	Piperitone	-	Tr	-
	Carvone	0,4	-	-
Carvacrol	3	-	-	
Monoterpènes à thujone squelette	α thujène	0,1	-	0,4
	Sabinène	4,9	-	0,4
	Cis-sabinène hydrate	-	-	1,9
	Trans-sabinène hydrate	-	0,4	-
	α thujone	69	-	27
	β thujone	70	-	12,4

**Tableau XXIV (suite) : Constituants identifiés dans les huiles essentielles de différentes populations d'armoise blanche.**

Monoterpènes à bornane squelette	Camphène	11	1,9	3,4
	Camphénilone	-	-	1,0
	Camphre	59	15	25
	Bornéol	8,6	4,8	11
	Bornyl acétate	0,1	0,3	0,4
	Bornyl propionate	-	2,6	-
monoterpènes à pinane squelette	$\alpha$ pinène	1,8	1,7	0,4
	$\beta$ pinène	0,8	0,8	0,4
	Chrysanthénone	51,0	4,5	4,4
	Cis chrysanthénol	-	-	24,5
	Cis chrysanthényl acétate	26,0	-	25,0
	Trans pinocarvéol	2,6	-	1,9
	Pinocarvone	0,7	-	0,6
	Myrténal	1,7	-	0,4
	Myrténol	-	Tr	0,3
	Myrtényl acétate	-	-	1,5
	Verbénone	0,9	-	-
Monoterpènes irréguliers	Artémisia triène	-	-	08,0
	Artémisia alcool	-	-	10,0
	Santolina alcool	3,6	-	6,0
	Yomogi alcool	3	-	8,8
	Lyratol	-	-	5,7

**Tableau XXIV (suite) : Constituants identifiés dans les huiles essentielles de différentes populations d'armoise blanche.**

Sesquiterpènes	Carryophylène	-	0,7	-
	$\alpha$ cuaiène	0,8	-	-
	$\beta$ cubébène	-	6,0	2,8
	$\alpha$ cubébène	< 0,1	-	-
	$\gamma$ élémène	-	-	1,2
	$\beta$ élémène	1,7	2,7	-
	$\alpha$ copaène	2,7	-	0,6
	$\delta$ cadinène	Tr	0,7	-
	$\gamma$ cadinène	Tr	-	-
	$\alpha$ humulène	Tr	< 0,1	-
	$\alpha$ cédrène	-	< 0,1	-
	$\beta$ bisabolène	-	< 0,1	-
	trans $\beta$ farnesène	-	< 0,1	-
	$\beta$ guainène	-	< 0,1	-
	$\alpha$ guainène	-	< 0,1	-
	Curcumène	-	< 0,1	-
	Alloaromaderdène	0,3	-	-
	Davanone	53	-	2,0
$\gamma$ muurolène	11	-	-	
$\alpha$ muurolène	3,8	-	-	
Calaménène	< 0,1	-	-	
Divers	Cis jasmone	3,5	-	4,0
	Xanthoxyline	-	-	9,1

L'analyse des pourcentages des produits dénote l'extrême complexité dans la formation biosynthétique des constituants volatiles de cette plante.

En effet, les constituants majoritaires rencontrés vont des monocycliques monoterpènes (cas du cinéol 1,8) aux monoterpènes à thujones squelettes (cas de l' $\alpha$  et  $\beta$  thujone) aux monoterpènes à bornane squelette (cas du camphre) et aux monoterpènes à pinane squelette (cas de la chrysanthénone, du cis chrysanthénol et du cis chrysanthényl acétate). On rencontre également des monoterpènes irréguliers en proportions appréciables en particulier dans les déserts du Sinaï et Negev.

Par contre les sesquiterpènes marquent peu par leur présence les huiles essentielles. En effet, à l'exception de la davanone et du  $\gamma$  muurolène dans une population du sud du Maroc ou bien celle du  $\beta$  cubébène dans l'armoise blanche d'Espagne, la plupart des 21 sesquiterpènes identifiés à ce jour se rencontrent soit à l'état de traces, soit en très faibles quantités.

L'analyse par couplage chromatographie-spectrométrie de masse de notre huile essentielle s'est avérée peu concluante, car les constituants en particulier sesquiterpéniques étant en très faible quantité, ne sont presque pas mis en évidence sur les chromatogrammes.

Dans le but de pouvoir identifier les sesquiterpènes par couplage CG/SM, nous avons procédé au fractionnement de notre huile, afin d'enrichir certaines fractions en constituants lourds.

Pour cela, nous avons utilisé la technique la plus répandue et la plus utilisée actuellement pour le fractionnement des huiles essentielles, la distillation utilisant une colonne à distiller à bande tournante sous pression réduite.

### **III-2 : FRACTIONNEMENT DES HUILES ESSENTIELLES PAR DISTILLATION**

Nous avons opéré sur une colonne à distiller Nester-faust NF-200 Perkin Elmer.

112 g d'huile essentielle obtenus par entraînement à la vapeur d'eau d'armoise blanche provenant de Sebdu, Laouedj et El-Aricha sont distillés.

La stabilisation thermique de l'appareil est obtenue après deux heures de fonctionnement environ. Cette stabilisation se fait en augmentant toutes les dix à quinze minutes légèrement la température du pot en fonction du voltage imposé. Elle se remarque au débit en tête de colonne de vapeur condensée sous forme de gouttes régulières et constantes.

Les conditions optimales de fonctionnement de la colonne sont obtenues pour un voltage de 65 volts et une vitesse de bande tournante de 7200 tours/minute. Le débit des gouttes en tête de colonne se situe au voisinage de 40 gouttes/minute.

Les prélèvements se font à concurrence de 5 à 25 gouttes. Entre chaque prélèvement, il est nécessaire de restabiliser l'appareil, c'est à dire de constater que le débit en tête de colonne redevient régulier.

Le temps entre deux prélèvements successifs est aléatoire et est de 10 à 35 minutes. Nous avons récupéré ainsi 23 fractions différentes. Les conditions de leurs obtentions sont données dans le tableau XXVIII.

La fraction  $F_0$  est recueillie à la fin de la récupération des fractions, grâce à deux pièges positionnés dans le circuit de la pompe à vide, maintenus à basse température dans l'azote liquide.

Les résidus représentent près de la moitié de l'échantillon. Ils sont noirâtres et dans un état de polymérisation avancée.

### **III-3 : ANALYSE PAR CG/SM DE DEUX FRACTIONS ENRICHIES EN SESQUITERPENES**

Les fractions  $F_0$  à  $F_{22}$  analysées séparément par chromatographie, montrent que les sesquiterpènes deviennent appréciables à partir de la fraction 12. Les chromatogrammes de toutes les fractions avec leurs conditions d'analyse sont donnés dans l'annexe expérimentale.

Nous avons analysé deux fractions par couplage CG/SM : la fraction 15 ( $F_{15}$ ) et la fraction 20 ( $F_{20}$ ).

**Tableau XXVIII : Conditions d'obtentions des fractions  
par distillation à bande tournante (voltage 65 volts à 7200 trs/min).**

Prise d'essai 112 g d'huile essentielle.

N° Fraction	T° pot °C		T° tête °C		Set point	Pression mm/Hg	Quantités recueillies	
	Début	Fin	Début	Fin			G	%
F <sub>0</sub>							11,9	10,6
F <sub>1</sub>	90	90	15	15	455	0,3	0,7	0,6
F <sub>2</sub>	93	95	17	18	455	0,3	1,3	1,1
F <sub>3</sub>	95	95	19	21	460	0,3	1,9	1,7
F <sub>4</sub>	98	100	21	25	460	0,3	2,6	2,3
F <sub>5</sub>	100	102	25	27	480	0,3	1,7	1,5
F <sub>6</sub>	102	105	27	27	480	0,3	3,4	3,0
F <sub>7</sub>	107	107	27	30	480	0,3	2,6	2,3
F <sub>8</sub>	107	110	30	35	500	0,3	2,9	2,6
F <sub>9</sub>	110	112	35	39	500	0,3	3,2	2,9
F <sub>10</sub>	112	115	39	45	500	0,3	2,4	2,1
F <sub>11</sub>	115	120	45	50	520	0,3	1,8	1,6
F <sub>12</sub>	120	120	63	64	530	0,3 à 0,4	1,7	1,5
F <sub>13</sub>	120	123	64	64	537	0,3 à 0,4	1,1	1,0
F <sub>14</sub>	125	125	65	67	545	0,4	1,5	1,3
F <sub>15</sub>	127	127	66	67	545	0,4	3,6	3,2
F <sub>16</sub>	127	129	66	67	545	0,4	2,9	2,6
F <sub>17</sub>	128	128	67	67	550	0,4	1,0	0,9
F <sub>18</sub>	128	130	50	50	555	0,3	2,2	1,9
F <sub>19</sub>	130	130	50	51	555	0,3	0,9	0,8
F <sub>20</sub>	139	140	57	57	600	0,3	0,9	0,8
F <sub>21</sub>	140	140	57	59	600	0,3	0,6	0,5
F <sub>22</sub>	140	140	59	61	605	0,3	0,9	0,8
<b>Total</b>							<b>52,8</b>	<b>47,1</b>
F <sub>23</sub> résidu							53,7	47,9

Nous avons opéré pour cette analyse :

- Sur un chromatographe DELSI DI 700, utilisant une colonne OV<sub>1</sub> en silice fondue de 25 mètres de long et de 0,22 millimètres de diamètre intérieur. La température en programmation de 60 ° à 250 ° à raison de 5 °/minute. La température de l'injecteur est de 250 °C et le débit du gaz vecteur hélium 2 ml/minute.
- Le détecteur est lié à un spectromètre de masse de type NERMAG R10-10H équipé d'un filtre de masse quadripolaire. L'appareil fonctionne à basse résolution à 800 Hz. L'ionisation est faite par impact électronique à 70 eV.

L'identification des spectres de masses des constituants analysés est assistée par une bibliothèque informatique SIDAR liée au spectromètre.

Respectivement 42 et 38 produits sont analysés dans chacune des fractions.

Le tableau XXIX donne les constituants analysés et/ou identifiés par chromatographie couplée avec la spectrométrie de masse de la fraction 15.

Sur les 42 constituants analysés dans cette fraction, 31 sont identifiés par leur spectre de masse. Les composés proposés par la bibliothèque informatique SIDAR sont confirmés par la bibliographie dont les références sont données dans le tableau XXIX.

Nous avons identifié ainsi 11 sesquiterpènes :  $\alpha$  cédrène, le longifolène, l' $\alpha$  cédrool, le  $\beta$  cubébène, l'alloromadendrène, l' $\alpha$  gurjunène, l' $\alpha$  himachalène, l' $\alpha$ ,  $\delta$  et  $\gamma$  cadinène et le  $\beta$  muurolène.

Il est à noter que l'analyse de cette fraction enrichie en produits lourds a permis de mettre en évidence la présence de sept sesquiterpènes jusque là non cités par la littérature comme existant dans la plante : le longifolène, l' $\alpha$  cédrool, l' $\alpha$  gurjunène, l' $\alpha$  himachalène, l' $\alpha$  cadinène et le  $\beta$  muurolène.

Par ailleurs, parmi les 20 monoterpènes identifiés, six d'entre eux ne sont pas cités par la littérature dans la composition des huiles essentielles de l'armoise blanche : le transpinène 3 ol, le myrcène, le 3,7 dimethyl 1,6 octadiène, l'isobornéol, le néohydrocarvéol et le peryllaldehyde.





Tableau XXIX : Constituants analysés par CG/SM de la fraction 15

N°	RT min	Terpénoïdes	Ref.
1	5,14	Trans pinène 3-ol	(33)
2	6,08	Myrcène	(33),(37)
3	6,27	$\alpha$ phellandrène	(33),(38)
4	6,48	$\alpha$ terpinène	(33)
5	6,53	P cymène	(33)
6	7,05	Thujil alcool F <sub>12</sub>	(33)
7	7,45	NI	
8	8,37	3,7 dimethyl 1,6 octadiène	(33)
9	8,53	NI	
10	9,42	Chrysanthénone	(33)
11	10,01	Camphre	(33),(38)
12	10,14	NI	
13	10,28	Pinocarvone	(33)
14	10,46	Isobornéol	(33)
15	11,04	Néodihydrocarvéol	(33)
16	11,11	4 terpinéol	(33)
17	11,21	Eucarvone	(33)
18	11,32	$\alpha$ terpinéol	(33)
19	11,44	NI	
20	12,36	Perillaldehyde	(33)
21	12,49	NI	
22	13,05	NI	
23	13,45	NI	
24	13,57	Piperitone	(33)
25	14,23	NI	
26	14,44	Ascaridole	(33)
27	15,51	Verbénone	(33)
28	16,29	NI	
29	16,44	$\alpha$ cédrène	(43),(44),(45),(38)
30	17,23	Longifolène	(40),(41)
31	18,26	$\alpha$ cédrool	(40),(41)
32	18,39	$\beta$ cubébène	(41),(46)
33	18,57	Alloromadendrène	(41),(46)
34	19,15	$\alpha$ gurjunène	(41),(46)
35	19,27	$\alpha$ himachalène	(41)
36	19,59	NI	
37	20,26	$\alpha$ cadinène	(40),(41)
38	20,30	$\delta$ cadinène	(40),(41),(47),(44)
39	20,39	$\gamma$ cadinène	(49),(50)
40	20,54	NI	
41	21,01	$\beta$ muurolène	(41)
42	21,08	NI	

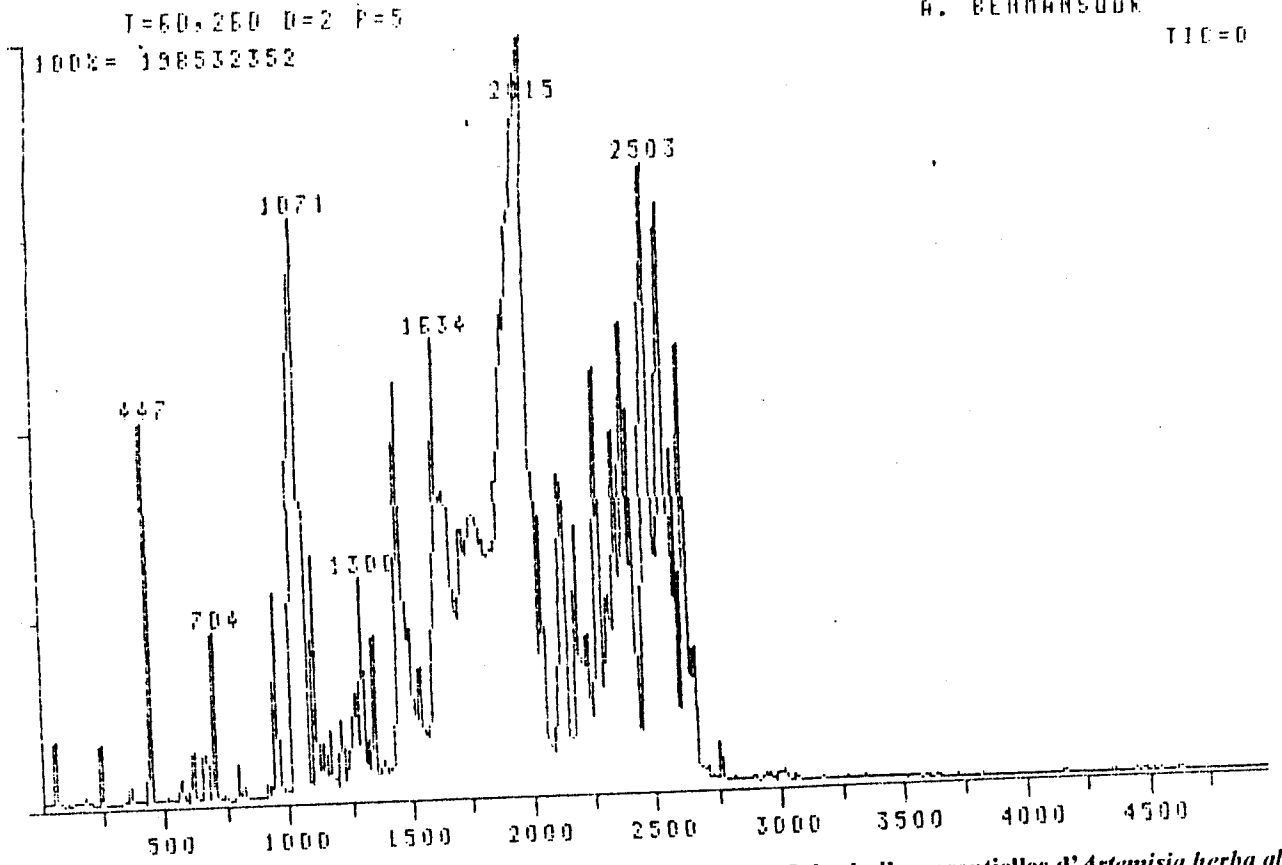


Fig. 36(a) : Chromatogramme sur OV1 de la fraction 15 des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba* obtenue par fractionnement sur colonne à bande tournante

HERMANSOUR V 3.0  
FILE # 00000

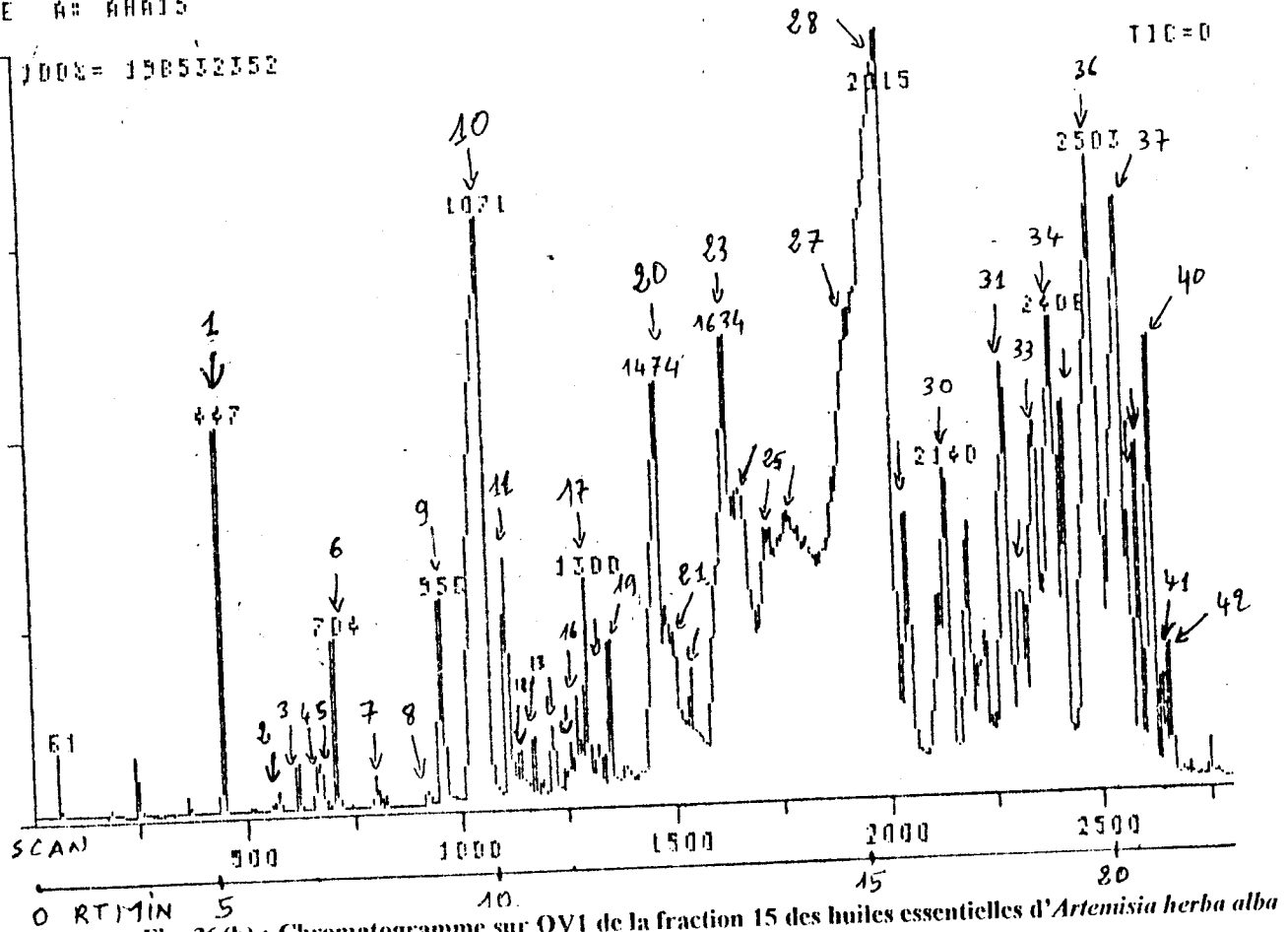


Fig. 36(b) : Chromatogramme sur OV1 de la fraction 15 des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba* obtenue par fractionnement sur colonne à bande tournante



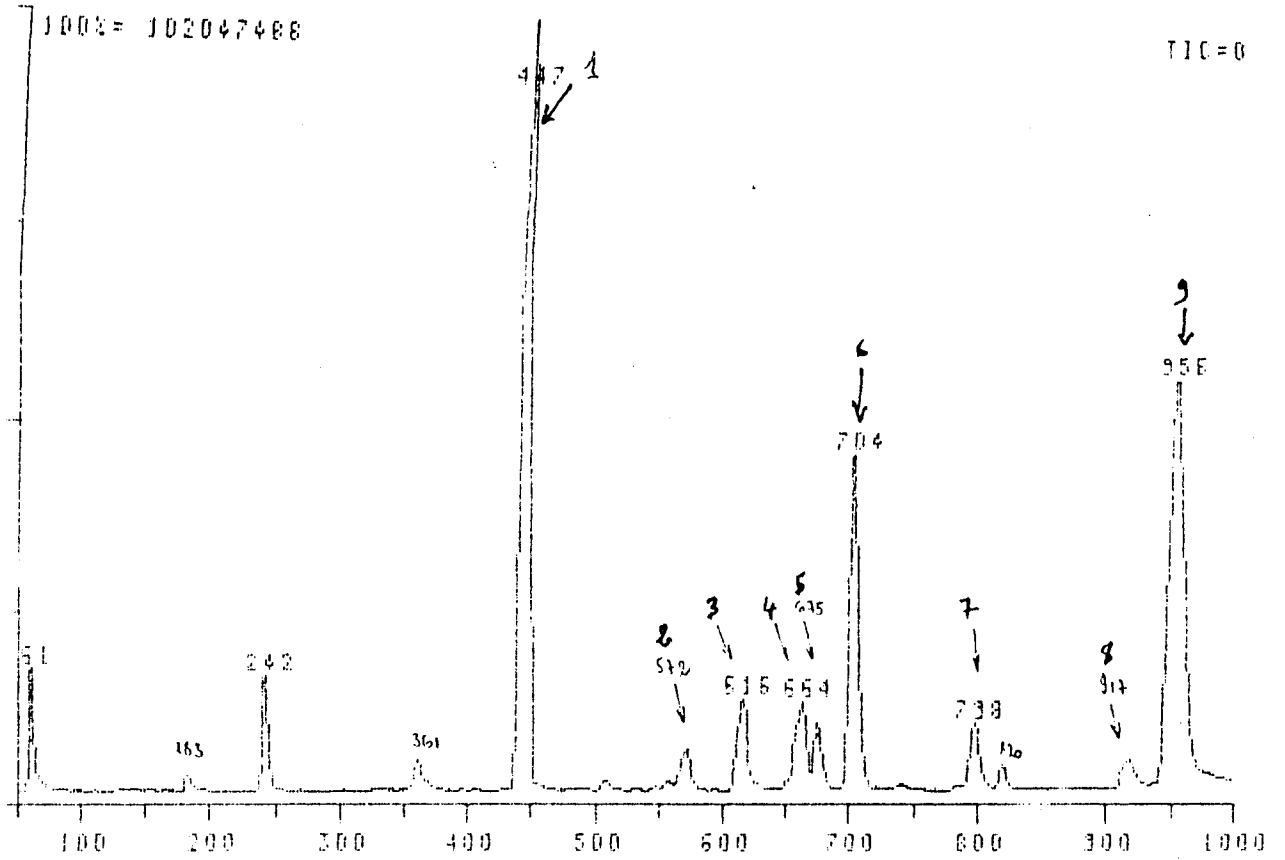


Fig. 36(c) : Chromatogramme étalé entre 0 et 1000 Scan de la fraction 15 des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba*

HERNAE/SIDAR V 3.0  
FILE # : AHA15

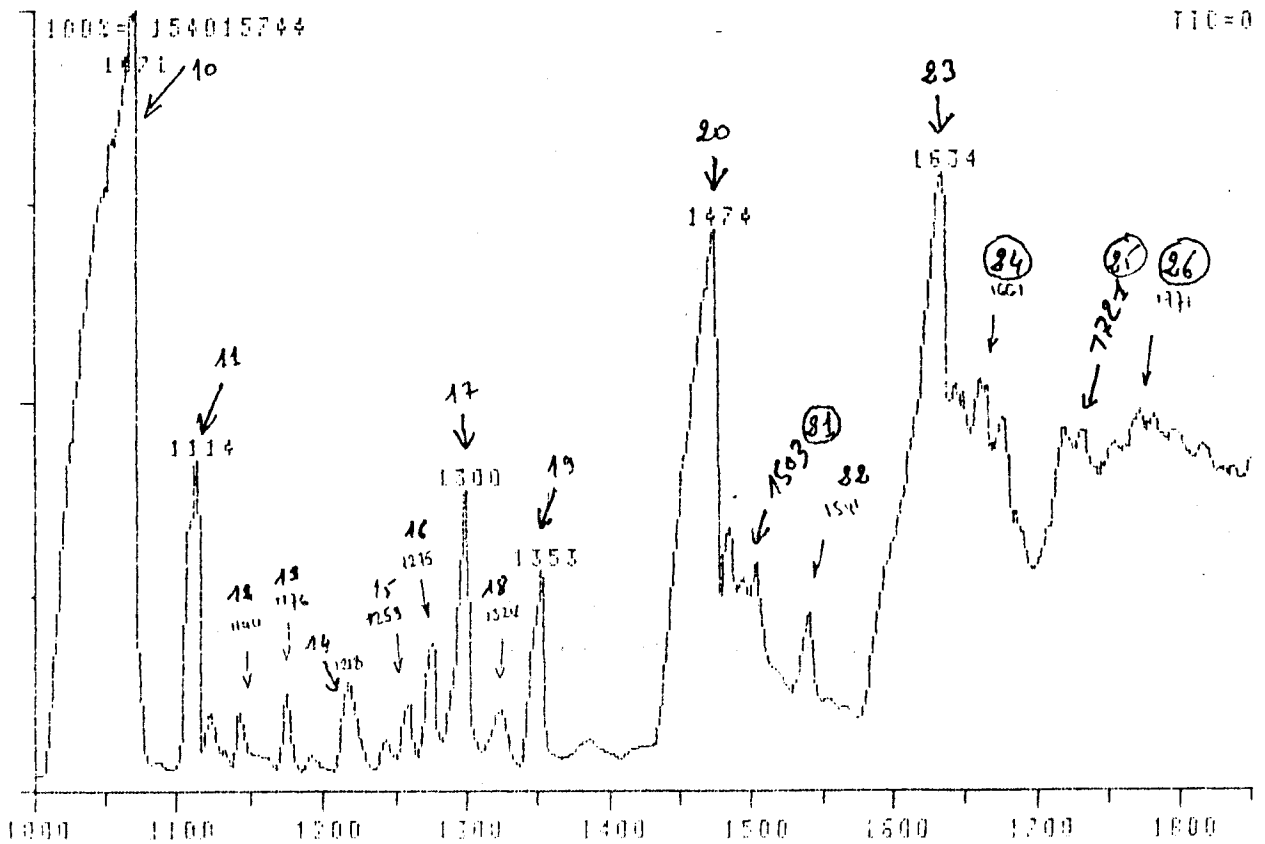


Fig. 36(d) : Chromatogramme étalé entre 1000 et 1800 Scan de la fraction 15 des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba*

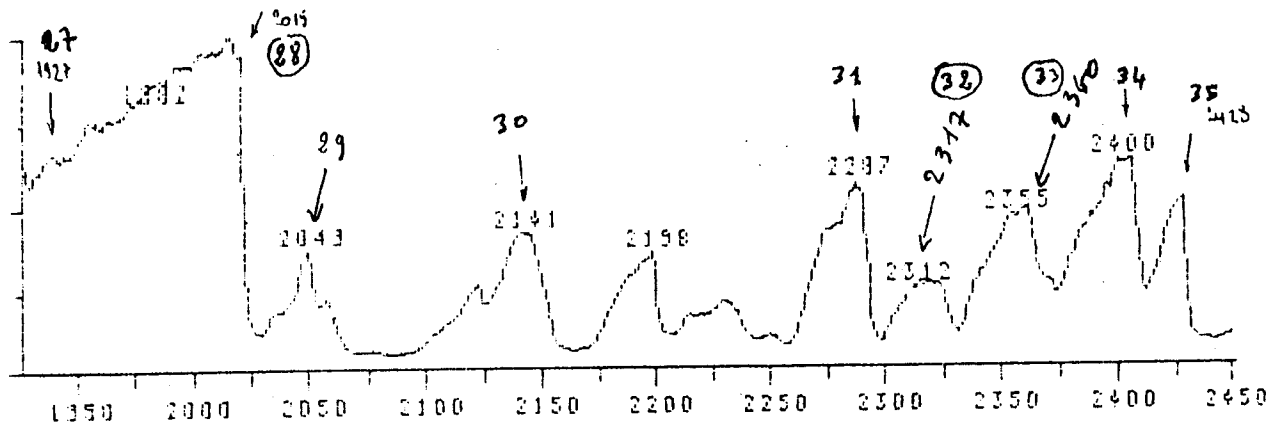


Fig. 36(e) : Chromatogramme étalé entre 1900 et 2450 Scan de la fraction 15  
des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba*

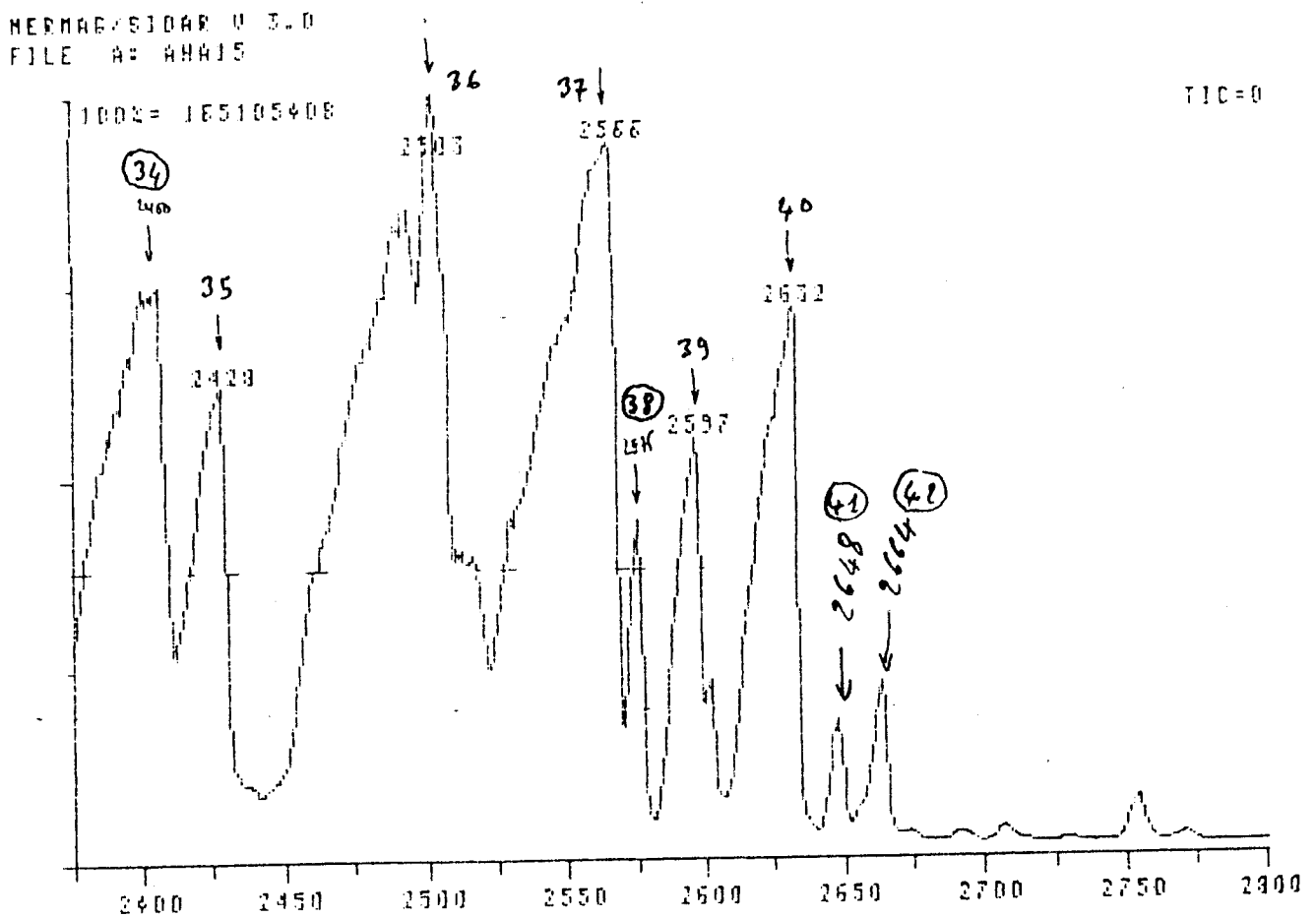


Fig. 36(f) : Chromatogramme étalé entre 2400 et 2800 Scan de la fraction 15  
des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba*

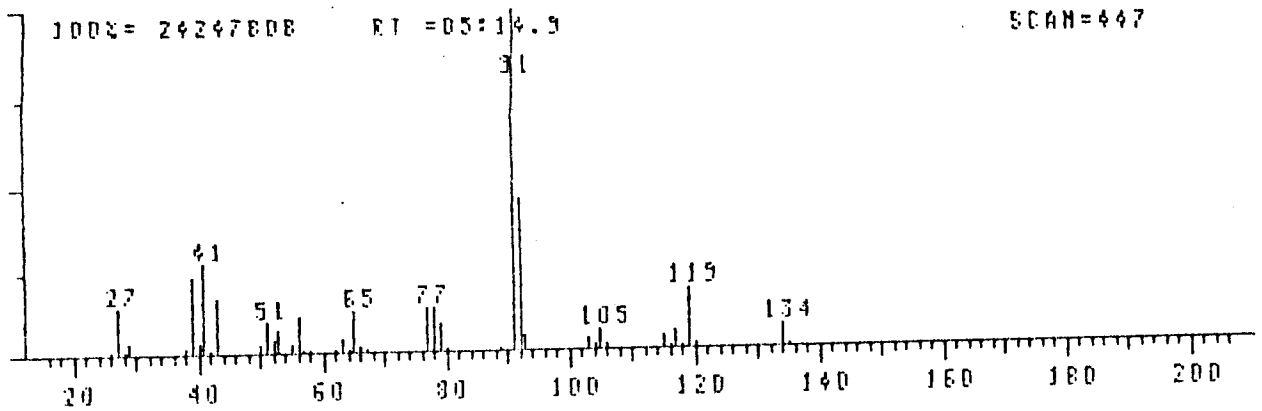


Fig. 37 : Spectre de masse du trans pinène 3-ol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

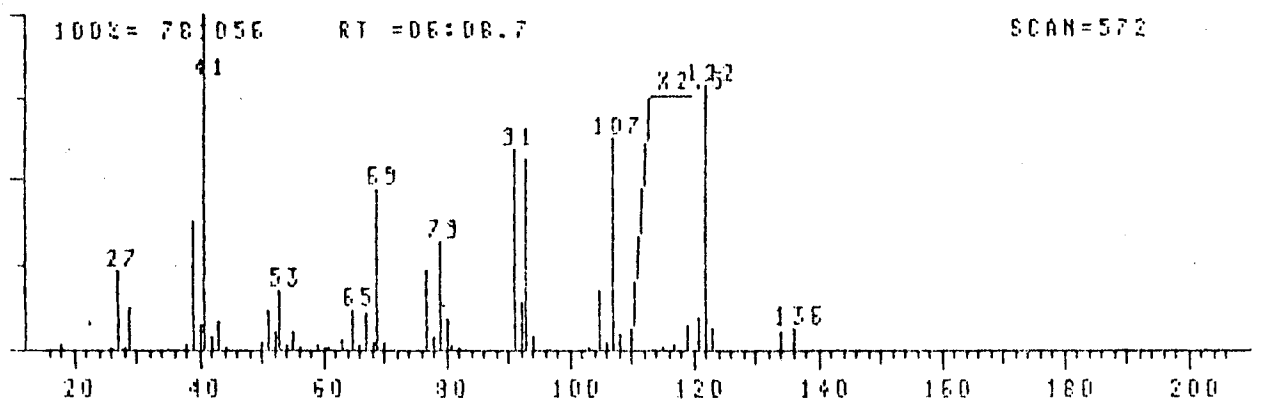


Fig. 38 : Spectre de masse du myrcène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

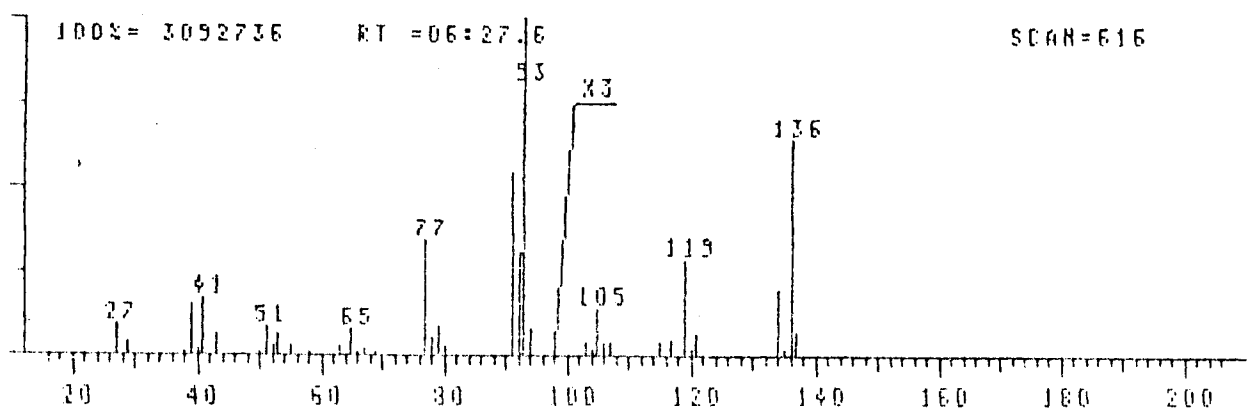


Fig. 39 : Spectre de masse de l' $\alpha$ -phellandrène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15



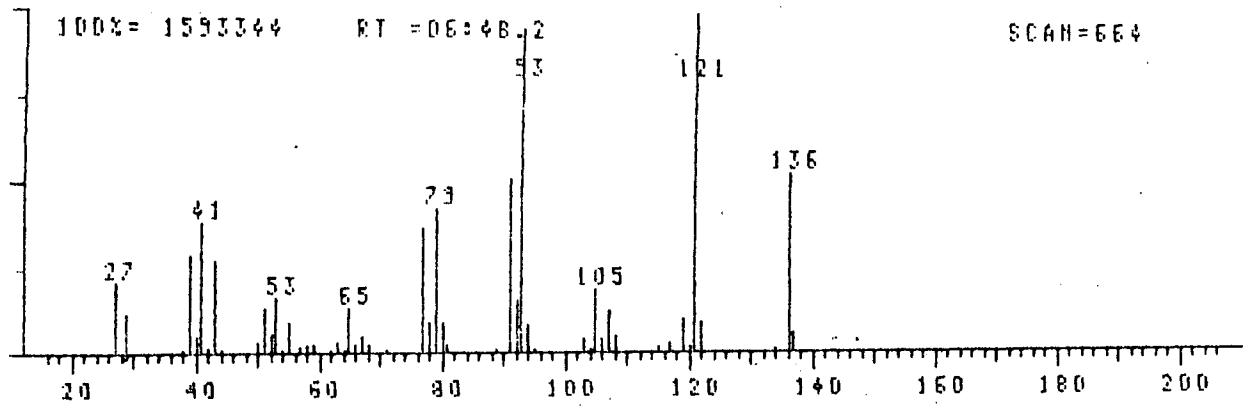


Fig. 40 : Spectre de masse de l' $\alpha$  terpinène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

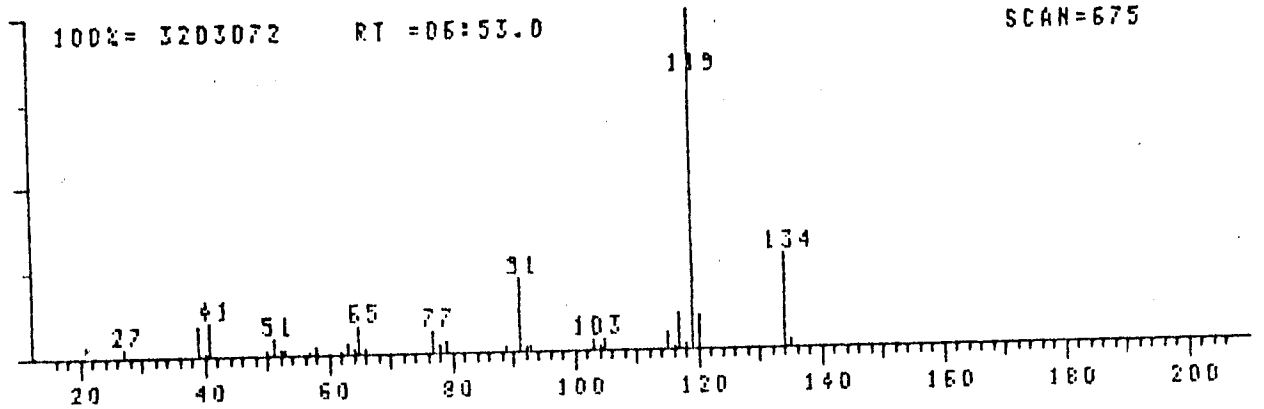


Fig. 41 : Spectre de masse du P-cymène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

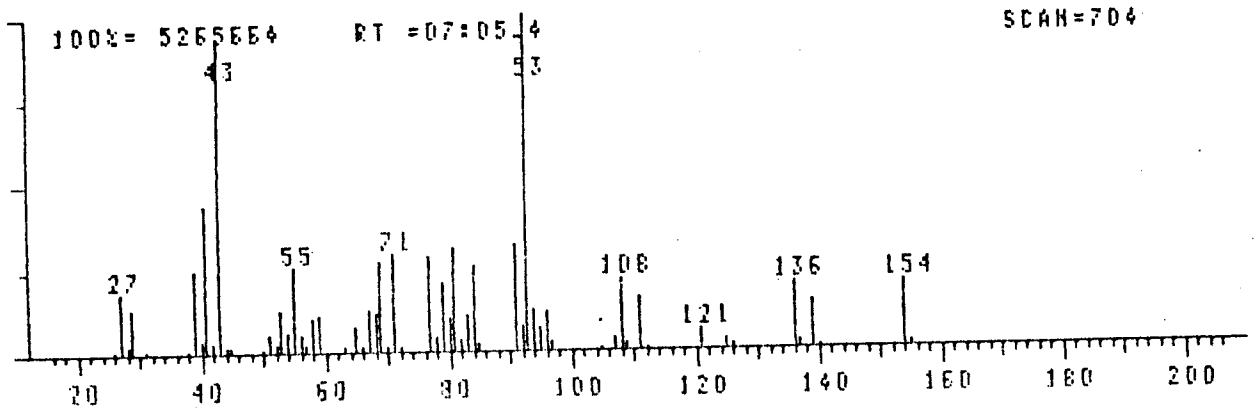


Fig. 42 : Spectre de masse du thujil alcool Fr<sub>2</sub> obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAN/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

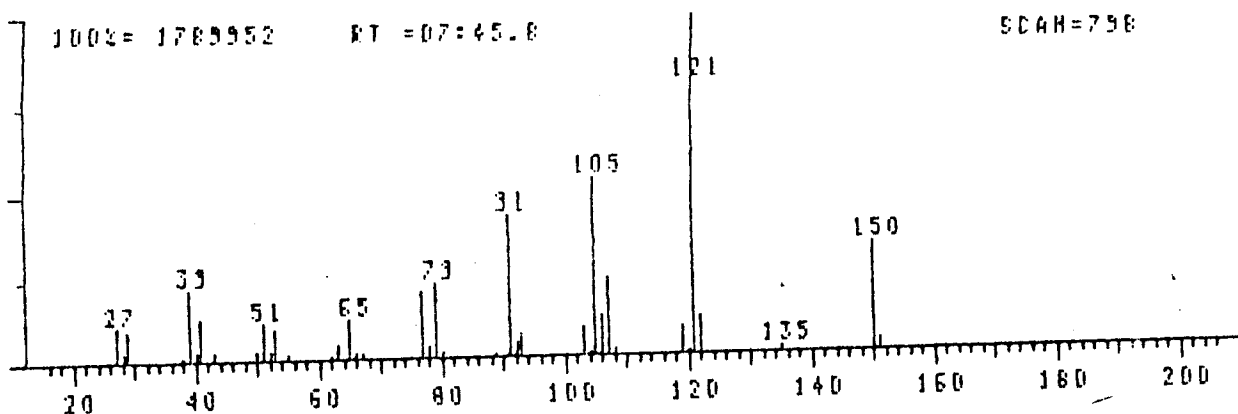


Fig. 43 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié

HERNAN/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

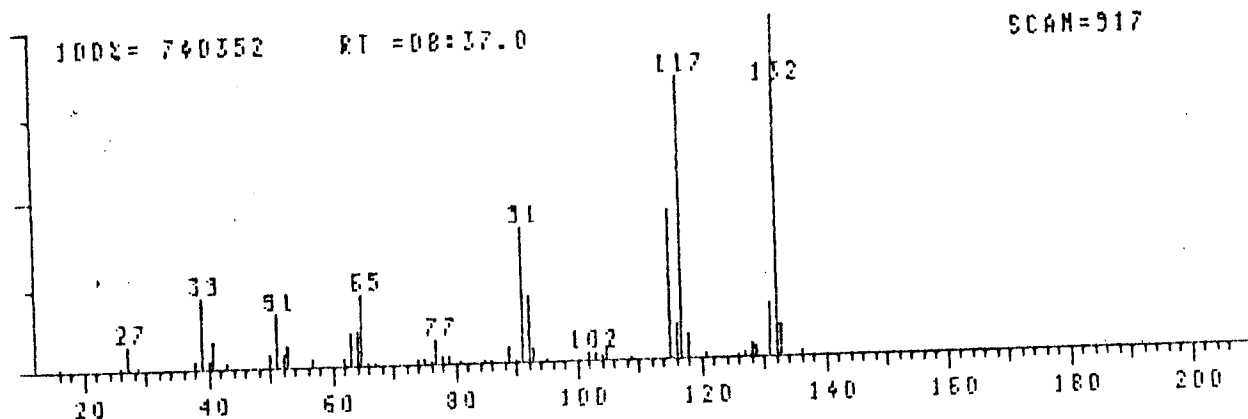


Fig. 44 : Spectre de masse du 3,7 diméthyl 1,6 octadiène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

FILE A: AHA15

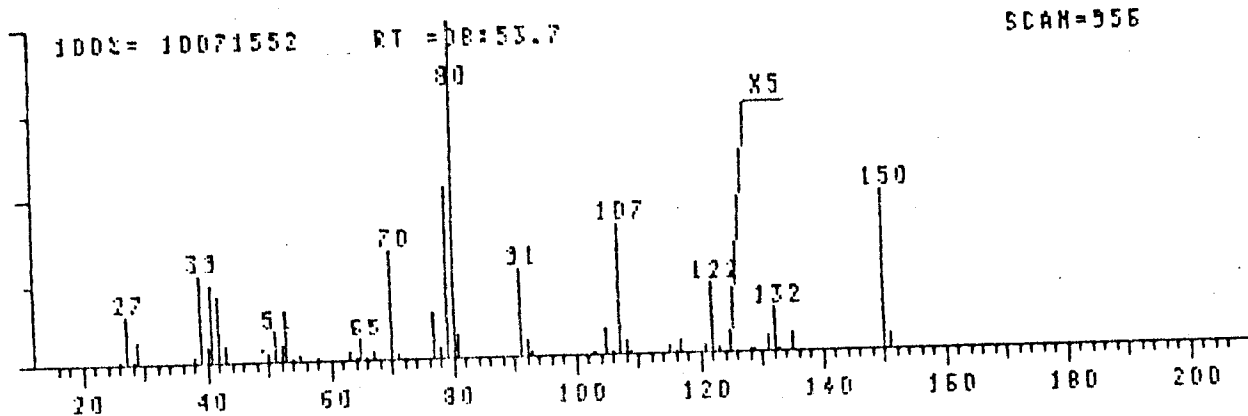


Fig. 45 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié

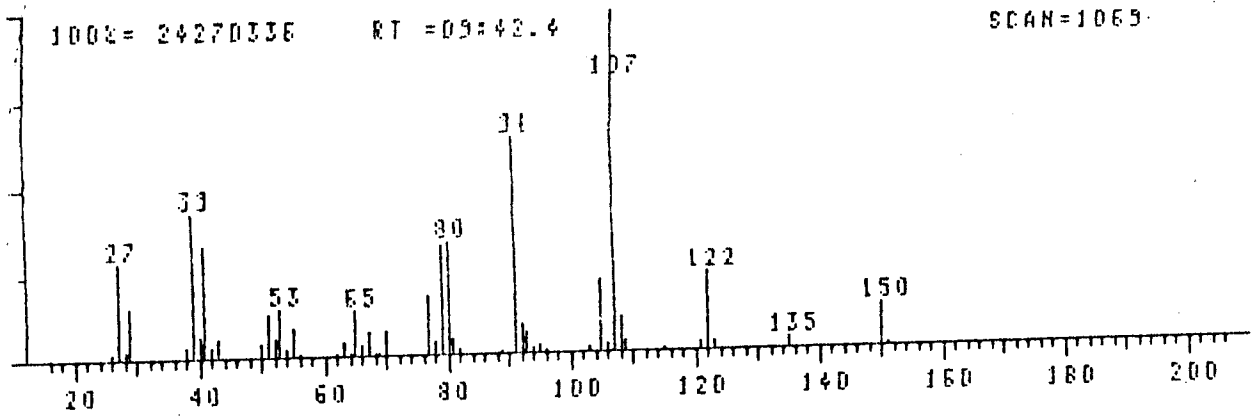


Fig. 46 : Spectre de masse de la chrysanthénone obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

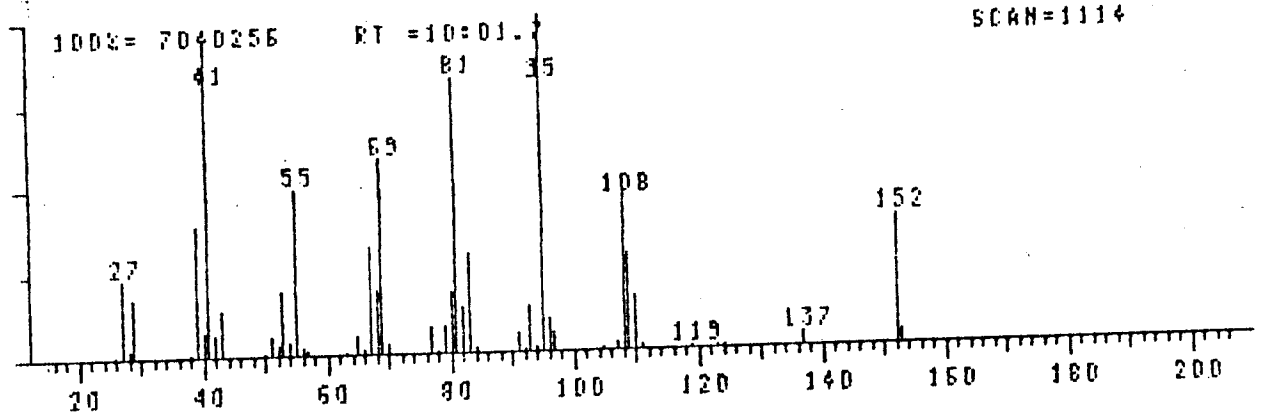


Fig. 47 : Spectre de masse du camphre obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

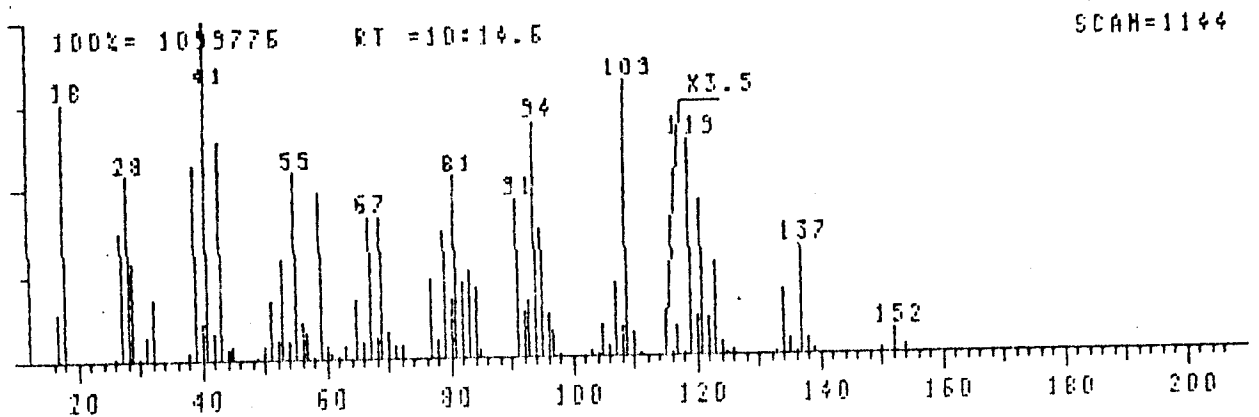


Fig. 48 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié



HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

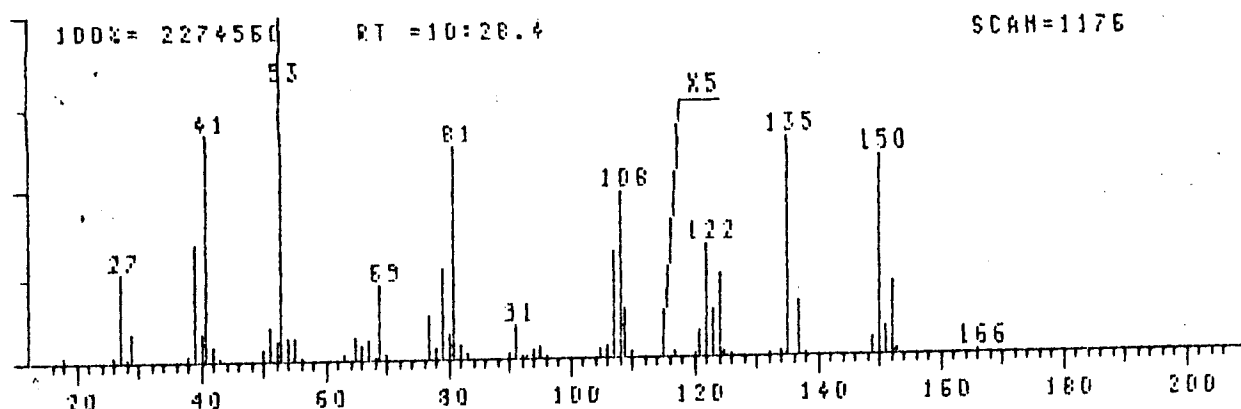


Fig. 49 : Spectre de masse du pinocarvone obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

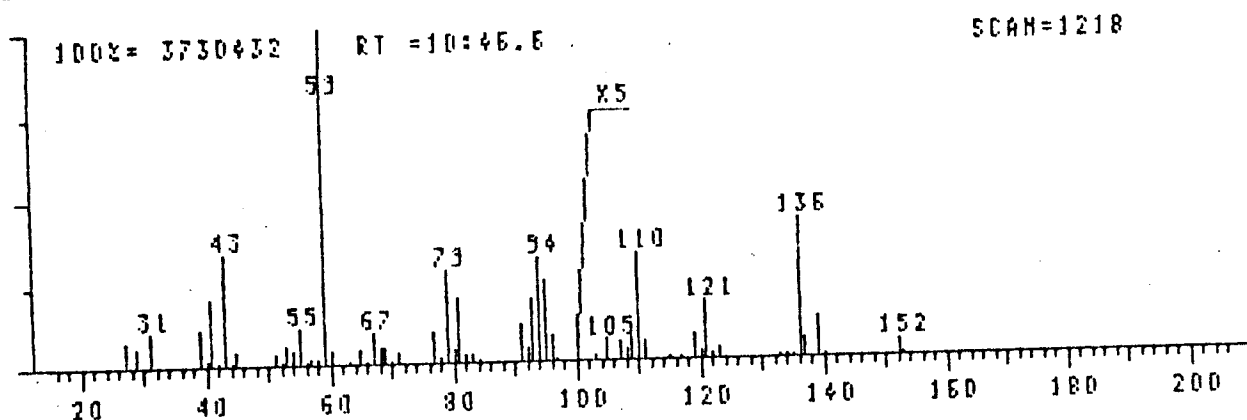


Fig. 50 : Spectre de masse de l'isobornol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

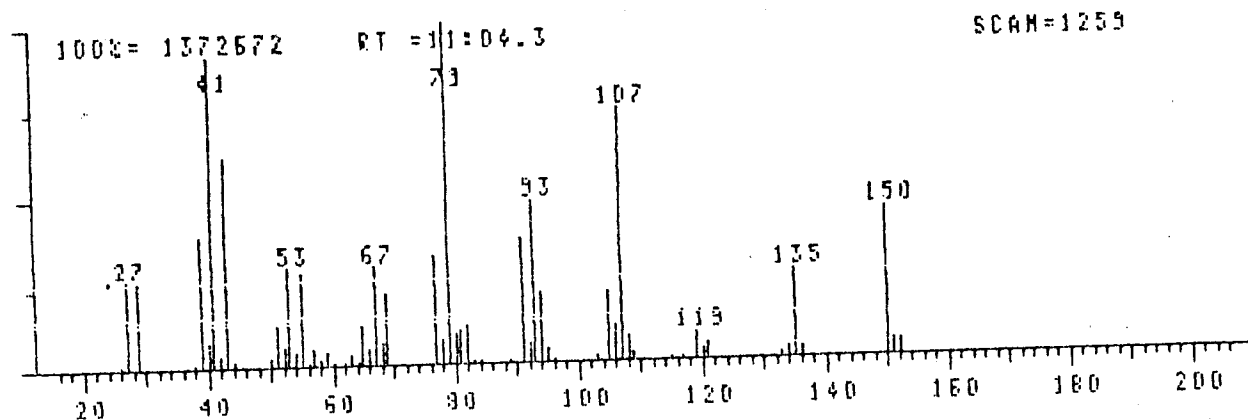


Fig. 51 : Spectre de masse du néodihydrocarvénol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

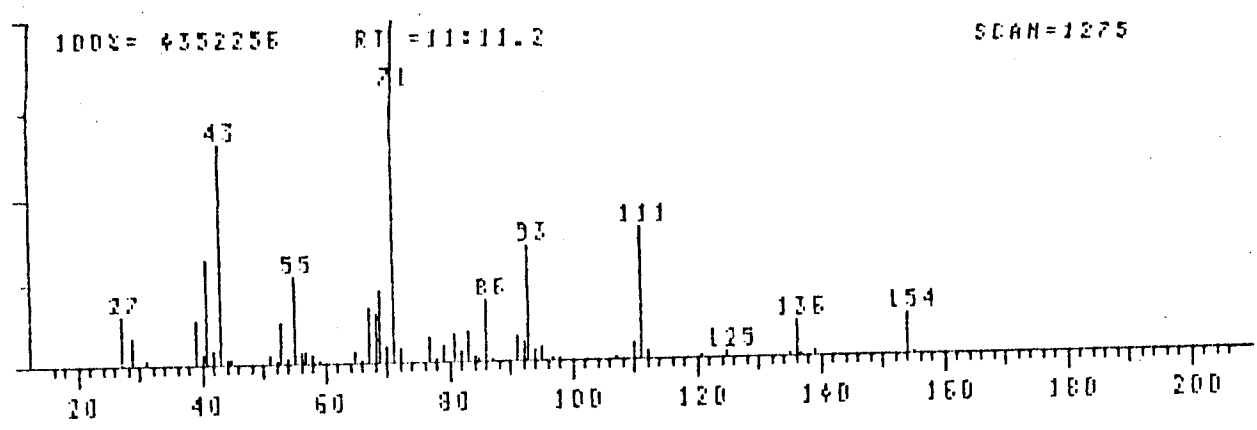


Fig. 52 : Spectre de masse du 4-terpinol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

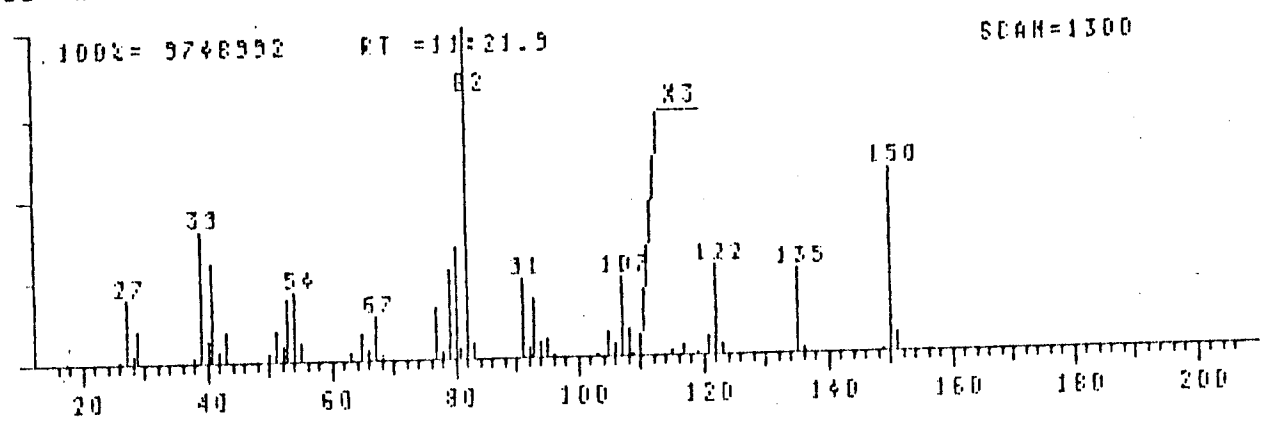


Fig. 53 : Spectre de masse de l'eucaryone obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

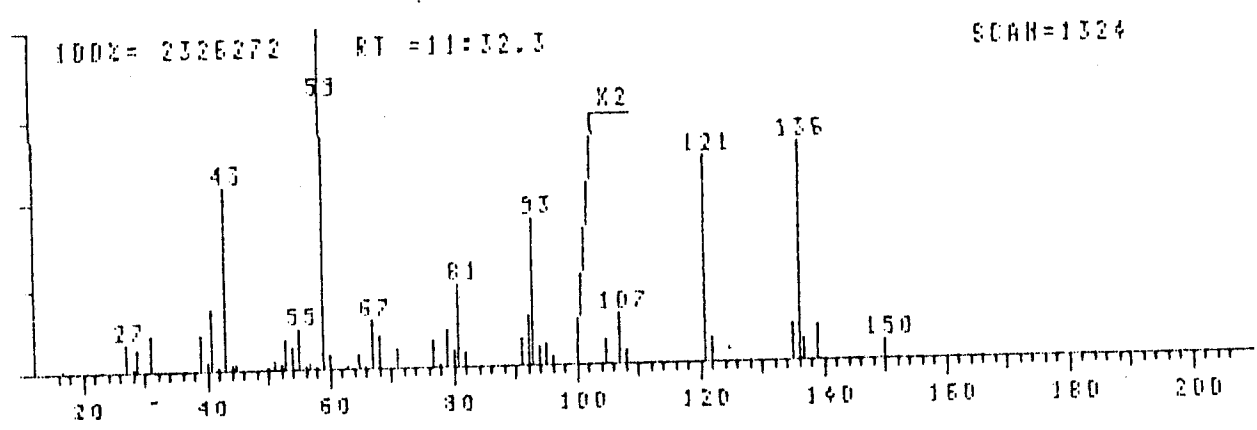


Fig. 54 : Spectre de masse de l'p-terpinol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15



HERNAB/SIOAR V 3.0  
FILE A: AHA15

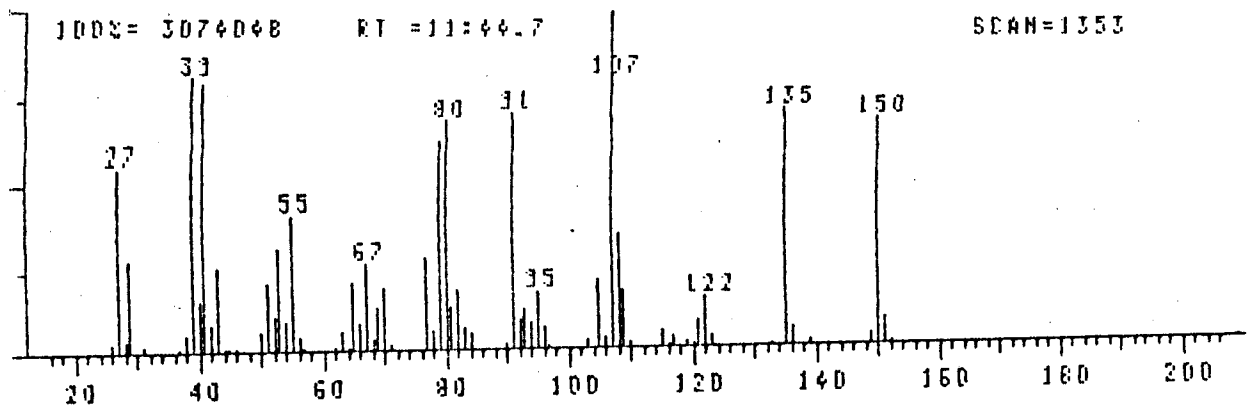


Fig. 55 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié

HERNAB/SIOAR V 3.0  
FILE A: AHA15

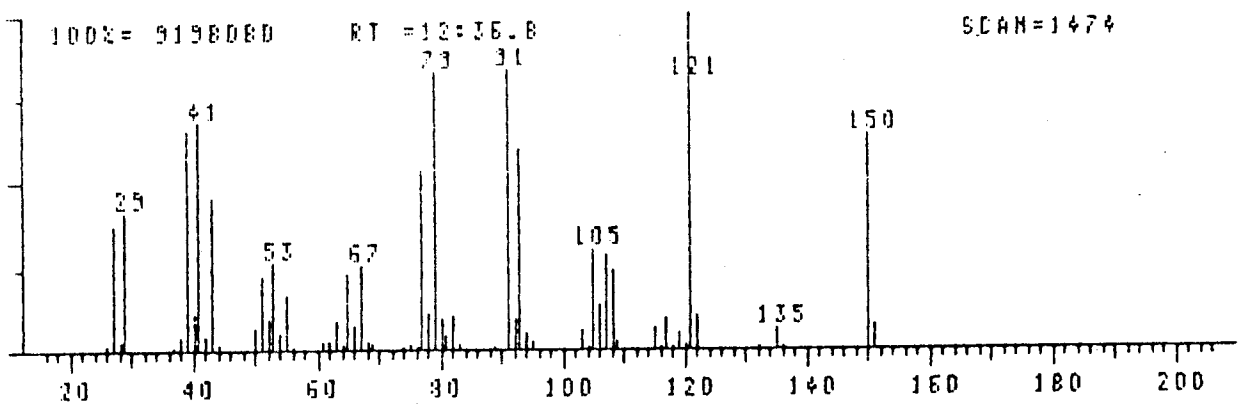


Fig. 56 : Spectre de masse du perillaldehyde obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAB/SIOAR V 3.0  
FILE A: AHA15

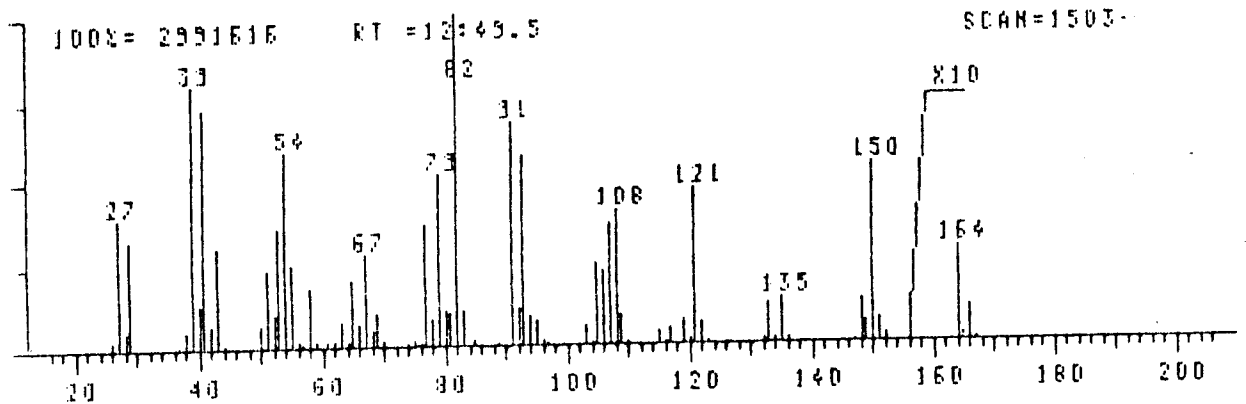


Fig. 57 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié



HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

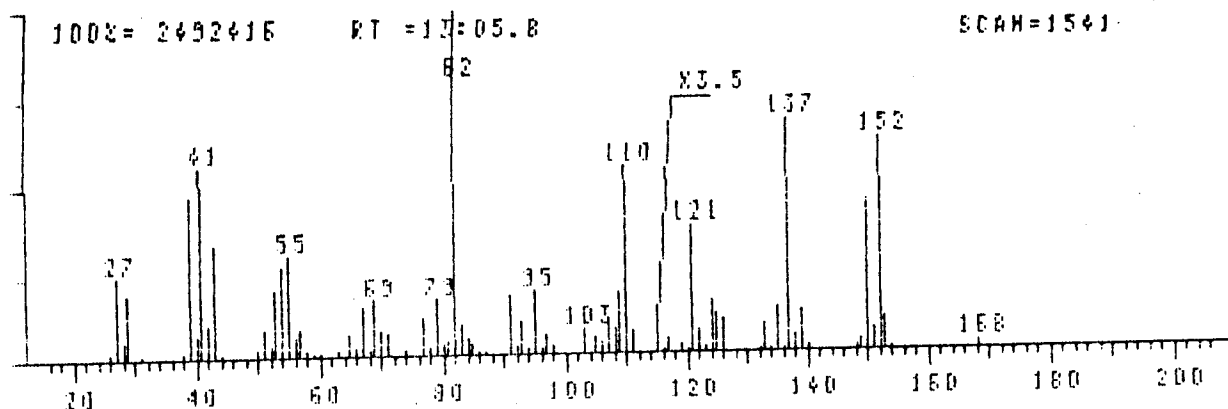


Fig. 58 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié

HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

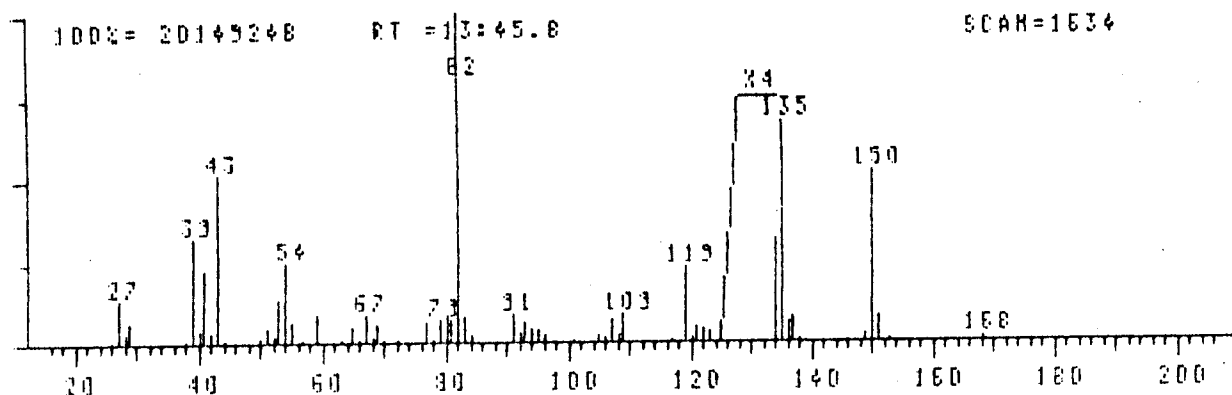


Fig. 59 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié

HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

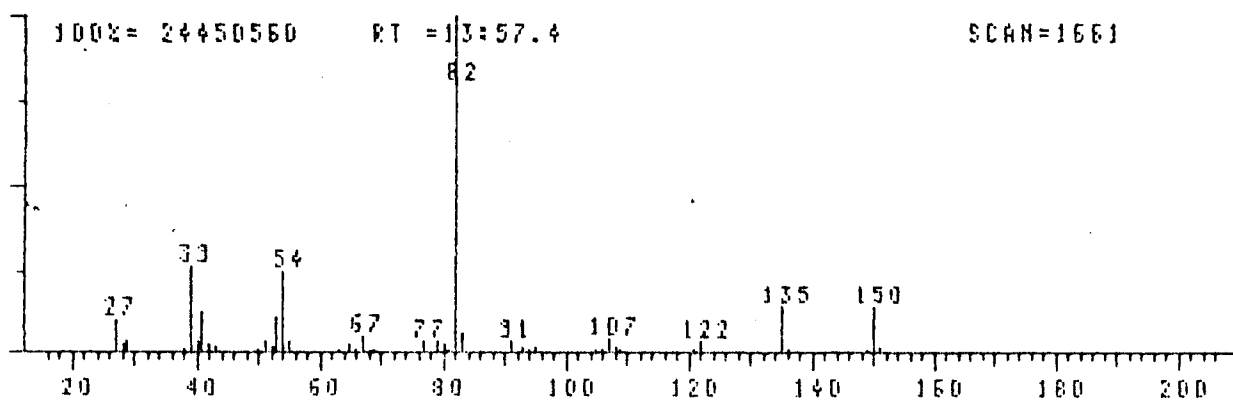


Fig. 60 : Spectre de masse de la piperitone obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE N: AHA15

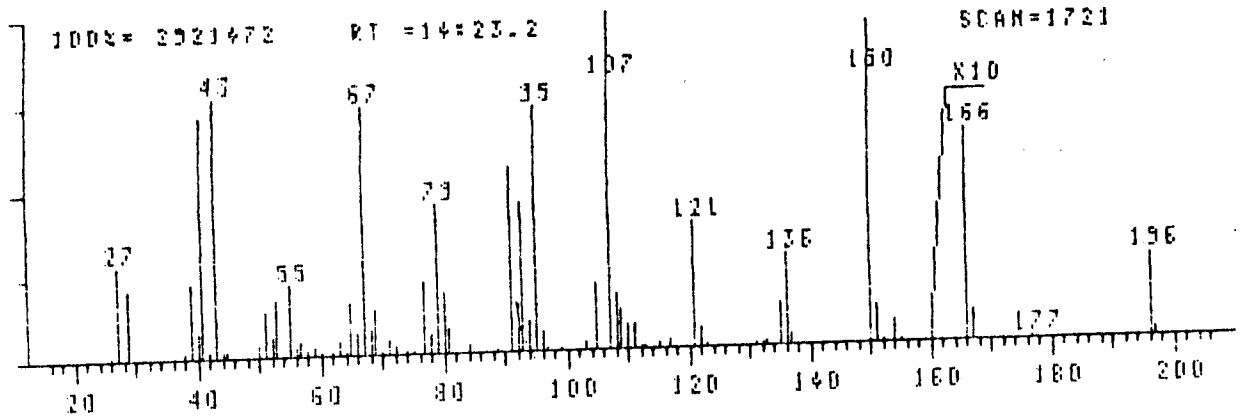


Fig. 61 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié

HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE N: AHA15

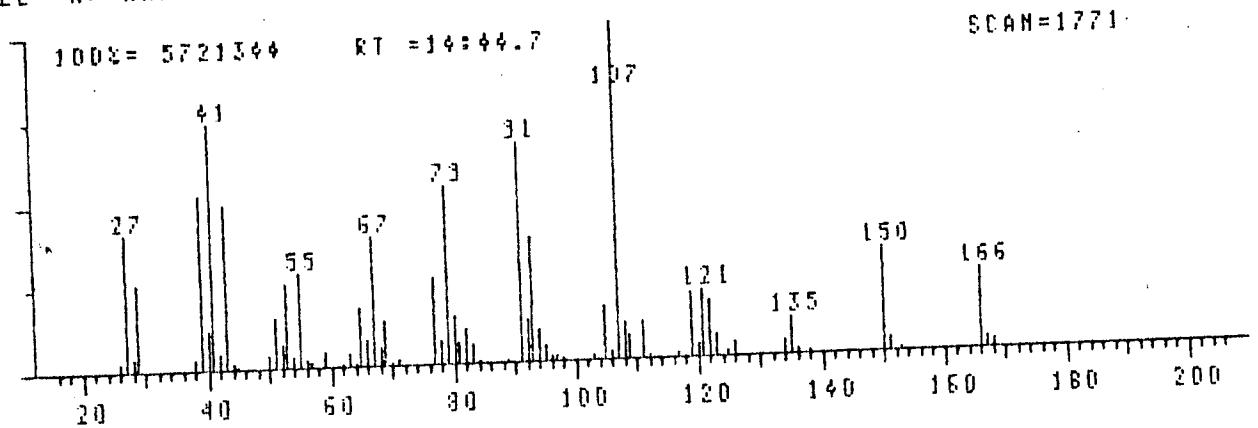


Fig. 62 : Spectre de masse de l'ascaridole obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE N: AHA15

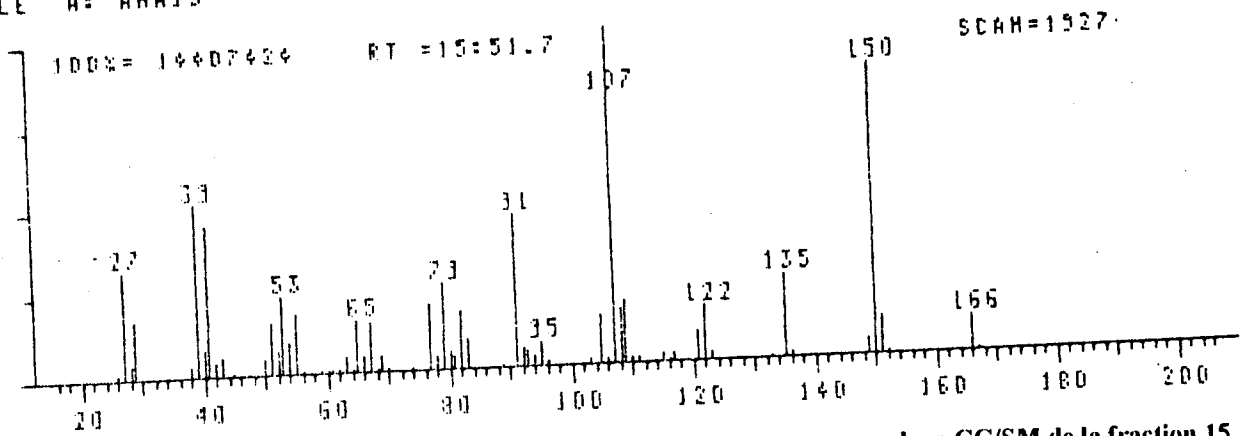


Fig. 63 : Spectre de masse de la verbénone obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15



HERNAD/SIDAR U 3.0  
FILE #= AHA15

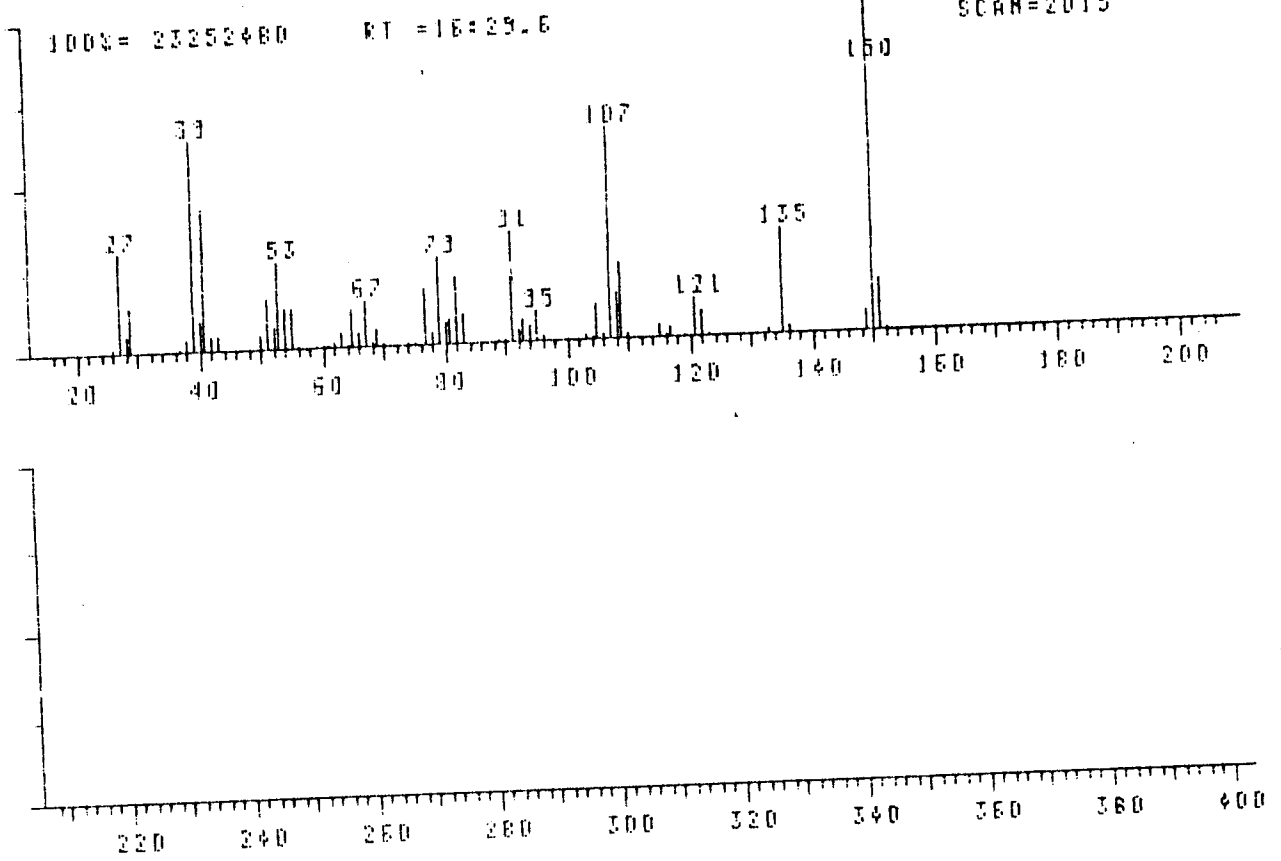


Fig. 64 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié



HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE # AHA15

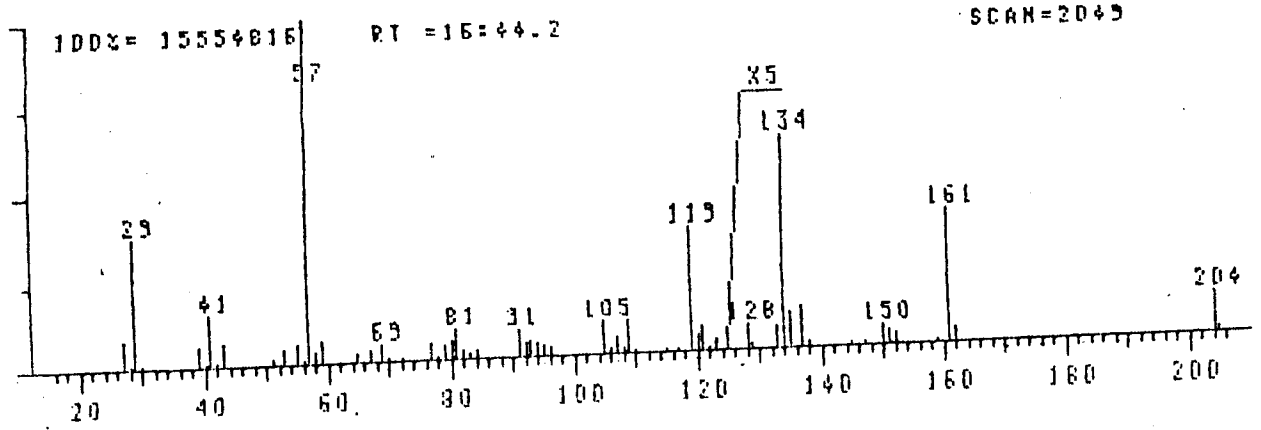


Fig. 65 : Spectre de masse de l' $\alpha$  cedrene obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE # AHA15

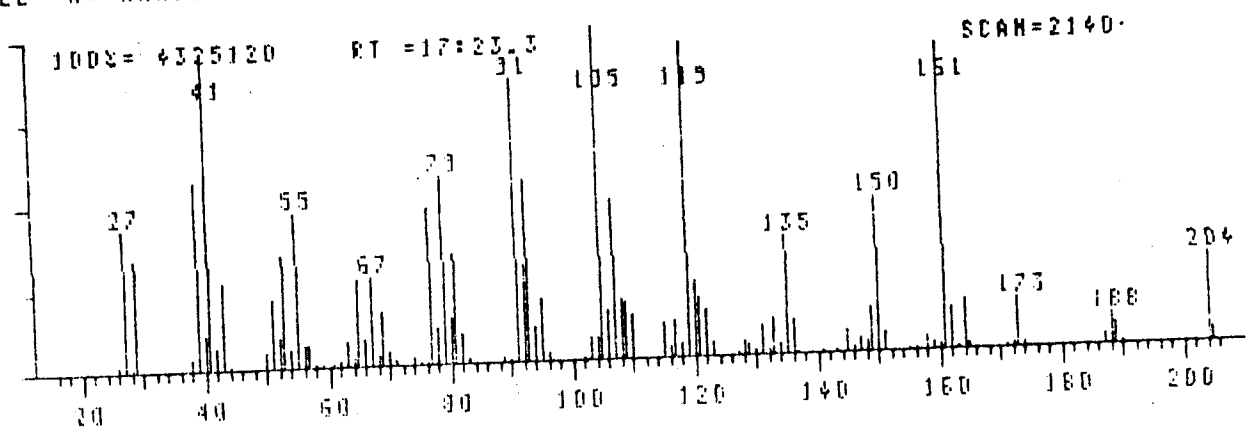


Fig. 66 : Spectre de masse du longifolene obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE # AHA15

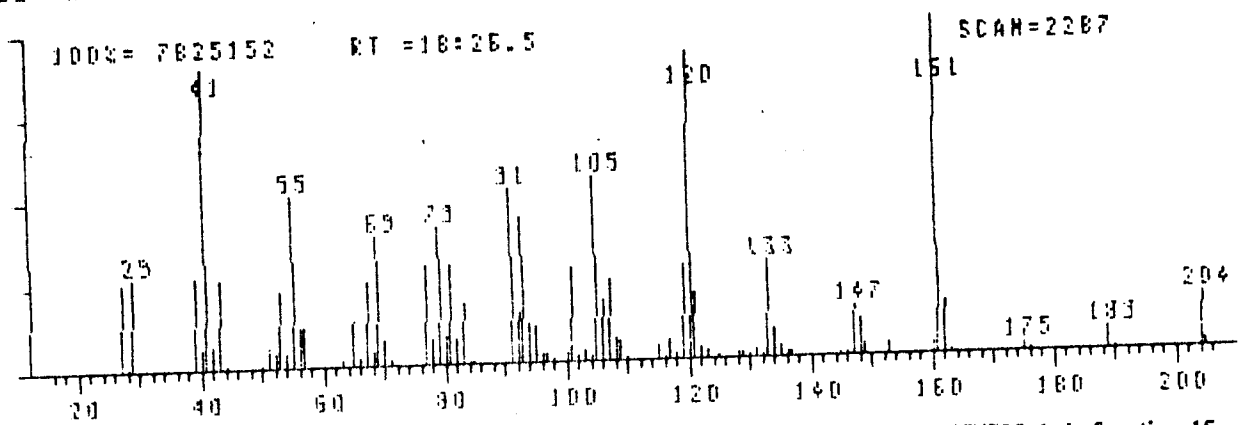


Fig. 67 : Spectre de masse de l' $\alpha$  cedrol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

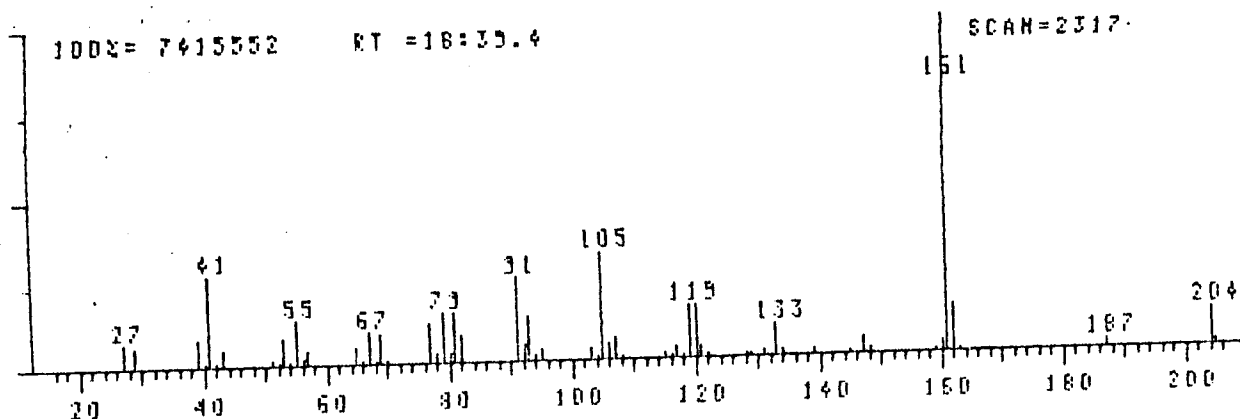


Fig. 68 : Spectre de masse du  $\beta$  cubebene obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

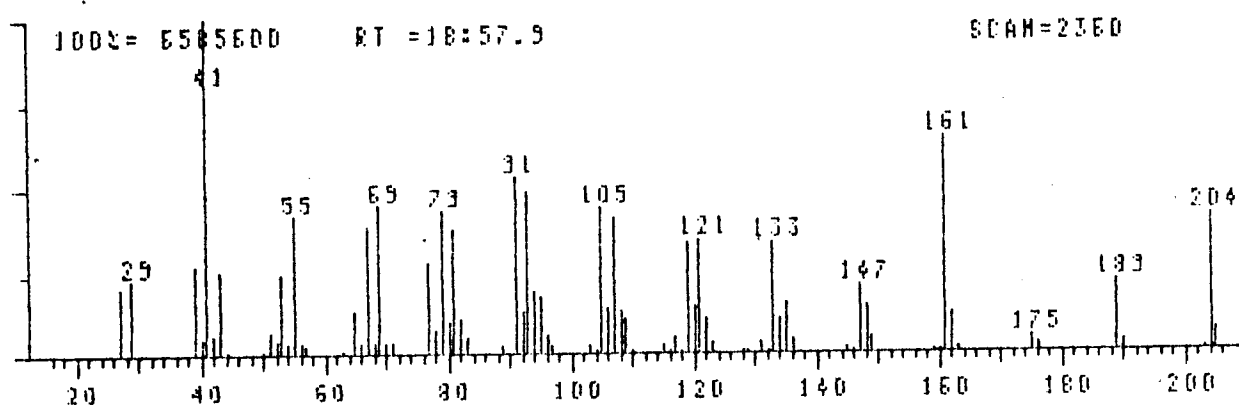


Fig. 69 : Spectre de masse de l'alloromadendrene obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA15

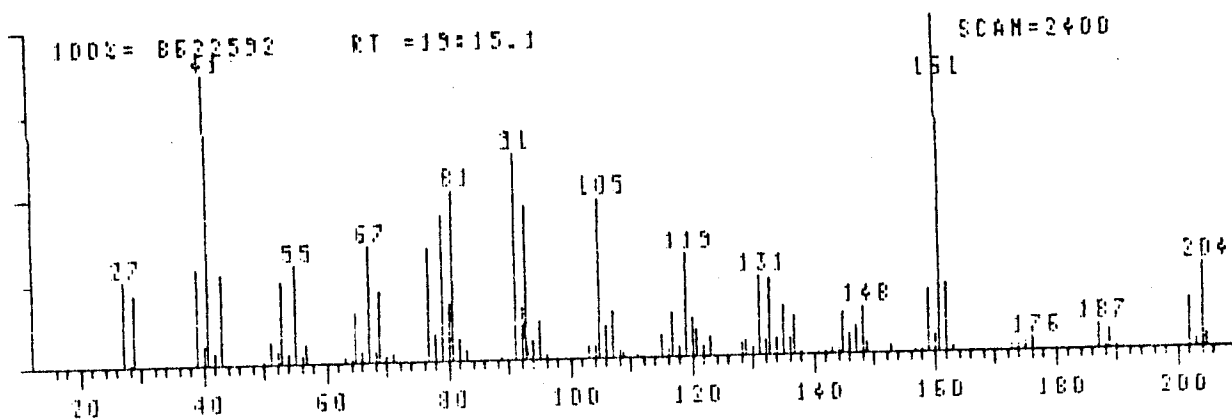


Fig. 70 : Spectre de masse de l' $\alpha$  gurjunene obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15



HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE # : AHA15

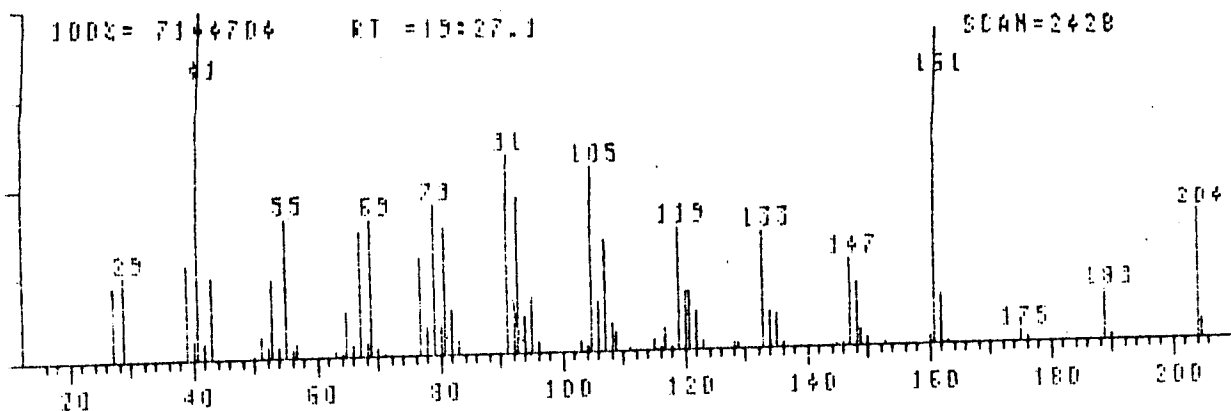


Fig. 71 : Spectre de masse de l' $\alpha$  himachalène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE # : AHA15

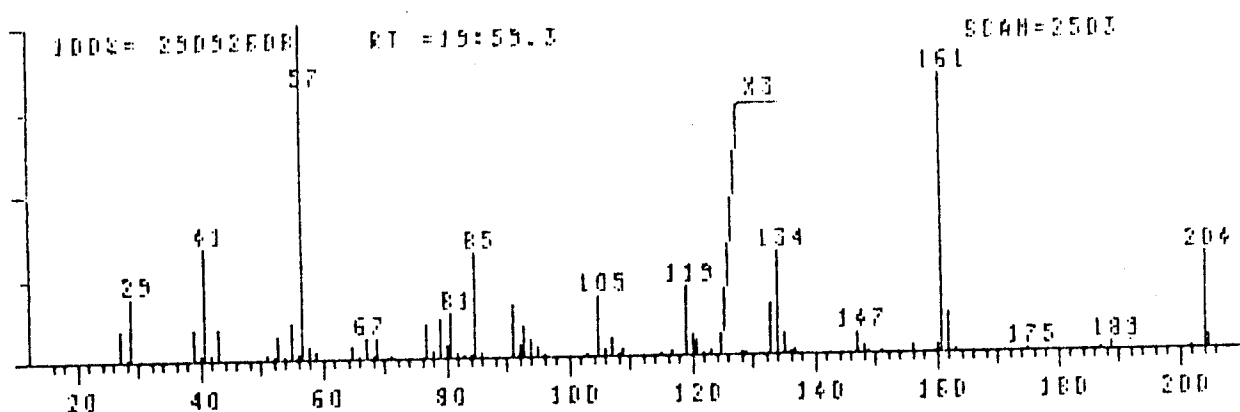


Fig. 72 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié

HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE # : AHA15

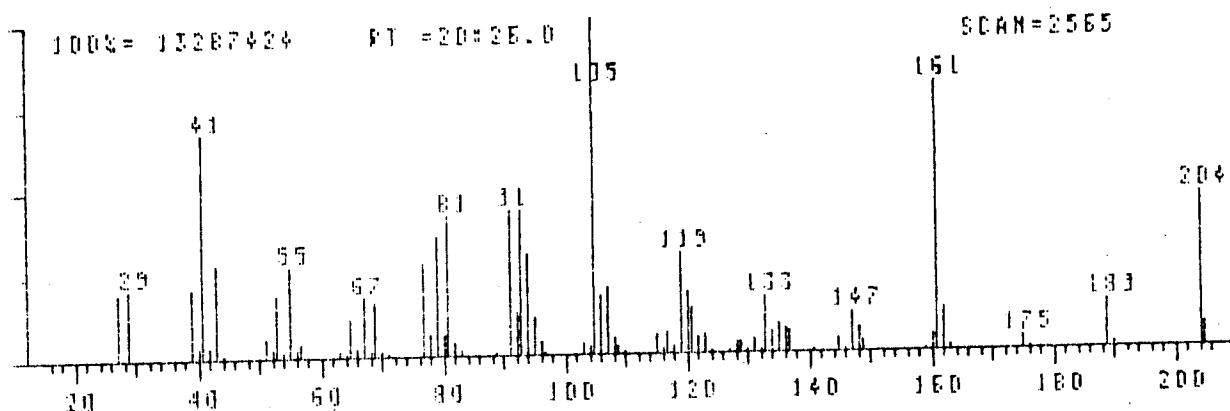


Fig. 73 : Spectre de masse de l' $\alpha$  cadinène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

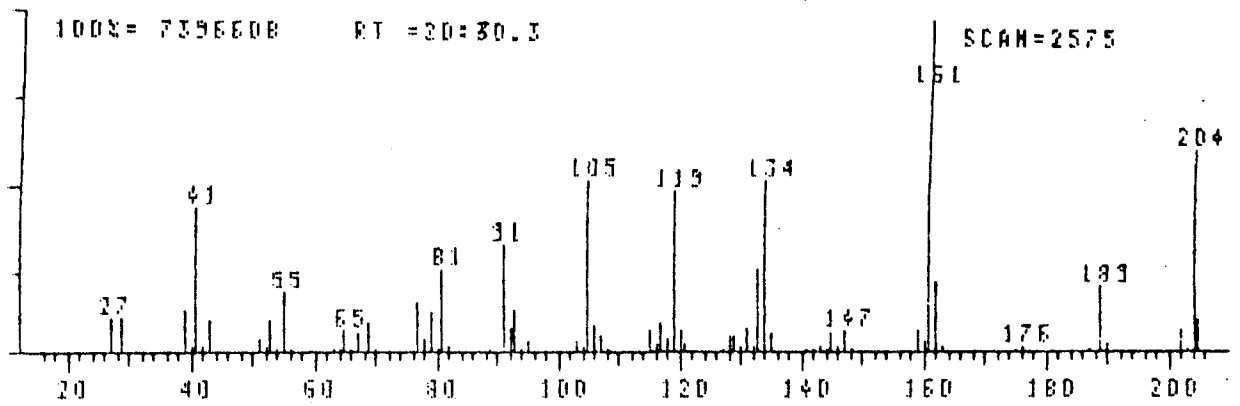


Fig. 74 : Spectre de masse du  $\delta$  cadinène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAN/SIDAR V 3.0  
FILE # AHA15

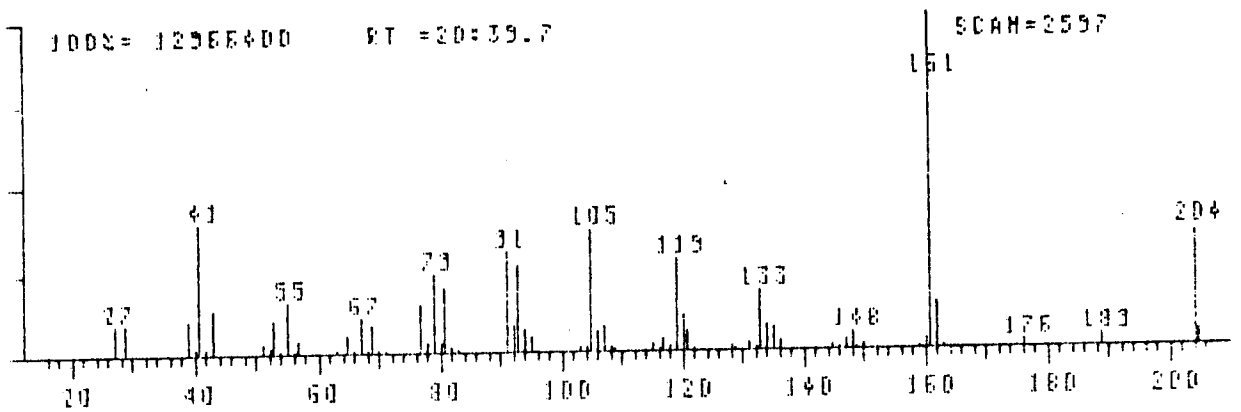


Fig. 75 : Spectre de masse du  $\gamma$  cadinène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

HERNAN/SIDAR V 3.0  
FILE # AHA15

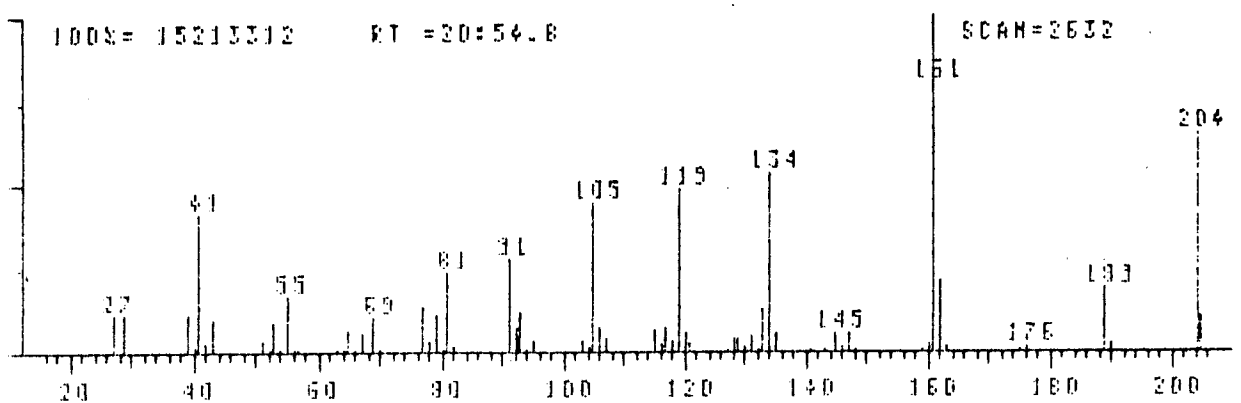


Fig. 76 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié

HERNAD/BJDAR U 3.0  
FILE A: AHA15

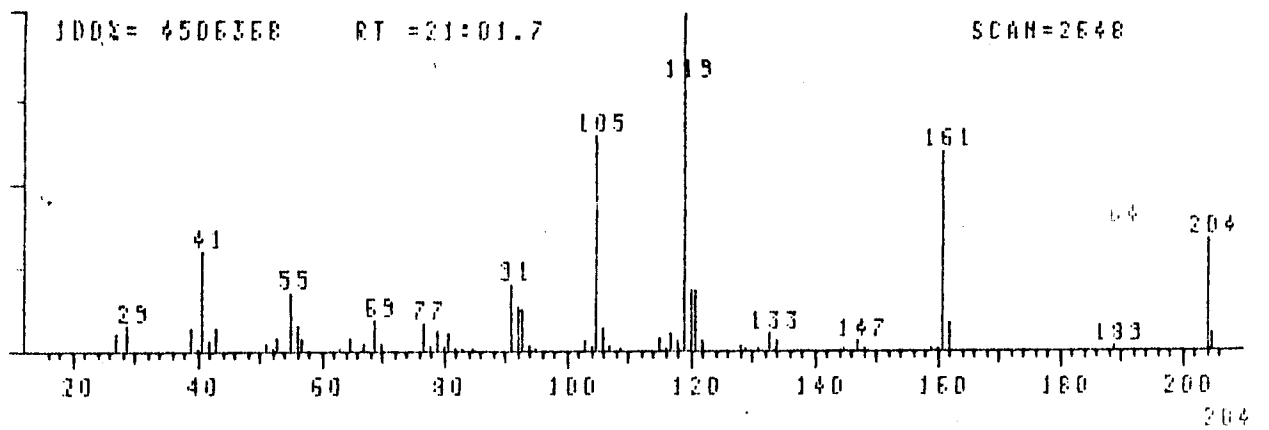


Fig. 77 : Spectre de masse du  $\beta$  murolène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15

120 160 180 200

ge CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié

HERNAD/BJDAR U 3.0  
FILE A: AHA15

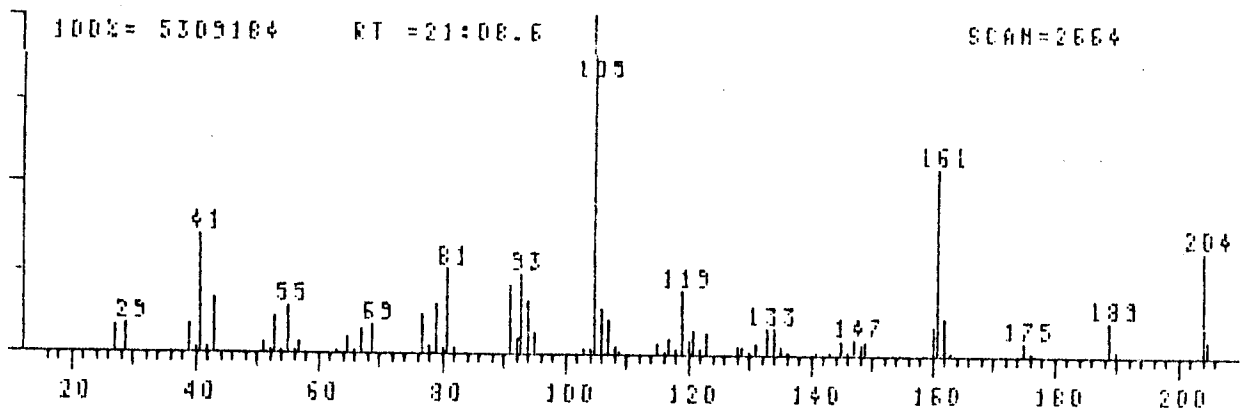


Fig. 78 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 15 : Composé non identifié



Le tableau XXX donne les constituants analysés par couplage chromatographie-spectrométrie de masse de la fraction 20.

Parmi les 36 constituants analysés, 12 n'ont pu être identifiés. Nous avons mis en évidence neuf monoterpènes :

Le 1,8 cinéol, la chrysanthénone, l' $\alpha$  pinène oxyde, le p cymène 7-ol, le safranal, le 2 (méthylallyl) phénol, le dihydrocarvéole  $F_{r2}$ , l'isoeugénol et la carvomenthone.

L' $\alpha$  pinène oxyde, le safranal, le 2 (méthylallyl) phénol et l'isoeugénol n'ont jamais été cités par la littérature comme existant dans les huiles essentielles de cette plante.

Nous avons également identifié 13 constituants sesquiterpéniques dont huit ne sont pas cités par la littérature comme existant dans la plante : l' $\epsilon$  muurolène, le farnésol, le  $\beta$  cadinène, le  $\beta$  et  $\alpha$  himachalène, le germacrène D, l' $\alpha$  caracolène et le lédol. Le  $\gamma$  et  $\alpha$  muurolène, le calaménène et l' $\alpha$  cubébène sont mis en évidence dans les armoises du Maroc, le  $\delta$  cadinène dans l'armoise d'Espagne.

Les ionènes ainsi que leurs dérivés ionones ont été mis en évidence par Braude et al (110) et Ruzicka et al (111) dans les huiles essentielles des rhizomes d'Iris.

#### III-4 : CONCLUSION

Exception faite pour la chrysanthénone, pour les constituants monoterpéniques, l' $\alpha$  himachalène et le  $\delta$  cadinène pour les sesquiterpènes, on ne retrouve pas les mêmes constituants dans les fractions analysées par CG/SM.

Devant l'apparition simple des chromatogrammes enregistrés lors de la détermination des chemotypes de la plante, l'analyse de ces fractions révèle l'extrême complexité de la composition des huiles essentielles de l'armoise blanche.

A notre connaissance, ce travail est original pour cette plante. En effet, la littérature ne cite pas de travaux similaires en particulier d'analyse de fractions d'huiles essentielles enrichies en produit sesquiterpéniques par distillation utilisant une colonne à bande tournante sous pression réduite.



Des travaux similaires concernant les fractions de produits oxygénés et sesquiterpènes ont été exécutés sur les huiles d'ylang ylang et basilique (58) et sur les huiles de vétiver bourbon (59).

Les huiles essentielles d'ylang ylang et vétiver bourbon sont très denses et très riches en constituants sesquiterpéniques.

Ce travail a permis également la mise en évidence de monoterpènes non cités par la littérature dans cette plante.

Au total et pour les deux fractions analysées, l'étude a permis l'identification par leur spectre de masse de :

- Onze nouveaux monoterpènes : le trans pinène 3-ol, le myrcène, le 3,7 dimethyl 1,6 octadiène, l'isobornéol, le néohydrocarvéol, le perillaldehyde, l'ascaridole, l' $\alpha$  pinène oxyde, le safranal, le 2 (methylallyl) phénol et l'isoeugénol.
- Un hydrocarbure : le ionène.
- Treize nouveaux sesquiterpènes : le longifolène, l' $\alpha$  cédrol, l' $\alpha$  gurjunène, l' $\alpha$  et  $\beta$  himachalène, l' $\alpha$  et  $\beta$  cadinène, l' $\epsilon$  et  $\beta$  muurolène, le farnésol, le germacrène D, l' $\alpha$  caracolène et le lédol.

Tableau XXX : Constituants analysés par CG/SM de la fraction 20

N°	RT	Terpénoïdes	Ref.
1	6,56	1,8 cinéol	(33),(38)
2	8,50	NI	
3	9,23	Chrysanthénone	(33)
4	9,49	$\alpha$ pinène oxyde	(33)
5	10,52	P cymène 7-ol	(33)
6	11,09	NI	
7	11,32	NI	
8	12,15	Safranal	(33),(37),(38)
9	12,29	2 (methylallyl) phénol	(33)
10	13,22	NI	
11	13,48	NI	
12	14,16	NI	
13	14,38	Dihydrocarvéol F <sub>12</sub>	(33)
14	14,45	NI	
15	15,32	NI	
16	15,59	Isoeugénol	(33),(38),(64)
17	16,08	Carvomenthone	(33)
18	16,57	$\epsilon$ muurolène	(40),(41)
19	17,18	Fanésolé	(41),(38)
20	17,35	Calaménène	(51)
21	17,58	$\gamma$ muurolène	(41),(56),(57)
22	18,30	$\beta$ cadinène	(41),(40)
23	19,00	NI	
24	19,26	NI	
25	19,35	$\beta$ himachalène	(41)
26	19,38	Mélange ( $\beta+\alpha$ ) himachalène	
27	19,44	$\alpha$ himachalène	(41)
28	19,59	Germacrène D	(44),(45)
29	20,06	NI	
30	20,18	NI	
31	20,21	Ionène	(41)
32	20,34	$\delta$ cadinène	(40),(41),(47),(44)
33	20,41	$\alpha$ cubébène	(41)
34	20,45	$\alpha$ caracolène	(41)
35	20,50	$\alpha$ muurolène	(40),(41),(47),(56),(57)
36	21,01	Lédol	(38),(46)

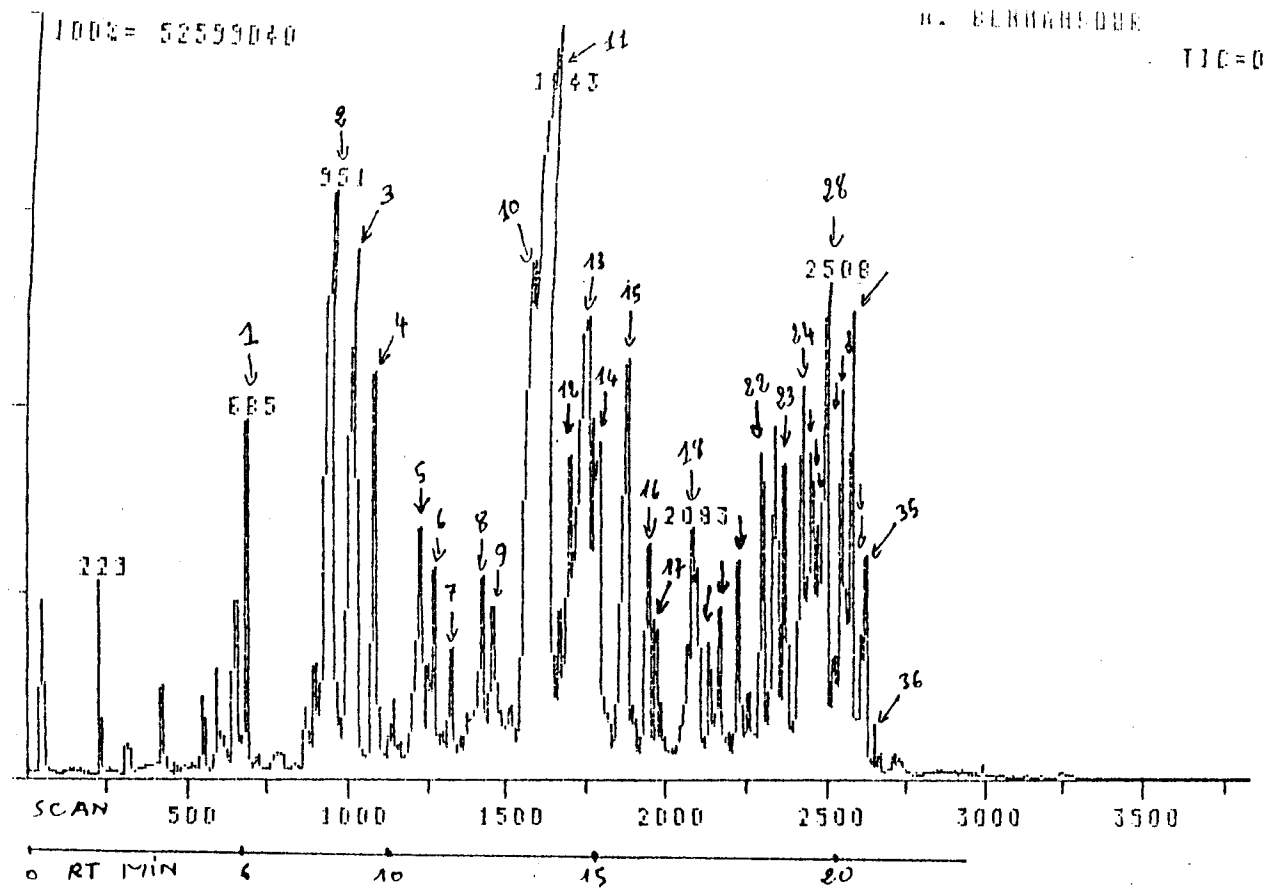


Fig. 79 (a) : Chromatogramme sur OVI de la fraction 20 des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba* obtenue par fractionnement sur colonne à bande tournante

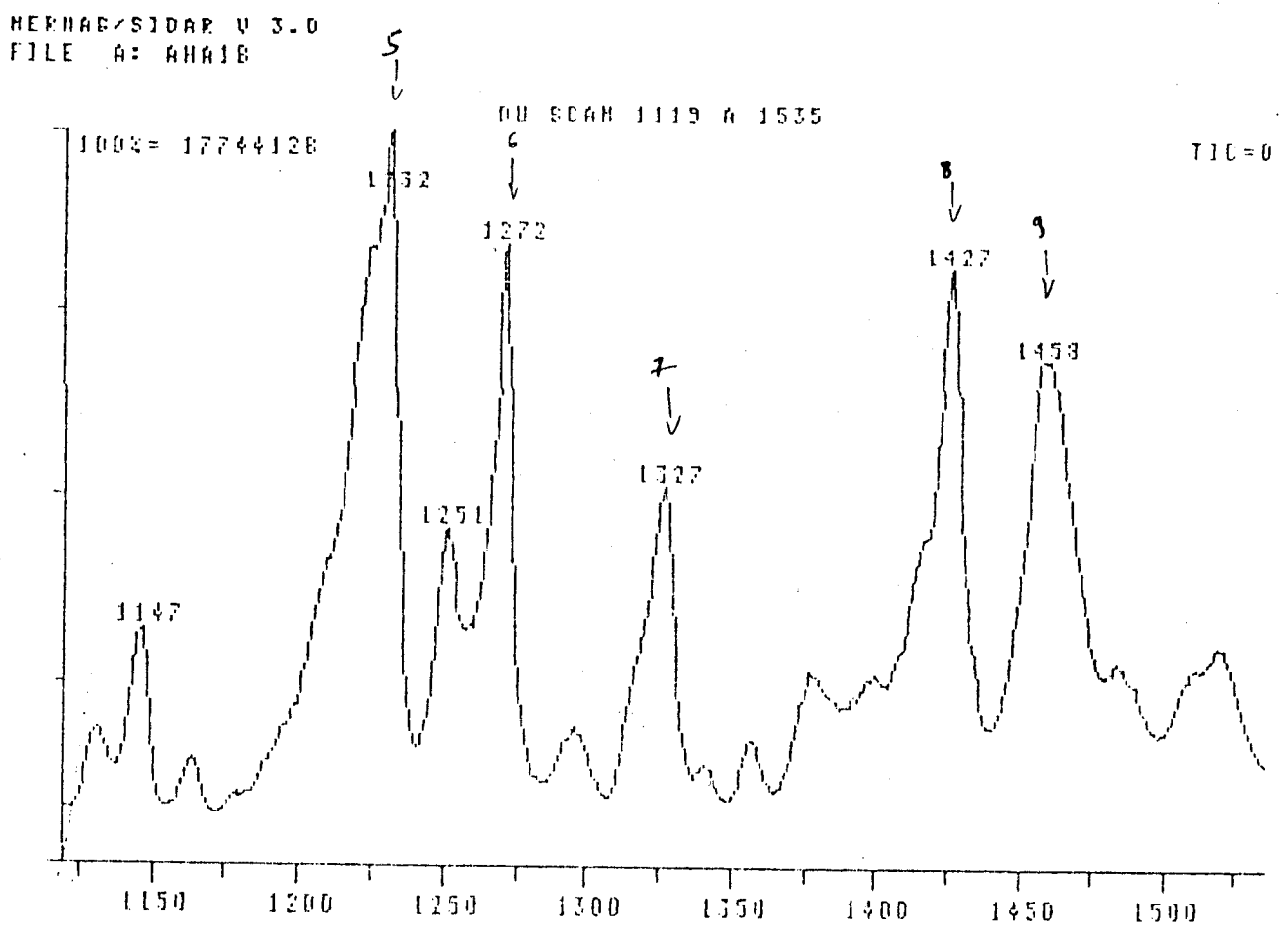


Fig. 79 (b) : Chromatogramme étalé entre 1100 et 1550 Scan de la fraction 20 des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba*

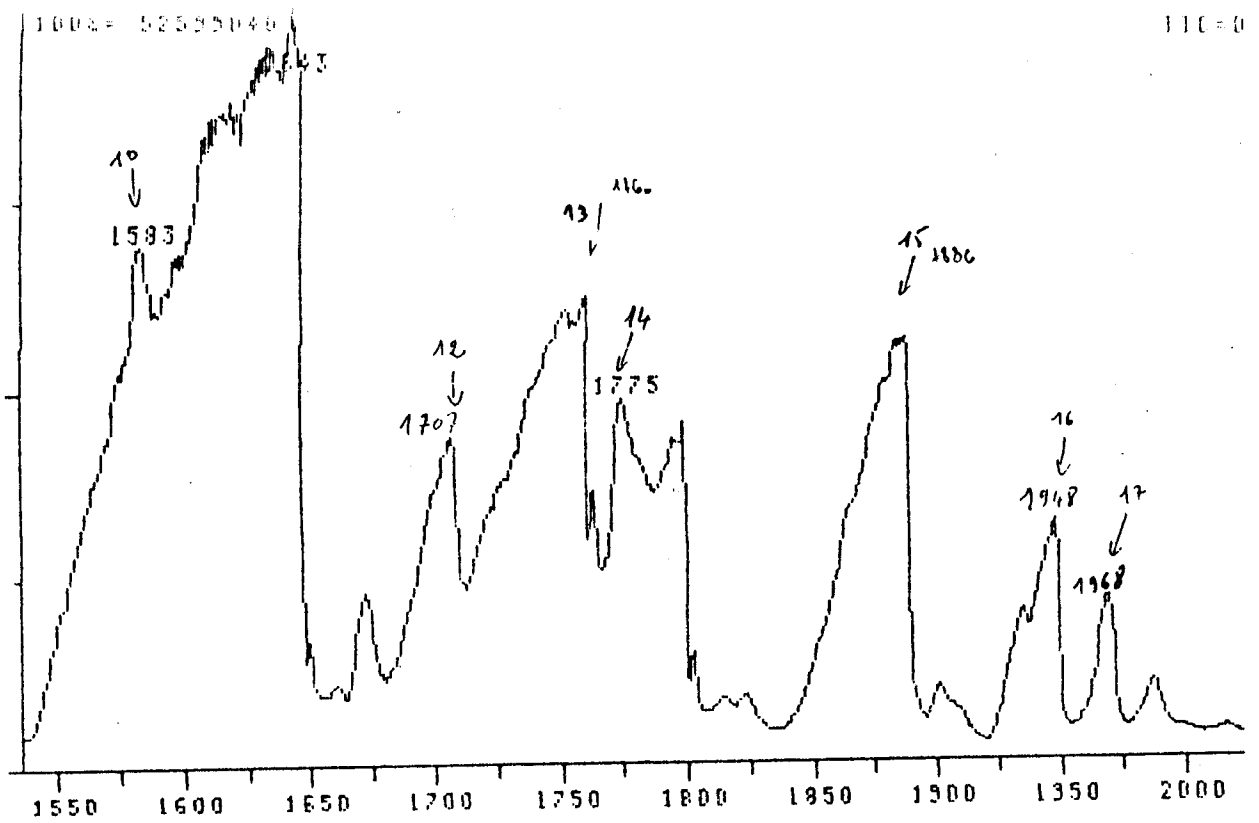


Fig. 79(c) : Chromatogramme étalé entre 1550 et 2000 Scan de la fraction 20  
des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba*

HERNAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

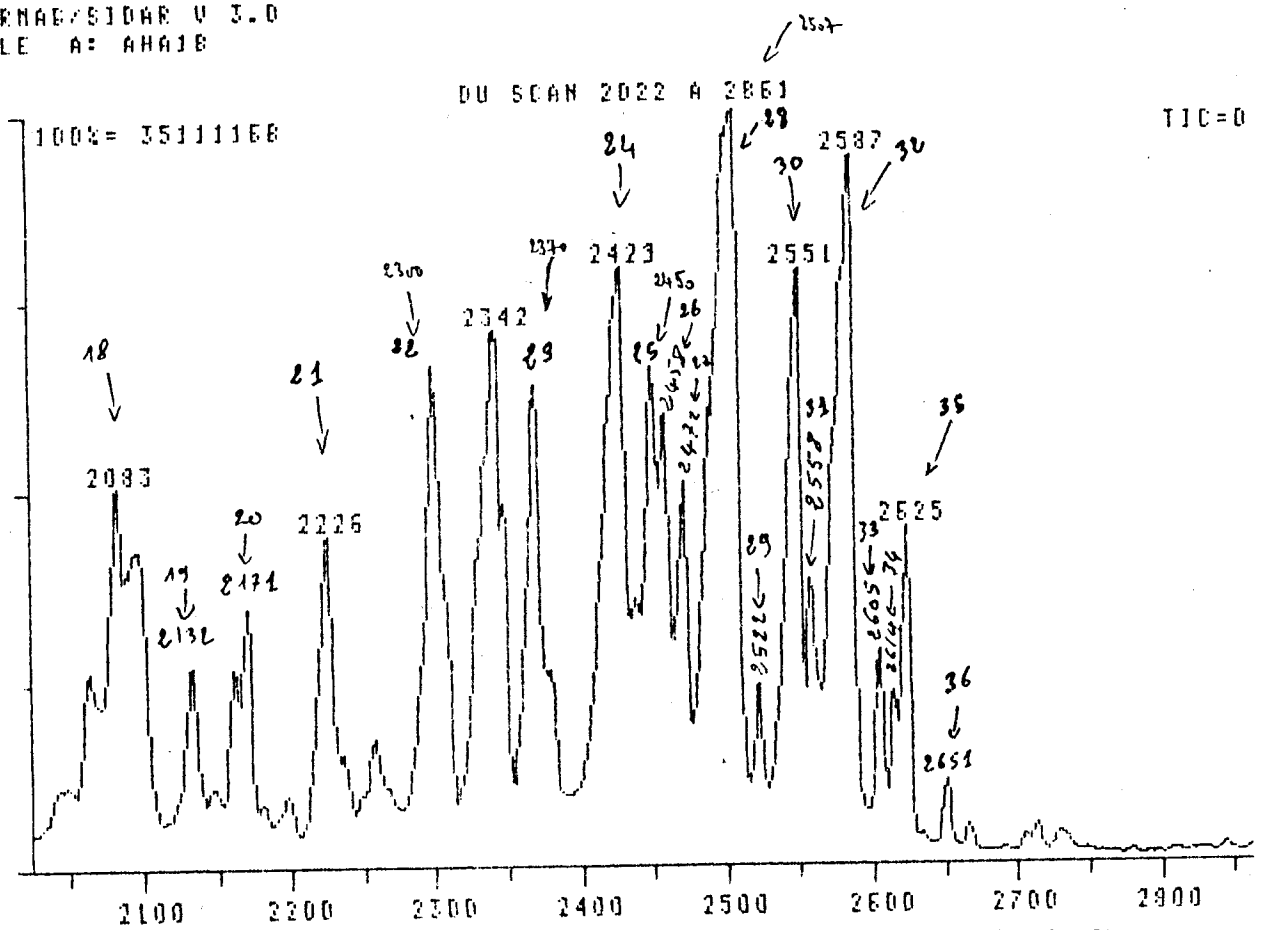


Fig. 79(d) : Chromatogramme étalé entre 2000 et 2800 Scan de la fraction 20  
des huiles essentielles d'*Artemisia herba alba*



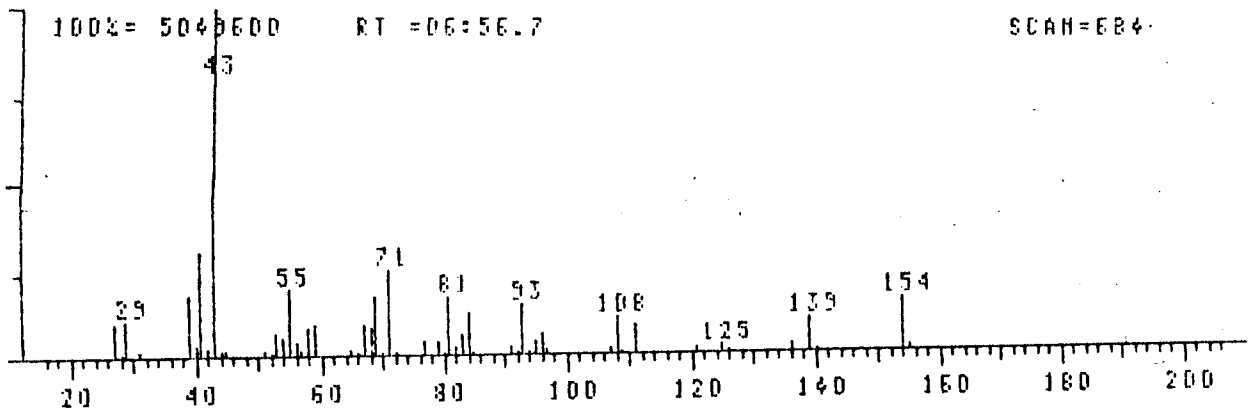


Fig. 80 : Spectre de masse du 1,8 cinéol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

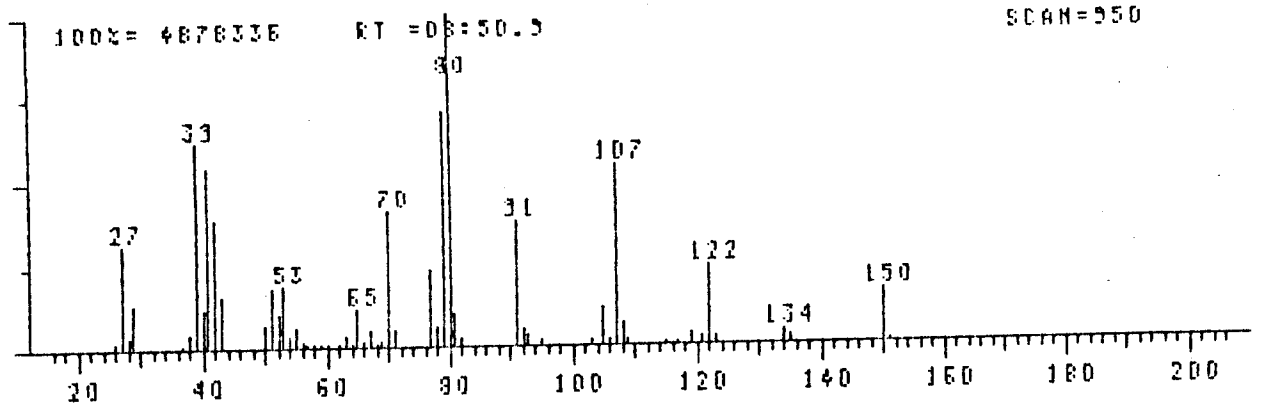


Fig. 81 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié

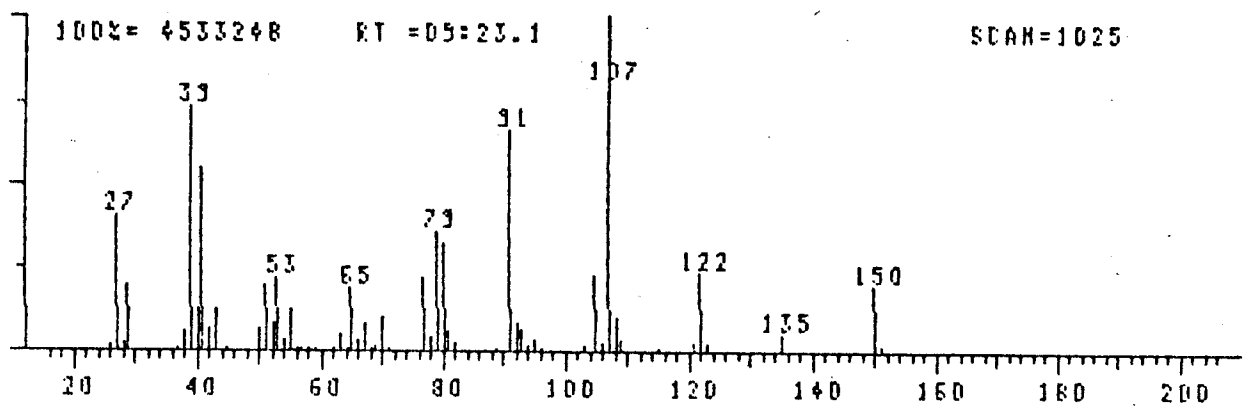


Fig. 82 : Spectre de masse de la chrysanthénone obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20



HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

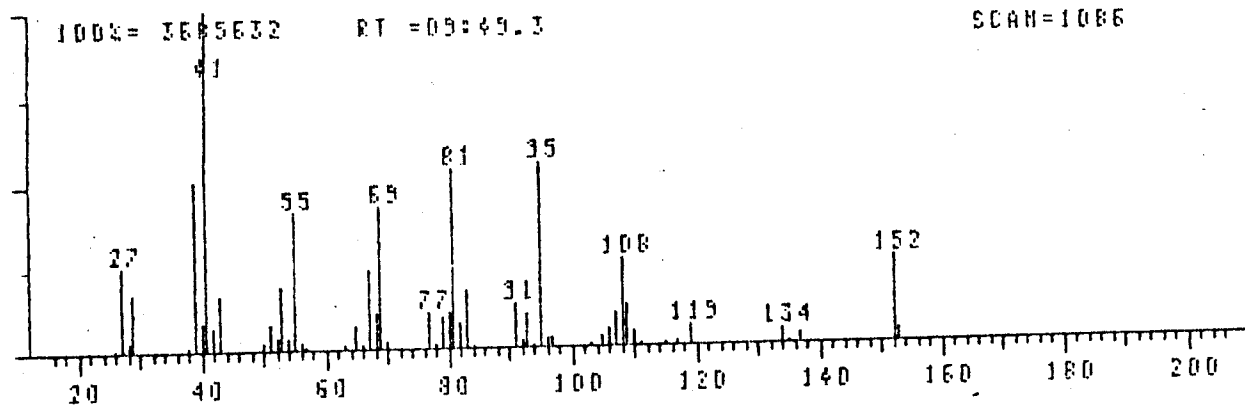


Fig. 83 : Spectre de masse de l' $\alpha$  pinène oxyde obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

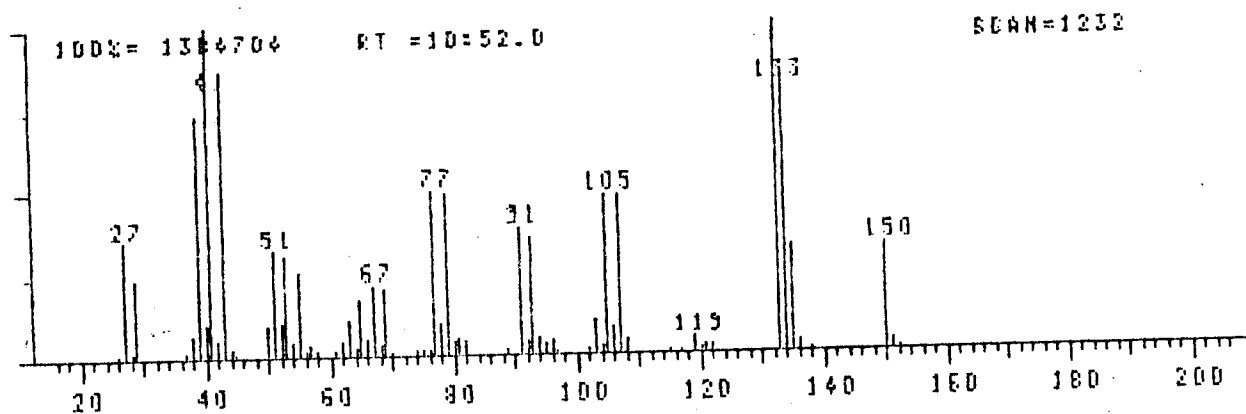


Fig. 84 : Spectre de masse du P-cymène 7-ol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

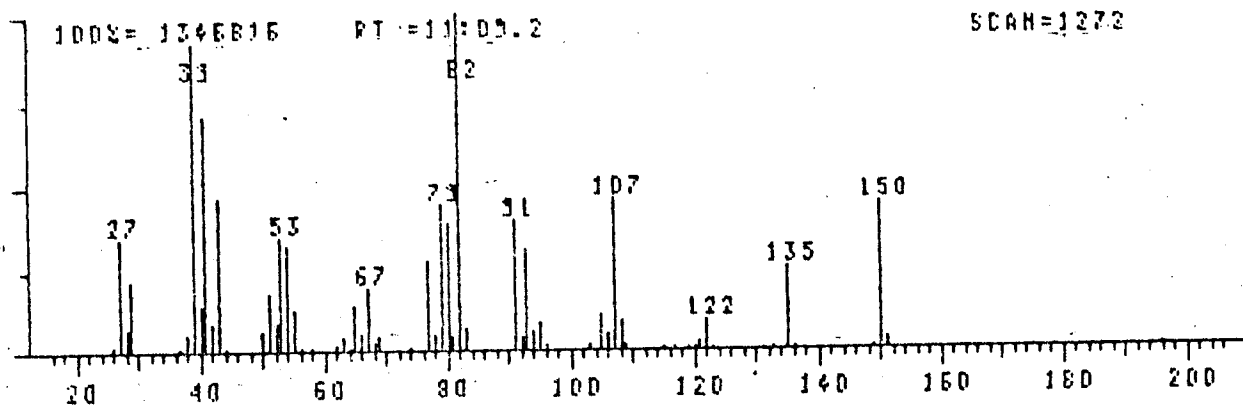


Fig. 85 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié



HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE # AHA18

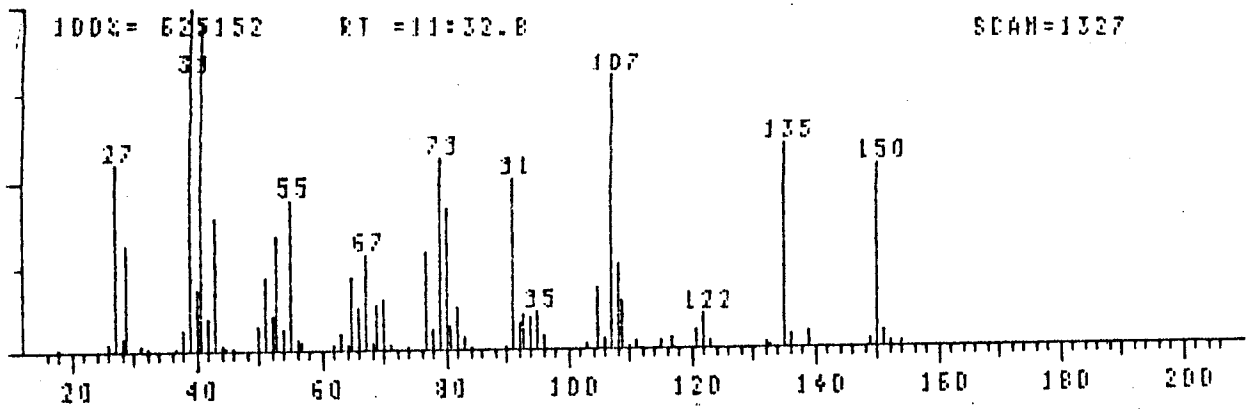


Fig. 86 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié

HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE # AHA18

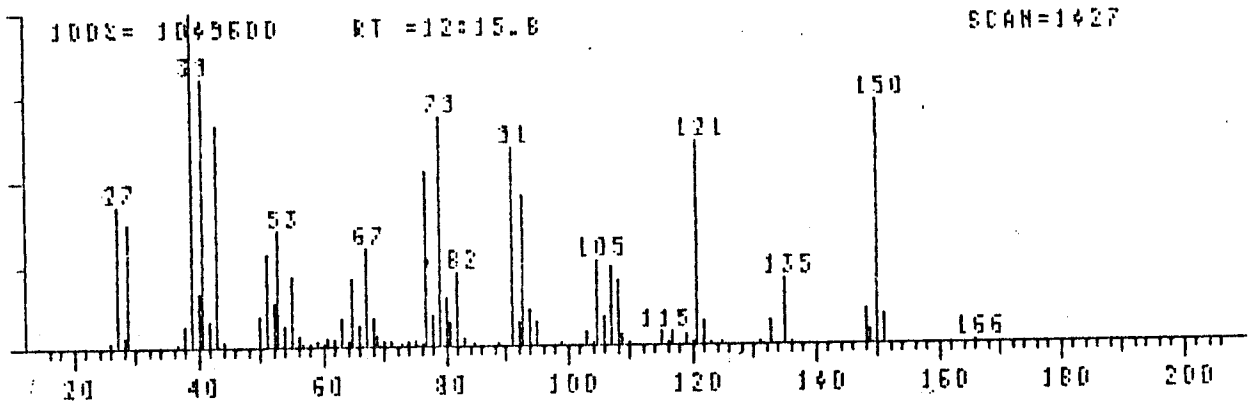


Fig. 87 : Spectre de masse du safranal obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE # AHA18

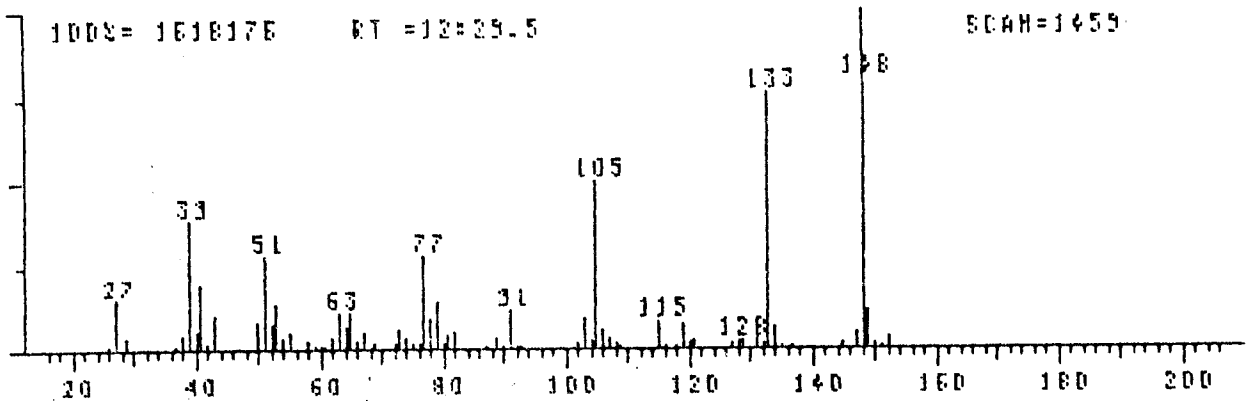


Fig. 88 : Spectre de masse du 2 (méthylallyl) phénol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20



HERNAD/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

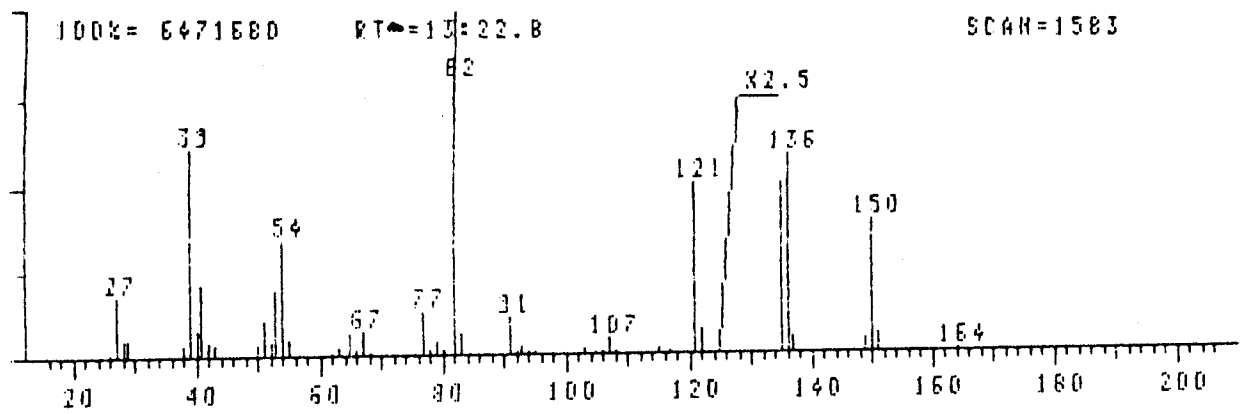


Fig. 89 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié

HERNAD/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

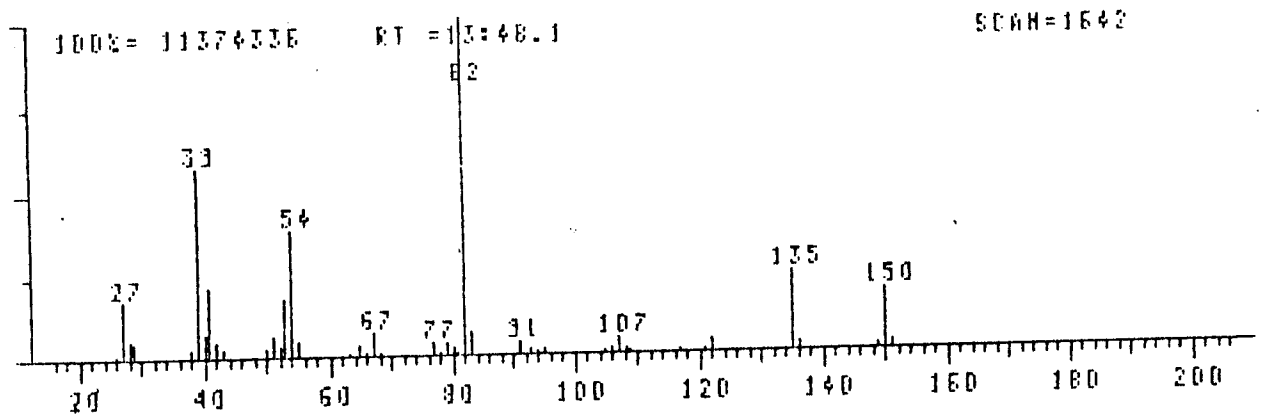


Fig. 90 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié

HERNAD/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

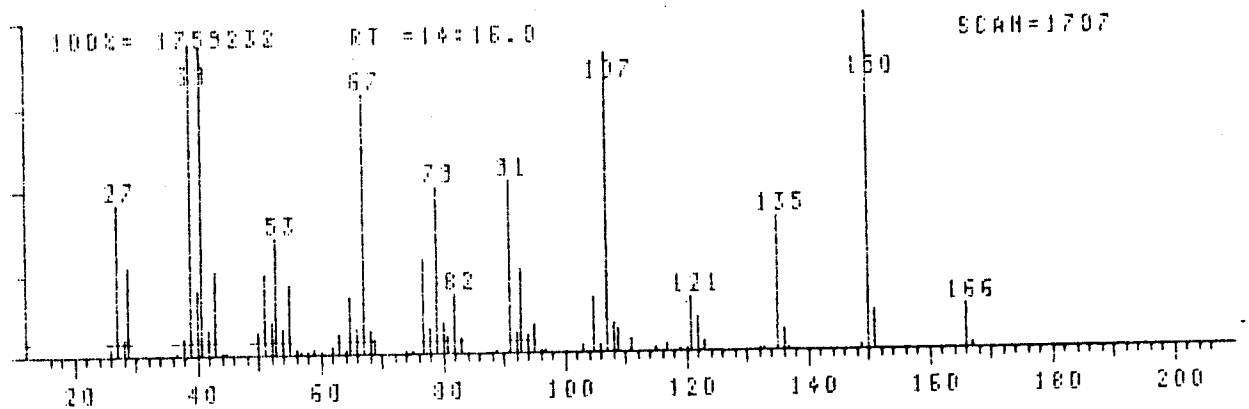


Fig. 91 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié



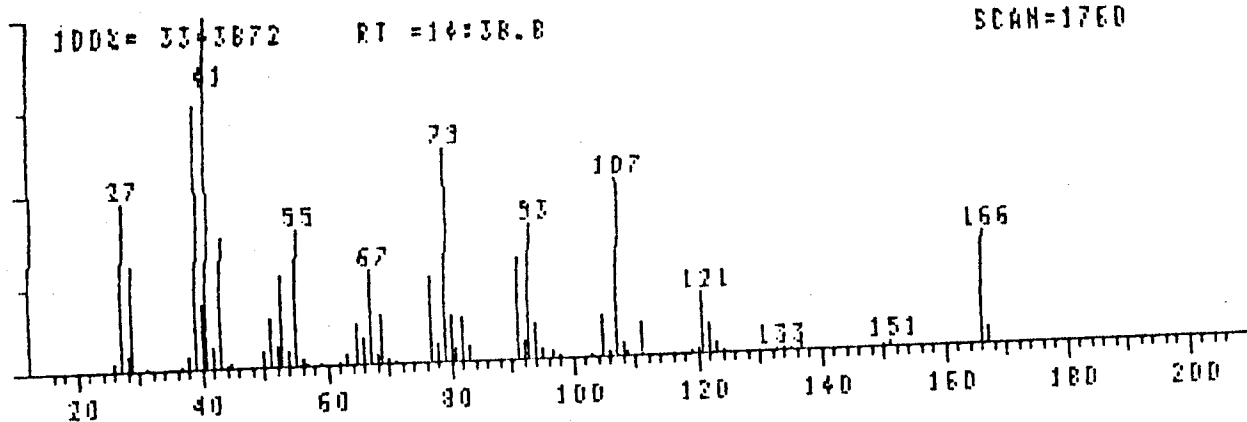


Fig. 92 : Spectre de masse du dihydrocarvyl Fr<sub>2</sub> obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

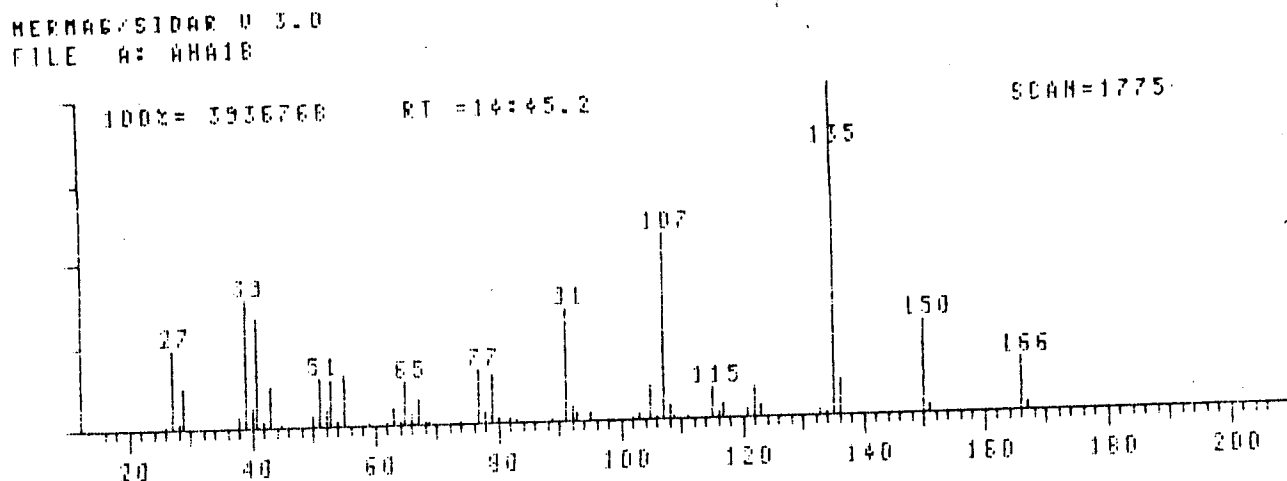


Fig. 93 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié

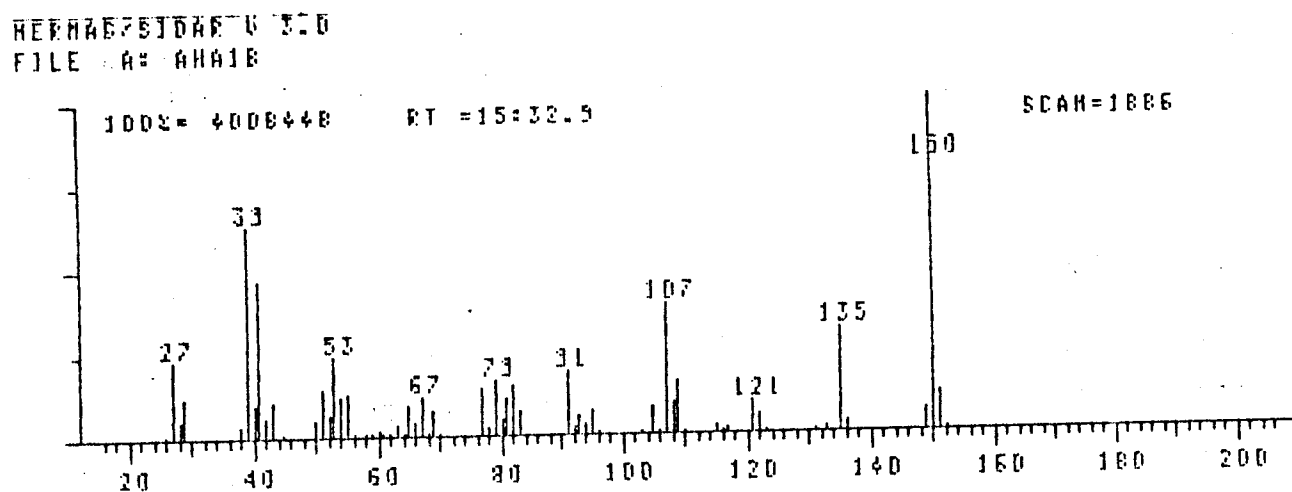


Fig. 94 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié



HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA18

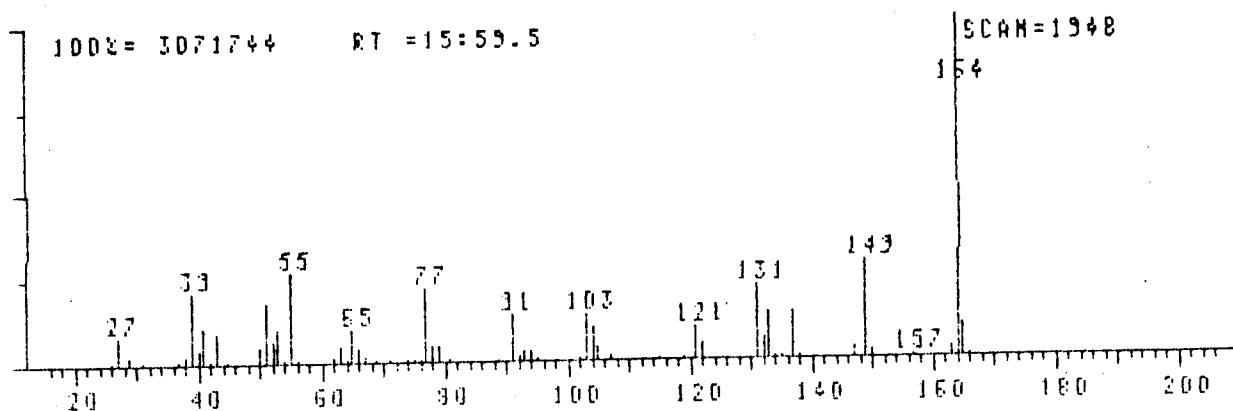


Fig. 95 : Spectre de masse de l'isoeugénol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA18

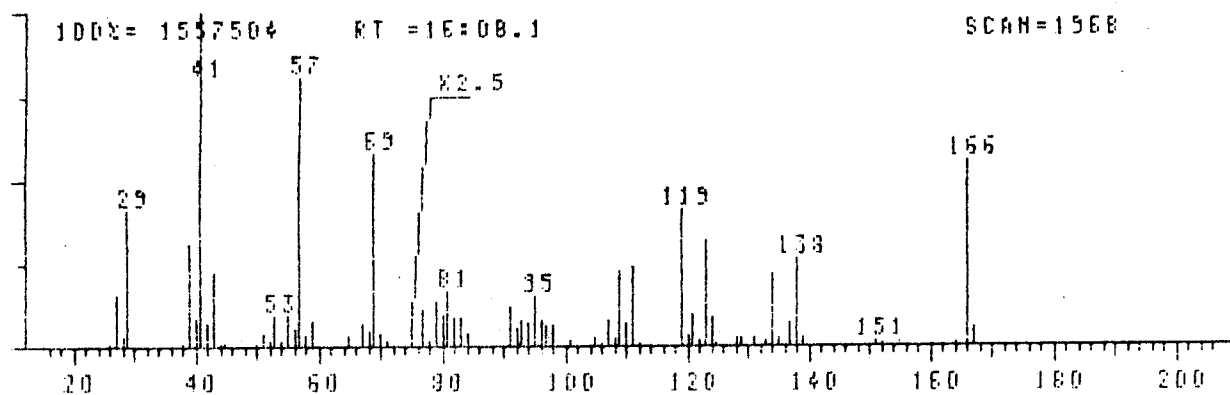


Fig. 96 : Spectre de masse de la carvomenthone obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20



HERNAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

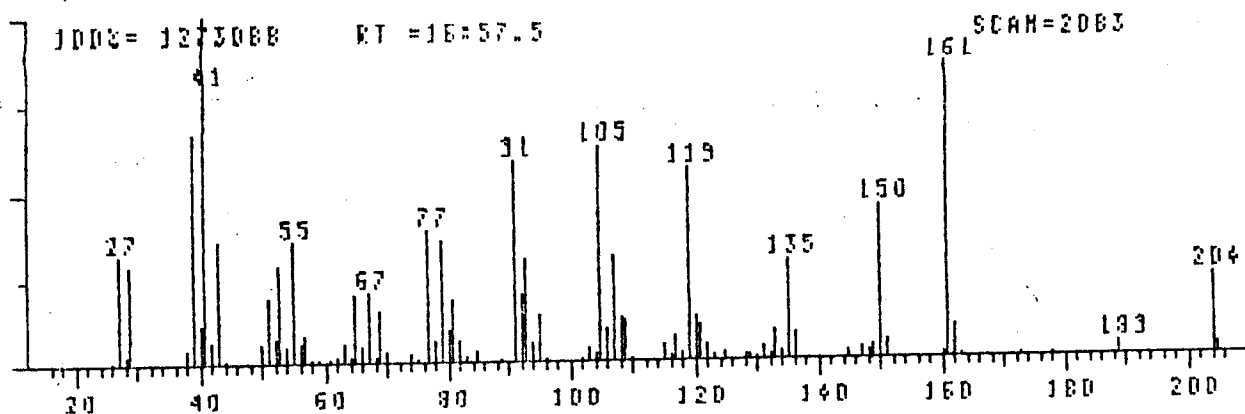


Fig. 97 : Spectre de masse de l' $\alpha$ -murolène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

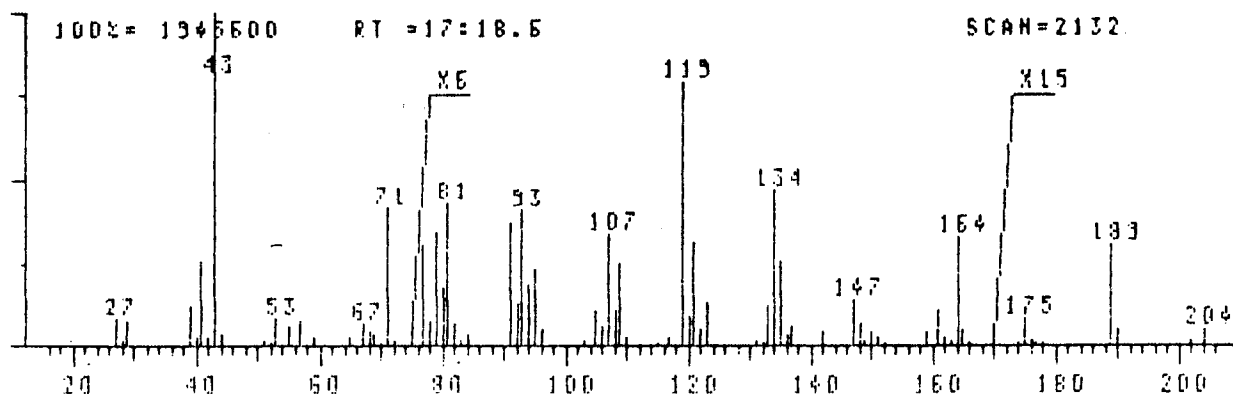


Fig. 98 : Spectre de masse du farnésol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

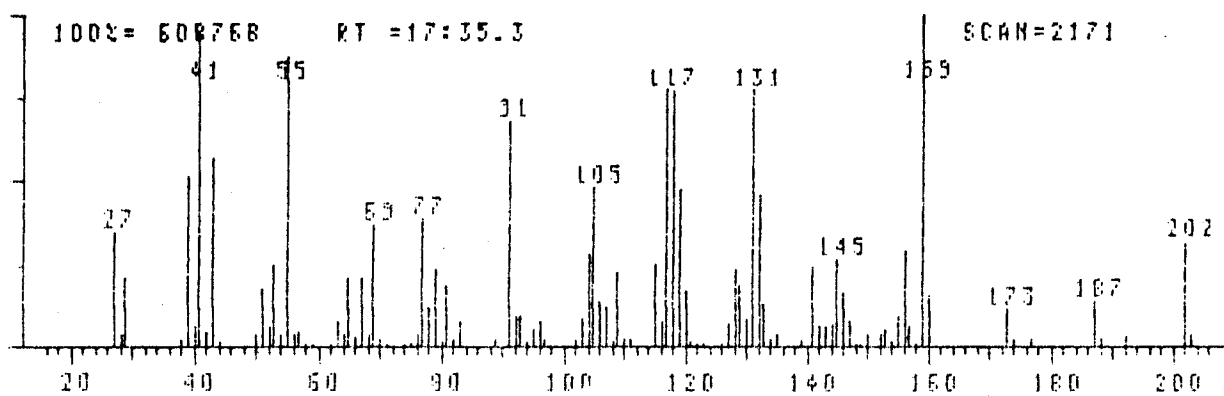


Fig. 99 : Spectre de masse du calaménène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAN/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHAJB

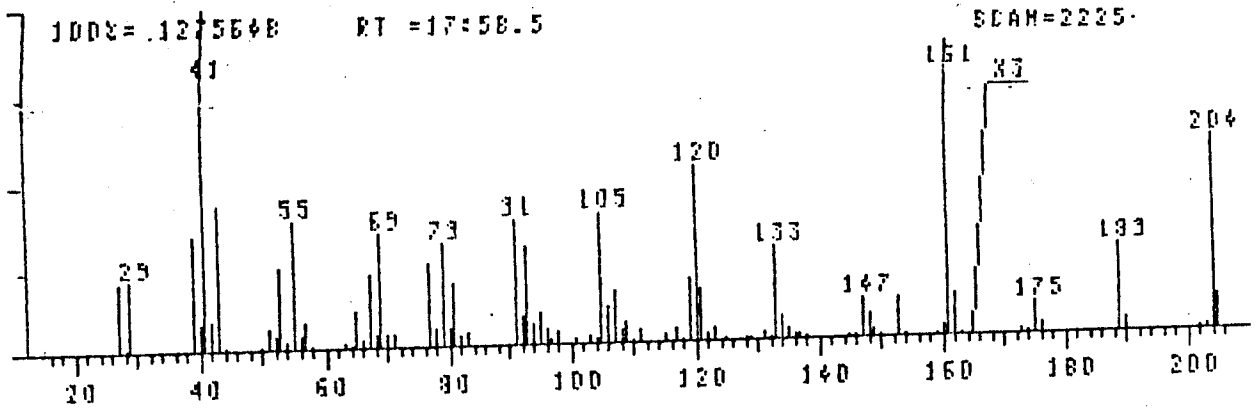


Fig. 100 : Spectre de masse du  $\gamma$  muurolène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAN/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHAJB

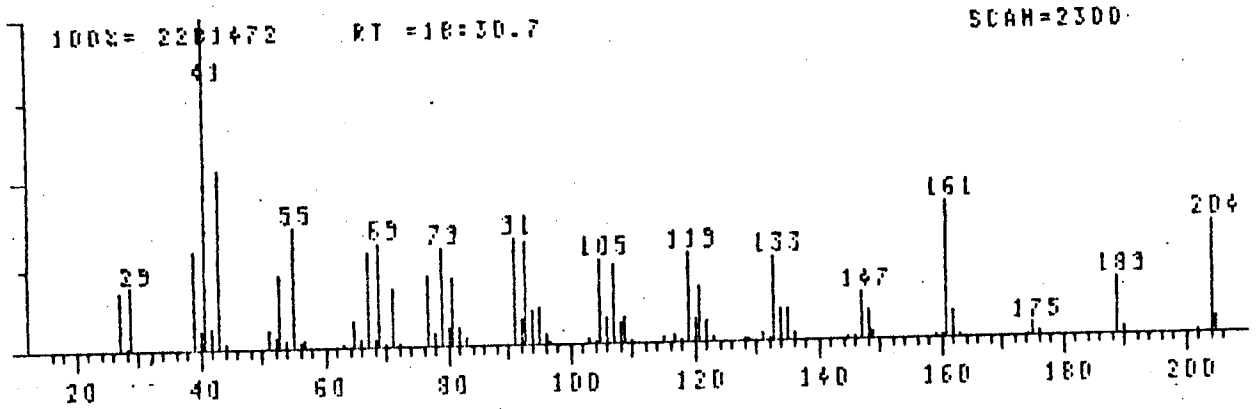


Fig. 101 : Spectre de masse du  $\beta$  cadinène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAN/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHAJB

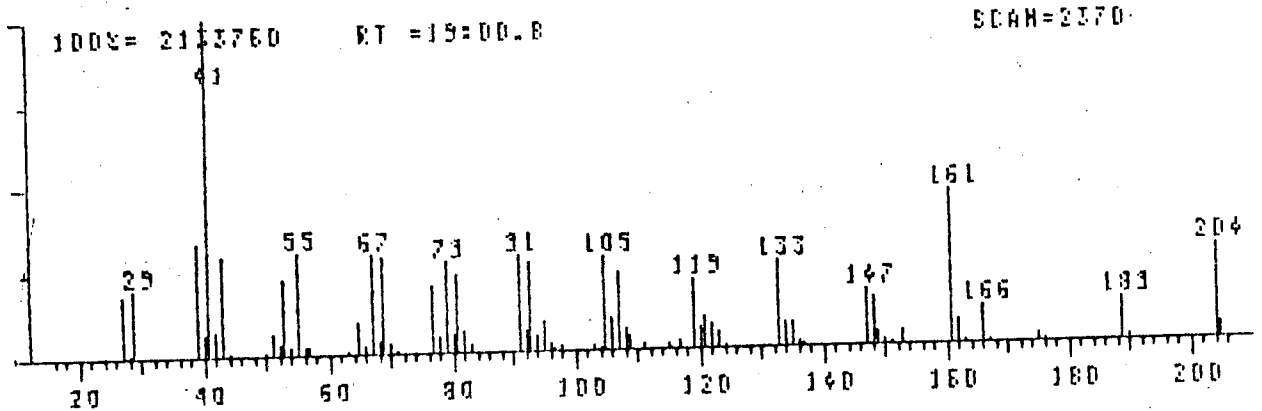


Fig. 102 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié





HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

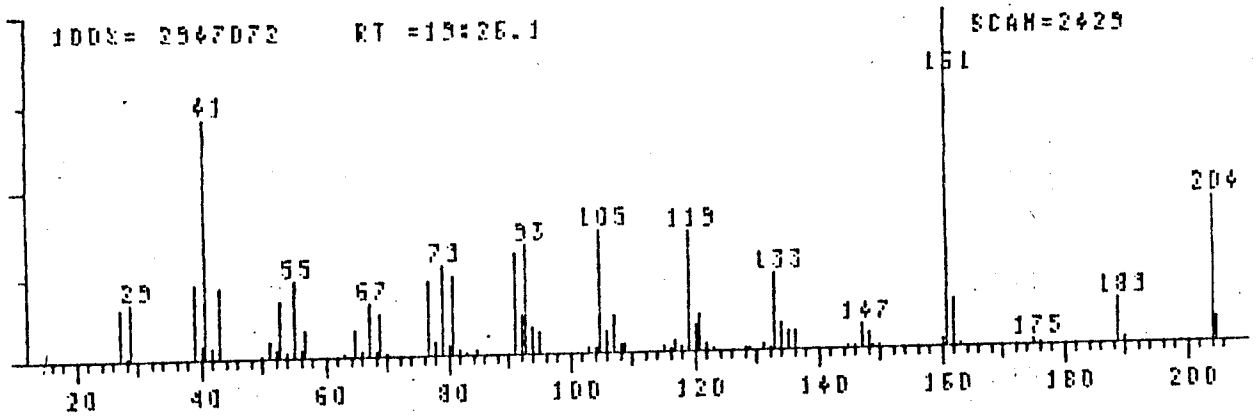


Fig. 103 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié

HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

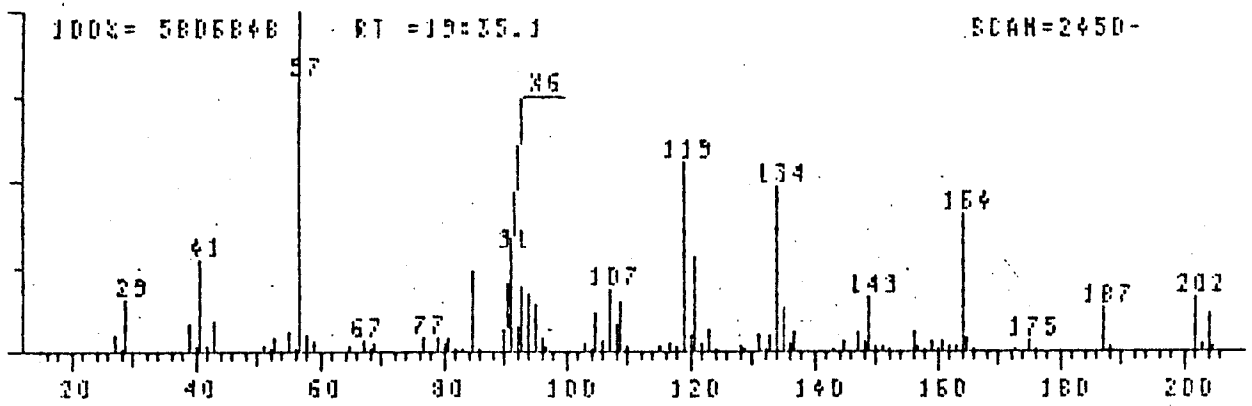


Fig. 104 : Spectre de masse du  $\beta$  himachalène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAC/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

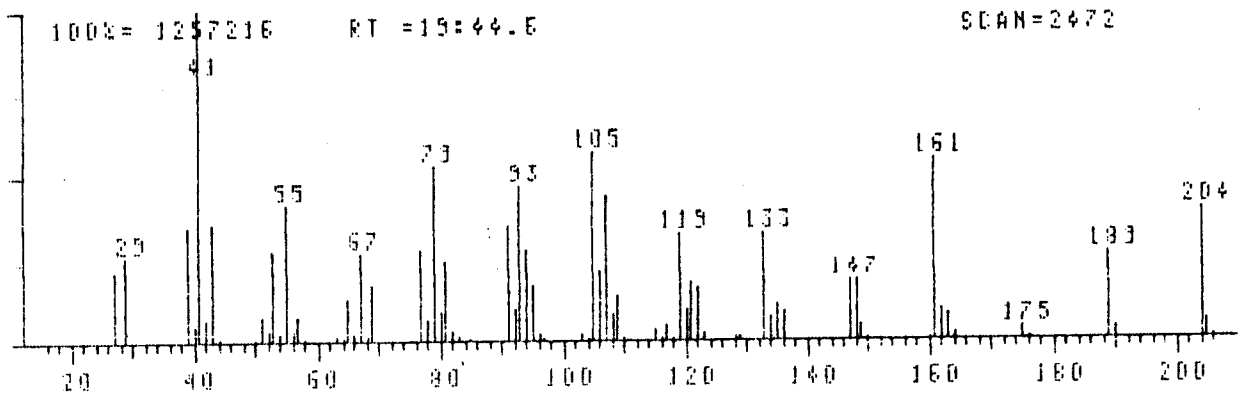


Fig. 106 : Spectre de masse de l' $\alpha$  himachalène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20



HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA18

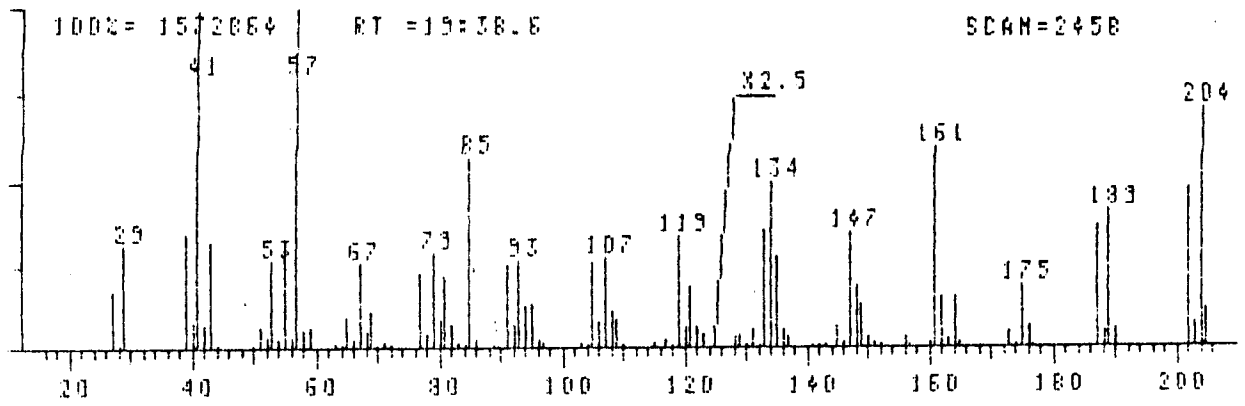


Fig. 105 (a) : Spectre de masse du mélange ( $\beta$ + $\alpha$ ) himachalène  
obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERMAG/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA18

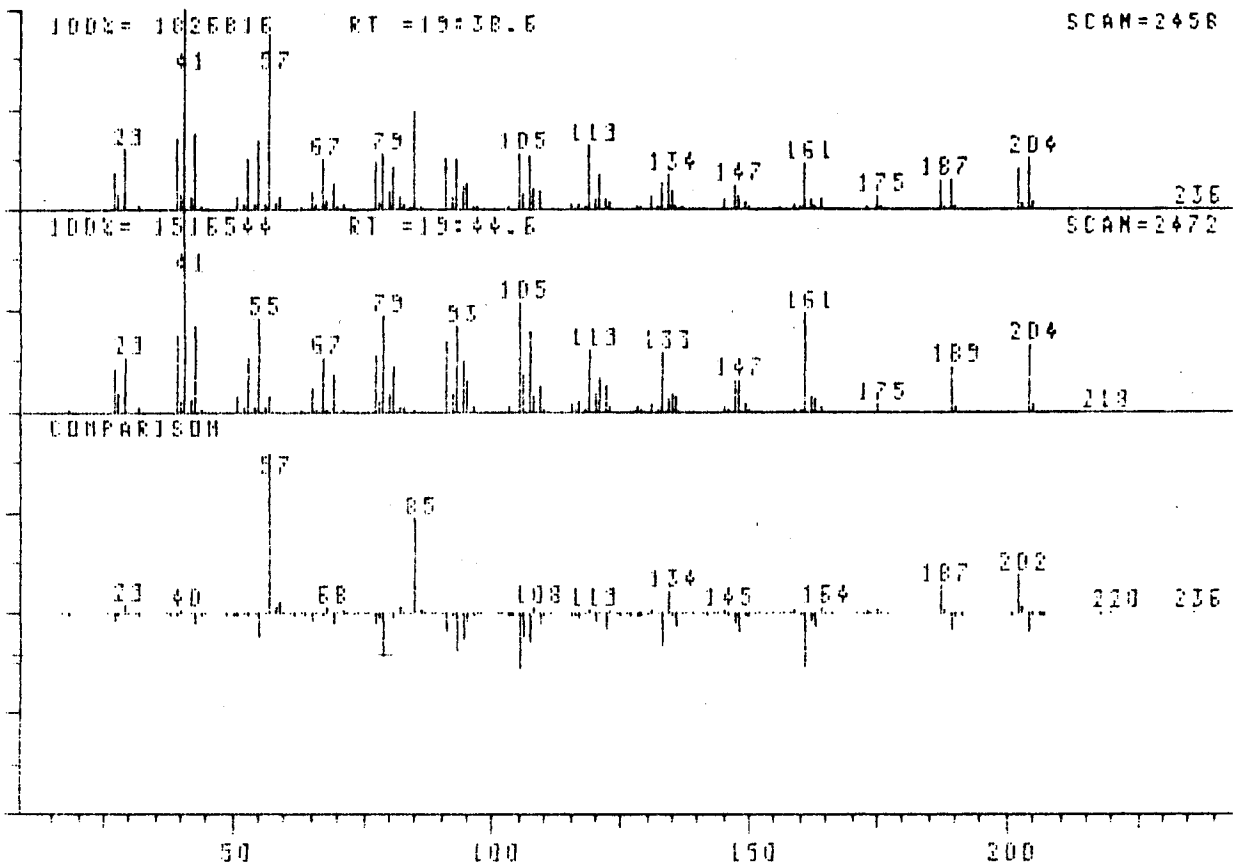


Fig. 105 (b) : Comparaison spectrale : 1 - avec le  $\beta$  himachalène 2 - avec l' $\alpha$  himachalène

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE # : AHA1B 02.0

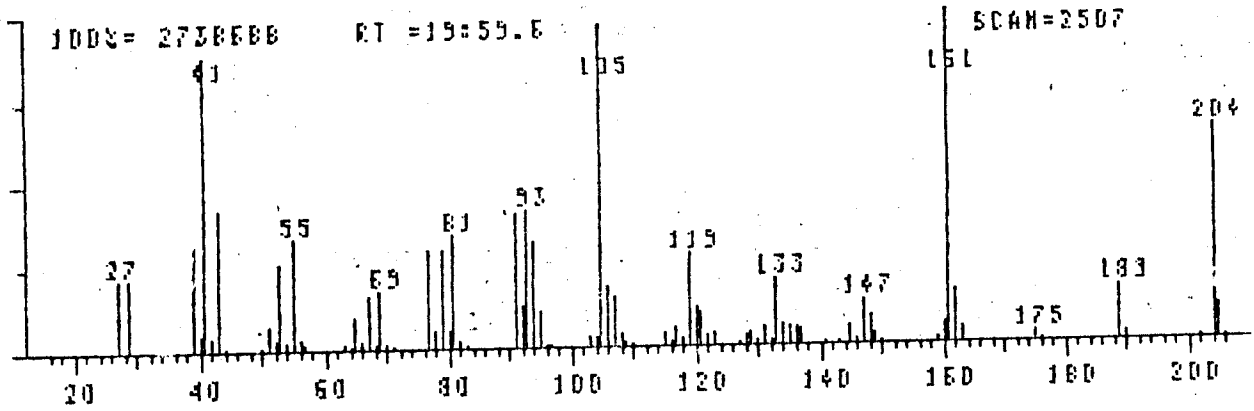


Fig. 107 : Spectre de masse du germacrène D obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE # : AHA1B

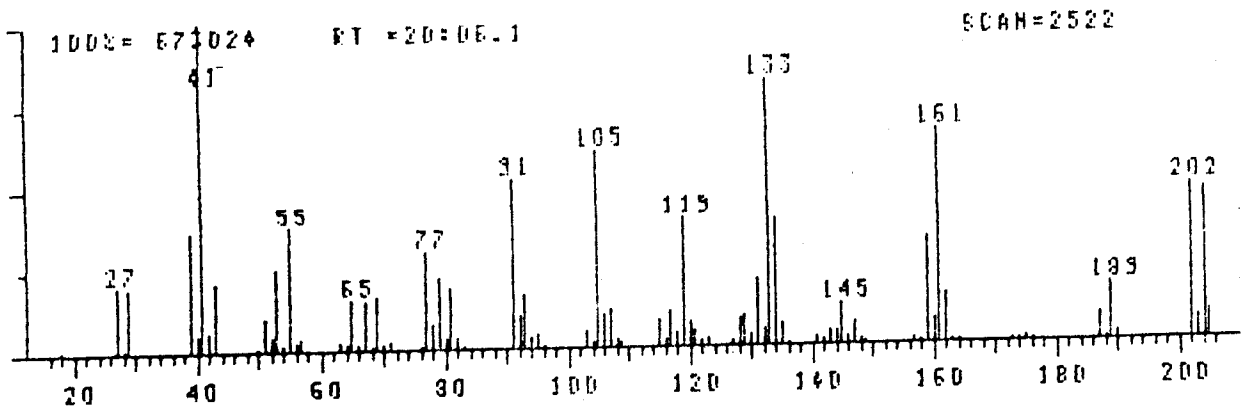


Fig. 108 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE # : AHA1B

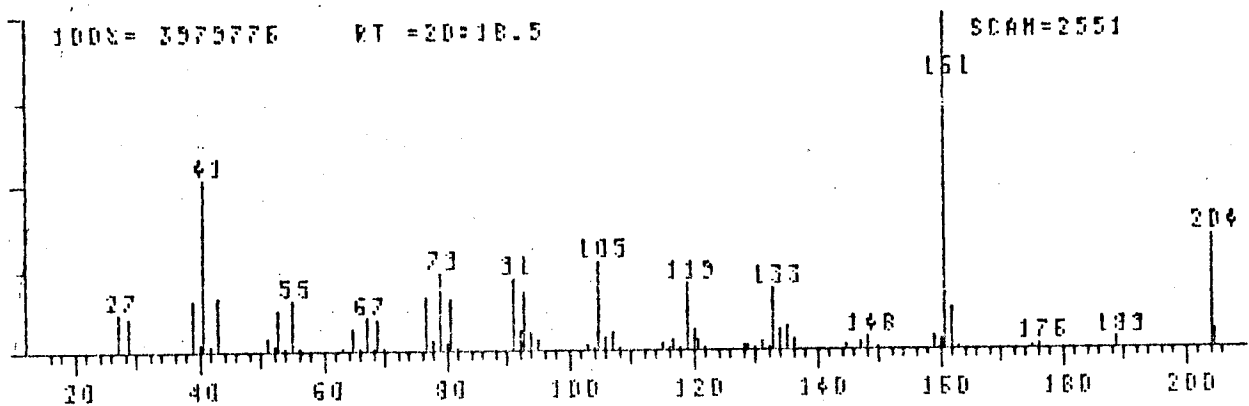
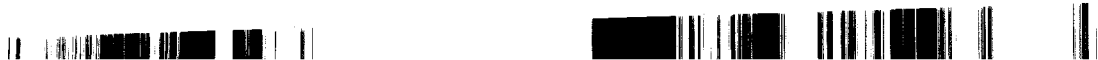


Fig. 109 : Spectre de masse obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20 : Composé non identifié



HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

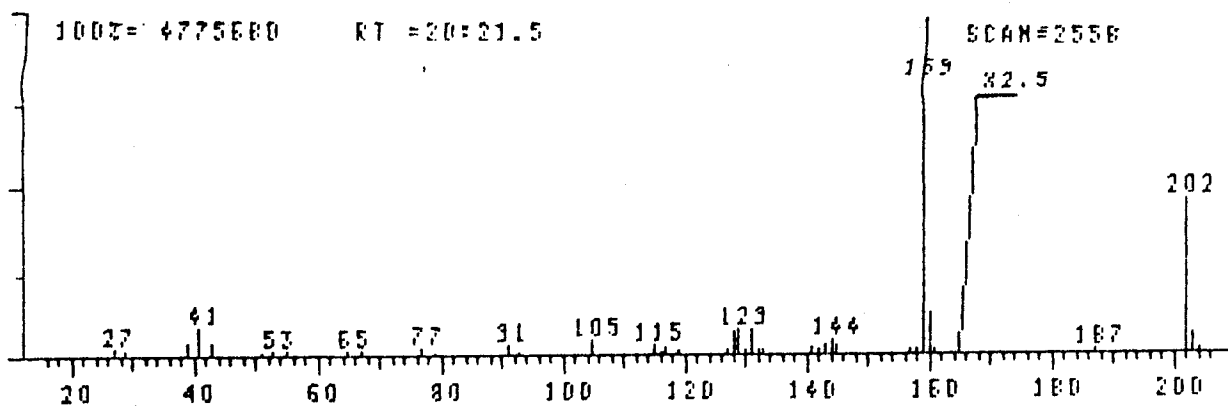


Fig. 110 : Spectre de masse du ionène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

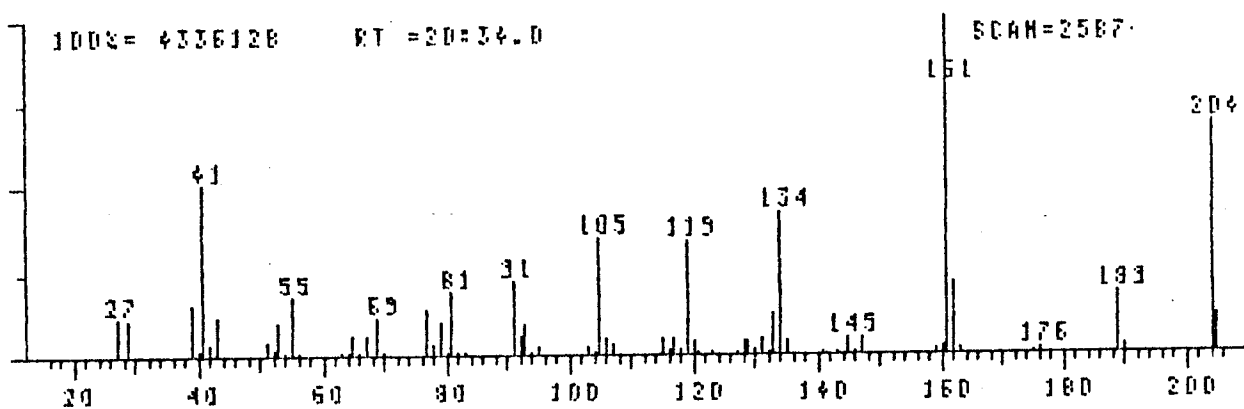


Fig. 111 : Spectre de masse du  $\delta$  cadinène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE A: AHA1B

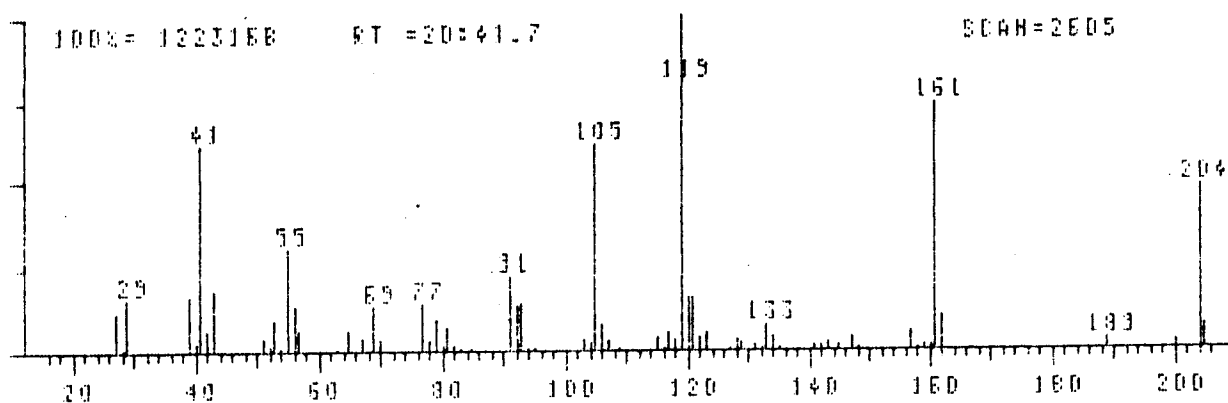


Fig. 112 : Spectre de masse de l' $\alpha$  cubébène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20



HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE #= AHAI8

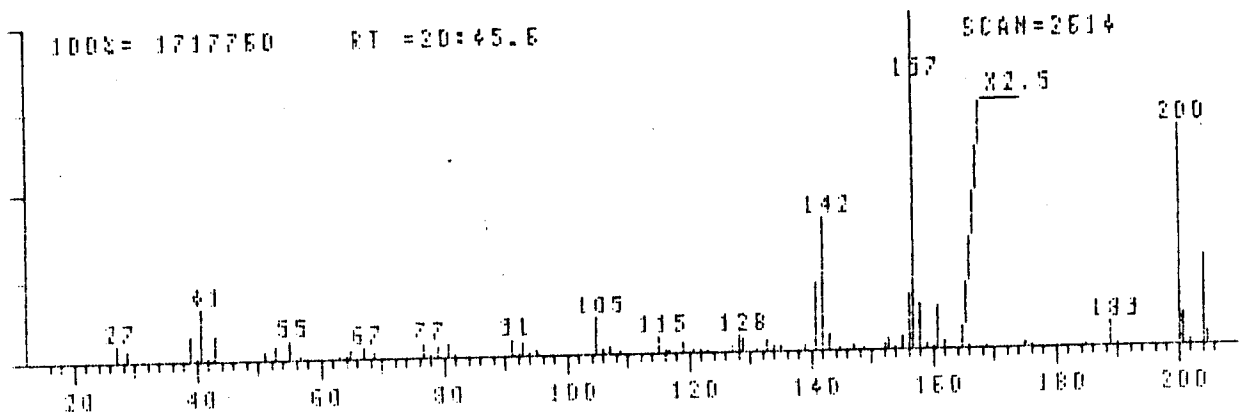


Fig. 113 : Spectre de masse de l' $\alpha$  caracolène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20

HERNAB/SIDAR V 3.0  
FILE #= AHAI8

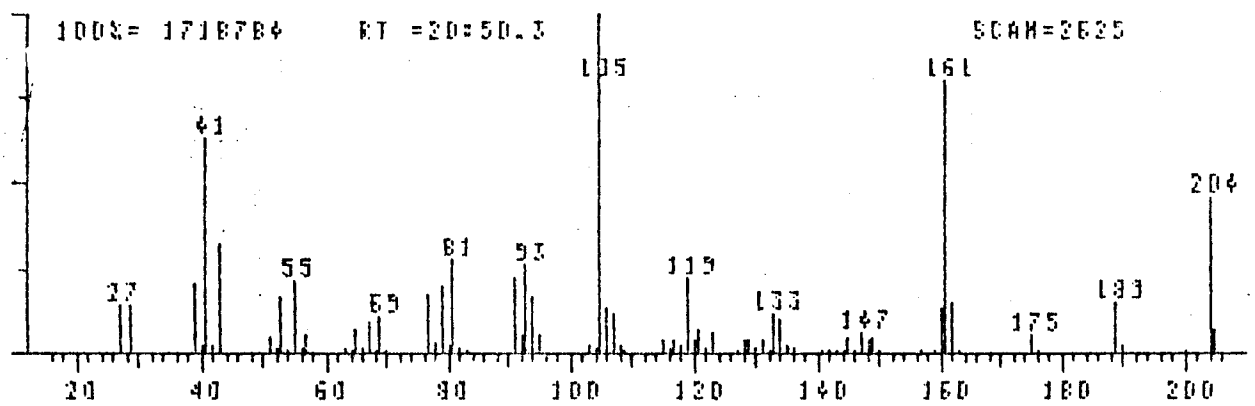


Fig. 114 : Spectre de masse de l' $\alpha$  murolène obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20



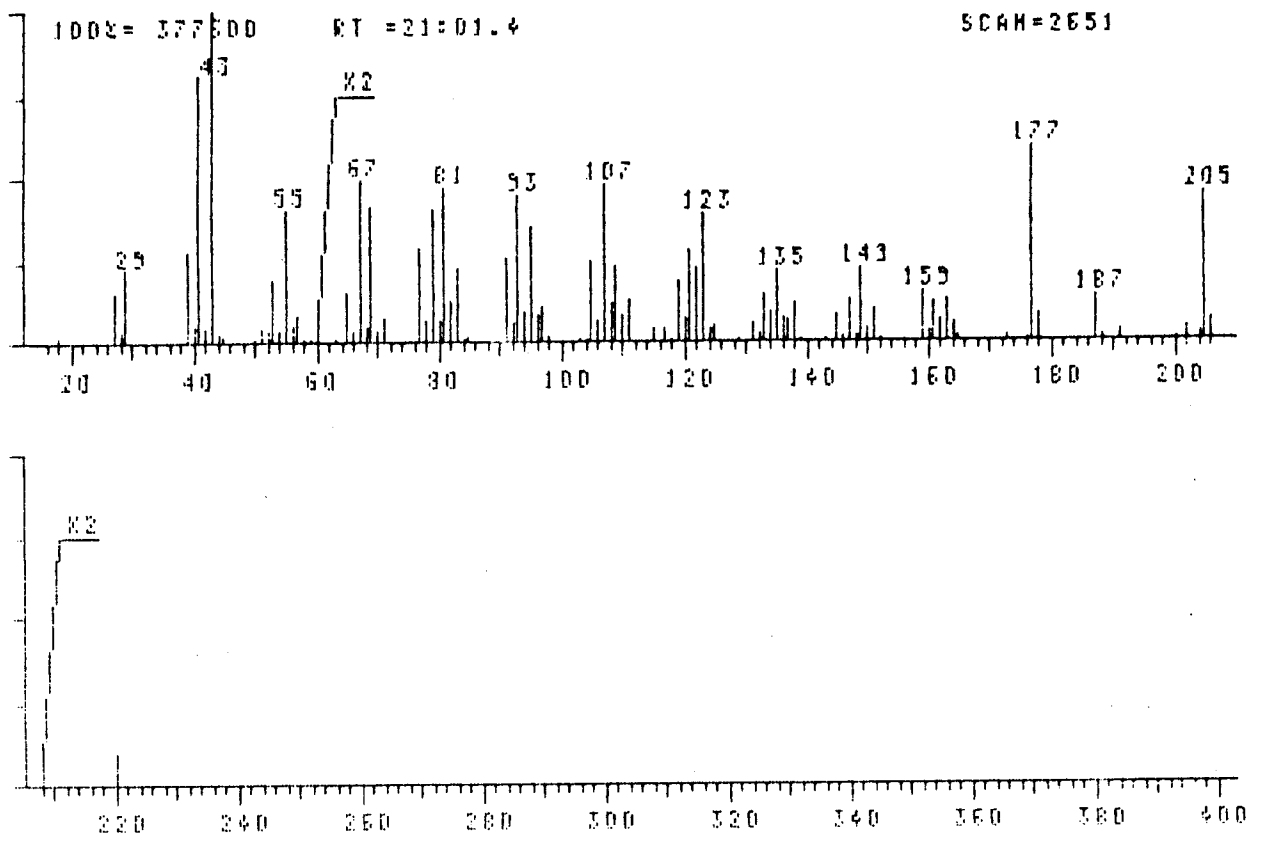


Fig. 115 : Spectre de masse du lédol obtenu par couplage CG/SM de la fraction 20



## CHAPITRE IV

### TENTATIVE D'ISOLEMENT DES SESQUITERPÈNES

#### IV-1 : INTRODUCTION

Devant le nombre important de sesquiterpènes identifiés dans les fractions 15 et 20 enrichies en ses éléments, nous avons entrepris d'appliquer la technique pratiquée par Gupta et Dev (60), reprise et améliorée par Gaydou et al (55) qui consiste à éluer des mélanges riches en sesquiterpènes sur une colonne de silice 200 à 400 mesh imprégnée à 10% (P/P par rapport à la silice) de nitrate d'argent. Les solvants d'élutions sont ceux préconisés par Clark et al (54), et ce afin d'identifier de nouveaux sesquiterpènes.

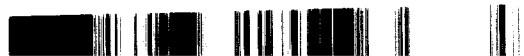
Par cette méthode nous avons pu isoler seulement 8 sesquiterpènes avec un degré de pureté suffisant : l' $\alpha$  cedrène, le  $\beta$  carryophylène, l' $\alpha$  humulène, le  $\gamma$  muurolène, le  $\gamma$  bisabolène, le germanène D, le  $\delta$  et  $\gamma$  cadinène.

Trois parmi eux n'ont pas été mis en évidence dans l'analyse par CG/SM des fractions 15 et 20 (Chapitre III). Le  $\beta$  carryophylène, l' $\alpha$  humulène et le  $\gamma$  bisabolène. Le  $\beta$  carryophylène et l' $\alpha$  humulène ont été mis en évidence dans les armoises blanches d'Espagne et du Maroc (conf. Tableau XXVII). Seul le  $\gamma$  bisabolène est nouvellement mis en évidence dans les huiles essentielles de la plante.

#### IV-2 : PURIFICATION DES SESQUITERPENES

##### - $\beta$ carryophylène :

Les fractions  $F_{12}$  et  $F_{13}$  soit 2,8 g obtenus par distillation dans les conditions citées dans le paragraphe III-2 sont regroupées et redistillées sur colonne à bande tournante dans des conditions proches des fractions suscitées. Cinq sous-fractions



F'<sub>1</sub> à F'<sub>5</sub> sont récupérées. Les sous-fractions F'<sub>3</sub> à F'<sub>5</sub> réunies sont chromatographiées sur colonne de 1 m x 0,8 cm, support gel de silice (230-400 mesh) imprégnée à 10% poids par poids de nitrate d'argent.

Le volume mort (Vm) de la colonne est de 20 ml.

L'ellution en continue est faite de la façon suivante :

Hexane 2 Vm

Hexane / Acétone V/V (90%, 80%, 70%, 60%) 1 Vm chacun

Hexane / Acétone 50/50 2 Vm.

L'éluat correspondant au dernier solvant d'ellution est récupéré. Après évaporation du solvant, 0,108 de  $\beta$  carryophylène estimé à environ 89% par CPG sont récupérés.

–  $\alpha$  humulène et  $\gamma$  bisabolène :

9 grammes de produits réunis de la fraction F<sub>14</sub> à F<sub>17</sub> sont redistillés sur la colonne à bande tournante Nester-Faust NF-200 Perkin Elmer. Les conditions de distillation sont très voisines de celles citées pour les fractions F<sub>14</sub> à F<sub>17</sub>.

La récupération en tête de colonne est faite à concurrence de maximum 10 gouttes après conditionnement de la colonne. Six fractions numérotées de F'<sub>1</sub> à F'<sub>6</sub> sont séparées.

Les fractions F'<sub>5</sub> et F'<sub>6</sub> sont réunies et chromatographiées sur la même colonne que précédemment avec le même support. Les ellutions sont faites en paliers serrés de la façon suivante :

Hexane 2 Vm

Hexane / Benzène V/V (10%, 30%, 50%, 70%, 90%) soit au total  
5 Vm de colonne

Benzène 1 Vm

Benzène / Acétone 95/5 : 5 Vm

Benzène / Acétone 70/30 : 3 Vm.

Nous avons récupéré les éluats dans 15 tubes correspondant à 1 volume mort chacun des différents solvants d'ellution. Les tubes de 3 à 6 sont réunis et après évaporation du solvant 0,12 g de résidus sont récupérés et correspondent au





$\gamma$  bisabolène estimé à 91% de pureté. De même les tubes de 10 à 12 contiennent de l' $\alpha$  humulène à 88% de pureté.

**-  $\gamma$  cadinène :**

Les tubes de 7 à 9 soit 215 mg de produit sont purifiés sur une colonne de 30 cm x 0,8 cm utilisant comme support du gel de silice 230-400 mesh imprégné à 5% d'AgNO<sub>3</sub> poid/poid. Le volume mort correspond à 5 ml de solvant. Les éluions sont faites avec :

Hexane 1 Vm

Hexane / Benzène V/V (90%, 80%, 50%) total 3 Vm

Benzène / Acétone 20% : 3 Vm.

Les 2 derniers volumes morts correspondent à l'obtention du  $\gamma$  cadinène à environ 90% de pureté.

**-  $\alpha$  cedrène :**

Les tubes de 13 à 15 soit 690 mg de produit sont rechromatographiés sur la même colonne que celle utilisée pour  $\gamma$  cadinène. Les éluions en paliers serrés sont faites par : Benzène 2 Vm

Benzène / Acétone 95% (1 Vm), 80% (3 Vm), 70% (3Vm).

8 tubes de 1 volume mort chacun sont obtenus, les tubes 5,6 et 7 contiennent de l' $\alpha$  cedrène à environ 86% de pureté et correspondent à 87 mg de produit.

**- Germacrène D et  $\gamma$  muurolène :**

De la même façon que précédemment, les fractions F<sub>19</sub> et F<sub>20</sub> sont réunies et redistillées sur la colonne à bande tournante (soit 3,1 g de produit). Les conditions opératoires de distillation sont très voisines de celles utilisées pour les deux fractions. Quatre fractions sont récupérées de F'<sub>1</sub> à F'<sub>4</sub>, la fraction F'<sub>4</sub> correspondant à 1,8 g de produit est chromatographié sur une colonne similaire à celle utilisée pour le  $\gamma$  cadinène et l' $\alpha$  cedrène.

Les éluions sont faites de la façon suivante :

Hexane 1 Vm



Hexane / Benzène (75%, 60%, 45%, 30%, 15%) total 5 Vm

Benzène 2 Vm

Benzène / Acétone (95%, 90%, 85%) 3 Vm et 70% 8 Vm.

18 tubes sont récupérés correspondant à 18 Vm. Les tubes de 5 à 9 contiennent 42 mg de  $\gamma$  muurolène à 90% de pureté. Les tubes de 13 à 18 correspondent à 98 mg de germacrène D à 84% de pureté.

**-  $\delta$  cadinène :**

Les fractions F<sub>21</sub> et F<sub>22</sub> soit 1,5 g de produit sont redistillées sur colonne à bande tournante. Les fractions F'<sub>4</sub> et F'<sub>5</sub> sont réunies (0,42 g) et chromatographiées sur une colonne de même dimension que la précédente utilisant comme support du gel de silice imprégné à 10% d'AgNO<sub>3</sub>.

Les éluations sont faites comme suit :

Hexane 1 Vm

Benzène / Hexane V/V (10%, 20%, 30%, 50%, 70%, 90%) total 6 Vm

Benzène 2 Vm

Acétone / Benzène 10% 6 Vm.

Les éluats du 10<sup>ème</sup> au 13<sup>ème</sup> Vm correspondent à 0,135 mg de  $\delta$  cadinène à 82% de pureté.

**IV-3 : AFFINITE DES SOLVANTS D'ELUTION UTILISES POUR LA SEPARATION DES SESQUITERPENES**

Nous avons utilisé principalement trois solvants purs pour analyse pour l'éluition des sesquiterpènes. Ce sont les solvants préconisés par Clark et al (54) pour la séparation de tels constituants.

L'hexane pur n'élu pas les sesquiterpènes, son rôle consiste surtout à éliminer les monoterpènes résiduels dans le mélange.

Le benzène élu la plupart des sesquiterpènes et l'acétone est considérée comme un très bon éluant des sesquiterpènes.

L'utilisation combinée de ces trois solvants nous a permis de séparer les huit sesquiterpènes décrits plus haut.



#### IV-4 : IDENTIFICATION DES SESQUITERPENES

Avant leurs purifications par chromatographie sur colonne, les fractions sont analysées par CPG et regroupées de façon à concentrer au maximum les teneurs en sesquiterpènes susceptibles d'être purifiés.

Nous avons alors sélectionné quatre fractions obtenues à partir de la réunion des fractions distillées. A<sub>1</sub> est obtenue par le mélange des sous-fractions F'<sub>3</sub> à F'<sub>5</sub> à partir des fractions F<sub>12</sub> et F<sub>13</sub>; A<sub>2</sub> correspond aux sous-fractions réunies F'<sub>5</sub> et F'<sub>6</sub> obtenues à partir des fractions F<sub>14</sub> à F<sub>17</sub>; A<sub>3</sub> correspond à la sous-fraction F'<sub>4</sub> obtenue à partir des fractions F<sub>19</sub> et F<sub>20</sub> et A<sub>4</sub> correspond à la réunion des sous-fractions F'<sub>4</sub> et F'<sub>5</sub> obtenues à partir des fractions F<sub>21</sub> et F<sub>22</sub>.

La littérature est très riche en identification des sesquiterpènes par leur indice de rétention sur colonne capillaire Carbowax 20M et OV101. Nous avons donc procédé à l'analyse des fractions A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>, A<sub>3</sub> et A<sub>4</sub> par CPV sur les deux colonnes suscitées. Ce qui nous a permis d'identifier 12 sesquiterpènes par leur indice de rétention. Les conditions d'analyse par CPG sont données dans la partie expérimentale.

Les figures de 116 à 123 représentent les chromatogrammes des fractions A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>, A<sub>3</sub> et A<sub>4</sub> sur Carbowax 20M et sur OV101. L'analyse par la spectrométrie de masse des sesquiterpènes obtenus avec un degré de pureté suffisant confirme leur identification par les indices de rétention.

Le tableau XXX donne les sesquiterpènes obtenus dans cette tentative de purification de ces constituants.

Cette étude a permis de faire un complément de l'analyse par CG/SM faite sur les fractions 15 et 20. Elle nous a permis en l'occurrence de mettre en évidence la présence de cinq autres sesquiterpènes dans notre plante : l' $\alpha$  copaène et le  $\beta$  élément mis en évidence par leur indice de rétention sur, le  $\beta$  carryophylène, l' $\alpha$  humulène et le  $\gamma$  bisabolène mis en évidence par leur indice de rétention et confirmés par leur spectre de masse.

Parmi ces sesquiterpènes seul le  $\gamma$  bisabolène est nouvellement décrit dans notre plante. Ce qui constitue le quatorzième sesquiterpène nouvellement décrit dans notre étude pour l'armoise blanche.



**Tableau XXX : Sesquiterpènes purifiés et analysés par CPG  
sur Carbowax 20M et OV101 (112)(113)**

Chromato. Fraction	Sesquiterpènes	I <sub>R</sub> Carbo 20M	N° pic carbo 20M	I <sub>R</sub> OV101	N° pic OV101	S M	Références
A <sub>3</sub>	α copaène	1474	1	1386	1	-	(39),(40),(41),(42)
A <sub>2</sub>	β cubébène	1515	2	-	-	-	(39),(41),(5),(28)
A <sub>3</sub>	β élémène	1526	3	1418	3	-	(39),(51)
A <sub>2</sub>	α cédrène	1574	4	1434	4	+	(43),(44),(45)
A <sub>1</sub>	β carryophylène	1583	5	1426	5	+	(39),(41),(61),(62),(63)
A <sub>2</sub>	α humulène	1647	6	1459	6	+	(39),(42),(41),(43),(56),(50)
A <sub>3</sub>	γ muurolène	1669	7	1477	7	+	(42),(49),(53)
A <sub>2</sub>	γ bisabolène	1674	8	1480	8	+	(56),(45),(65)
A <sub>3</sub>	Germacrène D	1690	9	1486	9	+	(43),(66),(53)
A <sub>4</sub>	δ cadinène	1710	10	1521	10	+	(43),(67),(44)
A <sub>2</sub>	γ cadinène	1734	11	1497	11	+	(48),(50)
A <sub>4</sub>	calaménène	1800	12	-	-	-	(39),(40),(28),(62)

Les spectres de masse du β carryophylène, α humulène et γ bisabolène avec leurs conditions d'analyse sont donnés dans l'annexe expérimentale

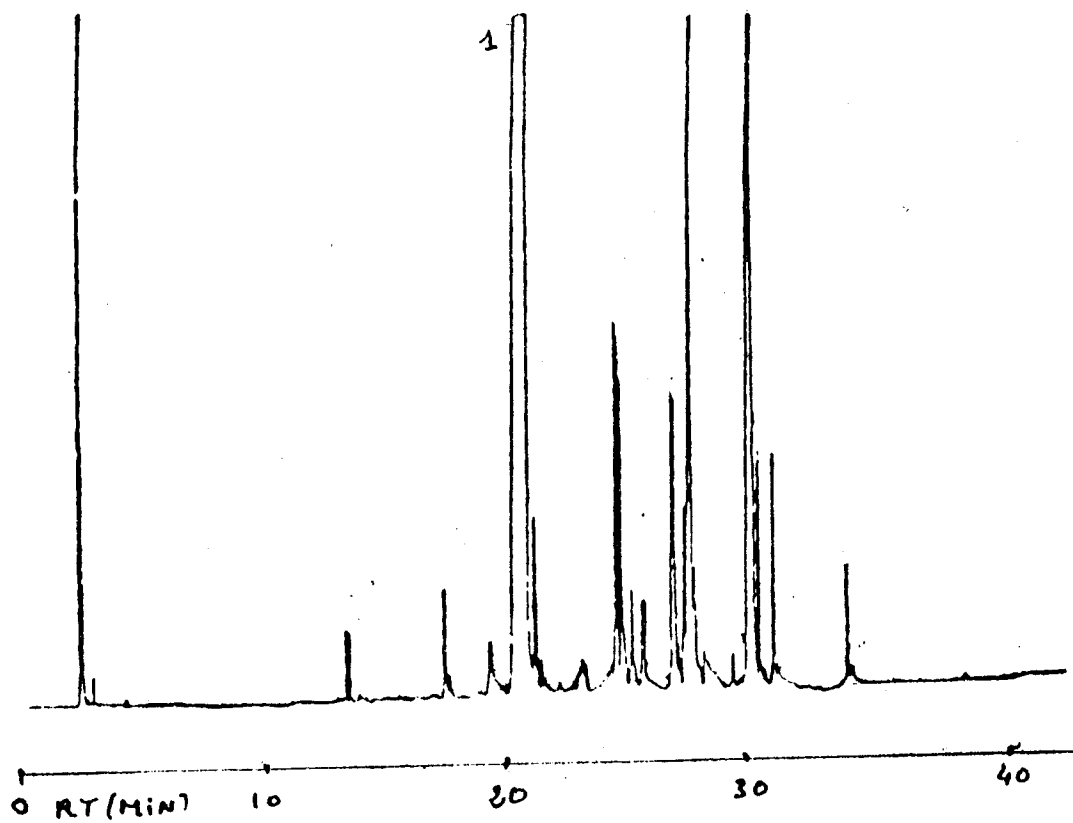


Fig. 116 : Chromatogramme sur carbo 20M de la fraction A<sub>1</sub>

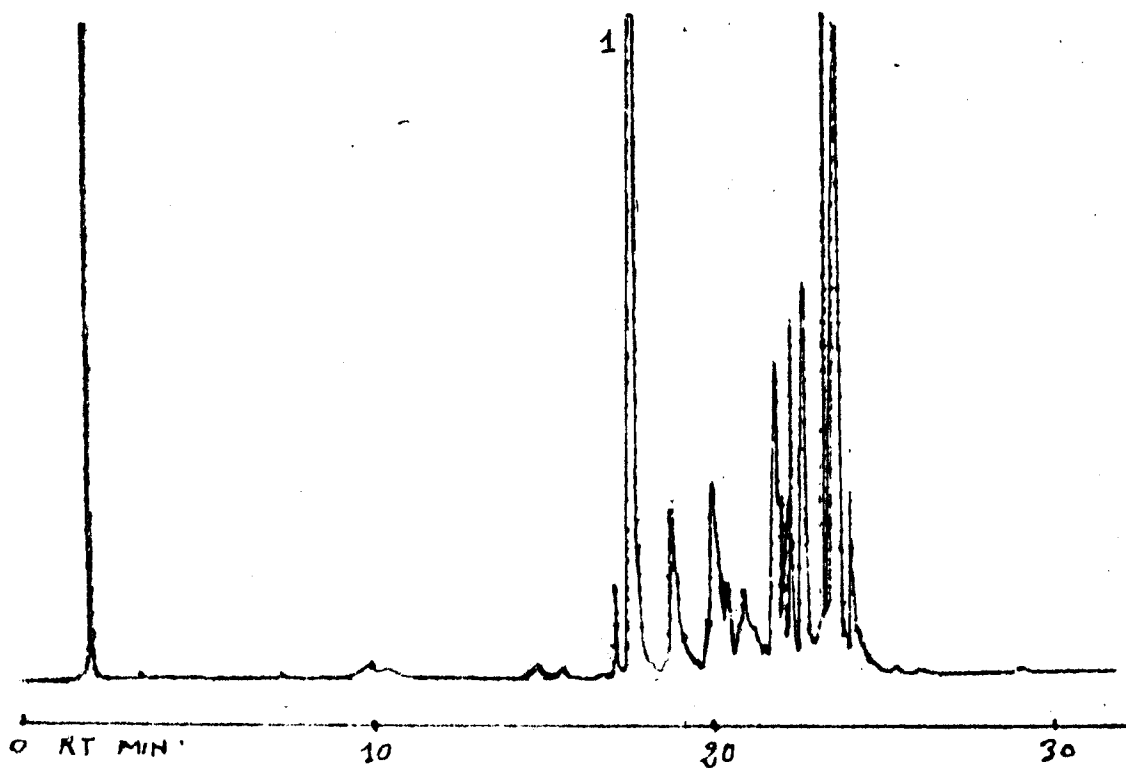


Fig. 117 : Chromatogramme sur OV 101 de la fraction A<sub>1</sub>



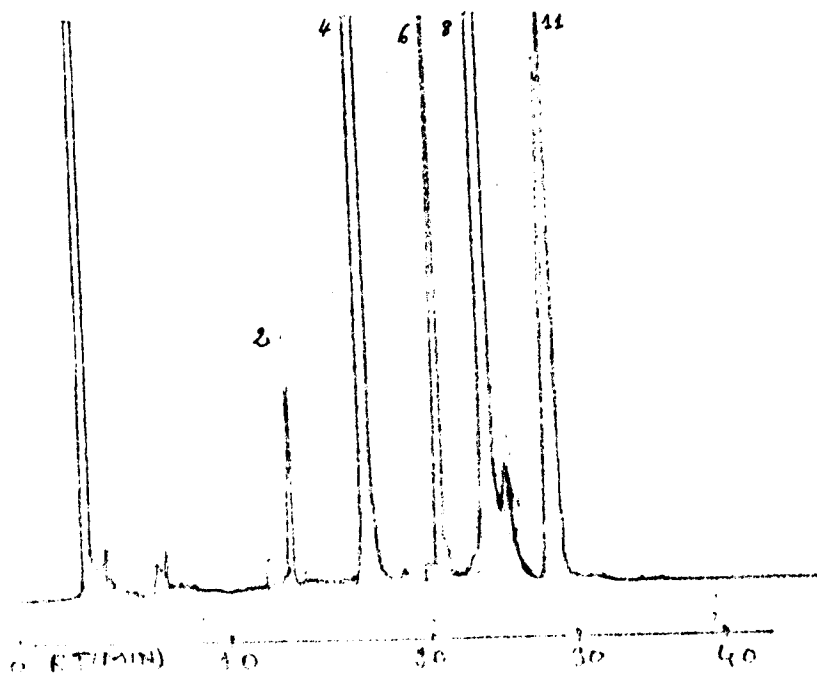


Fig. 118 : Chromatogramme sur carbo 20M de la fraction A<sub>2</sub>

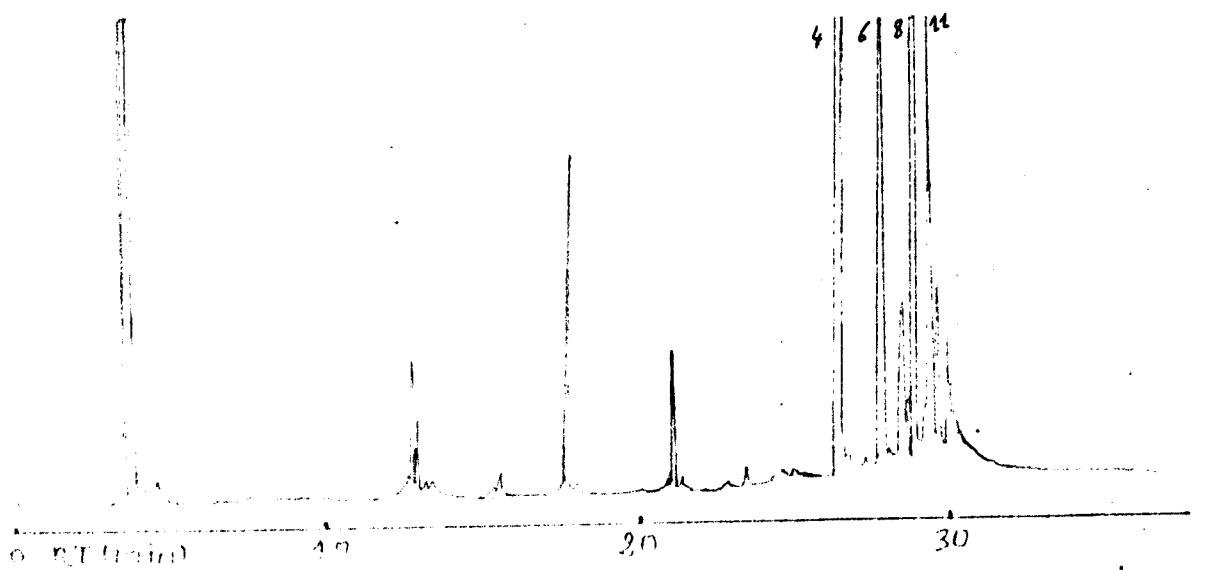


Fig. 119 : Chromatogramme sur OV 101 de la fraction A<sub>2</sub>

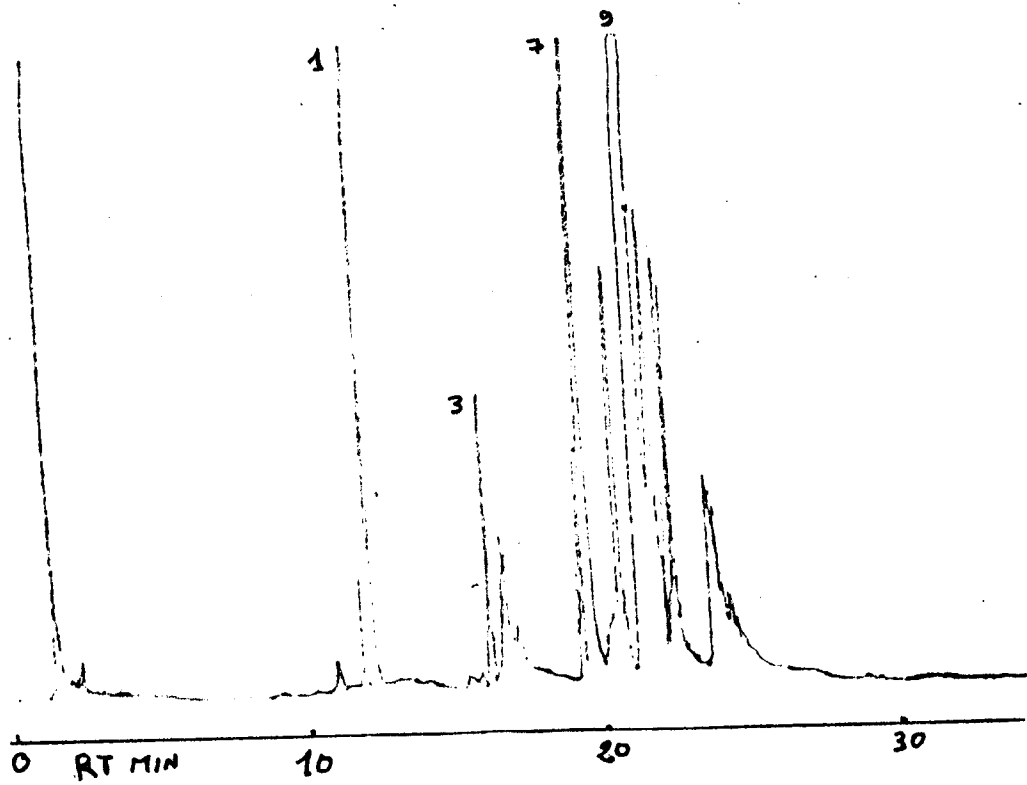


Fig. 120 : Chromatogramme sur carbo 20M de la fraction A<sub>3</sub>

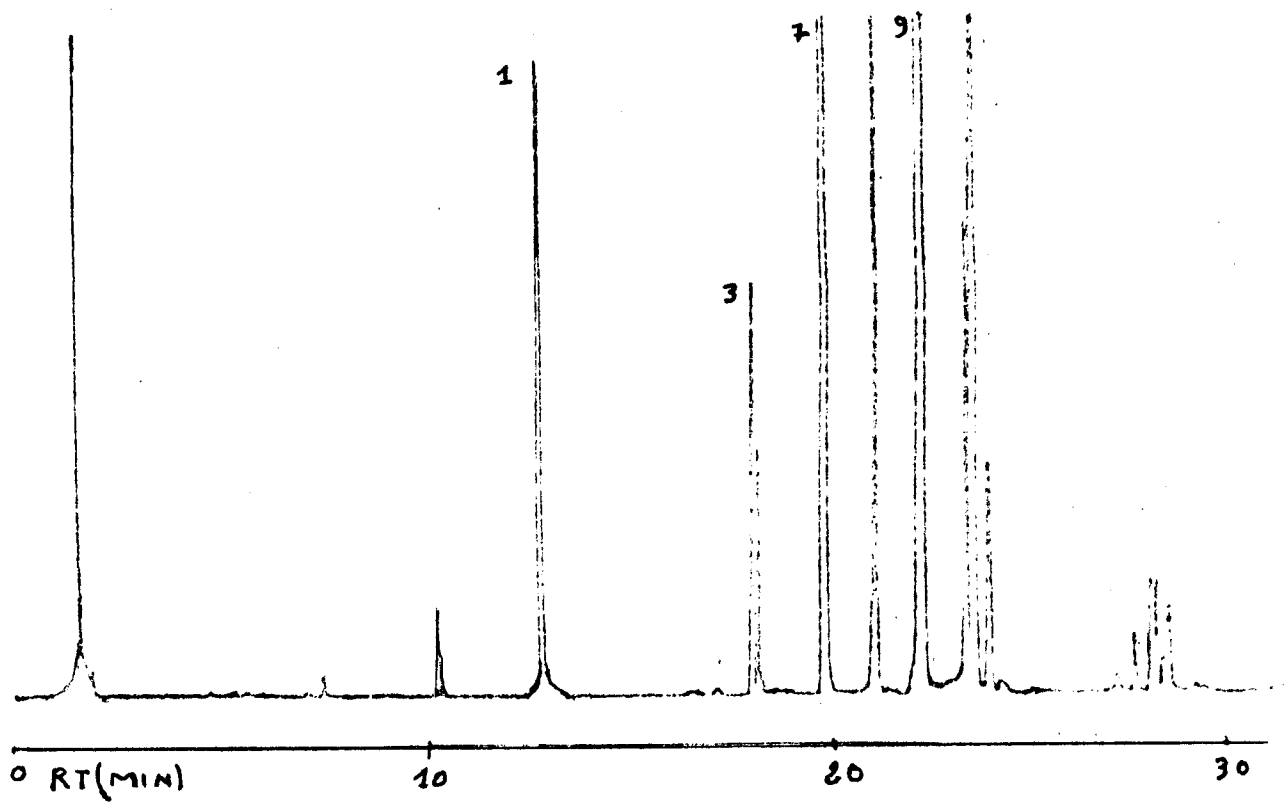


Fig. 121 : Chromatogramme sur OV 101 de la fraction A<sub>3</sub>



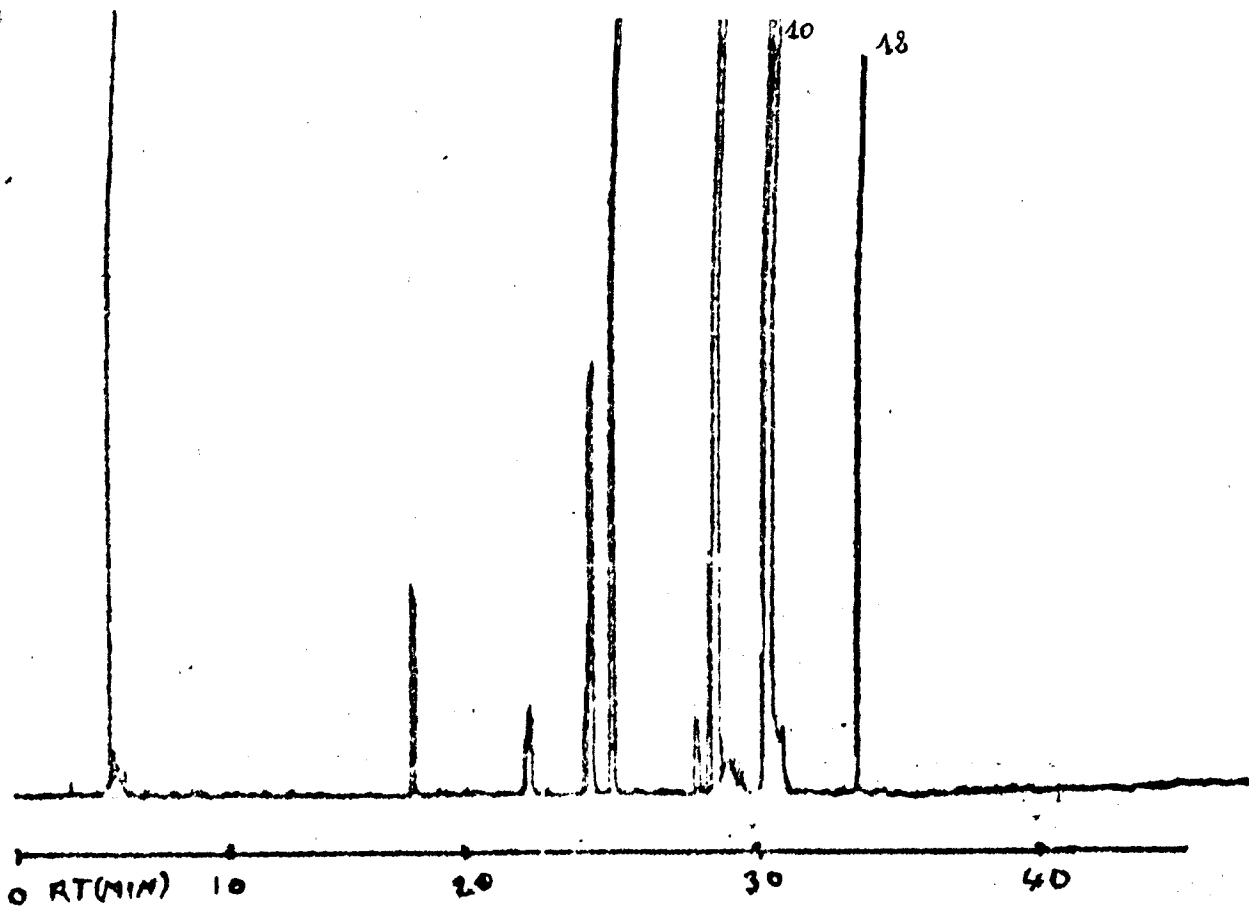


Fig. 122 : Chromatogramme sur carbo 20M de la fraction A<sub>4</sub>

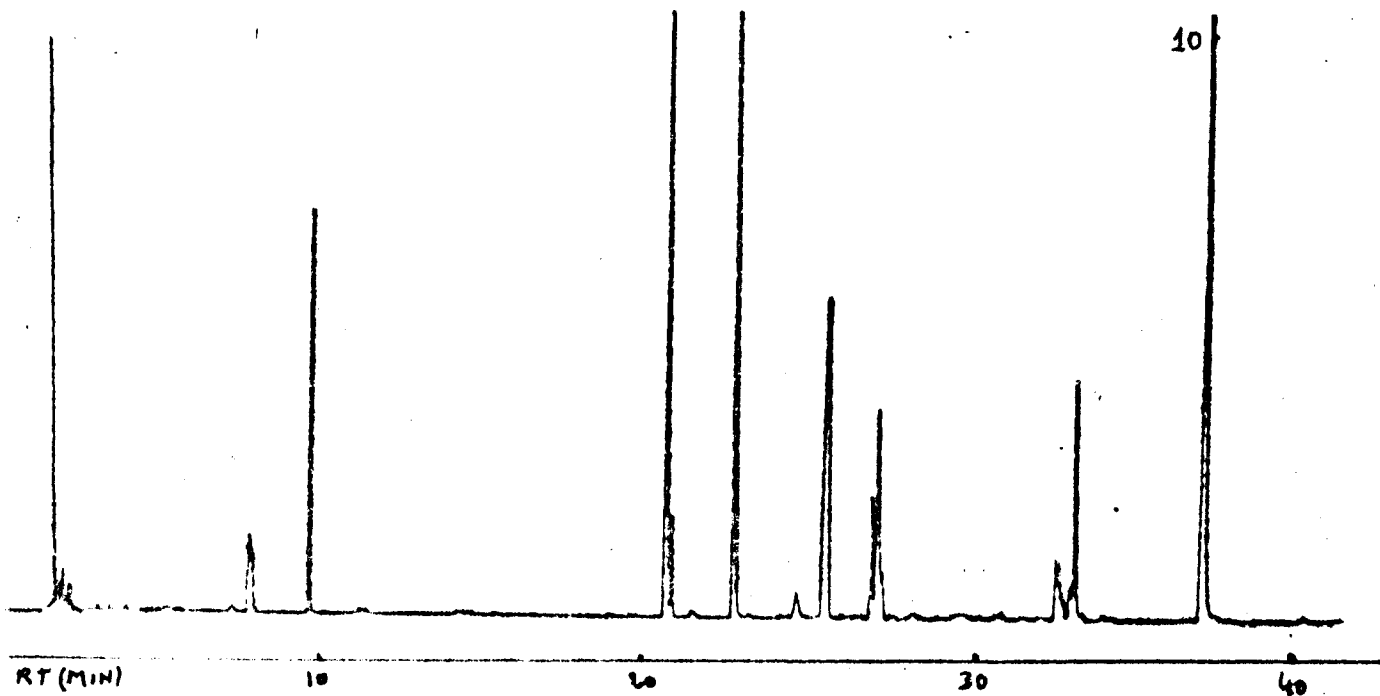


Fig. 123 : Chromatogramme sur OV 101 de la fraction A<sub>4</sub>





# TROISIEME PARTIE

Etude de la composition chimique  
de l'*Artemisia herba alba*  
et noyaux de deux variétés de dattes



## INTRODUCTION

Nous entendons par composition chimique les teneurs voire les composants en sucre, protéines et acides aminés, cellulose et matières grasses que renferme l'armoise blanche et les noyaux de dattes.

Quoique relativement bien connue et largement décrit dans un nombre incalculable de livres et publications, leur utilité quotidienne fait que ces éléments restent d'actualité pour la recherche scientifique.

Il serait prétentieux de vouloir décrire dans les détails dans ce manuscrit tous ces éléments, vu la complexité de leur structure et leur métabolisme dans les organismes vivants en général et dans les plantes en particulier. Nous allons néanmoins donner un aperçu très succinct de leur existence voire leur métabolisme dans les plantes.

Il existe à l'état naturel des monosaccharides ayant de trois à huit atomes de carbone. Par hydrolyse, les oligosaccharides et les polysaccharides donnent les monosaccharides ou monoses. Dans la nature en rencontre très peu de monosaccharides. Parmi les quatre disaccharides : le maltose, le cellobiose, le lactose et le saccharose, les plus couramment rencontrés, le dernier est indéniablement le plus répandu dans la nature. Les glucides qui sont des polysaccharides, sont des produits naturels familiers. Ils jouent un rôle essentiel dans la photosynthèse, la structure des plantes et le métabolisme animal. Le précurseur dans leur formation naturelle est la chlorophylle (pigment vert de la majorité des plantes) qui agit comme catalyseur à partir de l'anhydride carbonique et de l'eau en présence de la lumière solaire.

La molécule relativement simple du glucose se forme et se polymérise en cellulose. Par un autre processus de polymérisation, le glucose forme l'amidon que la plante met en réserve et accumule dans les racines, fruits et particulièrement dans les graines qui sert de nourriture aux jeunes pousses des plantes. Tous les amidons donnent du glucose par hydrolyse complète.

La cellulose est un polymère du glucose de poids moléculaire encore plus élevé que celui de l'amidon. Elle constitue la partie essentielle de la charpente des plantes. On estime à environ 50% de cellulose dans le bois (74),(75),(76).



Les protéines et les peptides sont des protides. Ce sont des polymères de poids moléculaire très élevé, résultat de l'union d'acides  $\alpha$ -aminés par l'intermédiaire de fonctions amides. Ils sont synthétisés dans les plantes grâce à la réaction de composés, produits par photosynthèse à partir de l'eau, de l'anhydride carbonique et l'oxygène sur l'azote de l'air fixé dans le sol sous forme d'ammoniaque ou de nitrate par l'action de bactéries vivant habituellement dans les nodosités des racines des plantes et particulièrement des légumineuses. Ce sont des substances très importantes dans l'alimentation humaine et animale qu'on trouve en abondance dans les êtres vivants et à un degré moindre dans les végétaux (77),(76).

Les lipides sont des esters d'acides carboxyliques à longue chaîne le plus souvent non ramifiée. Ils sont très répandus dans les règnes animal et végétal. Ils constituent l'une des trois principales sources alimentaires. A poids égal, les lipides fournissent deux fois plus de calories que les protéines et les glucides, 9,5 kcal/g contre 4,0 kcal/g. Dans les organismes vivants, les lipides constitués essentiellement par des triglycérides, s'émulsionnent dans les intestins sous l'action des acides biliaires, puis sont hydrolysés par des enzymes spécifiques. Ce processus a pour but de libérer les acides gras qui passent dans la muqueuse intestinale où les graisses sont synthétisées de nouveaux. Ils sont ensuite déversés dans le courant sanguin où ils sont complexés avec les protéines. Leur métabolisme dans les organismes vivants a principalement lieu dans le foie. On les distingue habituellement des sucres et des protéines par leur grande solubilité dans les solvants non polaires. Dans les végétaux, les lipides sont essentiellement concentrés dans les graines et fruits des plantes. Un bon nombre de plantes sont exploitées pour leur caractéristique oléagineuse, tel l'olive, le colza, le soja, l'arachide etc... (78),(79),(80),(81).

L'analyse de ces constituants connue depuis fort longtemps, ne cesse de s'améliorer avec les nouvelles techniques. Nous allons entreprendre dans cette partie l'analyse de ces divers constituants pour l'armoise blanche et les noyaux de dattes de deux espèces les plus répandues en Algérie.

Ces produits considérés comme rejets des industries de parfums et cosmétiques pour le premier et comme sous produits des dattes pour les deuxièmes n'ont pas fait l'objet d'étude les valorisant particulièrement pour ou comme additif dans l'alimentation de bétail. On ne connaît en fait aucune étude exécutée sur ces éléments concernant l'armoise blanche et très peu sur les noyaux de dattes (71),(72),(73).

# CHAPITRE I

## METHODES D'ANALYSES UTILISEES

A l'exception de l'analyse des acides aminés individuels pratiquée sur un analyseur automatique, type AAA tchécoslovaque, toutes les analyses sur la teneur en eau, humidité, sucre, protéine, cellulose et cendre sont menées par les méthodes traditionnelles, largement décrites dans plusieurs manuels de biochimie et chimie des substances naturelles.

### I-1 : MATERIEL VEGETAL

L'armoise blanche provient de la région de Sebdo (Tlemcen) nous avons choisi pour l'étude trois échantillons différents :

- Des plants sans fleurs qui ont été étudiés en l'état sans procéder à l'extraction des huiles essentielles contenues dans la plante.
- Des feuilles de la plante avec leurs pousses encore verts constituant les sommités.
- Des plants fleuris.

L'étude sur les deux derniers échantillons est menée après extraction des principes volatils.

Les noyaux des deux variétés de dattes proviennent de fruits achetés par nos soins sur le marché.

Ils sont récupérés à partir de fruits, lavés soigneusement à l'eau chaude afin d'en éliminer toutes les impuretés en particulier les pulpes par flottation, et sont enfin étalés sur des claies grillagées et exposées au soleil pour un séchage aussi complet que possible. Les noyaux sont ensuite concassés et broyés finement à l'état de farine et conservés dans des bocaux hermétiques à l'abri d'air et d'humidité.

Les plants et feuilles d'armoise subissent eux aussi un traitement similaire pour leur broyage et leur stockage à l'état farineux.



### **I-2 : DETERMINATION DE LA TENEUR EN EAU**

Le principe consiste à anhydrifier l'échantillon considéré dans une étuve au voisinage de 105 °C, puis refroidi dans un dessiccateur sous atmosphère sèche et raréfié et enfin pesé à la balance analytique (84).

L'opération est menée sur 4 g de poudre de matériel végétal exactement pesé mis dans un vase taré avec couvercle. La durée du séchage à l'étuve est de trois heures environ, le refroidissement dans le dessiccateur 30 minutes. L'opération est répétée jusqu'à poids constant de l'échantillon, c'est à dire lorsque la différence entre deux pesées successives est  $\leq$  à 0,2 mg.

La teneur en eau est donnée par :

$$\% H_2O = \left( \frac{\text{Poids de l'échantillon initial} - \text{Poids de l'échantillon après séchage}}{\text{Poids de l'échantillon initial}} \right) \times 100$$

### **I-3 : DETERMINATION DE L'HUMIDITE**

Le principe consiste à déterminer la teneur en prise d'eau (hygroscopie) d'un échantillon préalablement anhydrifié selon le protocole cité plus haut (84).

L'opération dure trois jours et est menée sur les 4 grammes de poudre végétale anhydrifiée. La poudre est étalée au maximum sur un cristalliseur au contact de l'air environnant. Après la première pesée on répète la même opération par tranche de temps de 24 heures jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives soit  $\leq$  à 0,2 mg

Le taux d'humidité est donné par :

$$\% H = \left( \frac{\text{Poids de l'échantillon humidifié} - \text{Poids de l'échantillon anhydre}}{\text{Poids de l'échantillon anhydre}} \right) \times 100$$

### **I-4 : DETERMINATION DE LA TENEUR EN CENDRE**

Le principe consiste en une calcination au bec bensen de l'échantillon mis dans un creuset en porcelaine au préalable et taré jusqu'à apparition d'une fumée noire, puis de son incinération dans un four à moufle à une température de 600 °C jusqu'à ce que les résidus deviennent blancs en refroidissant.



L'opération est menée sur 5 grammes environ de poudre végétale exactement pesée. L'incinération au four dure au moins quatre heures. La substance prend alors une couleur blanche grisâtre qui blanchit en refroidissant dans un dessiccateur sous atmosphère raréfiée.

Le taux de matière minérale (cendres) C% ramené à l'échantillon sec est donné par :

$$C\% = \frac{m}{P (100 - \% H_2O)} \cdot 10^4$$

m : est la masse incinérée obtenue par différence de poids moins la tare du creuset

P : est la prise d'essai de l'échantillon végétale frais.

% H<sub>2</sub>O : représente la teneur en eau du matériel végétal.

### **I-5 : DETERMINATION DE LA TENEUR EN CELLULOSE**

Elle est faite selon la méthode de Heïnberg et Sthoman (85). La cellulose est obtenue à partir du matériel végétal par attaque d'acide fort puis de base forte.

3 grammes d'échantillon végétal finement broyé sont mis dans un bêcher de 600 ml. On ajoute 150 ml d'eau distillée puis goutte à goutte 200 ml d'acide sulfurique à 1,25% (ou 50 ml à 5%). Le tout est porté à ébullition pendant 30 minutes, tout en veillant à maintenir le volume global de la solution à environ 200 ml par ajustage à l'eau distillée. On laisse reposer la solution sous vide modéré jusqu'à décantation complète de la solution. Le précipité est lavé et filtré jusqu'à neutralisation avec l'eau distillée chaude. On répète la même opération avec cette fois-ci 200 ml de KOH à 1,25 N ou 50 ml à 5%.

Le filtrat est repris sur papier filtre préalablement pesé et porté à l'étuve à 105 °C jusqu'à poids constant.

Le taux de cellulose rapporté à la matière sèche est donné par :

$$\% \text{ cellulose} = \frac{m}{P (100 - \% H_2O)} \cdot 10^4$$

m : masse du filtrat.

P : poids de la prise d'essai de l'échantillon.

% H<sub>2</sub>O : teneur en eau du matériel végétal.

## **I-6 : DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE GRASSE**

L'extraction des matières grasses pour analyse est habituellement faite à l'aide d'un solvant organique non polaire au moyen d'un appareil de Soxhlet. Le solvant est ensuite distillé, le résidu est constitué essentiellement de triglycéride. C'est une méthode connue sous le nom de méthode directe.

Cependant, pour les plantes et les graines non oléagineuses, dont la teneur en matière grasse est relativement faible on lui préfère la méthode dite indirecte ou des résidus.

En effet, la méthode directe est sujette à des erreurs parfois appréciables dans le taux des matières grasses. Ceci provenant de la distillation du solvant d'extraction qui peut entraîner en même temps les acides gras légers contenus dans les matières grasses.

La méthode indirecte consiste à apprécier la teneur en matière grasse par défaut de poids de l'échantillon au préalable séché, extrait à l'aide d'un solvant organique au soxhlet.

L'opération consiste à traiter en même temps deux à quatre cartouches poreuses tarées, dans lesquelles sont mis 5 grammes environ de poudre végétale exactement pesée. L'extraction se fait par l'hexane dans l'appareil de Soxhlet en continue durant six heures. Les cartouches contenant le résidu sont séchées à l'étuve à 80 °C pendant trois heures et pesées. On répète l'opération avec des intervalles de temps d'extraction d'une heure. L'échantillon est considéré comme épuisé quand la différence de deux pesées successives est  $\leq 0,2$  mg.

Le taux de matière grasse est le rapport de la masse du résidu sec épuisé sur la masse de la matière végétale sèche rapportée à 100.

## **I-7 : DETERMINATION DE LA TENEUR EN PROTEINES BRUTES**

### **Principe :**

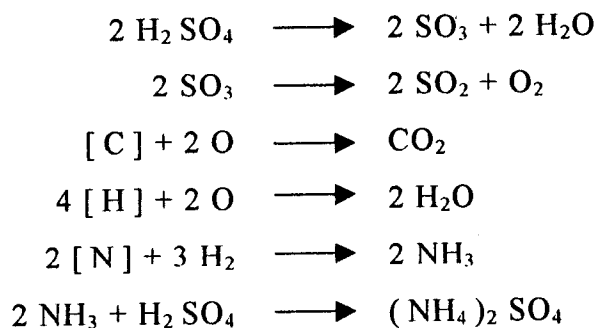
La matière biologique comme les viandes, les graines oléagineuses, les farines etc... est attaquée (ou en terme plus courant digérée) par l'acide sulfurique concentré et à chaud. Lors de cette réaction, l'azote contenu dans la matière





organique réagit avec l'acide sulfurique pour produire du sulfate d'ammonium, le carbone et l'hydrogène forment du CO<sub>2</sub> et du H<sub>2</sub>O.

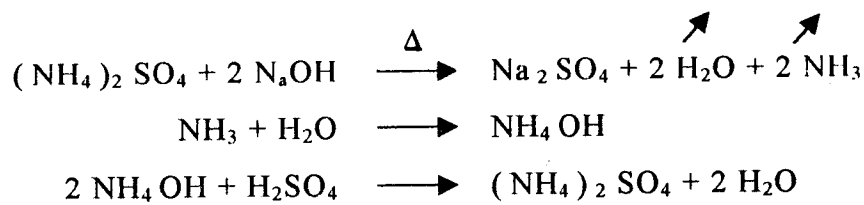
Le processus de l'attaque acide à 338 °C est connu comme suit :



Tout ce passe en fait comme si en fin de réaction on ne produisait que le sulfate d'ammonium.

Le sulfate d'ammonium par action d'une base forte NaOH dégage l'ammoniaque qui reproduit le sulfate par barbotage dans une solution d'acide sulfurique.

Le processus réactionnel se fait comme suit :



On procède en fin de compte au titrage de l'acide en excès pour accéder à la quantité d'azote total libéré par la matière organique.

#### **Mode opératoire :**

Méthode de Kjeldahl (86), l'opération est menée en trois parties :

**a) Minéralisation :** 3 grammes exactement pesés de matière végétale grossièrement broyée (la taille des particules doit être voisine de 1 mm de diamètre) sont introduits dans un matras de Kjeldahl avec 15 ml d'acide sulfurique à 96% et en présence de 2 grammes de catalyseur constitué par ( K<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> (50) , CuSO<sub>4</sub> (5) et Se (1) en poids).

Le matras est recouvert d'un entonnoir à tige courte et est chauffé progressivement au bain de sable sous faible agitation jusqu'à apparition de fumée

blanche (mélange de  $\text{SO}_2$  et  $\text{SO}_3$ ). Le chauffage est maintenu constant jusqu'à éclaircissement de la solution (du noir vers le beige). On ajoute alors 1 ml d' $\text{H}_2\text{O}_2$  à 1% et on porte le tout à ébullition douce. La solution devient limpide teintée d'un vert très pâle. On augmente ensuite le chauffage de façon à condenser les vapeurs d'acide vers le milieu du col du matras pendant 30 minutes. On laisse refroidir et le tout est transvasé dans une fiole jaugée de 100 ml. On ajuste à 100 ml par l'eau distillée. La solution obtenue est agitée avant son emploi.

**Précaution à prendre :** Il faut veiller à ce que la mousse qui apparaît au cours du chauffage de la solution n'atteigne pas le col du matras.

**b) Distillation :** à 10 ml de la solution obtenue après minéralisation, sont additionnés 10 ml de solution  $\text{NaOH}$  10N et 10 ml d'eau de rinçage dans le ballon de l'appareil de Parnas-Wagner. Le tout est porté à ébullition modérée et régulière pendant 20 minutes. Les vapeurs distillées plongent dans un erlen contenant 10 ml de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  0,1N exactement titré.

**c) Dosage :** l'acide sulfurique en excès est titré par une solution de  $\text{NaOH}$  0,1N exactement titrée en présence de deux gouttes d'indicateur de Tachiro jusqu'à réobtention de la couleur initiale verte de l'indicateur.

Une opération à blanc (témoin) est menée sur 10 ml de la solution d'acide sulfurique.

L'indicateur de Tachiro est composé de 100 ml de méthyle rouge à 0,03% dans l'éthanol à 70% et 25 ml de bleu de méthylène à 0,1% dans l'eau.

**d) Teneur en azote total :** la teneur en azote total sur la matière fraîche est donnée par :

$$N\% = \frac{(V_b - V) \cdot 10^{-4} \cdot 10 \cdot 14}{M} \times 100$$

$V_b$  :  $V_{\text{NaOH}}$  pour l'essai à blanc

$V$  :  $V_{\text{NaOH}}$  pour la solution à doser

$M$  : masse de la prise d'essai pour 100 ml de solution.

La teneur en azote totale rapportée à la matière sèche est :

$$N\% (m. s.) = \frac{N\% (100 - \% H_2O)}{100}$$

e) **Conversion du taux d'azote en taux de protéines** : on estime à 16 g d'azote contenu dans 100 g de protéine (87). Cette propriété est mise à profit pour déterminer la teneur en protéines brutes.

$$\text{Protéines brutes \%} = N\% \times F = N\% \frac{100}{16} = N\% \times 6,25$$

#### **I-8 : DETERMINATION DES PROTEINES PURES**

Le principe consiste en une précipitation des protéines pures à l'aide d'acide trichlor-acétique et par la même élimination de l'azote non protéique.

L'opération est menée sur deux grammes de matériel végétal exactement pesé, finement pulvérisé, traités par 10 ml d'acide trichlor-acétique à 10%, le tout est laissé au repos pendant 30 minutes. On filtre sur papier filtre. Le résidu lavé deux à trois fois par 10 ml d'acide trichlor-acétique est séché à l'étuve à 50 °C.

On détermine la teneur totale en azote protéique de la même façon que précédemment (méthode de Kjeldahl (86)).

#### **I-9 : DETERMINATION DE L'AZOTE NON PROTEIQUE**

C'est la différence des teneurs en azote total et azote protéique.

#### **I-10 : DOSAGE DES ACIDES AMINES INDIVIDUELS**

Ce dosage est réalisé selon la méthode de Spackman, Steine et Moore décrit dans le manuel de Machev et al (89).

##### **Principe :**

Les acides aminés individuels sont obtenus par hydrolyse acide (HCl), puis purifiés à différent tampon acide sur colonne à résine échangeuse d'ions. L'analyse quantitative est faite par colorimétrie.



**Mode opératoire :**

200 milligrammes exactement pesées de poudre végétale additionnées à 10 ml d'HCl 6N sont flambées au bec benzen dans un tube à essai puis étuvé à 105 °C pendant 24 heures. Le précipité est filtré sur tamis de silice W6G4 et le filtrat évaporé à sec est repris dans 5 ml d'HCl 0,125N.

0,1 ml de la solution obtenue est élué avec trois tampons citriques de pH respectif 3,25 ; 4,25 et 5,25 sur deux colonnes échangeuses d'ions. L'élution est réalisée à l'aide d'un aminoanalyseur automatique modèle AAA Tchécoslovaquie 1980.

La réaction colorée est faite à l'aide du réactif de ninhydrine et est réalisée dans un réacteur capillaire pendant 6 minutes et 5 secondes à 100 °C.

Les proportions en chaque acide aminé sont déterminées par comparaison à un aminogramme d'une solution étalon de composition parfaitement déterminée en acides aminés. L'analyse de la solution se fait à 540 nm.

**Détermination du tryptophane :**

Le tryptophane est déterminé séparément des autres acides aminés. Sa détermination est faite par la méthode de Horn (90).

200 mg de poudre végétale exactement pesée sont hydrolysé par 2 ml de NaOH 1N pendant deux heures à 60 °C dans un tube à essai de 10 ml. La solution est refroidie à température ambiante puis est diluée jusqu'à 10 ml. On mélange et on centrifuge.

Dans un tube à essai contenant 2 ml de paradiméthylamine benzaldehyde à 0,5% dans l'acide chlorhydrique concentré, on ajoute 0,5 ml d'hydrolysate centrifugé. Le tout est laissé au repos pendant 30 minutes à l'obscurité et à température ambiante.

On additionne ensuite 2,5 ml d'alcool éthylique absolu et 0,1 ml de solution aqueuse de nitrate de sodium à 1%. Le tout est agité et remis dans l'obscurité pendant environ 10 mn jusqu'à apparition d'une coloration intense. La solution est analysée dans un photomètre à 620 nm. La teneur en tryptophane est donnée à partir d'une courbe étalon.



## **I-11 : DOSAGE DES GLUCIDES**

### **Principe :**

Dans les produits naturels le dosage des glucides se fait par équivalent en glucose. Ce dernier est à l'état libre ou combiné, l'un des composés organiques les plus abondants. Il constitue la majeure partie du miel et s'obtient aussi par hydrolyse de l'amidon, de la cellulose, du saccharose et d'une multitude d'autres produits naturels.

Parmi les aldohexoses, le glucose est probablement le diastéréoisomère le plus stable thermodynamiquement et aussi de beaucoup le plus répandu dans la nature (76).

Quoiqu'il n'y ait qu'une petite quantité de la forme aldéhydique du glucose dans un mélange en équilibre, ce dernier est atteint assez rapidement pour que le composé se comporte comme un aldéhyde ordinaire (76).

Ainsi, le glucose sous sa forme aldéhydique réduit l'ion complexe argentoammonique connu sous le nom de réactif de Tollens et aussi l'ion complexe citrate cuivrique ou solution de Benedict. Les sucres qui réduisent l'ion cuivrique sont appelés sucres réducteurs. Les sucres réducteurs réduisent également l'ion complexe ferricyanure en ferricyanate. Cette dernière réaction est mise à profit par Hagerdson et Yensen (90) pour doser les glucides dans les produits naturels en équivalant glucose total.

Le principe consiste à doser les ferricyanures de potassium qui n'ont pas réagit avec les sucres réducteurs par une solution de thiosulfate de potassium. Le volume de ferricyanure réduit permet d'atteindre la teneur en glucose totale par un tableau de valeur en sucre équivalent établi par les deux chercheurs.

### **Extraction déprotéinisation des glucides :**

Selon la teneur estimée en glucide dans le matériel végétal, on prend entre 5 (pour les plus riches en sucre) à 10 grammes (pour les plus pauvres en sucre) de poudre végétale que l'on broie dans un mortier en présence de 0,5 g de carbonate de calcium, une petite quantité de quartz qui facilite le broyage et 15 ml d'eau. Le broyat est transvasé dans une fiole de 100 ml que l'on complète à l'eau distillée aux deux tiers.



Les sucres sont extraits au bout de 30 minutes au bain-marie à 80 °C. Après refroidissement de la solution, on additionne 10 ml de solution de sulfate de zinc à 4,5% et 6 ml de solution de chlorure de sodium à 2%. On chauffe au bain-marie bouillant pendant 3 minutes. Cette dernière opération a pour but de précipiter les protéines.

La solution complétée à 100 ml est filtrée à froid. Le filtrat est utilisé pour doser les sucres réducteurs.

**Détermination des sucres totaux (équivalent en glucose) :**

10 ml de solution de  $K_3 Fe(CN)_6$  à 0,05N sont mis dans un tube à essai de 25 x 100 mm. On additionne un volume V de la solution à analyser (si la solution est très concentrée, procéder à sa dilution), on s'arrange pour que le volume additionné au 10 ml de solution de ferricyanure soit de 5 ml. Le tube est chauffé au bain-marie bouillant pendant 20 minutes.

Après refroidissement, le tout est transvasé dans un erlen-meyer de 100 ml. On additionne 20 g de  $Zn SO_4$ , 70 g de KCl, 20 ml d'acide acétique glacial (utilisé pour le rinçage du tube à essai). On laisse reposer et on ajoute 0,5 g de KI et 1 ml de solution d'emploi d'amidon à 5%. On laisse reposer pendant 2 minutes. La solution ainsi obtenue est titrée par le thiosulfate de potassium 0,05N. Le titrage est fini au virage de la solution du bleu au blanc.

Un essai à blanc est mené en parallèle dans les mêmes conditions. La différence des volumes de thiosulfate de potassium utilisé pour la solution à analyser et l'essai à blanc correspond au volume de ferricyanure réduit.

Ce volume lu sur le tableau ci-après permet d'atteindre la teneur en sucres totaux.



**Tableau XXXII : Quantité de sucre correspondant  
au volume de ferricianite réduit**

V ml \ V ml	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	-	-	-	-	-	0.72	0.87	1.02	1.18	1.34
1	1.51	1.67	1.83	2.00	2.16	2.31	2.47	2.62	2.78	2.94
2	3.10	3.26	3.42	3.58	3.74	3.90	4.06	4.22	4.38	4.57
3	4.72	4.88	5.04	5.20	5.36	5.52	5.70	5.86	6.03	6.20
4	6.37	6.54	6.71	6.88	7.05	7.22	7.39	7.55	7.72	7.89
5	8.06	8.22	8.39	8.56	8.72	8.89	9.06	9.22	9.39	9.55
6	9.72	9.89	10.06	10.23	10.41	10.58	10.75	10.82	11.10	11.28
7	11.46	11.64	11.82	12.00	12.18	12.36	12.84	12.73	12.91	13.10
8	13.20	13.46	13.63	13.80	13.97	14.14	14.31	14.49	14.66	14.83
9	14,99									

La quantité de sucre équivalente en glucose est exprimée par :

$$G\% = \frac{m \cdot V_i}{V \cdot M} \times 100$$

m : quantité de sucre en mg prise dans le tableau.

$V_i$  : Volume initial pour l'obtention d'extrait (100 ml pour notre cas).

V : volume de la prise d'essai pour le dosage.

M : masse du matériel végétal exprimé en mg.

100 : pourcentage.

Pour notre part nous avons utilisé 5 g de matériel végétal (matière sèche) pour les 5 échantillons étudiés. Le volume V est dilué 2 fois (équivalent à 5/2 ml de la solution mère) pour les échantillons d' armoise blanche et 4 fois pour les échantillons de noyaux de dattes (équivalent à 5/4 du volume de la solution mère).



## **I-12 : DOSAGE DE L'AMIDON**

Ce dosage est réalisé par la méthode de Patcher (90). Le principe est basé sur l'extraction de l'amidon à partir du matériel végétal par l'acide chlorique  $\text{HClO}_3$  et est ensuite précipité dans un complexe d'iode qui est décomposé en milieu fortement alcalin. L'amidon est hydrolysé en glucose qui est évalué.

### **Préparation de l'extrait :**

Entre 50 et 250 mg de matériel végétal sec selon la richesse estimée en amidon du végétal (50 mg pour le plus riche), sont mis dans un tube à essai de 200 x 25 mm. On additionne 0,3 g de  $\text{SiO}_2$  et 4 ml d'eau. Le tout est porté au bain-marie bouillant pendant 15 minutes. La solution cristallise à froid, on ajoute 3 ml d' $\text{HCl}$  à 72% et on laisse reposer à température ambiante pendant 20 minutes. On complète à 20 ml par l'eau et on centrifuge. La liqueur surnageante est transvasée dans un erlen de 100 ml. Le précipité est traité par 3 ml d'acide chlorique concentré et 4 ml d'eau. On agite pendant 3 minutes environ et on centrifuge. La liqueur surnageante est additionnée avec la première et on complète à 50 ml (Vi), le tout est conservé au frais pour l'extraction de l'amidon.

### **Précipitation de l'amidon :**

L'amidon est précipité dans un complexe d'iode. V ml de la solution précédente sont mis dans un tube à essai gradué. On y ajoute 5 ml de solution de chlorure de sodium à 20% et 2 ml de solution d'iode composé par 7,5 g d'iode et 7,5 g d'iodure de potassium dans 250 ml d'eau.

L'amidon précipite après 20 minutes environ. La solution est centrifugée. Le surnageant est éliminé et le précipité lavé par 5 ml de solution alcoolique de chlorure de sodium composé par 70% d'alcool éthylique, 10% de solution aqueuse de  $\text{NaCl}$  à 20% et 20% d'eau volume/volume.

Le complexe d'amidon iodé est décomposé par 2 ml de solution alcoolique de  $\text{NaOH}$  composé par 70% d'alcool éthylique, 5% de  $\text{NaOH}$  5N et 25% d'eau.

L'amidon décomplexé formant le surnageant est récupéré et lavé par 5 ml par la solution alcoolique de  $\text{NaCl}$ .



**Obtention et titrage du glucose :**

Le glucose est obtenu par hydrolyse de l'amidon.

2 ml d'HCl 0,7N est additionné à l'amidon récupéré dans un tube à essai gradué fermé. Le tout est chauffé au bain-marie bouillant pendant 2 heures. L'amidon hydrolysé est refroidi et neutralisé par NaOH 0,5N en présence de rouge de phénol. A la neutralisation on complète par trois fois à 10 ml, 15 ml et 20 ml par une solution d'acide oxalique 0,1N. Le tout est centrifugé.

5 ml ( $V_1$ ) d'hydrolysats sont mis dans un tube à essai 200 x 25 mm, gradué en présence de 5 ml de réactif de Samogii. Le tout est chauffé au bain-marie bouillant pendant 15 minutes. La solution est refroidie et sous agitation on ajoute 1 ml d'iodure de potassium à 2,5% et 3 ml d' $H_2SO_4$  1,5N. La solution est titrée par  $Na_2S_2O_3$   $5 \cdot 10^{-3}N$ .

Un échantillon témoin est préparé en parallèle.

**Préparation du réactif de Samogii :**

56 g de phosphate bisodique, 80 g de sel de tartrate de sodium et de potassium et 200 ml de NaOH 10N sont mis dans 1 litre d'eau. On ajoute 160 ml de sulfate de cuivre à 10% et 360 g de sulfate de sodium, puis on additionne 200 ml d'iodate de potassium 0,1N et on complète à 2 litres d'eau. La solution laissée au repos pendant au moins 3 jours est filtrée et conservée à température ambiante (entre 20 et 25 °C).

**Détermination de la teneur en amidon :**

La teneur en amidon dans le matériel végétal est donnée par :

$$A = 0,90 \times 50 \frac{V \cdot G}{W \cdot V_1 \cdot V_t} \times 100$$

A : % en amidon.

V : Volume d'hydrolysats d'amidon.

G : quantité de glucose exprimé en mg obtenu par la différence des volumes de titrage entre le témoin et la solution multiplié par 0,129.

W : poids du matériel végétal en mg.



$V_i$  : volume d'extrait initial (solution mère) par  $HClO_3$ .

$V_t$  : volume d'hydrolysate pour le titrage

$0,90 \times 50$  : représente la conversion du glucose en amidon.

Pour notre dosage nous avons utilisé 125 mg de matière sèche pour les échantillons Aha<sub>1</sub>, Aha<sub>2</sub> et Aha<sub>3</sub> d'armoise blanche et 50 mg de matière sèche pour les noyaux de dattes.

V est de 30 ml pour tous les échantillons ;  $V_i = 50$  ml ;  $V_t = 5$  ml.

### **I-13 : DETERMINATION DE L'ACTIVITE ENZYMATIQUE DES NOYAUX DE DATTES**

Dans un souci d'estimer le temps de stockage de la farine de noyaux de dattes sans détérioration, nous avons testé l'activité enzymatique des principaux enzymes. La catalase, la peroxydase, l'ascorbate oxydase et les lipases. L'action enzymatique de ces enzymes est décrite avec précision par Karlson (91). Nous avons adopté la méthode décrite par Machev et al (90).

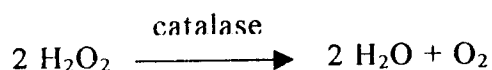
#### **I-13-1 : Détermination de l'activité de la catalase**

##### **I-13-1-1 : Définition**

La catalase est une enzyme qui a un groupement protéique et un groupement non protéique, elle possède une activité de centre catalytique particulièrement élevée (91).

##### **I-13-1-2 : Principe**

La réaction de la catalase s'écrit :



L'activité enzymatique consiste à déterminer la quantité de  $H_2O_2$  dégradée par l'enzyme. Cette quantité est évaluée par dosage redox en présence d'un témoin par  $KMnO_4$ .



### **I-13-1-3 : Mode opératoire**

#### **a) Préparation de l'extrait d'enzyme à partir du matériel végétal**

5 g environ, exactement pesés de noyaux de dattes fraîchement moulus, 3 à 4 g de sable et 0,3 g de CaCO<sub>3</sub> mélangés en bouillie à 20 ml d'eau distillée dans un mortier sont transvasés dans une fiole jaugée de 100 ml et laissés au repos pendant environ 30 minutes jusqu'à décantation totale de la solution. On filtre sur papier filtre, le filtrat obtenu contient l'extrait d'enzyme.

#### **b) Dosage de l'enzyme**

2 fois 20 ml de la solution sont mises chacune dans deux erlen-meyers de capacité 100 ml. L'une des deux servant comme témoin est portée à ébullition pendant 2 à 3 minutes pour inactivation d'enzyme. On met dans chacune 3 ml d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à 1% et on les incube pendant 30 minutes à 22 °C. On y ajoute ensuite 5 ml d'H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à 1% exactement (facteur F<sub>H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub></sub> à déterminer) et 2 à 3 gouttes d'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à 1%.

Les deux solutions sont titrées par K Mn O<sub>4</sub> 0,1N (on détermine son facteur F<sub>KMnO<sub>4</sub></sub> par utilisation de l'acide oxalique 0,1000N) jusqu'à apparition d'une couleur rose claire persistante pendant 1 minute.

\* L'expression du facteur F<sub>KMnO<sub>4</sub></sub>

$$F = \frac{\text{Volume H}_2\text{C}_2\text{O}_4}{\text{Volume K Mn O}_4}$$

#### **c) L'expression de l'activité enzymatique**

L'expression de l'activité enzymatique donnée en fonction de la dégradation de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> est :

$$\text{H}_2\text{O}_2 \text{ (mg/mn)} = \frac{(a - b) \cdot F_{\text{KMnO}_4} \cdot 1,7}{t}$$

a : Volume de K Mn O<sub>4</sub> utilisé pour titrage du témoin.

b : Volume de K Mn O<sub>4</sub> utilisé pour titrage de l'échantillon.

F : Facteur de K Mn O<sub>4</sub> (F = 1,075).

t : Temps d'incubation.

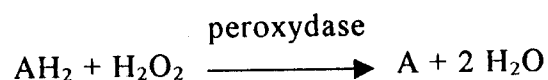
1,7 : H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> qui correspond à 1 ml 0,1N de K Mn O<sub>4</sub> exprimé en mg.



## I-13-2 : Détermination de l'activité de la peroxydase

### I-13-2-1 : Définition

La réaction de la peroxydase s'écrit :



La peroxydase catalyse l'oxydation de différents produits organiques tel (phénol, polyphénol, amino-aromatique, etc...). Elle utilise le  $\text{H}_2\text{O}_2$  accepteur d'hydrogène du substrat.

### I-13-2-2 : Principe

La peroxydase oxyde le diméthyl para-phényl-diamine en utilisant le  $\text{H}_2\text{O}_2$ , ainsi il se forme une solution colorée. La mesure de l'intensité de la coloration correspond à l'activité enzymatique.

### I-13-2-3 : Mode opératoire

#### a) Préparation de l'extrait d'enzyme à partir du matériel végétal

10 g environ, exactement pesés de noyaux de dattes fraîchement moulus sont mélangés dans une fiole à 100 ml d'eau distillée et laissés au repos pendant environ 5 minutes. On filtre sur papier filtre, 1 ml du filtrat est mis dans un tube à essai, on y ajoute ensuite 4 ml de tampon phosphate et 1 ml de la solution du D.P.F.D.

#### b) Mesure de l'intensité par spectrophotomètre (520 nm) (modèle DU-6)

La solution obtenue est rapidement agitée puis transvasée dans une cuve spectrophotométrique pour une mesure dans les premières secondes puis 60 secondes après ( $\gamma x$ ).

A la même solution, on additionne 0,1 ml d' $\text{H}_2\text{O}_2$  à 0,03% pour une deuxième mesure par spectrophotomètre dans les mêmes conditions que les précédentes ( $\gamma y$ ).

#### c) L'expression de l'activité de la peroxydase

L'activité de la peroxydase est donnée par :

$$A.P = 71,4 \cdot DO \text{ } \mu\text{mol DPFd/mn/g}$$

$$\text{D'où : } 1/\epsilon \cdot 6,1 \cdot 1000 \cdot 100 = 71,4$$

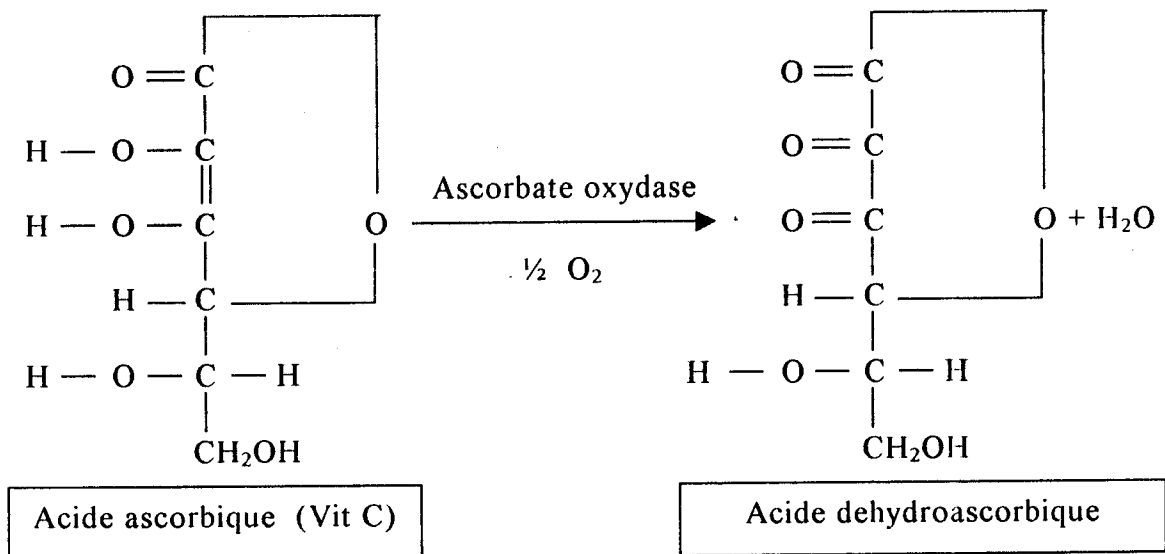
DO : Différence entre  $\gamma x$  et  $\gamma y$  pour 1 mn d'oxydation avec ou sans  $\text{H}_2\text{O}_2$ .

$\epsilon$  : densité optique (DO) molaire du DPFd.

### I-13-3 : Détermination de l'activité de l'ascorbate oxydase

#### I-13-3-1 : Définition

Le schéma réactionnel de l'ascorbate oxydase est donné par :



L'ascorbate oxydase catalyse l'oxydation de l'acide ascorbique (Vit C) jusqu'à l'acide dehydroascorbique.

#### I-13-3-2 : Principe

L'activité enzymatique de l'ascorbate oxydase contenu dans le végétal se fait par le dosage de l'iode réduit à partir des iodates de potassium par le tiosulfate de sodium. La quantité d'oxygène libérée par les iodates qui a oxydé l'acide ascorbique en acide dehydroascorbique, correspond à l'activité enzymatique.

#### I-13-3-3 : Mode opératoire

##### a) Préparation de l'extrait d'enzyme à partir du matériel végétal

5 g environ, exactement pesés de noyaux de dattes fraîchement moulus, mélangés en bouilli à 50 ml de tampon phosphate (pH=7) dans un mortier, sont mis au repos pendant environ 1 heure jusqu'à décantation totale de la solution. On filtre sur papier filtre, le filtrat obtenu est composé d'extrait d'enzyme.

##### b) Dosage de l'enzyme

2 fois 10 ml de solution sont mises chacune dans deux fioles erlen-mayer jaugée 50 ml. L'une des deux servant comme témoin est portée à ébullition pendant 2 à 3 minutes pour l'inactivation de l'enzyme. On verse dans chacune 10 ml d'acide

ascorbique à 0,1% et on les incube pendant 30 minutes à 37 °C. Elles sont portées à ébullition, tempérées et ajustées avec de l'eau distillée jusqu'à 50 ml, puis filtrées. On ajoute à 10 ml du filtrat, mis dans un erlen-meyer de capacité 100 ml, 5 ml de KI, 10 ml d'HCl, 1 ml d'amidon et 10 ml de KIO<sub>3</sub>.

5 minutes après, les deux solutions sont titrées par Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,001N jusqu'à disparition de la couleur bleue.

### c) Expression de l'activité de l'ascorbate oxydase

L'expression de l'activité de l'ascorbate oxydase est donnée par :

$$A.O = \frac{(A - B) \cdot F_{Na_2S_2O_3} \cdot 0,088 \cdot 25}{C \cdot t} \text{ mg AA/mn/g}$$

A : Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,001N en ml utilisé pour le témoin.

B : Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,001N en ml utilisé pour l'échantillon à étudier.

F : Facteur de corrélation (F = 1,01).

C : Poids de la prise d'essai (matière fraîche).

0,088 : Poids de l'acide ascorbique correspondant à 1 ml 0,001N de Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

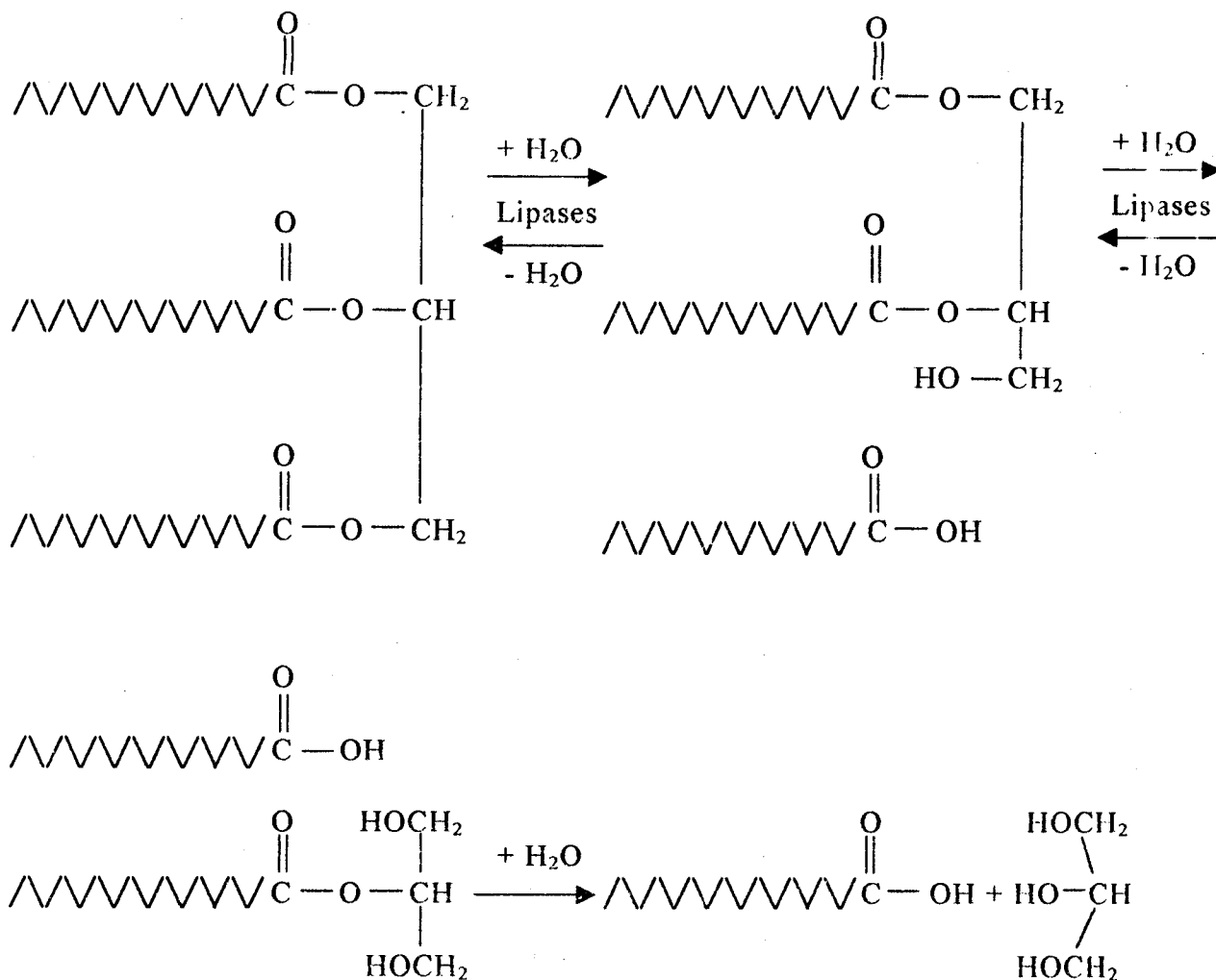
t : Temps d'incubation (30 minutes).

## I-13-4 : Détermination de l'activité des lipases

### I-13-4-1 : Définition

Les lipases catalysent l'hydrolyse des triglycérides jusqu'à obtenir du glycérol et des acides gras. La fixation d'une molécule d'eau permet la libération d'acide gras libre et du diglycéride tout d'abord. Une action prolongée scindera le deuxième acide gras et enfin le troisième.

Les véritables lipases agissent seulement sur les corps gras en émulsion et non sur les esters hydrosolubles (91).



#### I-13-4-2 : Principe

L'activité des lipases est mesurée par dosage pHmétrique, l'hydrolyse des triglycérides opérée sur la matière fraîche contenant les lipases en milieu acide tamponné (acétate de sodium) est dosé par une base forte par rapport à un témoin correspondant.

#### I-13-4-3 : Mode opératoire

##### a) Préparation de l'échantillon à partir du matériel végétal

5 g environ, exactement pesés de noyaux de dattes fraîchement moulus, mélangés à bouilli à 50 ml de tampon acétate (pH=4,7) dans un mortier, sont filtrés puis laissés au repos pendant 30 minutes, jusqu'à décantation totale de la solution, le filtrat obtenu contient l'extrait d'enzyme.

**b) Dosage de l'enzyme**

2 fois 10 ml de solution sont mises chacune dans deux erlen-meyer de capacité 200 ml. L'une des deux servant comme témoin, est portée à ébullition pendant 2 à 3 minutes pour inactivation de l'enzyme. On verse dans chacune 1 ml d'huile de table usuelle (huile d'olive) et 5 ml de tampon acétate (pH=4,7), le tout est incubé pendant 24 heures à 30 °C.

On y ajoute, ensuite 25 ml d'alcool éthylique, 25 ml d'éther diéthylique et 2 à 3 gouttes d'indicateur coloré (phenolphthaléine), les deux solutions sont titrées par NaOH 0,1N environ, on détermine le facteur F de NaOH par utilisation de l'acide oxalique 0,1000N.

\* L'expression du facteur  $F_{NaOH}$

$$F_{NaOH} = \frac{\text{Volume } H_2C_2O_4}{\text{Volume NaOH}} \approx 1$$

**c) L'expression de l'activité des lipases est donnée par :**

$$A.L = \frac{(A - B) \cdot F_{NaOH}}{C \cdot t} \quad (\text{ml NaOH}(0,1N) / \text{g} / \text{mn})$$

A : volume de NaOH (0,1N) pour l'échantillon à étudier.

B : volume de NaOH (0,1N) pour témoin.

F : facteur  $F_{NaOH}$  (0,1N) (F=1,04).

C : masse de l'échantillon analysé.

t : temps d'incubation.





## CHAPITRE II

### RESULTATS ET DISCUSSION DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DES DEUX ESPECES ETUDIEES

#### II-1 : TENEUR EN EAU ET EN HUMIDITE DE L'ARMOISE BLANCHE ET NOYAUX DE DATTES

Le tableau XXXIII donne les teneurs en eau et humidité des trois échantillons d'armoise blanche et des deux variétés de noyaux de dattes.

**Tableau XXXIII : Teneurs en eau et humidité des trois échantillons d'armoise  
blanche et des deux variétés de noyaux de dattes**

Echantillons	Eau %	Humidité %
Aha 1	19,27	2,63
Aha 2	9,12	4,25
Aha 3	18,22	2,83
D.B.	10,71	6,78
D.N.	10,61	6,47

Aha 1 : plante entière avant extraction des principes volatils

Aha 2 : feuille d'armoise blanche après extraction des huiles essentielles

Aha 3 : plante avec fleurs après extraction des principes volatils

D.B. : Degla Beïda

D.N. : Deglet Nour.

Pour la suite de l'exposé, les trois échantillons d'armoise blanche seront désignés par Aha 1, Aha 2, Aha 3. D.B. et D.N. désignerons respectivement les noyaux de Degla Beïda et de Deglet Nour.



Concernant l'armoise blanche, la plus grande teneur en eau est enregistrée pour la plante entière avant l'extraction des huiles, et la plus faible valeur pour les feuilles. C'est un résultat attendu. En effet, les rameaux de la plante constituent un véritable réservoir à eau comme la quasi-totalité des plantes. A titre d'exemple, les pailles des légumineuses sont constituées à plus de 84% en eau alors que les graines ou fruits tel les fèves, les poischiches ou les haricots sont de l'ordre de 10% en eau (conf. Tableau XXXVII).

Cette teneur est observée pour les noyaux de dattes Degla Beïda étant légèrement plus importante que Deglet Nour.

S'agissant de l'humidité, les feuilles d'armoise sont les plus sensibles avec 4,25%. Les noyaux de dattes sont du même ordre de grandeur, légèrement plus importante pour Degla Beïda. On notera que l'humidité des noyaux de dattes est faite sur un matériel végétal séché à 80 °C pendant 8 heures afin d'inhiber l'action enzymatique pour toutes les opérations suivantes.

## II-2 : TENEUR EN PROTEINES ET AZOTE NON PROTEIQUE

Dans le tableau XXXIV, nous avons regroupé les teneurs en protéines brutes équivalentes à l'azote total dans le matériel végétal, en protéines pures et en azote non protéique.

**Tableau XXXIV : Teneur en protéines brutes et protéines pures  
d'armoise blanche et noyaux de dattes**

Echantillons	% N <sub>2</sub> total m.s	% protéines brutes m.s	% N <sub>2</sub> protéines pures m.s	% protéines pures m.s	% azote non protéique m.s
Aha 1	1,89	11,81	1,68	10,50	0,21
Aha 2	3,36	21,03	3,18	19,88	0,18
Aha 3	2,00	12,52	1,74	10,88	0,26
D.B.	0,89	5,56	0,73	4,56	0,16
D.N.	0,89	5,50	0,66	4,13	0,23

m.s : matière sèche



L'*Artemisia herba alba* est relativement riche en protéines. Elles sont concentrées principalement dans les feuilles de la plante qui enregistrent le plus fort taux de protéines avec 21%. Ce taux est comparable à celui des féculs de volailles déshydratées et est de l'ordre de grandeur de la plus part des graines de légumineuse en particulier les pois chiches et les lentilles. Les teneurs dans la plante entière avec ou sans fleurs sont comparables, légèrement plus importante pour la dernière. Elles se situent au voisinage des germes de maïs non pressés et du lactosérum.

Les noyaux de dattes beaucoup moins riche en protéines sont du même ordre de grandeur que ceux donné par Houichiti (72). Au contraire nos teneurs sont beaucoup plus faibles, comparées à celles données par Sawaya et al (73) 22% sur une population de datte d'Arabie Saoudite. Elles sont de l'ordre de grandeur des glands de diverses espèces de chênes algériennes (97),(98),(99).

L'azote non protéique est plus important dans la plante entière d'armoïse blanche par rapport aux feuilles. La variété Deglet Nour semble être la plus riche en cet élément. Bien que relativement faible pour l'ensemble des échantillons analysés, le pourcentage en azote non protéique reste dans la gamme des valeurs de la plus part des graines de légumineuses. Il est la conséquence de fertilisation des sols par nitrates qui sont assimilés par les plantes (100),(101).

### II-3 : TENEUR EN GLUCIDE ET AMIDON

Le tableau XXXV regroupe les teneurs en glucide et amidon des cinq échantillons étudiés. Nous donnons également les différences de volume  $\Delta VG$  de fénicianite réduit entre le témoin et la solution à doser, les différences de volume  $\Delta VA$  entre la solution témoin et la solution à titrer pour l'obtention de la quantité de glucose ainsi que la quantité en glucose  $G$  équivalent en mg dans le volume pris pour le titrage.

**Tableau XXXV : Teneurs en glucides et amidons d'armoise blanche et noyaux de dattes. Les teneurs sont fonction de la matière sèche**

Echantillons	$\Delta$ VG ml	m mg	% m s glucide	$\Delta$ VA ml	G eq. mg	% m s amidon
Aha 1	5,9	9,55	7,61	20,4	2,63	11,4
Aha 2	7,3	12,00	9,42	25,0	3,20	13,9
Aha 3	7,2	11,82	9,40	31,4	4,05	17,5
D.B.	5,5	8,89	14,25	17,0	2,20	23,8
D.N.	6,2	10,07	16,12	18,9	2,42	26,2

La teneur en glucide la plus faible enregistrée est pour la plante entière non fleurie. Les feuilles et la plante fleurie sont du même ordre de grandeur et se rapprochent de la teneur des glands du chêne zeen (99).

Les noyaux de dattes ont des teneurs en glucide légèrement supérieures à celles données par Houichiti (72). La plus forte est enregistrée pour la variété Deglet Nour. Elles restent proches de certaines variétés de glands de chênes (98).

Les teneurs en amidon sont relativement faibles pour tous les échantillons étudiés mais demeurent dans les valeurs d'exigence pour l'alimentation du bétail (93).

#### **II-4 : COMPOSITION CHIMIQUE TOTALE DES ECHANTILLONS ETUDIÉS**

Dans le tableau XXXVI, nous regroupons la teneur des principaux constituants (teneur en eau, glucides, amidon, protéines, matière grasse et résidu minéral ou cendres) des trois échantillons d'armoise blanche et des deux variétés de noyaux de dattes (102),(103).

**Tableau XXXVI : Composition chimique des trois échantillons d'armoise blanche et des deux variétés de noyaux de dattes**

Echantillons	% H <sub>2</sub> O	Sucre m.s	Amidon m.s	Cellulose m.s	Matière grasse m.s	Protéine m.s		Résidu minéral
						Brute	pure	
Aha 1	19,27	7,61	11,40	27,10	7,40	11,81	10,50	9,20
Aha 2	9,12	9,42	13,90	19,70	9,50	21,00	19,88	14,20
Aha 3	18,22	9,40	17,50	20,20	6,00	12,49	10,89	11,10
D.B.	10,71	14,25	23,80	18,18	9,27	5,56	4,56	1,30
D.N.	10,61	16,12	26,20	20,79	8,28	5,50	4,13	1,06

La teneur en matières grasses la plus faible est enregistrée pour la plante avec fleurs, la plus importante pour les feuilles d'armoise. Pour les noyaux de dattes, elle est dans l'ordre de grandeur donnée par la littérature (72),(104), elle est plus importante pour la variété Degla Beïda.

La plante entière traitée avant l'extraction des huiles essentielles (Aha 1) donne la plus forte teneur en cellulose. Les deux derniers échantillons de la plante sont à peu de chose près équivalents en ce constituant.

Cette teneur est peu différente pour les deux variétés de noyaux de dattes, légèrement plus importante pour Deglet Nour. Ces teneurs sont pour les deux variétés de dattes près de 30% plus faibles que celles données par Houichiti (72).

Les résidus minéraux pour les noyaux de dattes sont comparables à ceux donnés par la littérature (72),(73). Ils sont à près de 30% plus importants pour la variété Degla Beïda.

S'agissant de l'armoise blanche, la plus forte teneur en résidu est localisée dans les feuilles. Les résidus minéraux dans les feuilles sont de 28% plus importants par rapport à la plante avec fleur et de près de 55% plus importants par rapport au premier échantillon.

Nos échantillons comparés à certains produits agricoles et sous produits de divers secteurs agro-industriels locaux (tableau XXXVII) montrent que :

**Tableau XXXVII : Composition chimique des différents produits  
et sous produits locaux**

Produits et sous produits alimentaires	Matière sèche (%)	Exprimée en % de la matière sèche				Auteurs
		Protéines brutes	Matières grasses	cellulose brute	Matières minérales	
<b>Produits agricoles graines de légumineuses</b>						
Féverole	88,47-90,00	26,00-30,62	1,58-2,00	6,40-7,50	3,50	Résultats d'analyse du laboratoire de zootechnie I.N.A
Fève	87,40-89,12	26,95-27,56	1,23-1,41	4,77-7,09	4,68-4,89	
Pois potage	90,89-93,28	25,06-29,12	0,49-0,83	7,80-10,10	2,89-2,97	
Pois chiche	89,21-89,71	23,85-24,17	5,49-5,80	3,09-7,25	2,22-3,23	
Lentille	89,70-90,57	20,51-25,58	1,34	4,45-4,75	2,78-3,38	
Haricot	90,39-91,82	24,56-25,28	1,46	3,96-4,61	4,46-4,83	
Caroube	75,00-88,00	2,00-6,00	0,20-2,70	3,50-8,70	1,50-3,70	Piccioni (1965) Yakhlef (1982)
Pailles de légumineuses	16,00-16,80	8,00-10,20	1,00-1,20	34,50-38,00	-	Piccioni (1965)
<b>Sous produits agro-industriels</b>						
Grignons d'olive						
Brut	92,07-93,17	6,12-6,46	7,17-9,53	39,27-44,61	1,75-3,50	Zaidi (1983)
Tami	94,21-95,19	10,52-14,54	19,79-20,10	10,15-22,11	5,11-6,92	Merabat (1984)
Noyaux de dattes	-	5,84	8,5	30,04	1,70	Houichiti (1987)
Marc de raisins	40,00-43,01	14,00-16,08	7,81-8,00	23,00-27,01	5,31-7,00	Lawrence et al (1981) Meguezzi (1981)
Levure de bière	89,89	50,46	10,94	0,91	6,35	Piccioni (1965)
Drèches de brasserie	92,72	-	3,91	15,58	8,77	
Gluten de maïs	94,12	47,85	6,90	1,83	1,20	Laboratoire de zootechnie INA (1982) cité par Kouri (1983)
Fourages de maïs	89,14	14,24	3,26	11,88	1,86	
Germe non pressés	90,12	12,97	44,28	9,42	1,39	
Pulpes d'agrumes	82,00-90,00	6,20-10,90	1,88-3,40	8,75-11,60	5,14-6,30	Morrisson et al (1986) Triki (1979)
Fécules de volailles déshydratées	96,43-96,65	22,15-26,32	0,50-4,12	10,82-14,00	23,00-23,46	Djoundi (1974) Nouad (1979)
Lactoscrum	6,57-6,76	12,63-13,56	1,29-3,81	-	9,21-11,11	Salah Ouelhadj (1981) Sadouki (1978) Collet et Fevrier (1973)

L'armoise blanche est globalement plus riche en protéines que la plus part des sous produits agro-industriels excepté le gluten de maïs et les féculs de volailles. Les protéines des feuilles d'armoise sont comparables aux lentilles pas loin des pois chiche et haricots.

La teneur en matière minérale est la plus importante que tous les produits cités dans le tableau excepté la féculs de volaille déshydratée.

La cellulose est dans l'ordre de grandeur des marcs de raisin et n'est dépassée que par les grignons d'olive brute et les noyaux de dattes.

La teneur en matière grasse est relativement très importante puisqu'elle est de l'ordre de grandeur des grignons d'olive et des marcs de raisin.

Les teneurs en matière sèche globales de nos échantillons sont comparables au caroube, légèrement plus faibles que tous les produits cités dans le tableau, mais plus importantes que les marcs de raisin et surtout des pailles de légumineuses et lactosérum.

Les mêmes remarques sont à faire concernant les noyaux de dattes pour les teneurs en matières grasses, cellulose et matière sèche globale. Les résidus minéraux sont parmi les plus faibles ainsi que les protéines brutes.

## **II-5 : COMPOSITION EN ACIDES AMINES**

Les tableaux XXXVIII et XXXIX regroupent respectivement la composition chimique des échantillons étudiés en fonction des protéines brutes et de la matière sèche. Leurs numérotations dans le tableau respecte leurs ordres d'élution dans l'analyseur automatique type AAA tchécoslovaque. Leurs proportions relatives sont établies automatiquement par l'analyseur au préalable étalonné par des solutions étalons dont les compositions sont parfaitement définies en acides aminés. La lecture est faite sous lumière monochromatique à 540 nm. Les densités optiques de chaque acide aminé dans l'aminogramme par rapport aux densités optiques des solutions étalons permettent d'atteindre leur teneur.



**Tableau XXXVIII : Composition en acides aminés par rapport aux protéines brutes des trois échantillons d'armoise blanche et des deux variétés de noyaux de dattes (102),(103)**

Acides aminés	Aha 1	Aha 2	Aha 3	D.B.	D.N.
1- Lysine	5,22	6,08	5,04	4,00	4,55
2- Histidine	1,84	1,91	1,44	1,17	1,80
3- Arginine	3,97	4,78	4,16	3,68	3,54
4- Ac. Aspartique	8,01	10,10	7,36	6,65	7,24
5- Thréonine	3,97	3,21	3,84	3,27	3,82
6- Serine	4,62	4,69	4,32	5,04	5,63
7- Ac. Glutamique	9,41	10,86	8,24	7,55	8,45
8- Proline	8,60	5,45	8,16	4,00	4,36
9- Glycine	4,48	4,50	4,16	3,09	3,46
10- Alanine	5,37	7,18	5,12	4,00	4,13
11- Cystine	0,29	0,43	0,24	1,05	0,91
12- Valine	3,60	4,59	3,20	2,90	3,81
13- Methionine	0,96	1,20	0,88	0,75	0,73
14- Isoleucine	2,57	3,01	2,24	2,34	2,83
15- Leucine	5,73	7,61	5,84	4,95	5,81
16- Thyrosine	2,06	2,77	2,32	2,52	2,64
17- $\phi$ -alanine	3,82	4,88	3,36	5,04	4,19
18- Tryptophane	—	—	—	0,90	0,91

Il apparaît que les teneurs en acides aminés sont liées aux quantités de protéines contenues dans les échantillons d'armoise blanche étudiés. En effet l'échantillon Aha 2 qui représente les feuilles d'armoise, le plus riche en protéines brutes affiche les plus forts taux en acides aminés comparés à la plante entière (Aha 1) et avec fleurs (Aha 3). Ces derniers bien qu'ils se caractérisent par des quantités de protéines voisines sont légèrement plus importants dans l'échantillon (Aha 1) à l'exception de la thyrosine.



S'agissant des noyaux de dattes, il apparaît clairement que la composition en acides aminés des protéines des deux variétés est différente bien que leur proportion en protéines brutes soit similaire.

Les quantités de glycine, valine, leucine, acide aspartique et acide glutamique sont plus élevés dans les protéines des noyaux de Deglet Nour. Les protéines des noyaux de Degla Beïda contiennent plus d'acide aminé contenant du soufre (cystine et méthionine) et phenylalanine.

Il importe de remarquer que les protéines des deux espèces sont riches en acide glutamique, acide aspartique et phenylalanine.

De même, les protéines des trois échantillons d'armoise blanche sont riches également en acide glutamique, acide aspartique et aussi proline et leucine. Aussi, dans l'ensemble, on constate une certaine « monotonie » dans les proportions des acides aminés des cinq échantillons étudiés. Les acides aminés soufrés sont les plus faibles en proportions, les plus importants étant l'acide glutamique et l'acide aspartique. Le tryptophane n'a pas été étudié dans l'armoise blanche.

Des observations similaires au tableau XXXVIII sont à faire pour les proportions en acides aminés par rapport à la matière sèche.

Ces valeurs données en fonction du matériel végétal sec montre plus clairement les teneurs exceptionnellement élevées de l'ensemble des acides aminés dans les feuilles d'armoise par rapport aux plantes entières et surtout les différences des proportions entre les deux espèces étudiées. Les acides aminés des noyaux de dattes sont en proportion beaucoup plus faibles globalement que ceux de l'armoise blanche. C'est un résultat que nous avons mis en évidence lors d'une étude comparative en protéines et acides aminés des deux espèces étudiées (105). Dans cette étude nous avons proposé ces deux espèces comme additifs aux aliments de bétail. Les résultats de cette étude ont fait également l'objet d'une communication présentée au Quatrième Congrès de la Société Algérienne de Chimie (106).

**Tableau XXXIX : Composition en acides aminés par rapport à la matière sèche des trois échantillons d'armoise blanche et des deux variétés de noyaux de dattes (102),(103)**

Acides aminés	Aha 1	Aha 2	Aha 3	D.B.	D.N.
1- Lysine	0,71	1,27	0,63	0,12	0,07
2- Histidine	0,25	0,40	0,18	0,05	0,04
3- Arginine	0,54	1,00	0,52	0,33	0,18
4- Ac. Aspartique	1,09	2,11	0,92	0,30	0,27
5- Thréonine	0,54	0,67	0,48	0,16	0,15
6- Serine	0,63	0,98	0,54	0,13	0,11
7- Ac. Glutamique	1,28	2,27	1,03	0,75	0,67
8- Proline	1,17	1,14	1,02	0,18	0,14
9- Glycine	0,61	0,94	0,52	0,20	0,17
10- Alanine	0,73	1,50	0,64	0,21	0,18
11- Cystine	0,04	0,09	0,03	0,02	0,01
12- Valine	0,49	0,96	0,40	0,17	0,15
13- Methionine	0,13	0,25	0,11	0,04	0,03
14- Isoleucine	0,35	0,63	0,28	0,11	0,10
15- Leucine	0,78	1,59	0,73	0,24	0,20
16- Thyrosine	0,28	0,58	0,29	0,07	0,08
17- $\alpha$ -alanine	0,52	1,02	0,42	0,14	0,13
18- Tryptophane	—	—	—	0,05	0,05

Le tableau XXXX représente la composition par groupe d'acides aminés selon leur caractère chimique comparée aux protéines dans les cinq échantillons étudiés. Selon Baudet et al (96), Machev (100), Standev et al (86) et Koutouzouva et al (107) c'est une donnée qui peut être précieuse dans l'équilibre de l'alimentation aussi bien humaine qu'animale.

**Tableau XXXX : Composition par groupe chimique  
d'acides aminés par rapport aux protéines**

Acides aminés	Aha 1	Aha 2	Aha 3	D.B.	D.N.
1- Mono-amino carboxylique Glycine + Alanine + Valine	13,45	16,27	12,48	9,99	11,58
2- Ac. Dicarboxylique Ac. Aspartique + Ac. Glutamique	17,42	20,96	15,60	14,20	15,69
3- Ac. Aminés soufrés Cystine + Methionine	1,25	1,63	1,12	1,80	1,64
4- Ac. Aminés basiques Lysine + Histidine + Arginine	11,03	12,77	10,64	8,85	9,89
5- Ac. Aminés hydroxylés Serine + Thréonine	8,60	7,90	8,16	8,31	9,45
6- Ac. Aminés leuciniques Leucine + Isoleucine	8,30	10,62	8,08	7,29	8,64
7- Ac. Aminés aromatiques φ-alanine + Thyrosine + Proline + Tryptophane	14,48*	13,10*	13,84*	12,46	12,10

\* : la teneur en tryptophane n'est pas prise en compte

Les acides aminés par groupe chimique respectent en général la proportionnalité par rapport à la teneur en protéines dans les échantillons d'armoise blanche. A la teneur la plus élevée en protéines dans l'échantillon correspond la plus forte teneur en acides aminés par groupe chimique. Deux exceptions sont à signaler pour les acides aminés hydroxylés et les acides aminés aromatiques. Aux teneurs très voisines des échantillons Aha 1 et Aha 3 correspondent des proportions voisines en acides aminés par groupe chimique.

Les proportions dans les noyaux de dattes qui étaient différentes par acides aminés pour chaque variété observent une certaine similitude par groupe chimique. Elles sont plus importantes dans les noyaux de dattes Deglet Nour par rapport à Degla Beïda. Les exceptions sont pour les acides aminés soufrés et les acides aminés aromatiques où les situations sont inversées.

**Tableau XXXXI : Composition par groupe chimique d'acides aminés par rapport à la matière sèche**

Acides aminés	Aha 1	Aha 2	Aha 3	D.B.	D.N.
1- Mono-amino carboxylique Glycine + Alanine + Valine	1,83	3,40	1,56	0,58	0,50
2- Ac. Dicarboxylique Ac. Aspartique + Ac. Glutamique	2,37	4,38	1,95	1,05	0,94
3- Ac. Aminés soufrés Cystine + Methionine	0,17	0,34	0,14	0,06	0,04
4- Ac. Aminés basiques Lysine + Histidine + Arginine	1,50	2,67	1,33	0,50	0,49
5- Ac. Aminés hydroxylés Serine + Thréonine	1,17	1,65	1,02	0,29	0,26
6- Ac. Aminés leuciniques Leucine + Isoleucine	1,13	2,22	1,01	0,35	0,32
7- Ac. Aminés aromatiques $\phi$ -alanine + Thyrosine + Proline + Tryptophane	1,97	2,74	1,73	0,44	0,40

Aucune observation d'intérêt majeur n'est à relever dans les proportions par groupe chimique d'acides aminés en fonction de la matière sèche. Les acides aminés hydroxylés et aromatiques suivent la similarité de l'échantillon le plus riche en protéine (Aha 2).

Les teneurs des noyaux de dattes respectent eux aussi les proportionnalités en fonction de la matière sèche.

## II-6 : SITUATION DES TENEURS EN ACIDES AMINES PAR RAPPORT A DES VEGETAUX USUELS ET DES GLANDS DE CHENES ALGERIENS

Afin de situer nos échantillons en apport protéique, nous avons regroupé dans le tableau XXXXII, les teneurs en acides aminés des légumineuses les plus courantes, de deux variétés de céréales et de différentes espèces de glands de chênes (97),(98),(99),(107).

**Tableau XXXXII : Composition en acides aminés d'espèces végétales courantes et glands de chênes en fonction de la matière sèche**

Ac. Am.	Légumineuses				Céréales		Glands de chênes		
	1*	2*	3*	4*	5*	6*	7**	8**	9**
1- Lysine	2,00	1,87	1,70	1,53	0,40	0,23	0,19	0,23	0,18
2- Histidine	0,78	0,85	0,70	1,05	0,32	0,19	0,08	0,12	0,11
3- Arginine	1,87	1,70	2,40	1,13	0,58	0,35	0,29	0,38	0,32
4- Ac, Aspartique	3,42	3,50	3,00	2,70	0,83	0,43	0,58	0,77	0,63
5- Thréonine	1,13	1,23	1,00	0,72	0,43	0,25	0,14	0,18	0,16
6- Serine	1,52	1,90	1,40	1,31	0,76	0,31	0,19	0,23	0,18
7- Ac, Glutamique	5,30	3,60	4,20	4,00	5,28	1,07	0,63	0,80	0,77
8- Proline	1,28	1,21	1,10	0,75	1,68	0,59	0,18	0,20	0,18
9- Glycine	1,31	1,29	1,10	0,86	0,57	0,29	0,18	0,21	0,17
10- Alanine	1,28	1,35	1,10	1,15	0,58	0,46	0,21	0,25	0,21
11- Cystine	0,37	0,35	0,17	0,32	0,11	0,18	0,04	0,04	0,05
12- Valine	1,43	1,68	1,30	1,18	0,62	0,33	0,22	0,27	0,24
13- Methionine	0,21	0,35	0,20	0,40	0,18	0,13	0,05	0,07	0,04
14- Isoleucine	1,37	1,48	1,10	1,10	1,04	0,23	0,15	0,18	0,15
15- Leucine	2,10	2,38	2,00	2,12	0,76	0,69	0,33	0,40	0,35
16- Thyrosine	1,12	1,00	0,95	0,59	0,43	0,27	0,12	0,14	0,09
17- φ-alanine	1,30	1,68	1,30	1,53	0,76	0,29	0,17	0,18	0,18

1 - Fêve ; 2 - Haricot ; 3 - Lentilles ; 4 - Pois chiche ; 5 - Blé ; 6 - Maïs ;  
7 - Glands de chêne vert ; 8 - Glands de chêne liège ; 9 - Glands de chêne zeen.

\* : teneurs moyennes en ac. Aminés

\*\* : teneurs moyennes en acides aminés d'espèces de l'ouest algérien.

Comparé au tableau XXXIX, l'échantillon Aha 2 le plus riche en protéine a des teneurs en acides aminés pas loin des légumineuses (en particulier les pois chiche) par la lysine, l'arginine, l'ac. aspartique, la thréonine, la glycine, la valine et la thyrosine. L'alanine et la proline sont plus importantes dans les feuilles d'armoise que l'ensemble des légumineuses.

La plante entière avec ou sans fleurs (Aha 3 et Aha 1) sont intermédiaires entre les céréales et les légumineuses.

La proline se rapproche davantage des légumineuses. L'histidine et l'arginine au contraire ne sont pas loin des céréales.

La teneur en cystine est semblable à celles des glands de chênes, celle de la méthionine à celles des céréales. La méthionine dans Aha 2 est semblable à celles des fèves et des lentilles.

Les noyaux de dattes ont des teneurs dans l'ensemble légèrement inférieurs aux glands de chênes. Les acides glutamique, proline, glycine, et alanine ont des teneurs similaires aux glands des chênes vert et zeen.

Le tableau XXXXIII donne la composition en acide aminé d'espèces végétales courantes et glands des trois variétés de chênes de l'ouest algérien par rapport aux protéines. Ces valeurs comparées à ceux de nos échantillons (tableau XXXVIII) montrent qu'il n'y a que très peu de similitude dans les proportions et que presque chaque acide aminé dans nos échantillons à sa situation propre par rapport aux végétaux de comparaison. Cependant, globalement les échantillons d'armoise blanche se rapprochent davantage des légumineuses, exception faite de l'histidine, arginine, acide glutamique, proline et isoleucine dont les valeurs sont similaires à ceux des variétés de chênes et phenyl alanine au blé et au chêne liège.

Les variétés de noyaux de dattes sont plutôt similaires aux glands de chênes et au blé et plus particulièrement le chêne zeen.

**Tableau XXXXIII : Composition en acides aminés d'espèces végétales courantes et glands de chênes. Valeurs comparées aux protéines**

Ac. Am.	Légumineuses				Céréales		Glands de chênes		
	1*	2*	3*	4*	5*	6*	7**	8**	9**
1- Lysine	6,40	6,80	7,00	5,70	2,50	3,25	3,27	4,12	3,42
2- Histidine	2,50	3,10	2,70	3,90	2,00	3,00	1,47	2,11	2,09
3- Arginine	6,00	6,20	9,00	4,20	3,62	5,15	4,90	6,90	6,09
4- Ac, Aspartique	11,00	12,80	11,60	10,10	5,18	6,36	9,96	14,02	12,00
5- Thréonine	3,60	4,50	4,10	2,70	2,70	3,00	2,41	3,19	3,04
6- Serine	4,90	6,90	5,40	4,90	4,75	5,00	3,26	4,15	3,42
7- Ac, Glutanique	17,20	13,20	17,50	14,80	23,00	18,81	10,57	14,20	14,66
8- Proline	4,10	4,40	4,40	2,80	10,50	10,37	3,12	3,64	3,42
9- Glycine	4,20	4,70	4,40	3,20	3,56	4,90	3,57	3,70	3,23
10- Alanine	4,10	4,90	4,40	4,30	3,62	6,50	3,57	4,36	4,00
11- Cystine	1,20	1,30	0,70	1,20	0,68	1,75	0,83	0,80	0,95
12- Valine	4,60	6,10	5,00	4,40	3,91	5,40	3,68	4,78	4,75
13- Methionine	0,70	1,30	0,80	1,50	1,15	1,50	0,96	1,41	0,76
14- Isoleucine	4,40	5,40	4,50	4,10	6,54	3,95	2,57	3,19	2,85
15- Leucine	7,70	8,70	7,90	7,90	4,55	12,30	5,64	7,17	6,66
16- Thyrosine	3,60	3,70	3,70	2,20	2,68	3,00	2,08	2,44	1,71
17- φ-alanine	4,20	6,00	5,30	5,70	4,81	5,10	2,93	3,19	3,42

Notons aussi que la proline est plus importante dans les échantillons d'armoïse par rapport aux légumineuses et qu'elle est à rapprocher aux céréales et que la cystine est en teneur beaucoup plus faibles dans l'armoïse par rapport à toutes les autres valeurs. Ce même acide aminé dans les noyaux de dattes est équivalent à l'ensemble des éléments de comparaison et en particulier le chêne zeen.

Dans le tableau XXXIV, nous avons regroupé les teneurs en acides aminés par groupe chimique en fonction de la matière sèche des légumineuses, céréales et des glands des trois variétés de chênes de l'ouest algérien.

Il est intéressant de remarquer que si les teneurs par rapport à la matière sèche d'espèces végétales différentes paraissent n'avoir aucune similitude entre elles, par rapport aux protéines des convergences dans les valeurs apparaissent entre les différentes espèces.

**Tableau XXXIV : Composition d'acides aminés par groupe chimique en fonction de la matière sèche et des protéines d'espèces végétales courantes et glands de chênes**

Variétés			A	B	C	D	E	F	G
Légumineuses	1	% ms	4,02	8,72	0,58	4,65	2,65	3,77	3,70
		% pro	12,90	28,20	1,90	14,90	8,50	12,10	11,90
	2	% ms	4,32	7,10	0,70	4,42	3,13	3,86	3,86
		% pro	15,70	26,00	2,60	16,10	11,40	14,10	14,10
	3	% ms	3,50	7,20	0,37	4,80	2,40	3,10	3,35
		% pro	13,80	29,10	1,50	18,70	9,50	12,40	13,40
	4	% ms	3,19	6,70	0,72	3,71	2,03	3,22	2,87
		% pro	11,90	24,90	2,70	13,80	7,60	12,00	10,70
Céréales	5	% ms	1,77	6,11	0,29	1,30	1,19	1,80	2,87
		% pro	11,09	28,18	2,83	8,12	7,45	11,39	17,99
	6	% ms	1,08	1,50	0,41	0,76	0,56	0,92	1,15
		% pro	16,85	24,17	3,25	11,40	8,00	16,25	18,47
Glands de chênes	7	% ms	0,61	1,21	0,09	0,56	0,33	0,68	0,47
		% pro	10,82	20,53	1,79	9,64	5,67	8,21	8,13
	8	% ms	0,73	1,57	0,11	0,73	0,41	0,58	0,52
		% pro	12,84	28,22	2,21	13,13	7,34	10,36	9,27
	9	% ms	0,62	1,40	0,09	0,61	0,34	0,55	0,45
		% pro	11,98	26,66	1,71	11,60	6,46	9,51	8,55



- |                                |                         |
|--------------------------------|-------------------------|
| A : Monoaminocarboxylique      | B : Dicarboxylique      |
| C : Ac. am. Soufrés            | D : Ac. am. Basiques    |
| E : Ac. am. $\beta$ hydroxylés | F : Ac. am. leuciniques |
| G : Ac. am. aromatiques        |                         |

Ainsi le groupe monoaminocarboxylique est compris entre 10,8 et 15,7%, le groupe dicarboxylique entre 20,5 et 29,1%, le groupe d'acide aminé soufré entre 1,5 et 3,2%. Pour les autres groupes même si les écarts sont un peu plus prononcés, il n'en demeure pas moins qu'ils restent dans des proportions beaucoup plus rapprochées par rapport aux teneurs relatives à la matière sèche. Comparés à nos échantillons est relativement à la matière sèche (tableau XXXXII) l'échantillon d'armoise blanche Aha 2 représentant les feuilles d'armoise est dans une situation intermédiaire entre les légumineuses et les céréales pour l'ensemble des groupes sauf pour le groupe A où il se rapproche des légumineuses.

Les deux autres échantillons d'armoise sont intermédiaires entre les glands de chêne et les céréales sauf pour les groupes A et D où ils pourraient être classés avec les céréales.

Les noyaux de dattes sont dans des proportions plus faibles que les glands de chêne sauf pour les groupes E et G où ils sont comparables.

Comparés aux teneurs par rapport aux protéines les groupes de nos six échantillons (Tableau XXXX) sont dans une bonne similitude avec leurs homologues du tableau XXXXIV, sauf pour le groupe B où seule Aha 2 est équivalente. Tous les autres sont inférieurs et particulièrement pour les acides aminés aromatiques où l'ensemble de nos échantillons se rapprochent des légumineuses.

## **II-7 : ESTIMATION QUALITATIVE DES PROTEINES D'ARMOISE BLANCHE ET NOYAUX DE DATTES**

Cette estimation est faite selon Mitchel et Oser (108). Il s'agit en fait de la détermination de la valeur biologique des protéines de l'échantillon étudié par ces acides aminés essentiels en fonction de ceux des œufs (protéines de référence).



C'est une méthode analytique qui permet de classer les protéines de variétés différentes par rapport aux protéines des œufs. L'indice biochimique préconisé par Mitchel est représenté par le rapport de chaque acide aminé essentiel dans l'échantillon par rapport au même dans l'œuf. Le facteur limitant de Mitchel correspond au pourcentage de l'acide aminé le plus faible en proportion comparé à son homologue dans l'œuf.

Le deuxième indice utilisé pour la détermination de la valeur biologique des protéines est le EAA (acides aminés essentiels) index ou indice de Ozer. Il a l'avantage de tenir compte de l'ensemble des acides aminés essentiels en fonction de l'œuf.

EAA indice est déterminé par :

$$\text{EAA indice} = \left[ \frac{\prod_{i=1}^n \% \text{AA}_i \text{ échantillon}}{\prod_{i=1}^n \% \text{AA}_i \text{ œuf}} \right]^{\frac{1}{n}} \times 100$$

$i$  : nombre entier naturel allant de 1 à 8

% AA : pourcentage d'acide aminé par rapport aux protéines.

Si l'indice biochimique de Mitchel permet la comparaison qualitative des protéines d'une substance donnée par rapport aux protéines de l'œuf pour chaque acide aminé pris séparément, la formule de Ozer plus générale permet cette comparaison pour deux jusqu'à huit acides aminés essentiels.

La valeur de EAA indice est le reflet de la qualité des protéines dans l'aliment comparée à l'œuf pris comme référence.

Les tableaux XXXXV et XXXXVI représentent respectivement les teneurs en acides aminés essentiels dans les protéines, pourcentage en acides aminés sur protéine brute, ainsi que leurs valeurs comparées aux acides aminés de l'œuf.

**Tableau XXXV : Pourcentage en acides aminés essentiels sur protéines des échantillons d'armoise blanche. Valeurs biologiques des protéines (102)**

Acides aminés	%AA œuf	Aha 1		Aha 2		Aha 3	
		%AA	%relatif	%AA	%relatif	%AA	%relatif
1 - Leucine	9,2	5,7	62	7,6	83	5,8	63
2 - Isoleucine	8,0	2,6	32	3,0	37	2,2	27
3 - Lysine	7,2	5,2	72	6,1	85	5,0	69
4 - Methionine	4,1	1,0	24	1,2	29	0,9	22
5 - Phenylalanine	6,3	3,8	60	4,9	78	3,4	54
6 - Thréonine	4,9	4,0	82	3,2	65	3,8	78
7 - Valine	7,3	3,6	49	4,6	63	3,2	44
<b>Total</b>	<b>47,0</b>	<b>25,9</b>	<b>-</b>	<b>30,6</b>	<b>-</b>	<b>24,3</b>	<b>-</b>
Facteur limitant		Méthionine 24		Méthionine 29		Méthionine 22	
EAA indice		66		59		32	

AA : Acides aminés

**Tableau XXXVI : Pourcentage en acides aminés essentiels sur protéines des échantillons des noyaux de dattes. Valeurs biologiques des protéines (102)**

Acides aminés	%AA œuf	Degla Beïda		Deglet Nour	
		%AA	%relatif	%AA	%relatif
1 - Leucine	9,2	4,95	54	5,81	63
2 - Isoleucine	8,0	2,34	30	2,83	35
3 - Lysine	7,2	4,00	56	4,55	63
4 - Methionine	4,1	0,75	18	0,73	18
5 - Phenylalanine	6,3	5,04	80	4,19	69
6 - Thréonine	4,9	3,27	67	3,83	78
7 - Valine	7,3	2,90	40	3,81	52
8 - Tryptophane	1,5	0,90	60	0,91	60
<b>Total</b>	<b>48,5</b>	<b>24,15</b>	<b>-</b>	<b>26,68</b>	<b>-</b>
Facteur limitant		Méthionine 18		Méthionine 18	
EAA indice (8)		46		51	
EAA indice (7)*		44		49	

\* : EAA indice (7) ne tient pas compte du tryptophane

Le tableau XXXXVII regroupe les valeurs du facteur limitant, EAA indice et les pourcentages en acides aminés essentiels de quelques espèces végétales courantes et glands de chênes vert, liège et zeen de l'ouest algérien (97),(98), (99),(107),(108).

**Tableau XXXXVII : Pourcentage en acides aminés essentiels, facteur limitant et EAA indices de quelques espèces végétales et viandes rouges**

Espèce /Variété végétale	% total en A.A. essentiels	Facteur limitant	EAA indice	
			7 AA**	8 AA
<b>Légumineuses</b>				
Fève	31,60	Méthionine 17	58	
Haricot	38,80	Méthionine 32	75	
Lentille	34,60	Méthionine 20	64	
Pois chiche	32,00	Méthionine 36	63	
Farine de soja*	31,30	Méthionine 15	54	57
<b>Céréales</b>				
Blé	26,40	Méthionine 28	51	54
Maïs	29,10	Méthionine 36	63	61
Orge	27,70	Méthionine 30	52	57
<b>Glands de chênes</b>				
Vert	21,50	Méthionine 23	42	46
Liège	22,30	Méthionine 34	54	57
Zeen	24,90	Méthionine 18	46	50
<b>Viandes rouges</b>	39,80	Méthionine 58	79	80

\* : plante oléagineuse      \*\* : sans tryptophane

Le facteur limitant de tous nos échantillons est la méthionine. C'est celui de la plupart des aliments en particulier les légumineuses

Sur le plan qualitatif des protéines, l'échantillon Aha 1 représentant la plante entière avant l'extraction des huiles essentielles est le plus intéressant. Ils sont de meilleures qualités que les céréales et de la plupart des légumineuses.

L'échantillon Aha 2 représentant les feuilles d'armoise après extraction des huiles essentielles a des protéines dont la qualité est proche de celle des légumineuses et supérieure à celle des fèves et du soja.

La qualité des protéines dans les noyaux de dattes est équivalente à celle des glands de chênes en particulier le chêne vert qui est une espèce comestible et le chêne zeen. En particulier, les noyaux de dattes de la variété Deglet Nour ne sont pas loin sur le plan qualitatif en protéines du blé et de l'orge.

## **II-8 : NOTION DE « NITROGENE FREE EXTRACTIVE » (N.F.E)**

Le facteur N.F.E représente la teneur en substance extractible non azoté excepté la cellulose. Il peut être déterminé par rapport à la matière fraîche mais le plus souvent pour la préparation des « aliments » fourragers destinés à l'alimentation du bétail, il est déterminé par rapport à la matière sèche. Il représente en particulier la teneur totale en oses dans la matière végétale (93), (94),(95),(96).

Sa valeur est déterminée par N.F.E (matière sèche) égale à la somme des pourcentages dans le végétal, cendre, matière grasse, protéine brute et cellulose brute retranchée de cent.

Le N.F.E calculé de nos échantillons à partir du tableau XXXVI par rapport à la matière sèche est de 25% pour la plante entière, 26,5% pour les feuilles d'armoise et 31% pour la plante avec fleur. Il est de 56% pour les noyaux de Degla Beïda et de 54% pour Deglet Nour.

Les valeurs du N.F.E considéré comme important pour les spécialistes des fourrages (supérieures à 40%) (93),(94),(95),(96),(107) confèrent un intérêt certain pour les noyaux de dattes comme additifs aux aliments de bétail.

## **II-9 : ANALYSES SPECIFIQUES AUX NOYAUX DE DATTES :**

### **DETERMINATION DE L'ACTIVITE ENZYMATIQUE**

Les noyaux de dattes étant de consistance dure doivent être moulus et stockés avant leur emploi. Même séchée, la farine des noyaux comme toute farine végétale, est le fief d'activité enzymatique.



Au nombre de quatre, la catalase, l'ascorbate oxydase, la peroxydase et la lipase ; la connaissance de leur activité permet de prévoir la durée de stockage des farines végétales.

Dans le tableau XXXXVIII, nous avons regroupé leur activité relative par minute et par gramme.

**Tableau XXXXVIII : Activité enzymatique dans les farines des noyaux des deux variétés de dattes (103)**

Variétés	Catalase (mgH <sub>2</sub> O <sub>2</sub> /min/g)	Ascorbate oxydase (mg Ac. asc/min/g)	Peroxydase (mol DPPD/min/g)	Lipase 0,1 NaOH/min/g
D. Beïda	53,3	0,330	0	1,16
D. Nour	42,6	0,199	0	1,83

Seule l'activité de la peroxydase est négative. Celles de la catalase et de l'ascorbate oxydase sont plus intenses dans la variété Degla Beïda par rapport à Deglet Nour. La situation inverse est observée pour la lipase. Globalement elles restent comparativement faibles (103).

L'activité de la première enzyme nous permet de déduire qu'il n'y a pas de réaction d'oxydation catalysé par la catalase. En effet, les résultats obtenus nous permettent de confirmer que l'H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> formé dans la cellule végétale est dégradé et éliminé par la catalase.

L'inactivité de la peroxydase est en accord avec les valeurs positives obtenues pour l'activité de la catalase. Elle montre en outre que les farines des noyaux seront très peu altérées et que par conséquent peuvent se conserver très longtemps.

Les valeurs obtenues pour l'ascorbate oxydase montrent qu'il y a diminution de l'acide ascorbique (Vit C) pour les deux variétés. Les farines de noyaux seront susceptibles par conséquent de présenter une carence en vitamine C. Leur mélange à d'autres fourrages riches en cette vitamine devra se faire juste avant son utilisation.

L'activité des lipases entraîne une dégradation de la matière grasse en acide gras libre et glycérol par hydrolyse. Ce qui peut induire par la même à d'autres réactions enzymatiques supplémentaires qui oxydent les acides gras. Pour éviter au maximum l'activité de cette dernière enzyme, les farines des noyaux préalablement bien séchées (déshydratées) doivent être stocker dans des endroits secs pour une longue conservation.

## II-10 : CONCLUSION

Les compositions en sucre, matières grasses, protéines et cellulose de l'*Artemisia herba alba* du sud ouest algérien, plante entière avant l'extraction des huiles essentielles, feuilles et plante entière avec fleurs après l'extraction des principes volatils correspondent aux exigences des aliments de bétail (107). Les feuilles de la plante sont particulièrement riches en protéines. Leur teneur correspond aux légumineuses en particulier la luzerne et les pois chiches (86),(108),(109).

Les teneurs en acides aminés sont liés aux quantités de protéines contenus dans les échantillons. L'échantillon représentant les feuilles d'armoïse, le plus riche en protéines, est le plus riche en acides aminés. Les deux autres se caractérisent par des quantités en protéines presque équivalentes ont des teneurs en acides aminés similaires. Ils ne diffèrent que par les proportions de quelques uns d'entre eux. Une similarité prononcée de valeurs est observée par groupe d'acides aminés dans ces mêmes échantillons.

La qualité des protéines de l'armoïse blanche estimée en fonction des protéines de l'œuf est bonne pour la plante entière et pour les feuilles. La plante fleurie s'avère être de moins bonne qualité. La plus faible valeur biologique est enregistrée pour cette dernière (32%) contre 66% et 59% respectivement pour les deux premiers échantillons. Ils correspondent aux valeurs des meilleures plantes ou graines végétales destinées à l'alimentation du bétail. En particulier, les teneurs en lysine et thréonine sont comparables aux meilleurs aliments du bétail.

L'acide aminé limitant dans l'étude de l'armoïse blanche et la méthionine pour les trois échantillons.

Globalement, la composition chimique en acides aminés, sucre et matière grasse, nous permet de conclure que l'*Artemisia herba alba* est d'un intérêt certain pour l'alimentation du bétail. Ceci est d'autant plus intéressant pour les résidus de la plante après extraction des principes volatils.

Les noyaux des deux variétés de dattes sont relativement riches en matière sèche, cellulose, substances extractibles non azotées, sucres et amidon. Leurs teneurs en protéine et matière grasse sont relativement faibles.

La composition en acides aminés des protéines des noyaux des deux espèces est différente. Elles sont néanmoins toutes les deux riches en acide glutamique, aspartique et phenylalaline. L'arginine mis en évidence en quantité importante dans les noyaux de dattes du sud de l'Arabie (73), est moyennement présent dans les deux espèces algériennes.

L'étude comparative par groupe d'acides aminés montre que les deux variétés ont peu de similitude. Degla Beïda est plus riche en acides aminés aromatiques et soufrés, Deglet Nour est plus riche acides monoaminocarboxyliques, dicarboxyliques et leucinique.

Les protéines des deux variétés se caractérisent par des valeurs biologiques les rapprochant en qualité de céréales tel le blé ou l'orge. Elles sont comparables aux glands de chênes de l'ouest algérien. En particulier Degla Beïda 46% est à rapprocher des glands de chêne vert, Deglet Nour 51% du blé, orge et gland de chêne zeen.

L'acide aminé limitant pour les protéines des deux variétés est la méthionine, sa valeur 18% est à comparer avec celle des fèves.

Leur forte teneur en matière extractible non azotée les rendent intéressants comme additifs des fourrages. Ceci est d'autant plus intéressant que l'activité enzymatique déterminée sur la farine des noyaux des deux variétés est faible. Ce qui leur confèrent des qualités de conservation de longue durée sans détérioration après leur broyage en farine.

Les résidus de l'*Artemisia herba alba*, après extraction des principes volatils, et noyaux de dattes, sous produits de diverses industries cosmétique et agro-alimentaire, jusque là non utilisés, sont tous les deux d'intérêt certain comme additif fourragé dans l'alimentation du bétail.



## CONCLUSION GENERALE

La finalité de cette étude était de valoriser les sous produits de l'*Artemisia herba alba* asso et de dattes d'Algérie, comme aliments additifs au bétail, jusque là non utilisé rationnellement. Elle avait pour but également de contribuer à la connaissance des huiles essentielles de la première espèce citée, espèce spontanée très abondante en Algérie en général et à l'ouest du pays en particulier et dont les principes volatils posent de sérieux problèmes de normalisation pour leur commercialisation à cause de l'hétérogénéité reconnue de leur composition.

L'obtention des huiles essentielles est faite par un extracteur fonctionnant en semi-continu, élaboré par nos soins. En plus d'être facile d'utilisation et économique sur le plan quantité des eaux nécessaires à l'extraction des principes volatils, il est très compétitif sur le plan rendement en huiles essentielles comparé à l'alambic traditionnel. Les quantités recueillies sont du même ordre de grandeur sinon supérieures.

Les périodes les plus propices pour une extraction quantitative maximum des huiles essentielles pour les zones étudiées sont juin pour les stations les plus au nord et septembre pour les zones steppiques.

Notre étude confirme l'extraordinaire polymorphisme chimique pour la plante. En effet, la recherche de chemotype spécifique à la région ouest et sud-ouest algérien s'est avérée peu concluante et confirme l'extrême variabilité de la composition de l'huile essentielle en fonction de la situation géographique, climatique, altitude etc... et aussi la période de cueillette. Nous avons néanmoins montré par CPG que les constituants majoritaires pour l'ensemble de nos échantillons sont l' $\alpha$  et  $\beta$  thujone et le camphre.

Les caractéristiques chimiques et physiques semblent ne donner que très peu d'informations permettant de situer les huiles essentielles de la plante. Seul l'indice d'ester pourrait éventuellement être exploité dans ce cas. L'indice de réfraction dénote une légère augmentation avec la maturité de la plante.

S'agissant de l'étude comparative entre les sommités et le reste de la partie aérienne de la plante, nous avons montré que les huiles essentielles sont essentiellement concentrées dans les sommités. Elles peuvent représenter jusqu'à dix fois la teneur à poids égal par rapport au reste de la plante. Les indices d'acide et d'ester ne fournissent pas de renseignements significatifs. L'indice de réfraction semble avoir une relation avec l'état de maturation des feuilles d'armoise. Il est toujours plus faible pour les sommités. Le pouvoir rotatoire peu donner une indication sur l'évolution biologique de la plante. L'analyse par CPG des constituants volatils des deux parties de la plante montre que les différences de proportions des constituants constatées sont insuffisantes pour pouvoir les distinguer.

L'analyse par CG-SM de deux fractions riches en sesquiterpènes obtenues par distillation à bande tournante sous pression réduite a permis de mettre en évidence la présence de onze monoterpènes, un hydrocarbure et treize sesquiterpènes nouvellement décrits dans la plante.

La combinaison des techniques de la chromatographie sur colonne et la distillation à bande tournante a permis l'isolation de huit sesquiterpènes avec un degré de pureté suffisant et la mise en évidence d'un autre sesquiterpène (quatorzième) nouveau pour la plante.

Dans la troisième partie, nous avons montré que les compositions en sucres, matières grasses, protéines et cellulose de *l'Artemisia herba alba* asso correspondent aux exigences des aliments de bétail ; que les feuilles d'armoise sont particulièrement riches en protéines et sont à comparer avec les légumineuses.

La qualité des protéines pour cette espèce est similaire aux meilleures plantes et graines végétales destinées à l'aliment du bétail.

Les noyaux des deux variétés de dattes étudiées sont relativement riches en matière sèche, cellulose, sucres et amidon. Bien que leur teneur en protéine soit relativement faible, leur qualité est rapprocher des céréales. Leur forte teneur en substance extractible non azotée et la faible activité enzymatique dont jouissent leurs farines, les rendent très intéressants comme additif aux fourrages.

Enfin ce travail a permis en plus de sa contribution à la connaissance des huiles essentielles de l'armoise blanche, la particularité et l'originalité du fractionnement, de l'isolation et de l'identification de terpènes nouvellement décrits pour la plante, particulièrement les sesquiterpènes. Son intérêt économique réside également et surtout dans les possibilités qu'il offre pour la valorisation des résidus végétaux étudiés, sous produits de diverses industries, dans le domaine agro-pastoral.

## BIBLIOGRAPHIE

- (1) **Quezel et Santa** – Nouvelle flore d'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome I. Ed. CNRS 1962. 860p.
- (2) **Khafaldjy S.M., Gharbo S.A., Sarg T.M.** – Phytochemical Investigation of *Artemisia herba alba*. 1971, 20, 90-96.
- (3) **Hurabielle M., Malsot M., Paris M.** – Rivista Italiana E.P.P.O.S. 1981 LXIII. (6), 296-299.
- (4) **Segal R., Feuerstein I., Danin A.** – Bioch. Syst. And Ecol. 1987, 15 (4), 411-416.
- (5) **Feuerstein I., Muller D., Hubert K., Danin A., Segal R.** – Phyt. 1986, 25, (10), 2343-2347.
- (6) **F. Daurvault** – L'officine. 20<sup>ème</sup> ed. 1978.
- (7) **Deysson G.** – Organisation et classification des plantes vasculaires. Ed. S.E.D.E.S. Tome I, 1967.
- (8) **Quezel P., Santa S.** – Nouvelles flores d'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome II. Ed. CNRS Paris 1963, 1170p.
- (9) **Ouzada P.** – Flore du Sahara. 2<sup>ème</sup> Ed. CNRS 1985, 441.
- (10) **Valet J.** – Phytothérapie, traitement des maladies par les plantes. Ed. Maloine, 1979.
- (11) **Celles J.C.** – Biologie et écologie végétales des régions arides. Cycle de conférences en Algérie. Lab. D'écol. des régions arides. Univ. de Nice, 1980, 1-20.
- (12) **Pouget M.** – Les relations sol-végétation dans les steppes. Trav. Doc. De Orstom, 1980, 556p.
- (13) **Fenardji F., Klur M., Vfoullonc C., Ferrando R.** – Rev. Elev. Med. Vet. Pays trop. 1974, 27, 203-206.
- (14) **Saleh Nabil A.M., El Nessoumy Sabre I., Aboud-Zaïd M.** – Phytochemistry 1987 26, 11, 3059-3064.
- (15) **Gleïses M.** – Biologie des terpènes végétaux : Etude des composés monoterpéniques et sesquiterpéniques. Année Biologique 1976, 15, 101-127.
- (16) **Pourrat Y.** – Thèse Doct. 3<sup>ème</sup> cycle. Univ. Paris VI, 1978. 129 p.
- (17) **Kappen I., Lange S.E., Evenari M., Buschbaum U.** – Ecologia (BERL), 1972, 10, 177-182.
- (18) **Beljilali B., Richard H., Liddle P.** – Congrè International de la soc Ital. de phyto. 1984, 131-151.
- (19) **El Noghazy S., Gamaa C.S., El Amary N.A.** – J. Pharma. Sci. (Egypt), 1973, 132-138.
- (20) **Lemberg S.** – Perfumer flavorist, 1982, 7, 58-63.

- (21) **Yassphe J., Segal R., Brener A.** – *Phytochemistry*, 1979, 12, 328-331.
- (22) **Duquenois P.** – *Parf., Cosm., Sav.*, 1968, 11, 414-418.
- (23) **AFNOR (Association française de normalisation) Paris (1986) dans recueil de normes françaises** – « Les huiles essentielles ». Ed Afnor Tour Europe 2<sup>ème</sup> ed. 1986.
- (24) **Pecout W.** – *Soap perfumes and cosmetics* (1972), 45, 223-229.
- (25) **Beljilali B., Saris S., Richard H.** – *Sci. Aliment.* 1982, 2, 515-527.
- (26) **Beljilali B., Richard H., Liddle P.** – In *Artemisie, Ricerca ed. Applicazione. Suppl. 2* Quaderno Agricolo Saint Vincent, Italy, April 1984.
- (27) **Charchari S.** – Thèse de Doctorat d'état. ENP Alger, Algérie 1994.
- (28) **Feuerstein I., Danin A., Segal R.** – *Phytochem.*, 1988, 27, 433-334.
- (29) **Charchari S., Belabbès R.** – *Rivista Italiana EPPOS*, 1991, 3, 13-16.
- (30) **Belaïche P.** – *Traité de phytothérapie et d'aromathérapie. Tome 1 l'Aromathogramme.* Edition Maloine 1979.
- (31) **Frimage D.H.** – *Phytochem.* 1981, 9, 53-58.
- (32) **Nuf-Muller, Pikenhagen W., Wilhaem B.** – *Helvetica* 1982, 64, (5), 1424-1430.
- (33) **Swigar A.A., Silverstein R.M.** – *Monoterpenes*, Aldrich chemical company, Milwaukee, Wisconsin U.S.A. 1981.
- (34) **Lawrence B.M., Reynolds R.J.** – *Progress in essential oil perfumer and flav.* 1989, 14, 71-74.
- (35) **Beljilali B., Richard H.** – *Revista Italiana EPPOS*. 1980 LXII, 2, 69-74.
- (36) **Ouyahia A., Negre R., Viano J., Lozano Y.F., Gaydou E.M.** – *Lebensm-Wiss. U. Technol.* 1990, 23, 528-530.
- (37) **Miller R.R., Bills D.B., Butery R.G.** – *J. Agric. Food Chem.* 1989, 37, 6, 1476-1479.
- (38) **Hill H.C., Reed R.I., Robert-Lopez M.I.** – *J. Chem. Soc.* © 1968, 93-99.
- (39) **Toda H., Yamaguchi K., Shibamoto T.** – *J. Agric. Food Chem.* 1982, 30, 81-84.
- (40) **Stenhagen E.** – *Atlas of mass spectral data.* Edition Mc Lafferty, New-York, 2,3 (1969).
- (41) **Stenhagen E., Abrahamson S., Lafferty MC.** – *Mass spectral data*, Wiley, New-York, 1974.
- (42) **Nose M., Nakatani Y., Yamanishi T.** – *Agr. And Biol. Chem.* 1971, 35, 261-271.
- (43) **Jennings W., Shibamoto T.** – Academic Press New-York, London, Sidney, Toronto, San Francisco (1980).
- (44) **Buttery R.G., Ludin R.E., Luig L.** – *J. Agric. Food Chem.* 1967, 15, 58-65.
- (45) **Gaydou E.M., Randriamirahisoa R.P.** - *J. Agric. And Food Chem.* 1987, 35, 62-66.
- (46) **Tressol R., Engel K.H., Köppler H.** – *J. Agric. Food Chem.* 1983, 31, 892-897.
- (47) **Buttery R.G., Ling L.C.** – *Agric. Food Chem.* 1984, 32, 1104-1106.



- (48) Yamaguchi K., Chibamoto T. - J. Agric. Food Chem. 1981, 29, 366-370.
- (49) Yamaguchi K., Chibamoto T. - J. Agric. Food Chem. 1981, 28, 82-84.
- (50) Drawert A., Junker A. - J. Agric. Food Chem. 1976, 23, 331-336.
- (51) Papageorgiou V.P., Argiriadou N. - Phytochemistry. 1981, 20, 2295-2297.
- (52) Drawert P.S., Junker A. - J. Agric. Food Chem. 1976, 24, 331.
- (53) Minyard J.P., Tumlinson J.H., Thompson A.C., Hedin P.A. - J. Agric. Food Chem. 1966, 332-336.
- (54) Clark B.C., Powell C.C., Radford T. - Tet. 1977, 33, 2187-2191.
- (55) Gaydou E.M., Randriamirahisoa R.P., Bianchini J.P. - J. Agric. Food Chem. 1982, 30, 81-84.
- (56) Okamoto R.A., Ellison B.O., Kepner R.F. - J. Agric. Food Chem. 1981, 29, 324-326.
- (57) Kashman Y., Groweiss A. - J. Org. Chem. 1980, 45, 3814-3824.
- (58) Randriamirahisoa R.P. - Thèse d'Etat. Université Aix Marseille. 1987.
- (59) Smidja M.J. - Thèse d'Etat. Université des Sciences et Techniques du Languedoc. 1987.
- (60) Gupta A.S., Dev S. - J. Chrom. 1963, 12, 189-195.
- (61) Hill H.C., Reed R.J., Robert-Lopes M.T. - J. Chem Soc. 1968, 93-101.
- (62) Masada Y. - Analysis of essential oils by gas chromatography and mass spectrometry. John Willey New-York. 1976, 219-222.
- (63) Mochonas M.F., Lund E.D. - Flavour industry. 1970, 375-378.
- (64) Muchalal M., Grouzet J. - Agric. Biol. Chem. 1985, 49, 1583-1589.
- (65) Maarse D.H. - Flavour Industry. 1973, 4, 477-481.
- (66) Andesen N.H., Ohta Y., Liu C.B., Kramer C.M. - Phytochemistry. 1977, 16, 1727-1729.
- (67) Andesen N.H., Facone M.S. - J. Chromatog. 1969, 44, 52-59
- (68) Guyot L., Gibrassier P. - Collection « Que sais-je », Presse Universitaire de France. 1966, 861, 73.
- (69) G.D.E.L. Grand dictionnaire encyclopédique. Ed. Larousse, 1985.
- (70) Dictionnaire Encyclopédique. Quillet.
- (71) Maâtallah S. - Thèse d'Ingénieur INA El-Harrach, Algérie, 1970.
- (72) Houichiti B. - Thèse d'Ingénieur INA El-Harrach, Algérie, 1987.
- (73) Sawaya W.M., Khalil J.K., Safi W.J. - Journal of food Science. 1984, 49(2), 617-619.
- (74) Hudson C.S. - J. Chem. Educ. 1941, 18, 353.
- (75) Meyer K.H. - Natural and Synthetic High Polymers. 2<sup>ème</sup> ed. New-York Interscience Publishers, Inc., 1950.
- (76) Gram et Hammond - Chimie organique. 2<sup>ème</sup> Edition, Gauthier-Villars, Paris 1968.

- (77) **Cohn E.J., Edsall J.T.** – Proteines, Amino Acide and peptides. New-York, Reinhold Publishing Corporation. 1973.
- (78) **Cheftel J.C., Cheftel H.** – Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Entreprise moderne d'ed. Paris, 1977, 1, 243.
- (79) **Nes W.R.** – Lipids 1974, 9(8), 596.
- (80) **Besançon H., Cheftel H., Cheftel J.C.** – Biochem. Et Techno. des aliments. Entreprise moderne d'ed. Paris, 1977, 2, 90.
- (81) **Wolf J.P.** – Manuel d'analyse des corps gras. Paris, Azoulay, 1968.
- (82) **Naudet M., Rakatovad M., Cecchi G.** – Rev. Franç. Corps Gras, 1973, 20(1), 27.
- (83) **Karlskind A., Audian F., Wolf J.P.** – Rev. Franç. Corps Gras, 1965, 12, 399.
- (84) **Gaussein H., Rouquette A.** – Extrait du bulletin de la Société d'Histoire Naturelle de Toulouse. 1949, 84, 132.
- (85) **Heinberg, Sthoman** – Méthode chimique pour l'analyse des fourrages. Ed. V Sofia, 1979, 75.
- (86) **Stanchev G., Gurov M., Machev N.** – Manuel pour l'analyse chimiques des plantes, sols et engrais. Ed. Plovdiv Bulgarie, 1968, 36-40.
- (87) **Stanchev G., Gurov M., Machev N.** – Manuel pour l'analyse chimique des fourrages. Ed. Candev Sofia, 1968, 75.
- (88) **Martini et Rossi** – 3<sup>èmes</sup> Journées Scientifiques Internationales. Digne les bains. Lavande, lavandin, plante à parfum aromatiques et médicinales. 1984, 119-145.
- (89) **Machev N.** – Biochimie des plantes. 2<sup>ème</sup> ed. Zemistade, Bulgarie. 1989.
- (90) **Machev N., Ivanov P.** – Manuel de travaux pratiques de biochimie végétale. Sofia, Bulgarie, 1989, 38p.
- (91) **Karlson P.** – Biochimie végétale. 2<sup>ème</sup> ed. Dunod Paris, 1971, 199-229.
- (92) **Machev N.** – Biochimie végétale. Ed. Zermistad, Sofia, Bulgarie. 1987, 39-67.
- (93) **Alexieyal, Stoianoy** – Manuel des valeurs alimentaires pour différents fourrages. Ed. Zermistad, Bulgarie, 1972.
- (94) **Moraud P.** – INRA Pub., 1981, 297-305.
- (95) **Thivend P.** – INRA Pub., 1981, 219-235.
- (96) **Baudet J., Huet J.C., Mosse J.** – J. of Agric. and Food Chem. 1986, (34), 365.
- (97) **Ben-Mahdi M.** – Thèse de Magister, Université de Tlemcen. 1996.
- (98) **Taleb-Bendiab S.A., Ben-Mahdi M., Mashev N., Vassilev G.N.** – Comptes rendus de l'Académie Bulgare des Sciences. 1990, 43, 7, 83-86.
- (99) **Taleb-Bendiab S.A., Ben-Mahdi M., Mashev N., Vassilev G.N.** – Comptes rendus de l'Académie Bulgare des Sciences. 1991, 44, 3, 85-88.

- (100) **Machev N.P.** – Thèse de Doctorat. Institut Supérieur d'agronomie de Plovdiv V. Kobov, Bulgarie, 1978.
- (101) **Benmoussa K.C.** – Mémoire Ingénieur d'Etat, Institut de Biologie, Université de Tlemcen 1991.
- (102) **Benmansour A., Taleb-Bendiab S.A., Mashev N.P., Vassilev G.N.** – Comptes rendus de l'Académie Bulgare des Sciences. 1990, 43, 8, 65-67.
- (103) **Benmansour A., Machev N.P., Vassilev G.N., ElAbed N., Taleb R.** – Forest Science. 1993, 2, 96-100.
- (104) **Shabana M.K.S.** – Anals of Agr. Science. Hoshtohur (Egypt), 1985, 23, 1, 285-300.
- (105) **Benmansour A., Taleb-Bendiab S.A.** – J.S.A.C., Algérie. 1998, 8, 1.
- (106) **Benmansour A.** – Etrude des acides aminés individuels de l'*Artemisia herba alba* et des noyaux de dattes d'Algérie. 4<sup>ième</sup> Congrès de la Soc. Algérienne de Chimie, les 13, 14 et 15 Mai 1997.
- (107) **Koutouzova A., Nococelov Y.K., Garist M.S.** – Augmentation de la production des plantes médicinales et fourragères. Moscou, Kolos 1984.
- (108) **Standev C.** – Les méthodes chimiques d'analyse des fourrages. Ed. Zermistad, Sofia, Bulgarie, 1979, 83-92.
- (109) **Costes Claude** – Protéines foliaires et alimentation. Bordas, Paris, col. Biochimie appliquée, 1988.
- (110) **Braude, Jones, Roch, Richardson, Sondheïmes, Toogood** – J. Chem. Soc. 1949, 1890.
- (111) **Ruzicka L., Seidel C.F., Pfeiffer** – Helv. Chim. Acta, 1947, 30, 1807.
- (112) **Benmansour A.** – Etude des sesquiterpènes de l'*Artemisia herba alba*. 4<sup>ième</sup> Congrès de la Soc. Algérienne de Chimie, les 13, 14 et 15 Mai 1997.
- (113) **Benmansour A., Taleb Bendiab S.A.** – Etude des sesquiterpènes de l'*Artemisia herba alba* (armoise blanche) du sud ouest algérien. Proposée au J.S.A.C.
- (114) **Amzallag E., Piccioly N.** – Introduction à la statistique. Ed. Hermann, Paris, 1978, 263-268.
- (115) **Scherrer B.** – Biostatistique. Ed. Gaetan Morin, Montréal. 1984, 54-67.
- (116) **Chessel D.** – Echantillonnage d'une population d'individus dénombrables. Laboratoires de Biométrie, Université Claude Bernard, Lyon I (22 pages, publication non encore éditée).
- (117) **Amzallag E., Piccioly N.** – Introduction à la statistique. Ed. Hermann, Paris, 1978, 289-300.
- (118) **Amzallag E., Piccioly N.** – Introduction à la statistique. Ed. Hermann, Paris, 1978, 235-239.





## ANNEXE EXPERIMENTALE

I – Conditions d'analyse par CPG des fractions F<sub>0</sub> à F<sub>22</sub> séparées par colonne à distillé à bande tournante NESTER-FAUST NF-200 Perkin Elmer plus chromatogramme de l'huile essentielles totale.

Chromatographe Intersmat IGC 121 équipé d'un enregistreur intégrateur DELSI ENICA 10.

Colonne: capillaire en verre 25 m / 0.20 mm de diamètre intérieur.

Phase: OV 17.01(phase fixe « Gas Chrom Q », terre de diatomées à 1% de SP 2250).

Gaz vecteur: N<sub>2</sub> sous 0,3 bar avec un débit de fuite de 80 ml/min.

Atténuation: 8.

Température injecteur 220 °C, température détecteur 220 °C (ionisation de flamme).

Vitesse de déroulement du papier: 0,5 cm/min.

Température de colonne: en programmation de température de 70 à 200 °C à 2 °C/min.

Débit de colonne: 0,5 ml/min.

Quantité injectée: 0,1 à 0,2 µl.

Chromatogrammes :

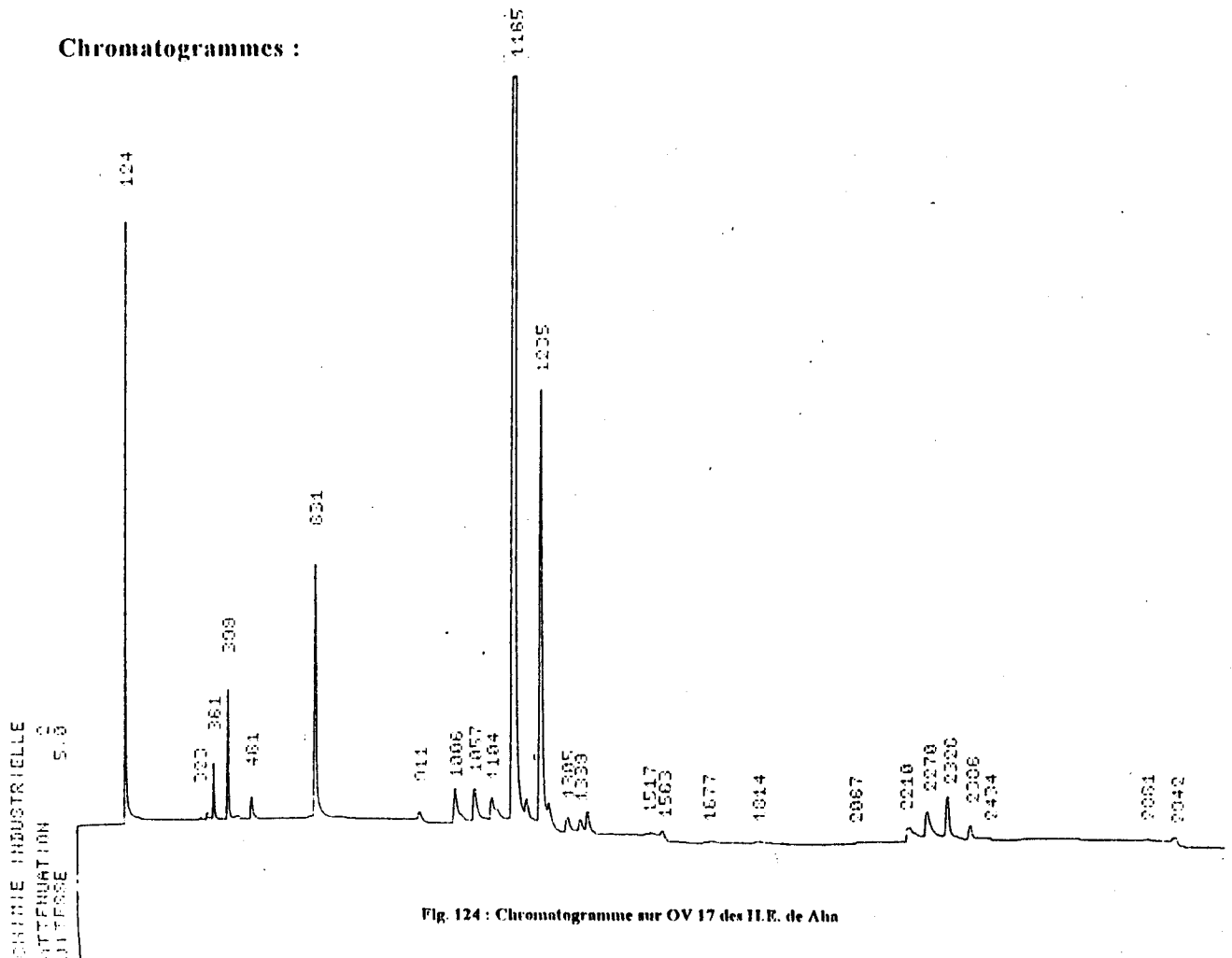


Fig. 124 : Chromatogramme sur OV 17 des H.E. de Ahn

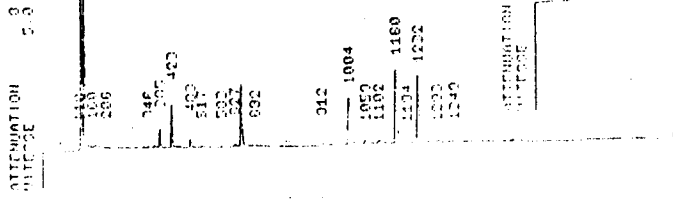


Fig. 125 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F<sub>2</sub>

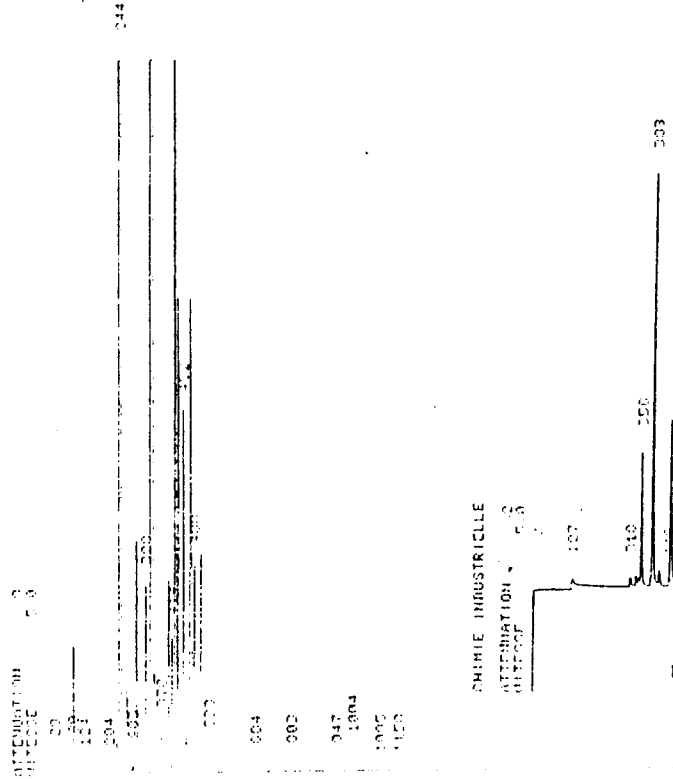
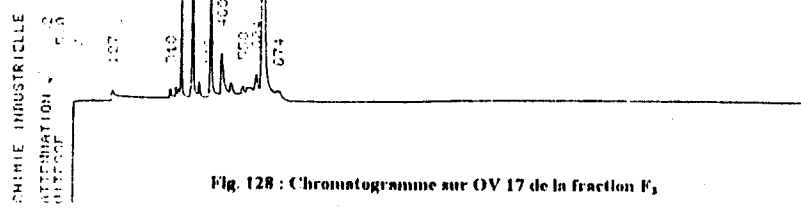


Fig. 126 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F<sub>3</sub>



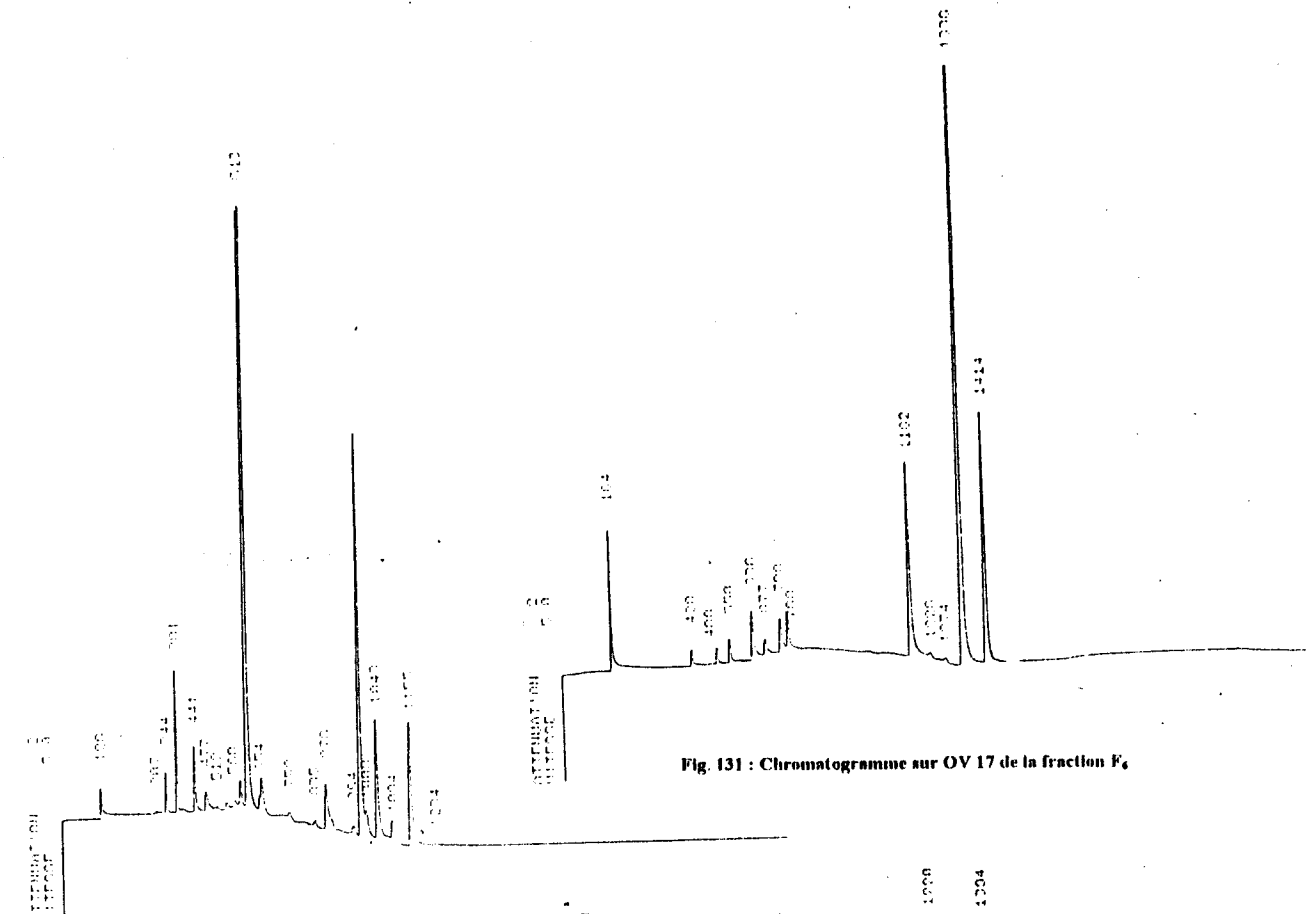


Fig. 129 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F4

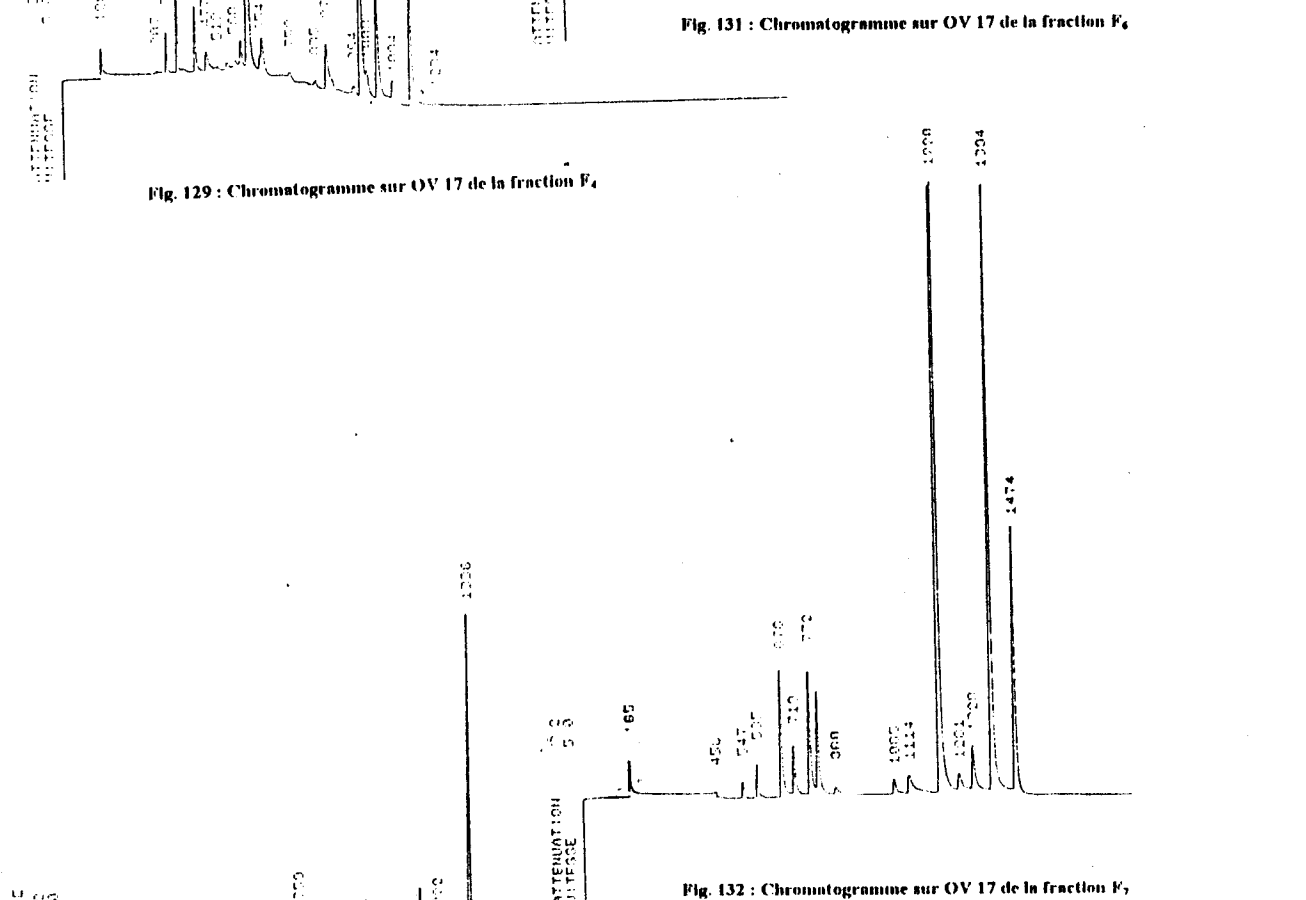


Fig. 130 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F5

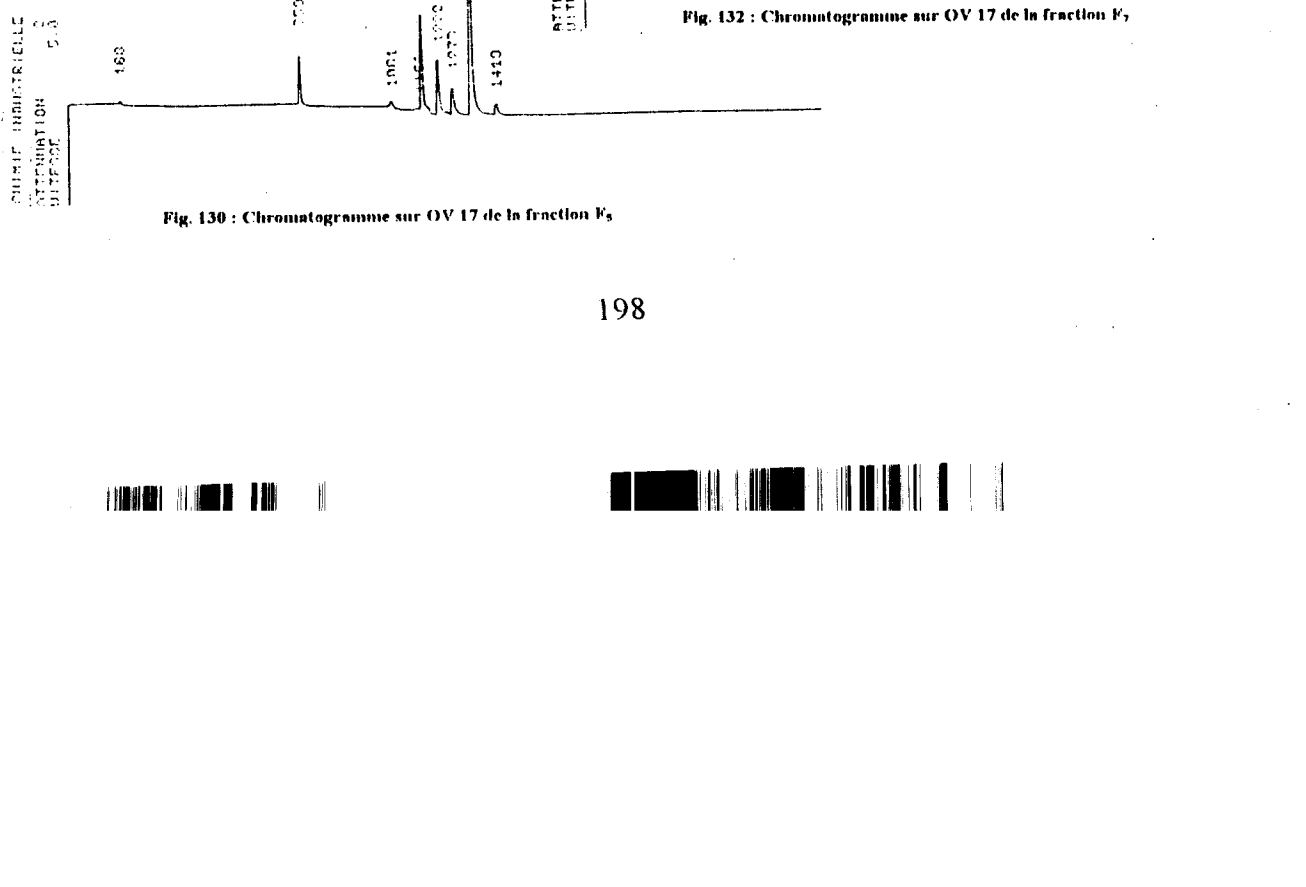


Fig. 131 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F6

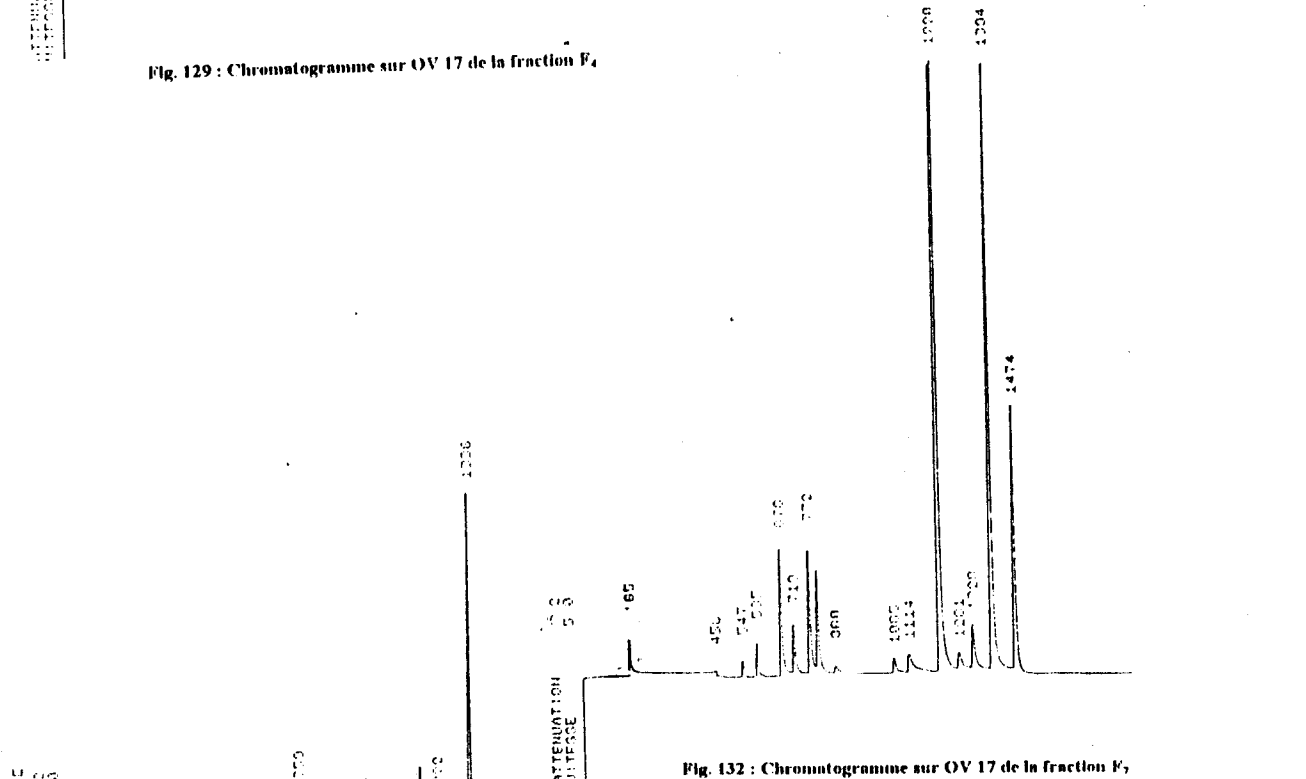


Fig. 132 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F7





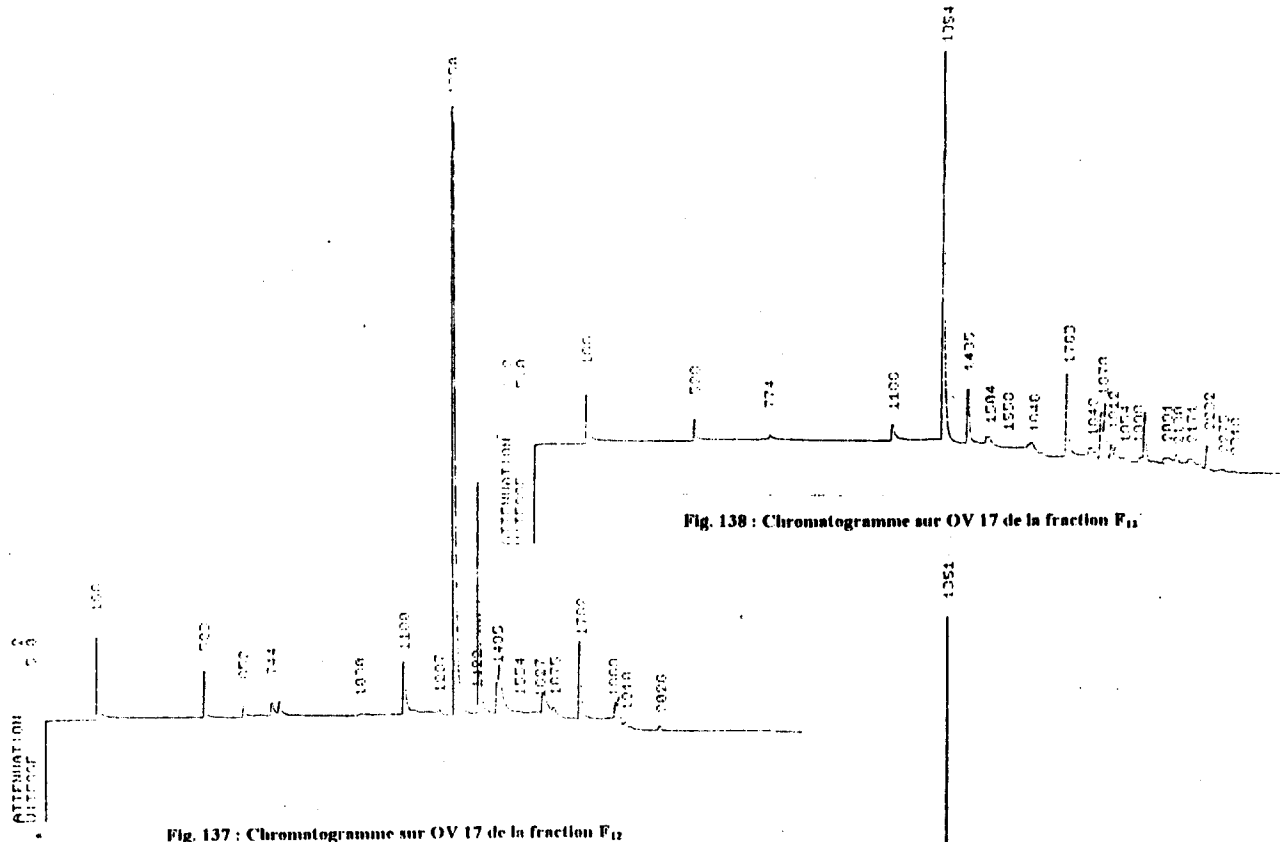


Fig. 137 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F<sub>12</sub>

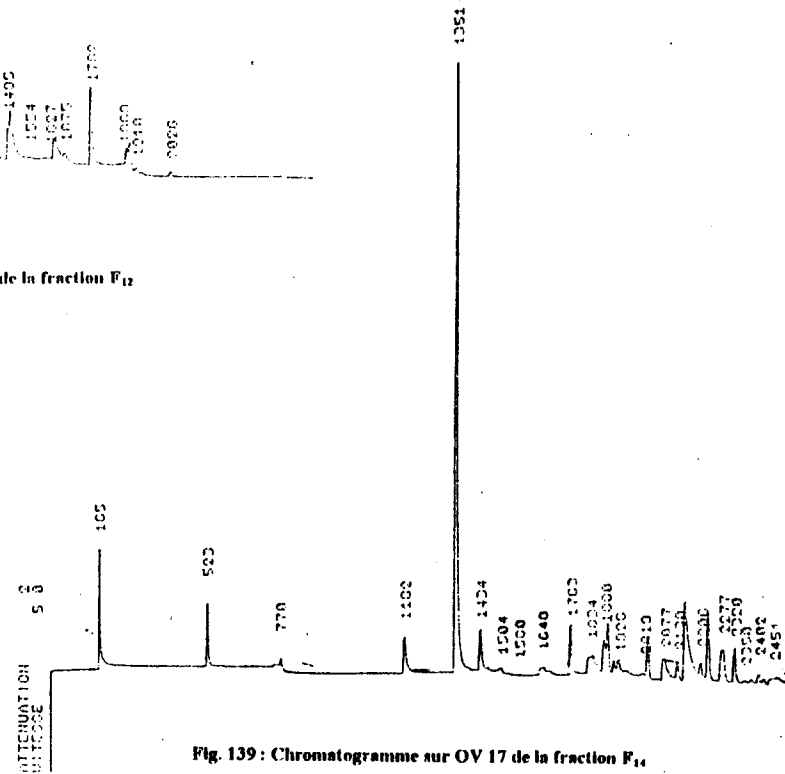
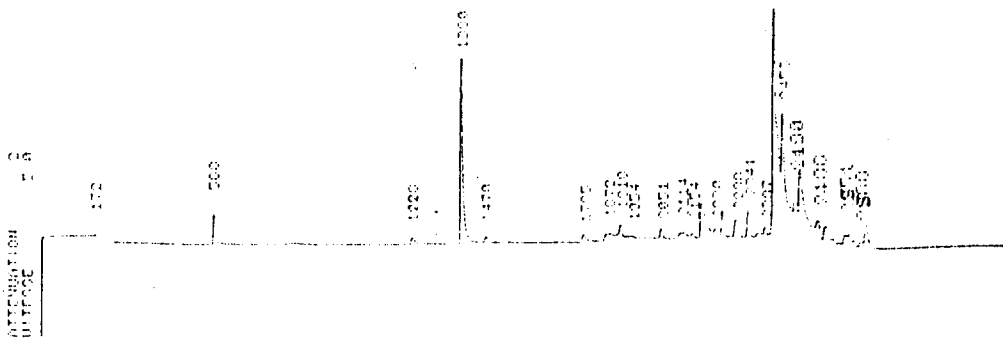


Fig. 139 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F<sub>14</sub>





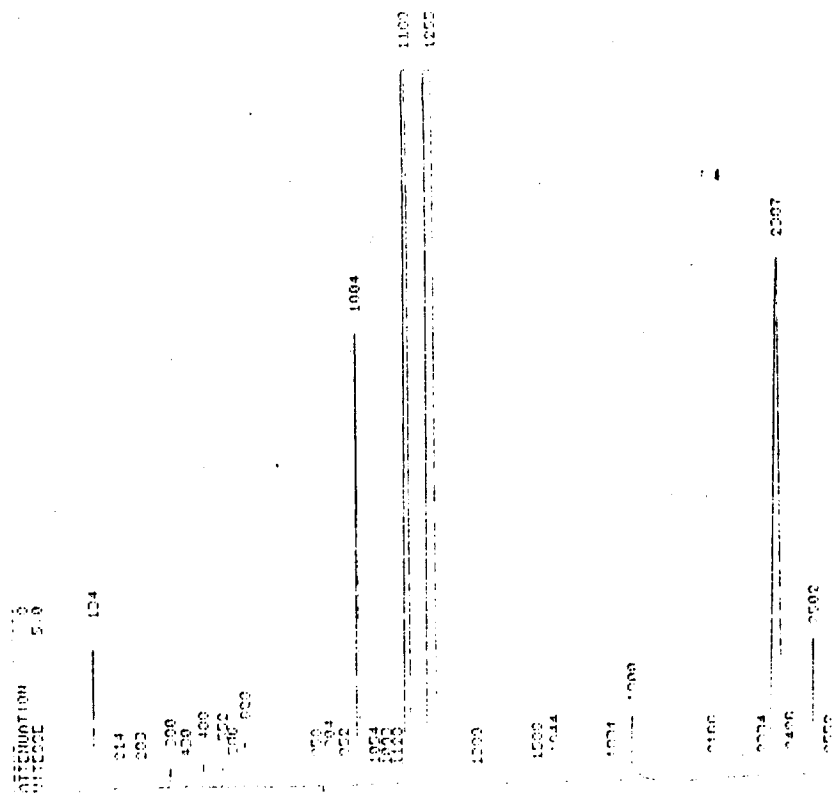


Fig. 143 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F<sub>19</sub>

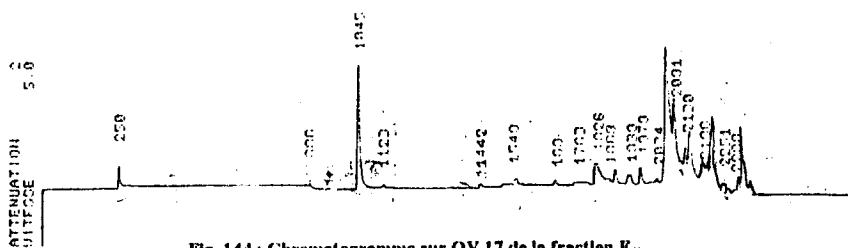


Fig. 144 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F<sub>19</sub>

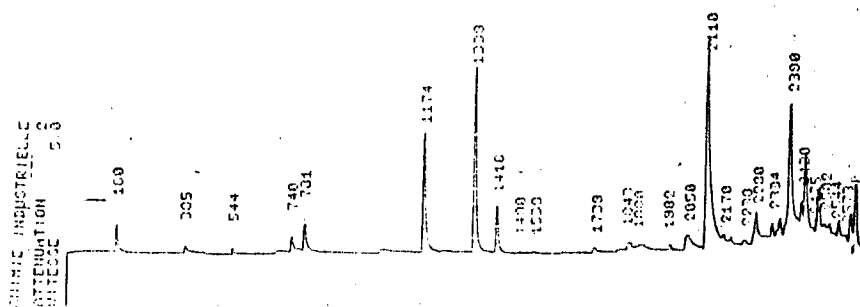


Fig. 145 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F<sub>20</sub>

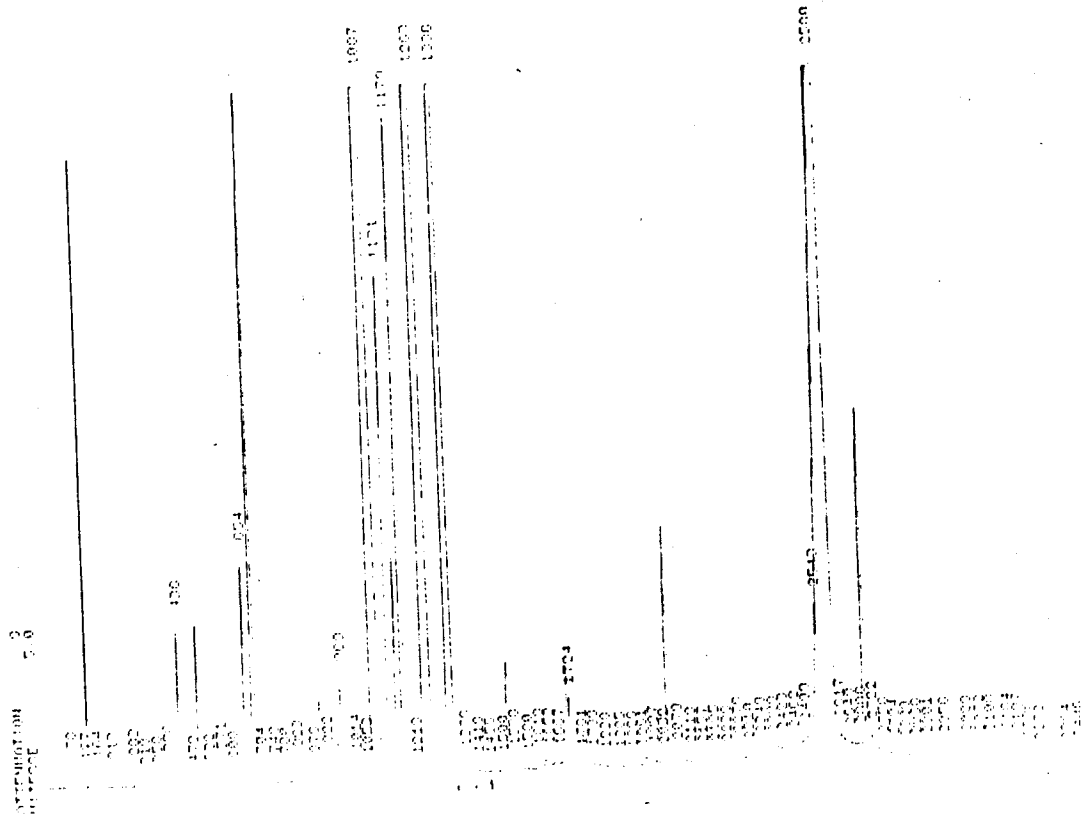


Fig. 146 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F<sub>21</sub>

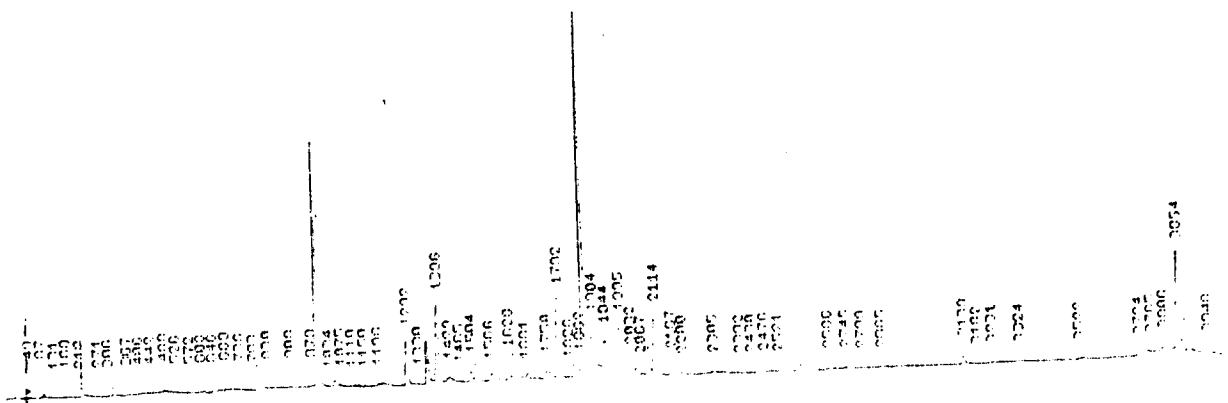


Fig. 147 : Chromatogramme sur OV 17 de la fraction F<sub>21</sub>





**2 – Conditions d'analyse par CPG des fractions A<sub>1</sub>, A<sub>2</sub>, A<sub>3</sub>, A<sub>4</sub>.****a) Carbowax 20 M**

Chromatographe Intersmat N° 12DF équipé d'un enregistreur Perkin Elmer 36 et d'un intégrateur Intersmat Minigrator.

Colonne: capillaire en verre 50 m / 0,30 mm de diamètre intérieur.

Phase: Carbowax 20 M de 0,22 µm d'épaisseur.

Gaz vecteur: H<sub>2</sub> sous 0,4 bar avec un débit de fuite de 80-100 ml/min.

Atténuation: 0,1 x 16.

Température injecteur 210 °C, température détecteur 220 °C (ionisation de flamme).

Vitesse de déroulement du papier 0,5 cm/min.

Température de colonne: en programmation de température de 70 à 210 °C, 2 °C/min.

Débit de colonne: 0,5 à 0,6 ml/min.

Taux de division: 100, quantité injectée: 0,1 µl.

**b) OV 101**

Chromatographe Girdeci série 30, équipé d'un enregistreur Perkin Elmer 36 et d'un intégrateur Intersmat Minigrator.

Colonne: capillaire en verre 100 m / 0,30 mm de diamètre intérieur

Phase: OV 101 épaisseur de phase 0,15 µm.

Gaz vecteur: H<sub>2</sub> sous 1,2 bars avec un débit de fuite de 100-150 ml/min.

Atténuation: 0,1 x 64.

Température injecteur 210 °C, température détecteur 220 °C (ionisation de flamme).

Vitesse de papier: 0,8 cm/min.

Température colonne: en programmation de température de 90 °C à 220 °C à 2 °C/min.

Débit de la colonne: 0,6 à 0,7 ml/min.

Taux de division: 100, quantité injectée: 0,1 µl.

**3 – Conditions d'analyse par CG-SM des sesquiterpènes purifiés.**

La CPG est faite dans les mêmes conditions que sur Carbowax 20 M. Le détecteur est lié à un spectromètre de masse de type Ribermag R-10-10-B lié à un système informatique Sidar, l'appareil fonctionne à basse résolution (800 Hz). L'ionisation se fait par impact électronique à 70 eV.



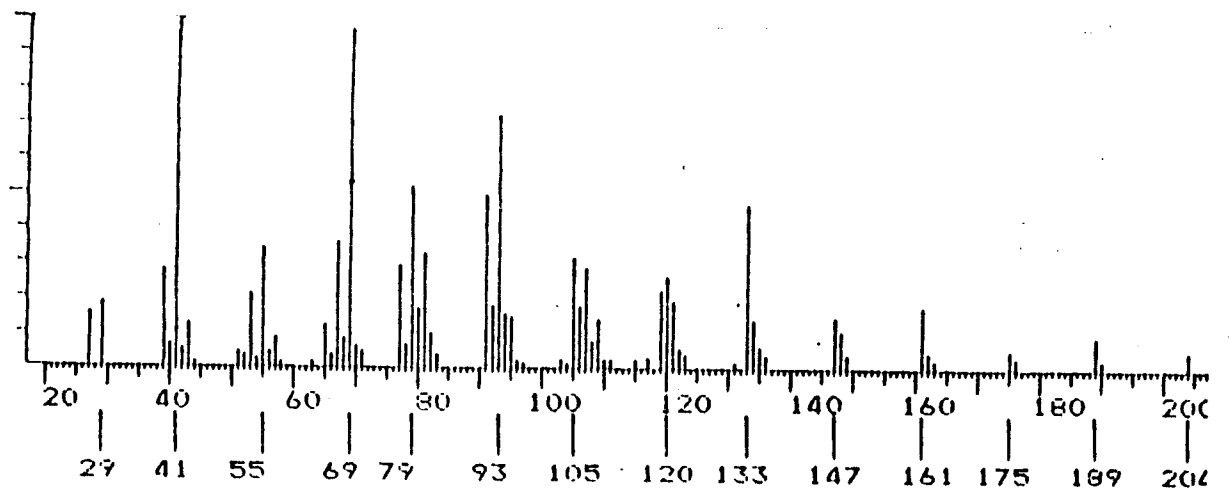


Fig. 148 : Spectre de masse du  $\beta$  Carryophylène

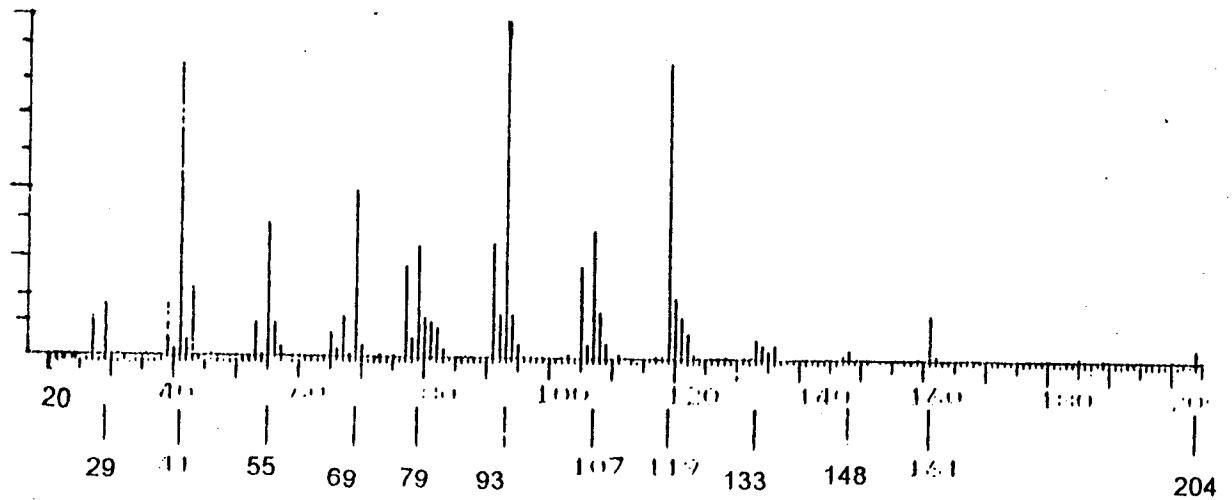


Fig. 149 : Spectre de masse du  $\gamma$  Bisabolène

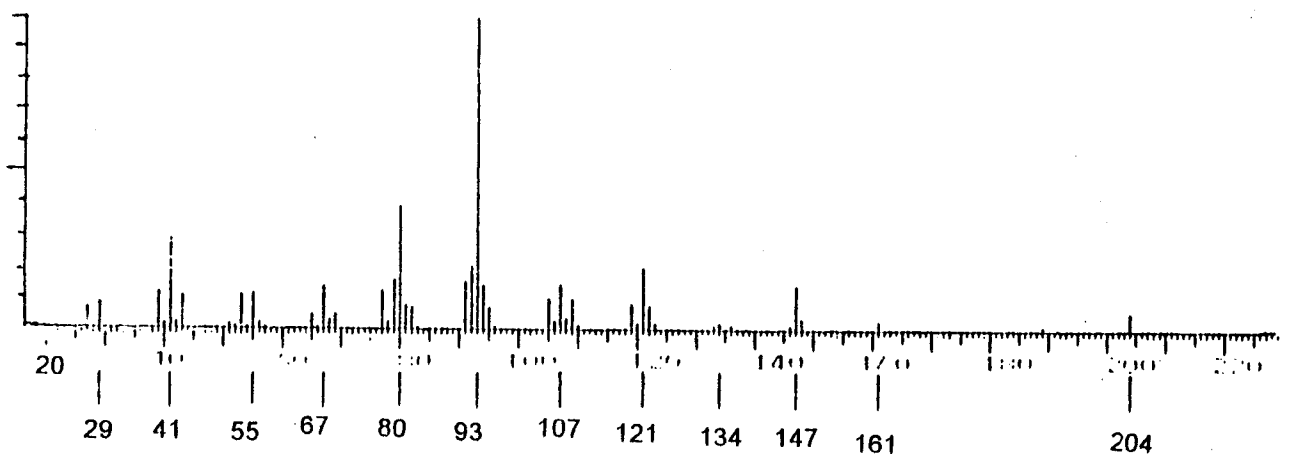


Fig. 150 : Spectre de masse de l' $\alpha$  Humulène

## 4 - Exemples de calculs statistiques.

\* Exemple de calcul du  $\chi^2$  comparatif entre 2 périodes pour la même station

$$ddl = \nu = (c-1) \cdot (l-1) = (2-1) \cdot (2-1) = 1$$

avec c: nombre de colonne du tableau

l: nombre de ligne dans le tableau

Tableau de mesure :

Station	Nb pt plein	Nb pt vide	Total
1 <sup>ère</sup> période	P1	V1	A=P1+V1
2 <sup>ème</sup> période	P2	V2	B=P2+V2
<b>Total</b>	P=P1+P2	V=V1+V2	S=P+V

Tableau théorique pour le calcul du  $\chi^2$  à partir du tableau de mesure :

Station	Nb pt plein	Nb pt vide
1 <sup>ère</sup> période	P'1=(P.A)/S	V'1=(V.A)/S
2 <sup>ème</sup> période	P'2=(P.B)/S	V'2=(V.B)/S
<b>Total</b>	P'=P'1+P'2	V'=V'1+V'2

$$\chi^2_{cal} = (P'1-P1)^2 / P'1 + (P'2-P2)^2 / P'2 + (V'1-V1)^2 / V'1 + (V'2-V2)^2 / V'2$$

\* Exemple de calcul du  $\chi^2$  comparatif entre 3 stations pour la même période

$$ddl = \nu = (c-1) \cdot (l-1) = (2-1) \cdot (3-1) = 2$$

avec c: nombre de colonne du tableau

l: nombre de ligne dans le tableau

Tableau de mesure :

Station	Nb pt plein	Nb pt vide	Total
1 <sup>ère</sup> période	P1	V1	A=P1+V1
2 <sup>ème</sup> période	P2	V2	B=P2+V2
3 <sup>ème</sup> période	P3	V3	C=P3+V3
<b>Total</b>	P=P1+P2+P3	V=V1+V2+V3	S=P+V

Tableau théorique pour le calcul du  $\chi^2$  à partir du tableau de mesure :

Station	Nb pt plein	Nb pt vide
1 <sup>ère</sup> période	$P'1=(P.A)/S$	$V'1=(V.A)/S$
2 <sup>ème</sup> période	$P'2=(P.B)/S$	$V'2=(V.B)/S$
3 <sup>ème</sup> période	$P'3=(P.C)/S$	$V'3=(V.C)/S$
Total	$P'=P'1+P'2+P'3$	$V'=V'1+V'2+V'3$

$$\chi^2 \text{ cal} = (P'1-P1)^2 / P'1 + (P'2-P2)^2 / P'2 + (P'3-P3)^2 / P'3 + (V'1-V1)^2 / V'1 + (V'2-V2)^2 / V'2 + (V'3-V3)^2 / V'3$$

\* Exemple de calcul du  $t_a$  comparatif entre stations pour la même période

$$t_a = \frac{|m_1 - m_2|}{\sqrt{\frac{\sigma_1^2}{n_1} + \frac{\sigma_2^2}{n_2}}}$$

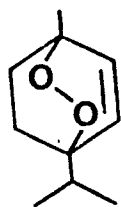
avec :

- $m_1$  : poids des touffes pour la station 1
- $m_2$  : poids des touffes pour la station 2
- $\sigma_1$  : écart type de la station 1
- $\sigma_2$  : écart type de la station 2
- $n_1$  : nombre de points observés pour la première station
- $n_2$  : nombre de points observés pour la deuxième station

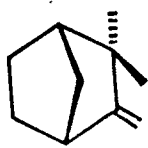


# INDEX DES FORMULES

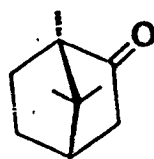
## Monoterpènes



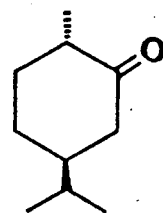
Ascaridole



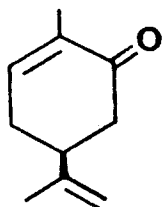
Camphène



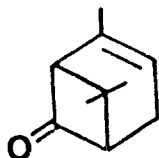
Camphor



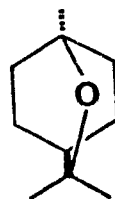
Carvomenthone



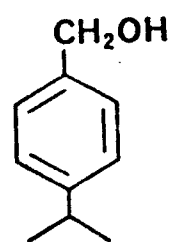
Carvone



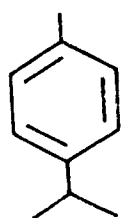
Chrysanthénone



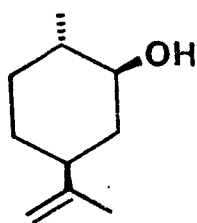
1,8-Cinéole



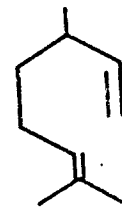
*p*-Cymen-7-ol



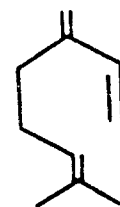
*p*-Cymène



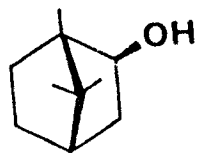
NEO Dihydrocarveol, Fr. 2



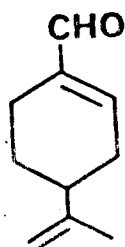
3,7-Dimethyl-1,6-octadiène



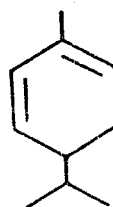
Myrcène



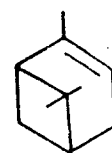
Isobornéol



Perillaldéhyde



$\alpha$ -Phellandrène



$\alpha$ -Pinène