



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCEM

Mémoire

Présenté à:

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de:

Master

Spécialité: Chimie des produits naturels

Par:

M^{elle} DJELTI Esma

Sur le thème

Etude de la composition chimique et de l'activité antifongique de l'huile essentielle et de l'hydrolat de *Chrysanthemum coronarium*

Soutenu publiquement le 27/09/2020 à Tlemcen devant le jury composé de:

M ^r BENDAHOU Mourad	Professeur	Université de Tlemcen	Président
M ^{me} MELIANI Nawel	MCB	Université de Tlemcen	Examinatrice
M ^{me} TABET ZATLA Amina	MCA	Université de Tlemcen	Encadrante

Année universitaire: 2019-2020

Laboratoire de Substances Naturelles et Bioactives (LASNABIO)

BP 119, 13000 Tlemcen - Algérie

Remerciements

*Avant tout, je tiens à remercier **le Bon Dieu** pour m'avoir donnée la force et la patience pour terminer ce mémoire.*

*Tout d'abord, je tiens à exprimer mes sincères remerciements à mon encadrante Madame **TABET ZATLA Amina** Maître de conférences au Département de Chimie, Faculté des sciences, Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen pour son aide durant la réalisation de ce travail, elle m'a orienté vers le succès avec ses connaissances.*

*J'exprime également mes sincères remerciements à Monsieur **BENDAHOU Mourad** Professeur à l'Université de Tlemcen d'avoir accepté de me faire l'honneur de présider le jury.*

*Je tiens à remercier Madame **MELIANI Nawel** Maître de conférences à l'Université de Tlemcen d'avoir accepté d'examiner mon travail.*

*Ce travail a été réalisé dans le Laboratoire de Substance Naturelle et Bioactive
(LASNABIO)*

Je remercie tous ces membres pour leur accueil, leur sympathie ainsi que leurs idées constructives.

Sans oublier tous les enseignants et tous les étudiants du département de Chimie.

Dédicace

Je dédie ce mémoire à:

*À mes très chers parents **Mohammed** et **Fatima Zohra***

Pour l'amour qu'ils m'apportent, leurs efforts, et leurs encouragements.

Je leurs dis « je vous aime ».

*À ma sœur **Amina** et mon frère **Mustafa** pour leurs encouragements, leur vive*

Compassion à ma réussite et surtout pour leur patience.

Esma

Listes des figures

FIGURE 1: TYPES DE FLEURS DE <i>CHRYSANTHEMUM</i> .	7
FIGURE 2: LOCALISATION GEOGRAPHIQUE DE LA ZONE D'ETUDE.	14
FIGURE 3: DISPOSITIF D'HYDRODISTILLATION UTILISE A L'ECHELLE DU LABORATOIRE.	15
FIGURE 4: LES STRUCTURES CHIMIQUES DE QUELQUES SUBSTANCES MAJORITAIRES DE L'HUILE ESSENTIELLE DE <i>CHRYSANTHEMUM CORONARIUM</i>	26
FIGURE 5: EFFET PROTECTEUR DES HUILES ESSENTIELLES ET DES HYDROLATS ET EFFET PREVENTIF DES HUILES ESSENTIELLES ET DES HYDROLATS APRES 70 JOURS DE STOCKAGE RESPECTIVEMENT.	36

Liste des tableaux

TABLEAU 1: LES COMPOSES MAJORITAIRE DE L'HUILE ESSENTIELLE DE <i>C. CORONARIUM</i> PROVENANT DE DIFFERENTES ORIGINES.....	10
TABLEAU 2: COMPOSITIONS CHIMIQUES DE L'HUILE ESSENTIELLE DES PARTIES AERIENNES DE <i>CHRYSANTHEMUM CORONARIUM</i>	23

Liste des abréviations

C. coronarium: *Chrysanthemum coronarium*

CPG: Chromatographie en Phase Gazeuse

CPG/SM: Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

HD: Hydrodistillation

H.E: Huile Essentielle

H.Y: Hydrolat

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	1
PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE	2
CHAPITRE I: ACTIVITE ANTIFONGIQUE	3
1. INTRODUCTION.....	4
2. LES ANTIFONGIQUES	4
2.1. Définition	4
2.2. Les substances naturelles antifongiques	4
2.2.1. Les composés phénoliques	4
2.2.2. Les terpénoides.....	4
2.2.3. Les alcaloïdes	4
3. TRAVAUX PERTINENTS ACCOMPLIS SUR L'ACTIVITE ANTIFONGIQUE DES HUILES ESSENTIELLES ET DES HYDROLATS.....	5
CHAPITRE II: MONOGRAPHIE DE CHRYSANTHEMUM CORONARIUM	7
1. LE GENRE <i>CHRYSANTHEMUM</i>	7
2. UTILISATION DE GENRE <i>CHRYSANTHEMUM</i> EN MEDECINE TRADITIONNELLE	8
3. DESCRIPTION DE L'ESPECE <i>CHRYSANTHEMUM CORONARIUM</i>	8
3.1. Origine	8
3.2. Description botanique	8
3.3. Classification taxonomique.....	9
3.4. Utilisation traditionnelle	9
4. TRAVAUX ANTERIEURS SUR L'ESPECE <i>CHRYSANTHEMUM CORONARIUM</i>	9
4.1. Données chimiques	9
4.2. Données biologique	11
PARTIE EXPERIMENTALE	12
CHAPITRE I: MATERIEL ET METHODES	13
1. MATERIEL VEGETAL	14
1.1. La plante utilisée pour l'extraction	14
2. EXTRACTION DES HUILES ESSENTIELLES ET DES HYDROLATS	14
2.1. Extraction des huiles essentielles	14

2.2. Extraction de l'hydrolat	15
2.3. Calcul du rendement	16
3. CARACTERISATION DE L'HUILE ESSENTIELLE DE <i>CHRYSANTHEMUM CORONARIUM</i>	16
3.1. Analyse chimique par CPG	16
3.2. Analyse par CPG/SM	17
4. PREPARATION DES EXTRAITS AQUEUX	17
4.1. Extraction par décoction dans l'eau	17
4.2. Criblage phytochimique	17
5. EVALUATION DE L'ACTIVITE ANTIFONGIQUE DE L'HUILE ESSENTIELLE ET DE L'HYDROLAT DE <i>C. CORONARIUM</i> SUR LES MALADIES DES POMMES	18
5.1. Isolement de l'espèce pathogène	18
5.2. Identification	18
5.3. Activité antifongique <i>in vivo</i>	18
CHAPITRE II: RESULTATS ET DISCUSSION	20
1. RENDEMENT DE L'HUILE ESSENTIELLE DE <i>CHRYSANTHEMUM CORONARIUM</i>	22
2. ETUDE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DE L'ESPECE <i>C. CORONARIUM</i>	22
2.1. Composition chimique de l'huile essentielle de <i>Chrysanthemum coronarium</i>	22
2.2. Composition chimique de l'extrait d'hydrolat de <i>Chrysanthemum coronarium</i>	26
2.3. Composition chimique des extraits de <i>Chrysanthemum coronarium</i>	26
3. ACTIVITE ANTIFONGIQUE DES HUILES ESSENTIELLES ET DES HYDROLATS	26
3.1. Effet de l'huile essentielle de <i>Chysanthemum coronarium</i> sur l'inhibition de décroissance fongique <i>in vivo</i> de pomme	26
3.2. Effet des hydrolats de <i>Chysanthemum coronarium</i> sur l'inhibition de décroissance fongique <i>in vivo</i> de pomme	27
3.3. Les photos des pommes contrôlées	27
3.3.1. Effet préventif (les pommes non contaminées)	27
3.3.2. Effet protecteur (les pommes contaminées)	32
4. DISCUSSION	37
CONCLUSION GENERALE	39
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	42

Introduction générale

Les fruits des pommes sont des fruits spécifiquement périssable pendant le stockage post-récolte, ce sont des fruits cultivés dans les zones tempérées. Chaque année, il y a de très grande perte de la production totale des pommes dans le monde dues le plus souvent aux attaques par des espèces fongiques lors de la conservation [1].

Les pommes sont très sensibles aux maladies fongiques provoquées par plusieurs souches pathogènes, tels que *Alternaria alternata*, *Botrytis cinerea*, *Monilinia fructigena*, *Penicillium expansum* et *Phlyctema vagabunda*; Ces derniers agents sont responsables de pertes post-récolte considérables [2].

Pour lutter contre les maladies des pommes, de nombreux fongicides synthétiques ont été utilisés. Mais, les traitements chimiques en agriculture ont des effets néfastes sur la santé du consommateur et aussi sur l'environnement [3].

Les difficultés dans l'usage de fongicides synthétiques ont favorisé la recherche de solutions de rechanges plus efficaces et moins polluantes [4]. Plusieurs études ont été réalisées pour déterminer le potentiel des huiles essentielles contre la pourriture des fruits [5].

Par ailleurs, l'étude de l'activité antifongique des hydrolats extraits des plantes aromatiques présente un grand intérêt en agroalimentaire. Selon certains auteurs, ils pourraient être une bonne source contre les infections fongiques [6].

Cependant, des résultats très satisfaisant ont été publiés sur l'utilisation des fongicides naturels contre les maladies fongiques de fruits en France par exemple le fruit de fraise [7].

C'est dans cette optique que s'inscrit notre travail, dont l'objectif principal est de tester le pouvoir antifongique de l'huile essentielle et de l'hydrolat de l'espèce ***Chrysanthemum coronarium***, puisque c'est une plante aromatique qui présente un grand intérêt dans le domaine agroalimentaire grâce à ses multiples vertus.

Notre mémoire comporte deux grandes parties:

La première partie théorique est consacrée à une synthèse bibliographique qui contient deux chapitres:

- Un premier chapitre qui comportera des généralités sur l'activité antifongique.
- Un deuxième chapitre qui sera consacré à une étude bibliographique sur l'espèce ***C. coronarium***.

La deuxième partie expérimentale comporte:

- Matériel et méthodes;
- Ainsi que les résultats obtenus et une discussion.

Enfin une conclusion générale.

Partie bibliographique

Chapitre I:
Activité antifongique

1. Introduction

Les maladies fongiques dues aux champignons sont connues par le fait qu'ils détériorent les produits consommables tels que les fruits. Ils infectent les aliments car ils ont une grande capacité de synthétiser plusieurs enzymes hydrolytiques [8].

Ces dernières années l'utilisation des substances naturelles comme agents antifongiques telles que les huiles essentielles et les hydrolats est devenue une solution alternative contre les maladies des fruits.

2. Les antifongiques

2.1. Définition

Ce sont des substances actives contre les champignons. Elles agissent en détruisant les champignons responsables des mycoses ou en empêchant leur croissance et leur multiplication (fongistatiques) [9].

2.2. Les substances naturelles antifongiques

Aujourd'hui la recherche s'est orientée vers les substances naturelles issues des plantes aromatiques comme des produits alternatifs qui sont capables de contrôler l'infection des fruits causée par les moisissures ou les champignons phytopathogènes.

2.2.1. Les composés phénoliques

Ce sont des antifongiques en particulier en ce qui concerne des champignons phytopathogènes, et peuvent donc être considérés comme des métabolites responsables de la défense naturelle des plantes contre les champignons. Leur acidité relative et le nombre important de groupements hydroxyles semblent être un facteur important dans l'activité antifongique [10].

2.2.2. Les terpénoïdes

Les terpénoïdes sont souvent la classe prédominante dans les compositions chimiques des huiles essentielles. Ils sont composés majoritairement de monoterpènes et de sesquiterpènes et ils sont considérés de même être la cause de plusieurs activités biologiques telles que les activités antifongiques [11,12].

2.2.3. Les alcaloïdes

Il y a beaucoup de alcaloïdes antifongiques avec des structures très diverses, qui rend très difficile d'interpréter l'activité biologique d'une classe particulière à l'avance. On remarque cependant que la plupart des alcaloïdes antifongiques sont hautement conjugués formant un système aromatique plan et pouvant contenir un ammonium quaternaire [13].

3. Travaux pertinents accomplis sur l'activité antifongique des huiles essentielles et des hydrolats

Actuellement, la recherche des fongicides à partir des ressources naturelles a augmenté telles que les huiles essentielles et les hydrolats issues des plantes aromatiques.

Les huiles essentielles et les hydrolats ouvrent aujourd'hui une voie prometteuse dans le contrôle des maladies des fruits surtout pendant la conservation.

Dans ce contexte quelques travaux antérieurs sur le potentiel antifongique des huiles essentielles dans le contrôle de la pourriture des fruits ont été rapportés.

À titre exemple, l'huile essentielle de *Mentha pulegium* L. qui a complètement inhibé trois moisissures responsable de la pourriture de pomme [2].

Les huiles essentielles de *Marrubium vulgare* ont montré une activité antifongique *in vivo* très importante pour contrôler l'infection des pommes par *P. expansum* [1].

L'application de l'huile essentielle de *Daucus carota subsp. Sativus* a montré une grande activité protectrice et préventive sur les fraises contre la moisissure de *B. cinerea* [14]. Ainsi, les huiles essentielles de fenouil, de menthe poivrée ont présenté une inhibition très importante sur la croissance de *B. cinerea*. [15].

Les hydrolats présentent aussi des propriétés biologiques, ils sont utilisés contre les champignons et les moisissures [16].

On peut citer quelques études sur le pouvoir antifongique des hydrolats contre les infections fongiques par exemple: l'hydrolat de *Marrubium vulgare* a présenté une très intéressante efficacité *in vivo* sur *P. expansum* responsable de la pourriture des pommes [1]. Aussi, l'hydrolat de *Daucus carota subsp. Sativus* a manifesté une activité antifongique très importante avec une concentration de 0.15 ml/ L sur les fruits de fraise contre *B. cinerea* [14].

Selon Benomari F.Z et coll, l'hydrolat de *M. rotundifolia* a montré un potentiel antifongique important contre les agents pathogènes suivants *Aspergillus Niger*, *Aspergillus Oryza*, *Penicillium italicum* et *Penicillium Fusarium solani* qui provoquent les maladies fongiques des fruits d'oranges [17].

Le but de notre étude est la valorisation du potentiel antifongique de l'espèce ***Chrysanthemum coronarium*** plante médicinale et aromatique de notre patrimoine floristique afin d'utiliser les huiles essentielles et les hydrolats de cette espèce

comme fongicide naturel pour la lutte contre les infections fongiques des fruits de pommes.

Chapitre II:

Monographie de

Chrysanthemum coronarium

1. Le genre *Chrysanthemum*

Le genre *Chrysanthemum* appartient à la famille des composées Astéracées, il comprend environ 300 espèces [18]. Le *Chrysanthemum* est répartie dans deux principale régions, l'une méditerranéenne, et l'autre du coté de la Chine et Japon [19].

En Algérie, le genre comprend 20 espèces dont 8 sont endémiques [20]. Les *Chrysanthèmes* sont des plantes annuelles ou vivaces de 20 à 120 cm de haut, à tiges dressées. Les feuilles sont alternes, à marge dentée en scie ou parfois entière. Les capitules sont caractérisé par des fleurs centrales jaunes et agrandis et à fleurs ligulées jaunes, blanches, orangés ou pourprés. Les fruits sont des akènes de 2-3 mm munis de 5-10 côtés [21].



Figure 1: Types de fleurs de *Chrysanthemum* [22].

Selon Quazel et Santa, en Algérie, on peut rencontrer les espèces suivantes [20]: *C. clausonis* (Pomel) Batt., *C. coronarium* L., *C. deserticum* (Murb.) Batt et Trab., *C. fontanesii* (Boiss. et Reut.) Q. et S., *C. fuscatum* Desf., *C. grandiflorum* (L.) Batt., *C. gyanum*, *C. macrocarpum* Coss. Et Kral., *C. macrotum* (D. R.) Ball., *C. maesii*, *C. multicaulis*, *C. myconis* L., *C. segetum* L., *C. trifurcatum* (Desf.) Batt. et Trab., *C. viscido-hirtum*.

La différenciation des espèces de *Chrysanthemum* semble être corrélée aux conditions géographiques et environnementales [23].

2. Utilisation de genre *Chrysanthemum* en médecine traditionnelle

Le genre *Chrysanthème* est considéré en Chine comme plante médicinale. Il est classé dans la plus ancienne matière médicale chinoise [24].

Certaines espèces du genre *Chrysanthemum* sont utilisées en médecine traditionnelle par exemple: en médecine traditionnelle Tunisienne [25], l'infusion des feuilles de *C. trifurcatum* est utilisée pour soigner les problèmes de transit intestinal, la constipation et comme régulatrice des désordres du cycle menstruel.

En médecine chinoise, *C. morifolium* Ramat est largement utilisé comme supplément alimentaire ou comme tisane [26,27], et a un effet antihépatotoxique et antigénotoxique [28], il présente aussi une activité allélopathique [29].

3. Description de l'espèce *Chrysanthemum coronarium*

Le *Chrysanthemum coronarium* L. est une plante alimentaire, médicinale et ornementale, qui appartient à la famille des Astéracées. Les autres noms botaniques sont : *Glebionis coronaria* L. Cassini ex Spach, *Glebionis coronaria* var. *discolor*, *Glebionis coronaria* var. *coronaria*, *Chrysanthemum roxburghii* Desf., *Glebionis roxburghii* (Desf.) Tzvelev, *Xanthophthalmum coronarium* (L.) P.D. Sell., *Matricaria coronaria* (L.) Desr [30].

Cette plante est connue de nom vernaculaire arabe **Mourara** ou **Rezaima** et nom vernaculaire français **Chrysanthème des jardins**, sa période de floraison est du mois de Février jusqu'au mois de Juin [19].

3.1. Origine

Le *Chrysanthemum coronarium* est présent en zones tropicales et subtropicales [31], il est largement répartie dans la région méditerranéenne, l'ouest de l'Afrique et en Asie [32].

3.2. Description botanique

Le *Chrysanthemum coronarium* est une plante herbacée annuelle, aux tiges jusqu'à 100 cm et ramifiées. Les feuilles sont oblongues, la plupart du temps bipinnatifidées, les fleurs sont jaunes et il a grand capitule, habituellement bicolore blanc et jaune [31].



Les fleurs [33]



Les feuilles [34]



Les tiges [34]

3.3. Classification taxonomique

- ❖ **Règne:** Plantae
- ❖ **Sous-Règne:** Trachebionta
- ❖ **Division:** Magnoliophyta
- ❖ **Classe:** Asteridae
- ❖ **Ordre:** Asterales
- ❖ **Famille:** Astéracées.
- ❖ **Genre:** *Chrysanthemum*
- ❖ **Espèce:** *Chrysanthemum coronarium*

3.4. Utilisation traditionnelle

L'espèce *Chrysanthemum coronarium* est très utilisée en agroalimentaire dans les pays asiatiques, comme le Japon et la Chine, comme antioxydant, antibactérien et additif alimentaire antifongique [35]. Les fleurs sont utilisées comme pansements pour les maladies dermiques et comme vermifuge [36]. Les feuilles sont expectorantes, stomachiques. Cette plante est également utilisée contre la constipation et très importante contre les vers ronds et protège les plantes vis à vis les chenilles [19].

4. Travaux antérieurs sur l'espèce *Chrysanthemum coronarium*

4.1. Données chimiques

Les substances volatiles de *C. coronarium*, ont fait l'objet de nombreux travaux qui ont montré que la composition chimique des huiles essentielles de cette plante est très variable.

Le tableau ci-dessous représente les composés majoritaires de l'huile essentielle de *C. coronarium* provenant de différentes origines.

Les échantillons provenant de sud de l'Italie, Chili et Espagne sont remarquablement très riches en camphre, la teneur de composé varie entre **7.5%** et **38.5 %**.

D'autres constituants ont été trouvés à des taux relativement importants, il s'agit de l' α -pinène (**14,5%**), β -pinène (**9.5%**) et l'acétate lyratyl (**9.8%**) pour l'espèce se trouvant en Espagne.

En Algérie, l'huile essentielle de *C. coronarium* est caractérisée par deux autres composés l'acétate de verbanyl et l'ester d'acide acéto-acétique de 3(10) carén -4- ol avec un pourcentage de **8.5 %** et **14.01%** respectivement.

En plus, les études effectuées sur les parties aériennes de cette espèce ont permis d'identifier: le myrcène (**36.7%**), le Z-B ocimène (**5.2%**), le germacrène-D (**4.5%**), (E)- β -farnesène (**12.1%**) et l'acétate d'isobornyl (**4.7%**).

La composition chimique de l'huile essentielle de *chrysanthemum coronarium* varie; plusieurs facteurs pourraient être à l'origine de ces variations: la partie de la plante soumise à l'extraction, le degré de séchage du matériel végétal avant distillation, la période de récolte, type du sol et du climat, les conditions géographiques,

Tableau 1: Les composés majoritaire de l'huile essentielle de *C. coronarium* provenant de différentes origines.

Organes	Origine	Composants majoritaire	Réf
Fleurs	Sud de l'Italie	Camphre (7.5%), l'acétate de cis-chrysanthényle (14.5%), l'acétate de trans-chrysanthényle (5.5%), (E)- β -farnesène (8.8%), germacrène-D (7.1%).	[37]
Fleurs	Chili	Camphre (38.5 %), L'acétate de bornyle (10.7%), l'acétate de cis-chrysanthényle 12.5%	[38]
Fleurs	Espagne	Camphre (29.2%), α -pinène (14.8%), β -pinène (9.5%), l'acétate lyratyl (9.8%).	[39]

Capitules	Algérie	L'acétate de verbanyl (8.20%), l'ester d'acide acéto-acétique de 3(10) carén -4- ol (14.01%)	[40]
Les parties aériennes	Amman	Myrcène (36.7%), Z-B ocimène (5.2%), germacrène-D (4.5%), (E)- β -farnesène (12.1 %), l'acétate d'isobornyl (4.7%).	[41]

4.2. Données biologique

a. L'activité antifongique

L'activité antifongique de *Chrysanthemum coronarium* a été évaluée par rapport à 12 pathogènes agricoles.

Les résultats obtenus ont montré que l'huile essentielle a une grande activité antifongique *in vitro* contre les champignons étudiés.

Donc ces résultats suggèrent l'utilisation possible de l'espèce *C. coronarium* comme fongicide naturel [39].

b. Autre activités biologiques

Plusieurs études ont rapporté les activités biologiques de l'huile essentielle de *C. coronarium*, tels que:

- L'activité antioxydant [36].
- L'activité antibactérienne [42].
- L'activité allélopathique [43].

Partie expérimentale

Chapitre I:
Matériel et méthodes

La partie expérimentale a été effectuée au **Laboratoire de Substances Naturelles et Bioactives**, Université ABOU-BAKR-BELKAID-TLEMCEN pendant la période de Mars 2020.

1. Matériel végétal

1.1. La plante utilisée pour l'extraction

Le *Chrysanthemum coronarium* a été récoltée en moi de Mars 2020 dans la région de **Bordj Arema** de Tlemcen, pendant la période de floraison. Après la récolte, la partie aérienne de la plante a été débarrassée et éliminer de tout les déchets, puis séchée à une température ambiante et à l'abri de la lumière. À la fin ces parties ont été découpées en petits morceaux, puis soumises à des extractions.



Figure 2: Localisation géographique de la zone d'étude.

2. Extraction des huiles essentielles et des hydrolats

2.1. Extraction des huiles essentielles

L'obtention de l'huile essentielle à partir de la partie aérienne de *C. coronarium* a été effectuée par hydrodistillation dans un appareil du type Clevenger.

500 g de la matière végétale fraîche ont été introduite dans un ballon de 6 litres et mélanger avec une quantité suffisante d'eau distillée sans remplir complètement le

ballon, ensuite l'ensemble est porté à ébullition à l'aide d'un chauffe ballon pendant 4 heures.

L'huile essentielle ainsi obtenue de couleur bleu marine et d'odeur désagréable a été récupérée du haut de l'essencier, à l'aide d'une pipette pasteur, en utilisant l'éther diéthylique puisque le rendement est faible. Ensuite conservée à 4 °C dans un pilulier en verre opaque fermée jusqu'à son analyse avec le **CPG/SM**.

L'extraction par hydrodistillation a été répétée 3 fois.

2.2. Extraction de l'hydrolat

Pendant l'hydrodistillation, la vapeur d'eau devient saturée de toutes les propriétés de la plante et retourne à l'état liquide puis donne **l'hydrolat**.

Dans notre étude nous avons récupéré **500 ml** d'hydrolats (en début d'extraction), pour étudier leur pouvoir antifongique.



Figure 3: Dispositif d'hydrodistillation utilisé à l'échelle du laboratoire.

2.3. Calcul du rendement

Le rendement est exprimé en pourcentage (%) et calculer par la relation suivante:

$$\text{Rdt (\%)} = [(P/ P_0) \times 100]$$

Rdt = rendement de l'huile essentielle en %.

P = poids de l'huile essentielle en gramme.

P₀ = poids de la matière végétale de départ en gramme.

3. Caractérisation de l'huile essentielle de *Chrysanthemum coronarium*

La chromatographie en phase gazeuse (**CPG**) et la chromatographie en phase gazeuse couplée à spectrométrie de masse **CPG/SM** sont des méthodes très utilisées pour l'analyse qualitative et quantitative des huiles essentielles.

3.1. Analyse chimique par CPG

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode séparative très largement utilisée dans les laboratoires.

Elle est destinée aux substances volatiles, leurs détections sont possibles grâce à un grand nombre de détecteurs très sensibles (ionisation de flamme, thermo-ionique, capture d'électrons, ...) [44].

Principe de la méthode

La CPG est une méthode de séparation sur colonne de substances volatiles véhiculées par un gaz inerte appelé gaz vecteur. La nature de la colonne conditionne le type de chromatographie (partage ou adsorption). Le choix de la colonne sera en fonction des propriétés physico-chimiques des composés à séparer. Un chromatographe en phase gazeuse est constitué d'un injecteur, d'un four (dont la température est programmable) contenant la colonne et d'un détecteur [44].

Technique

Un appareil Perkin Elmer Clarus 600 GC est utilisé pour les analyses CPG. Cet appareil est équipé d'un système de détection d'ionisation à double flamme (FID) et de deux colonnes capillaires de silice fondue (60 x 0,22 mm ID, épaisseur de film 0,25 µm), apolaire Rtx-1 (polydiméthylsiloxane) et polaire Rtx-Wax (polyéthylène glycol). La température du four a été programmée de 60°C à 230°C à 2 °C/min, et elle est ensuite maintenue isothermiquement à 230°C pendant 35 minutes. Les températures de l'injecteur et du détecteur ont été maintenues à 280°C. Les échantillons ont été injectés par fractionnement (1/50), le gaz

porteur utilisé était l'hélium (1 mL/min), le volume d'injection était de 0,2 µl. La détermination des indices de rétentions (IR) était réalisée à partir du logiciel Perkin-Elmer.

3.2. Analyse par CPGSM

La **CPGSM** est une technique analytique très efficace avec de nombreuses applications scientifiques dans le domaine des sciences appliquées et de la technologie. Il est très utile pour le contrôle de la qualité, la recherche analytique, le profilage des impuretés et le maintien pour le bien-être humain et le développement [45].

Technique

Un analyseur quadripolaire Perkin-Elmer Turbo Mass couplée à un Perkin-Elmer Auto system XL contenant deux colonnes capillaires de silice fondue (60 m x 0,22 mm d.i. épaisseur du film: 0,25 µm), polaire (Rtx-Wax) et apolaire (Rtx-1), est utilisé pour l'analyse des échantillons, avec les mêmes conditions de CPG décrites ci-dessus, qui étaient mises œuvre à l'exception d'une scission de 1/80. Alors que les conditions suivantes: température de la source ionique 150 °C, ionisation énergétique 70 eV, plage de masse 35-350 Da (temps de balayage: 1s) sont celles utilisées pour les spectres de masse à impact électronique (EI).

4. Préparation des extraits aqueux

4.1. Extraction par décoction dans l'eau

Nous avons préparés les extraits aqueux à 4 concentrations (**13, 10, 7.5 et 5 %**).

Les capitules de *C. coronarium* sont broyés et subis une extraction par reflux en ajoutant 100 ml d'eau distillé pendant **2 heures**.

Tous les extraits sont filtrés à l'aide d'un papier filtre pour éliminer les débris afin de récupérer le filtrat.

Enfin la poudre obtenue est mise dans un flacon en verre jusqu'à son utilisation.

4.2. Criblage phytochimique

Pour détecter de façon qualitative les principales familles de produits naturels qui peuvent se trouver dans un extrait, une série de tests sont réalisées qui constitue le screening ou criblage phytochimique.

Le principe du criblage phytochimique est basé sur des réactions de complexations et de précipitation avec formation de complexes colorés insolubles. Cette coloration est due à l'utilisation d'un réactif approprié, qui résulte généralement de la formation d'une instauration ou d'une conjugaison dans une molécule.

Les tests phytochimiques sont réalisés selon les méthodes décrites par Harborne [46].

- La caractérisation des flavonoïdes a été faite par la réaction à la cyanidine.
- Les composés appartenant au groupe des tanins ont été mis en évidence par la réaction au chlorure ferrique. Les deux groupes des tanins ont été différenciés par la réaction de Stiasny.
- Les alcaloïdes ont été caractérisés à l'aide des réactifs généraux. Trois réactifs ont été utilisés: le réactif de Dragendorff, le réactif de Mayer et le réactif de Wagner.
- La détection des saponosides est basée sur le fait que les solutions aqueuses contenant des saponosides moussent après agitation.
- Les stérols et des terpènes sont mis en évidence par la réaction de Liebermann-Buchard.
- Les anthraquinones ont été identifiées grâce à la réaction de Borntraeger.
- La recherche des composés réducteurs a été faite en utilisant la liqueur de Fehling.

L'évaluation des résultats est comme suit:

- +++: Fortement positif;
- ++: Moyennement positif;
- +: Faiblement positif;
- -: Négatif.

5. Evaluation de l'activité antifongique de l'huile essentielle et de l'hydrolat de *C. coronarium* sur les maladies des pommes

5.1. Isolement de l'espèce pathogène

Dans ce travail la souche fongique utilisée est: *Penicilium Expansum*. Cette espèce a été isolée des parties infectées des pommes puis déposées sur les milieux de culture PDA dans des boîtes de Pétri.

5.2. Identification

L'identification de la souche *Penicilium Expansum* est réalisée par examen de la culture sur milieux solides en boîte de Pétri. L'examen est effectué à l'œil nu, au microscope optique et à la loupe.

5.3. Activité antifongique *in vivo*

Dans le but de déterminer l'effet protecteur de l'huile essentielle et de l'hydrolat du *C. coronarium* sur les fruits de pommes inoculées par *Penicilium Expansum* ainsi que leurs effets préventifs sur les pommes non inoculées, nous avons utilisé la méthode de Tian et al [47] avec quelques modifications.

- **Mode opératoire**

Nous avons:

- Choisis un lot de trois pommes ayant la même taille autant que possible pour chaque test.
- Les fruits sont lavés à l'eau puis nous les avons immergés dans une solution éthanolique à **70 %** pendant 2 min.
- Ensuite, les fruits de pommes ont été rincés deux fois par une immersion à l'eau bidistillée pendant 10 min et laissé sécher 3 min dans un endroit sec.
- Les pommes ont été inoculées en utilisant un clou stérilisé à la flamme à une profondeur uniforme de 3 mm.

Afin de ne pas altérer le goût et l'odeur des fruits,

Un volume de 0,02 ml d'huile essentielle a été appliquée sur un disque de papier filtre de quatre cm de diamètre et placé dans 1 boîte de polystyrène de volume d'un litre, pour atteindre une concentration finale de **0,02 mL/L** d'air.

L'observation a été prolongée pendant 70 jours.

Concernant l'hydrolat, Les pommes ont été immergées directement dans l'hydrolat de *C. coronarium* avec une concentration de **0.1 ml/l** pendant 5 min et placé dans une boîte en polystyrène. Cette boîte bien fermé a été stockée à température ambiante pendant 70 jours sous une pression 692 mmHg.

Pour déterminer l'activité protectrice, les pommes contaminées ont été traitées de la même manière décrite ci-dessous en appliquant la même concentration de l'huile essentielle et l'hydrolat.

Des témoins sont aussi préparés mais sans addition de l'huile essentielle et de l'hydrolat, avec un disque de papier filtre imprégné d'eau distillée. Et chaque essai a été répété trois fois.

En ce qui concerne l'activité préventive, le même traitement que précédemment décrit avec (**0,02 mL/L** d'air) d'huile essentielle et (**0,1 mL/L**) d'hydrolat, mais sans inoculation. Des témoins non traités ont été préparés dans les mêmes conditions avec un disque de papier filtre imprégné d'eau distillée.

Chapitre II:

Résultats et discussion

1. Rendement de l'huile essentielle de *Chrysanthemum coronarium*

Le rendement en huile essentielle obtenue par la technique d'hydrodistillation est calculé à partir du poids de l'huile essentielle par rapport au poids de la masse végétale.

La masse de matière végétale **500 g** et la masse d'huile essentielle après l'extraction par l'hydrodistillation **0.22 g**.

Donc **Rdt = 0.04%**.

2. Etude de la composition chimique de l'espèce *C. coronarium***2.1. Composition chimique de l'huile essentielle de *Chrysanthemum coronarium***

Le **Tableau 2** représente la composition chimique de l'huile essentielle de *C. coronarium*. Les composés sont classés par ordre de leurs indices de rétention. L'analyse par CPG-IR et CPG-SM de cette huile essentielle nous a permis d'identifier **56** composés qui représentent **88.25%** de la composition totale de l'huile essentielle.

D'après les résultats de l'analyse obtenus par la technique CPG-SM (**Tableau 2**), l'huile essentielle de notre plante est caractérisée principalement par les composés suivants: le Camphre (10.15 %), suivi du E- β -Farnesène (6.21%), Pinocarvone (5.47 %), Cis-3-Hexenylénzoate (5.32 %), Germacrène-D (5.13%), Cis chrysanthényl acétate (4.75 %), Isovalérate de lyratyle (4.39 %), d'autre substances sont aussi présent comme: Lyratyl acétate (3.5 %), 1-Héptatriacotanol (3.13%), Trans chrysanthényl acétate (3.11 %), β -Sesquiphellandrène (2.99 %), Caryophyllène (2.94 %), Caryophyllène oxyde (2.86 %), Epi-cis-sesquisabinène hydrate (2.12 %), Isomenthone (1.94 %), Bisabolol (1.92 %), Phytol (1.72 %), E- α -Farnesène (1.51 %), τ -Cadinol (1.26 %), Bornyl acétate (1.13 %), Spathulénol (1.1 %), 6,8-Nonadién-2-one, 6-méthyl-5-(1-méthyl éthyldiéne) (1.09 %). **La figure 4** représente les structures chimiques de quelques substances majoritaires de cette huile essentielle.

Des travaux antérieurs sur les huiles essentielles de *C. coronarium* ont montré qu'elles sont caractérisées majoritairement par: le camphre (15.7-29.2%), l' α -pinène (15-38.6%), le myrcène (31.9-36.7%), et l' α -humulène (25.5-26.8%) [35], [48 –52].

Donc nos résultats sont différents de ceux obtenus dans l'étude effectuée par Benomari F.Z et coll en 2018 [17], qui ont démontré que l'huile essentielle de *Chrysanthemum coronarium* est composée de 57 substances chimiques et dominé par le Myrcène (25,2-36,4 %) alors qu'il n'y avait que (0.61 %) dans notre huile.

En effet, cette différence entre les deux compositions chimiques des deux huiles essentielles est due à beaucoup de facteurs comme par exemple: la partie de la plante soumise à l'extraction, le degré de séchage du matériel végétal avant distillation, la période de récolte, et la nature du sol et du climat, ainsi que la position géographique des pays.

Tableau 2: Compositions chimiques de l'huile essentielle des parties aériennes de *Chrysanthemum coronarium*

N°	Composés	Ria ^b	Ria ^p	HE	Identification ⁱ
1	Pinène	934	934	0,22	RI, MS
2	Myrcène	982	982	0,61	RI, MS
3	Octén-3-one	985	985	0,37	RI, MS
4	Limonène	1021	1021	0,7	RI, MS
5	Linalool	1081	1081	0,8	RI, MS
6	Camphre	1120	1120	10,15	RI, MS
7	Citronellal	1133	1133	0,16	RI, MS
8	Pinocarvone	1139	1139	5,47	RI, MS
9	Isomenthone	1140	1140	1,94	RI, MS
10	Bornéol	1148	1148	0,9	RI, MS
11	Lyratol	1159	1159	0,21	RI, MS
12	Terpinén-4-ol	1163	1163	0,17	RI, MS
13	Cymén-8-ol	1169	1169	0,42	RI, MS
14	Terpinéol	1177	1177	0,22	RI, MS
15	Géranylisovalérate	1202	1202	0,1	RI, MS
16	Pulégone	1212	1212	0,14	RI, MS
17	Trans chrysanthényl acétate	1240	1240	3,11	RI, MS
18	Cis chrysanthényl acétate	1247	1247	4,75	RI, MS
19	Lyratyl acétate	1259	1259	3,5	RI, MS
20	Bornyl acétate	1264	1264	1,13	RI, MS
21	Lavandulol acétate	1270	1270	0,22	RI, MS
22	Myrtényl acétate	1326	1326	0,48	RI, MS
23	Gurjunène	1351	1351	0,33	RI, MS
24	Verbénone	1358	1358	0,69	RI, MS
25	Caryophyllène	1380	1380	2,94	RI, MS
26	6,8-Nonadién-2-one, 6-méthyl-5-(1-méthyl	1404	1404	1,09	RI, MS

	éthylldiéne)-				
27	Bergamotène	1414	1414	0,44	RI, MS
28	E-β-Farnesène	1446	1446	6,21	RI, MS
29	E-α-Farnesène	1459	1459	1,51	RI, MS
30	Isovalérate de lyratyle	1472	1472	4,39	RI, MS
31	Germacrène-D	1476	1476	5,13	RI, MS
32	Murolène	1490	1490	0,43	RI, MS
33	β- Sesquiphellandrène	1516	1516	2,99	RI, MS
34	Bisabolène	1532	1532	0,36	RI, MS
35	α-Cadinène	1535	1535	0,63	RI, MS
36	Z-α-Farnesène	1548	1548	0,22	RI, MS
37	Nrolidol	1552	1552	0,26	RI, MS
38	Cis-3-Hexenylénzoate	1559	1559	5,32	RI, MS
39	Spathulénol	1566	1566	1,1	RI, MS
40	Pinocarvéol	1571	1571	0,74	RI, MS
41	Caryophyllène oxyde	1579	1579	2,86	RI, MS
42	Shyobunol	1586	1586	0,23	RI, MS
43	Isoaromadendréne	1590	1590	0,24	RI, MS
44	Viridiflorol	1598	1598	0,75	RI, MS
45	Acorénol	1610	1610	0,28	RI, MS
46	Epi-cis-sesquisabinéne hydrate	1622	1622	2,12	RI, MS
47	τ-Cadinol	1636	1636	1,26	RI, MS
48	α-Cadinol	1643	1643	0,63	RI, MS
49	Bisabolol	1670	1670	1,92	RI, MS
50	2-Méthylène cholestan-3-ol	1913	1913	0,65	RI, MS
51	Géranyl-α-terpinène	1957	1957	0,84	RI, MS
52	Linoléique acide méthyl ester	2106	2106	0,25	RI, MS
53	Phytol	2131	2131	1,72	RI, MS
54	Tricosane	2302	2302	0,3	RI, MS
55	Héptacosane	2504	2504	0,52	RI, MS
56	1-Héptatriacotanol	2512	2512	3,13	RI, MS
Taux d'identification %				88,25	

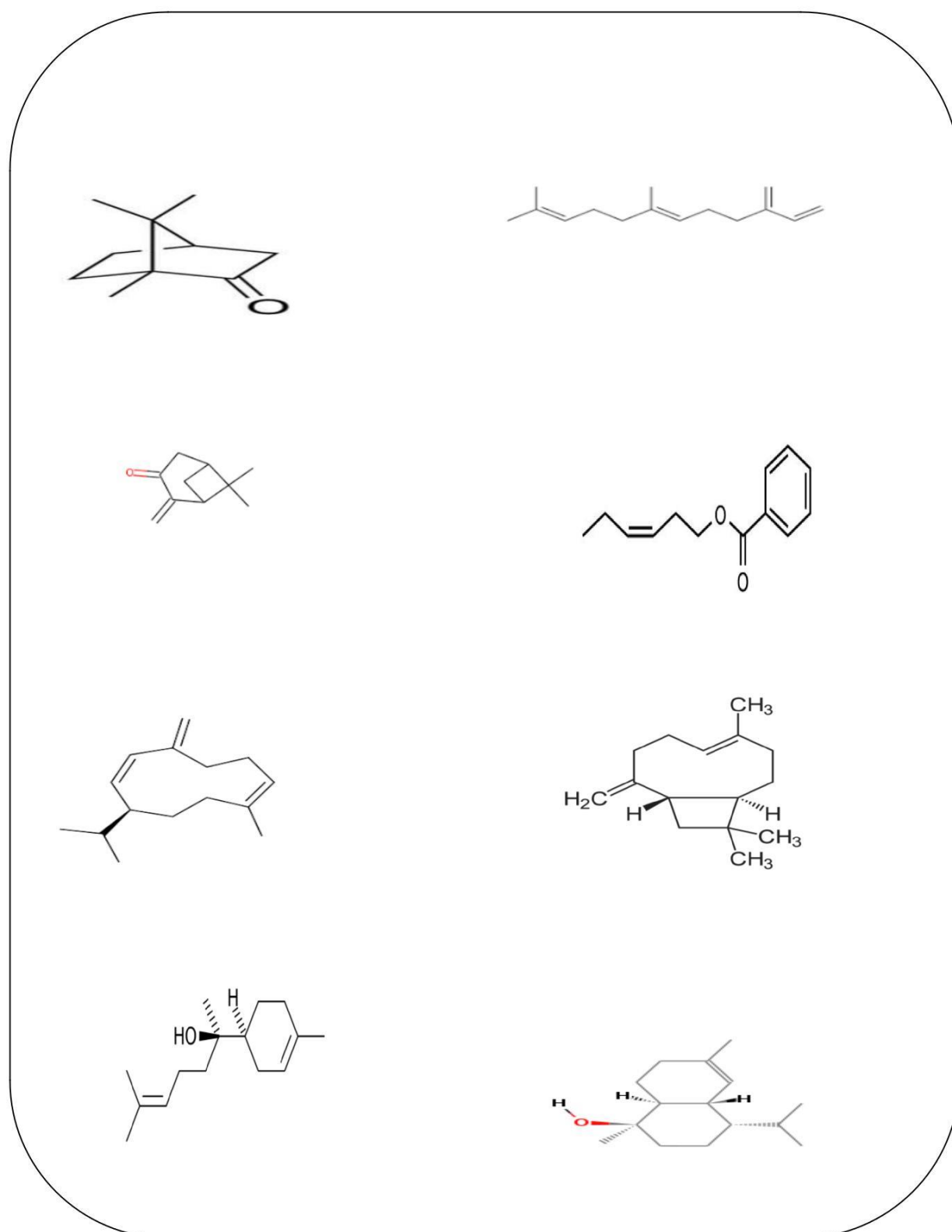


Figure 4: Les structures chimiques de quelques substances majoritaires de l'huile essentielle de *Chrysanthemum coronarium*

2.2. Composition chimique de l'extrait d'hydrolat de *Chrysanthemum coronarium*

En ce qui concerne la composition chimique de l'extrait de l'hydrolat, il est à noter qu'il est encore soumis à l'analyse.

2.3. Composition chimique des extraits de *Chrysanthemum coronarium*

Au cours de notre travail nous sommes intéressés aux extraits aqueux à cause de ces propriétés biologiques.

Selon la littérature, les résultats ont montré que les flavonoïdes [53], les acides phénoliques [54], les terpènes [55], les terpenoïdes [56] étaient les principaux composants présents dans l'espèce *C. coronarium*.

3. Activité antifongique des huiles essentielles et des hydrolats

3.1. Effet de l'huile essentielle de *Chrysanthemum coronarium* sur l'inhibition de décroissance fongique *in vivo* de pomme

Les huiles essentielles de la plante étudiée: *Chrysanthemum coronarium* ont été choisies pour déterminer deux effets: préventifs et protecteurs sur les fruits de pommes contre la maladie fongique causée par *Penicillium expansum*.

Les résultats ont montré que l'utilisation de l'huile essentielle de *Chrysanthemum coronarium* pour traiter les pommes a réduit la gravité de la maladie causée par *Penicillium expansum*. En comparant avec celle des témoins sans traitement.

En comparant les résultats des deux effets préventif et protecteur de cette huile essentielle vis-à-vis du *Penicillium Expansum* responsable de la pourriture des pommes, nous observons que le traitement l'huile essentielle à diminuer la gravité de la maladie causée par cette souche.

L'huile essentielle *Chsynathemum coronarium* avec une concentration de 0,02 mL/L, a montré un effet préventif très important (pommes non contaminées) qui les protège jusqu'au 60^{ème} jours de stockage par rapport aux échantillons qui n'ont pas été traités, dont la pourriture apparaît à partir du 15^{ème} jours (photos effet préventif).

Concernant l'activité de protection (pommes contaminées), les résultats ont montré que l'huile essentielle possède aussi un effet protecteur très intéressant contre la maladie des pommes jusqu'à 40 jours de stockage, par rapport aux contrôles non traités (photos effet protecteur).

3.2. Effet des hydrolats de *Chrysanthemum coronarium* sur l'inhibition de décroissance fongique *in vivo* de pomme

De même les résultats des tests *in vivo* sur l'agent pathogène de *Penicillium expansum* responsable de la pourriture des pommes traitées par l'hydrolat avec une concentration de 0,1 mL/L sont présentés dans les photos de la **Figure 6**.

D'après les résultats obtenus; les hydrolats ont montré un potentiel antifongique très important. Nous avons notée que jusqu'au 70^{ème} jour de stockage, il n'y avait pas de traces de la maladie chez les pommes non contaminées avec traitement par rapport aux témoins sans traitement. Les pommes contaminées traitées ont commencé à pourrir à partir du 40^{ème} jour (photos effet protecteur).

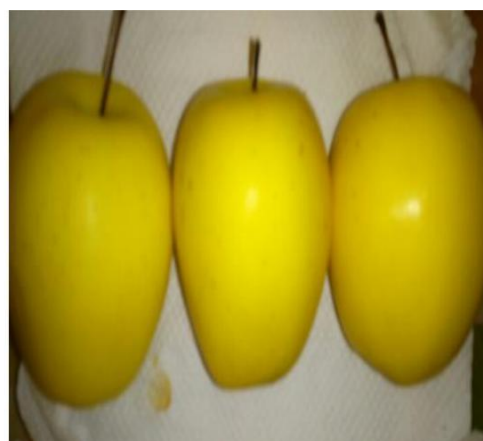
3.3. Les photos des pommes contrôlées

3.3.1. Effet préventif (les pommes non contaminées)

✓ Les témoins (sans traitement)



J 1



J 5



J 5



J 10



J 20



J 25

➤ Huile de *Chrysanthemum coronarium*



J 1



J 5



J 10



J 20



J 30



J 40



J 50



J 60

➤ Hydrolat de *Chrysanthémum coronarium*



J 1



J 5



J 10



J 15



J 20



J 25



J 30



J 35



J 40



J 45



J 50



J 55



J 60



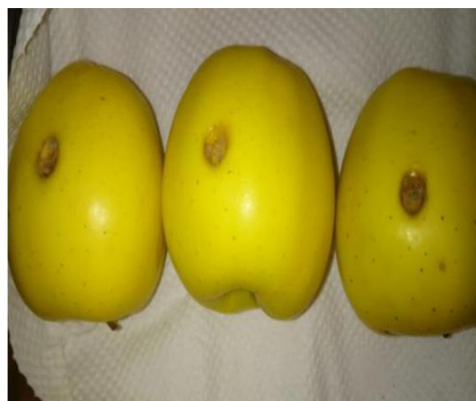
J 70

3.3.2. Effet protecteur (les pommes contaminées):

➤ **Les témoins**



J 1



J 2



J 4



J 6



J 8



J 10



J 12



J 15



J 20



J 25

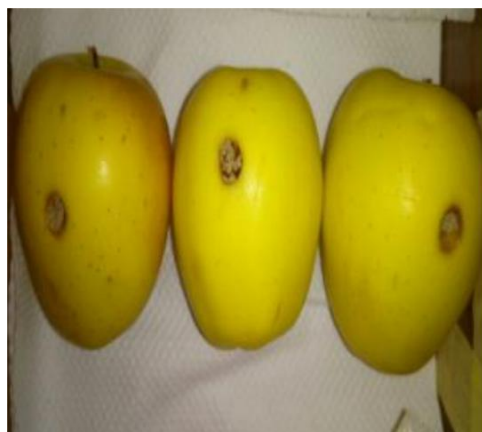
➤ Huile essentielle du *Chrysanthème Coronarium*



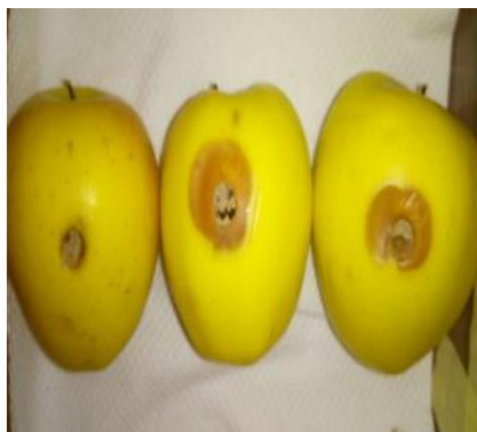
J 1



J 5



J 10



J 15



J 20



J 30



J 40



J 50



J 60



J 70

➤ Hydrolat du *Chrysanthème coronarium*



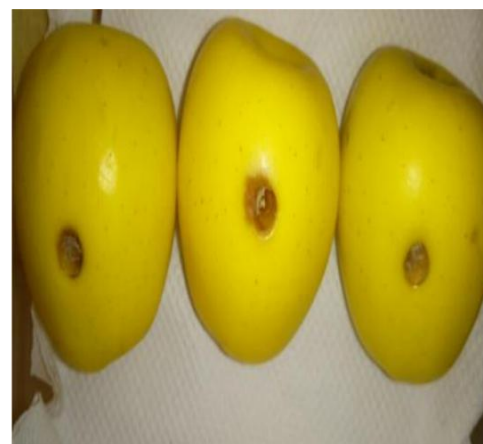
J 1



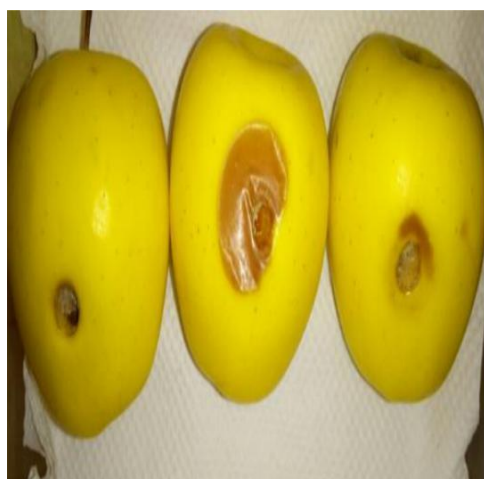
J 5



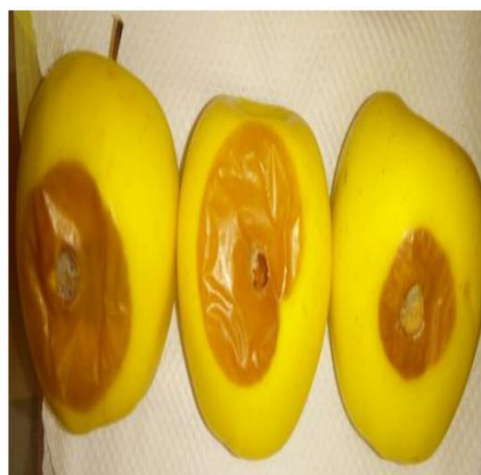
J 10



J 20



J 30



J 40



J 50



J 60



J 70

Figure 5: Effet protecteur et effet préventif des huiles essentielles et des hydrolats après 70 jours de stockage respectivement.

4. Discussion

La composition chimique de l'huile essentielle a indiqué que notre plante, *Chrysanthemum coronarium* était une bonne source de sesquiterpènes: les sesquiterpènes hydrocarbonés sont présent avec un pourcentage de **(20.49%)** et les sesquiterpènes oxygénés **(11.96%)**. De plus les monoterpènes oxygénés constituent **21.8%** cette fraction est dominée par le camphre 10.25%. Notons que l'huile essentielle de l'espèce *C. coronarium* est caractérisée aussi par des composés terpéniques **(24.28%)**.

L'étude de l'activité antifongique des substances naturelles tels que: les huiles essentielles, les hydrolats sur les pathogènes présente un grand intérêt. À cet effet, nous avons utilisé une plante aromatique, le *Chrysanthemum coronarium* dont nous avons extrait l'huile essentielle et l'hydrolat et par la suite valoriser ces extraits par l'étude de leurs activité antifongique.

En agroalimentaire les huiles essentielles et leurs composés actifs pourrait être une bonne source contre les infections fongiques.

Dans la présente étude, nous avons identifié une souche de champignons isolée des parties infectées des pommes: *Penicilium expansum*. Les huiles essentielles et les hydrolats des parties aériennes de *Chrysanthemum coronarium* ont été testés sur cette souche pour déterminer les effets préventifs et protecteurs dans le but d'utiliser ces extraits comme des fongicides naturelles contre les infections causés par *Penicilium expansum* sur les fruits de pommes.

Notre étude indique que l'application de l'huile essentielle et l'hydrolat en traitement préventif et protecteur a permis une réduction de la gravité de maladie des pommes causée par *Penicilium expansum*.

D'une part, les résultats des tests *in vivo* ont montré que l'huile essentielle et l'hydrolat ont présenté un meilleur effet préventif contre la pourriture des pommes causée par la souche *Penicilium expansum* jusqu'à 60-70 jours respectivement de stockage comparativement aux témoins non traitées. Par ailleurs, nous avons constaté que ces deux extraits ont montré un effet protecteur très important sur les fruits de pommes pour contrôler l'infection causée par le *Penicilium expansum* jusqu'à 40 jours de stockage.

Donc on peut dire que nos extraits présentent une efficacité *in vivo* très intéressante sur la souche étudiée.

Nous pouvons dire aussi que nous avons obtenu des meilleurs résultats en traitement préventif qu'en traitement protecteur.

D'autre part, les propriétés antifongiques de l'huile essentielle et l'hydrolat peuvent être expliqués par leurs composants actifs.

D'après nos résultats les effets préventifs et protecteurs de l'huile essentielle de *C. coronarium* peuvent être liés à la présence des terpénoïdes: les monoterpènes et les sesquiterpènes qui sont des composés majoritaires dans l'huile essentielle et qui sont considérés de même être la cause de plusieurs activités biologiques telles que les activités antifongiques, antimicrobiennes et herbicides selon certaines études [11, 12].

De plus, puisque les extraits qu'il s'agit des huiles essentielles ou des hydrolats sont constitués de mélanges complexes de plusieurs classes de composés, il est difficile donc d'attribuer leur activité biologique à un composé bien précis. Généralement, les composés majoritaires sont ceux qui sont responsables des activités antifongiques de ces extraits.

L'activité des huiles essentielles et des hydrolats étudiées pourrait être expliquée soit par leurs compositions riches en monoterpènes tels que le camphre ainsi que les sesquiterpènes comme: le E- β -Farnésène, le bisabolène, le bisabolol ou vraisemblablement due au synergisme de tous ces composants. Car dans certains cas, les activités biologiques des huiles sont plus élevées que celles des composés majeurs [57], et ceci peut être dû à des effets synergiques entre les différents composants.

Selon les résultats des essais *in vivo* de l'huile essentielle et celle de l'hydrolat de *Chrysanthemum coronarium* obtenus lors de cette étude; nous constatons que ces deux extraits pourraient être utilisés comme des agents de protection naturels contre les maladies des fruits de pomme causées par *Penicillium expansum*.

Conclusion générale

Dans le cadre de la valorisation des plantes aromatiques qui se trouvent dans la wilaya de Tlemcen située à l'Ouest d'Algérie, nous sommes intéressés dans notre travail à l'étude de l'espèce *Chrysanthemum coronarium* plante médicinale et aromatique appartenant à la famille des Astéracées qui a un grand intérêt en agroalimentaire grâce à ses multiples vertus.

L'obtention de l'huile essentielle et de l'hydrolat des parties aériennes de *Chrysanthemum coronarium* a été accomplie par hydrodistillation à l'aide d'un appareil de type Clevenger. L'analyse des extraits a été réalisée par chromatographie en phase gazeuse (CPG) et par CPG couplée à la spectrométrie de masse (CPG/SM) en utilisant deux colonnes, l'une polaire et l'autre apolaire.

Ce présent travail présente deux intérêts:

- Le premier intérêt est de donner lieu à de nouvelles sources de produits naturels alternatives pour la conservation des aliments, et pour la lutte contre les maladies fongiques dans les industries agroalimentaires.
- Le deuxième consiste d'une part à l'étude de la composition chimique des huiles essentielles produite par *C. coronarium* et d'autre part à la valorisation des hydrolats qui sont des sous-produits qui se forment à partir de l'eau ayant servi à l'entraînement des composés volatils. et qui sont des matières jusqu'alors considérée comme un sous-produit et qui fait l'objet depuis quelques années, d'un intérêt croissant.

L'huile essentielle de *C. coronarium* comporte **56** composés chimiques avec un pourcentage de **88.25%** de la composition chimique totale, elle est caractérisée par la prédominance des monoterpènes et des sesquiterpènes tels que le Camphre (10.15 %), E- β -Farnesène (6.21%), Pinocarvone (5.47%), Cis-3-Hexenylénzoate (5.32%), Germacrène-D (5.13%), Cis chrysanthényl acétate (4.75%), Isovalérate de l'ylratyle (4.39 %).

De plus, les hydrolats sont des co-produit caractérisés par la présence de plusieurs composés oxygénés dans une phase aqueuse.

Les résultats de l'évaluation de l'activité antifongique de nos extraits (l'huile essentielle et l'hydrolat) *in vivo* sur le développement de la maladie des fruits de pommes causée par *Penicillium expansum* révèlent que l'huile essentielle avec une concentration de **0.02 ml/L** et les hydrolats avec une concentration de **0.1 ml/L** ont montré une activité préventive et protectrice très intéressante contre la maladie des

pommes causée par *Penicilium expansum* jusqu'à 40 à 70 jours de stockage respectivement, par rapport au témoins non traités.

L'huile essentielle de *Chrysanthemum coronarium* est un outil facile à préparer et le prix de revient de l'extraction ne coûte pas cher, il en est de même pour l'hydrolat qui est obtenue en grande quantité lors de l'extraction.

Selon les résultats de ce travail, ces extraits (huile essentielle et hydrolat) pourraient donc devenir des agents de protection et de prévention contre les infections fongiques des pommes.

Références bibliographiques

- [1]. A. Tabet Zatla, I. Mami, M.E.A. Dib, M.E.A. Sifi. **2019**. Efficacy of Essential Oil and Hydrosol Extract of *Marrubium vulgare* on Fungi Responsible for Apples Rot. *Anti-Infective Agents*. 17(1): 1-9.
- [2]. S. Hmiri, N. Amrani, M. Rahouti. **2011**. Détermination *in vitro* de l'activité antifongique des vapeurs d'eugénol et d'huiles essentielles de *Mentha pulegium* L. et de *Tanacetum annuum* L. vis-à-vis de trois champignons responsables de la pourriture des pommes en post-récolte. *Acta botanica gallica*. 158(4): 609-616.
- [3]. R.K. Angaman, K. Abo, B.M. Arobia, B. Orsot, D. Ouattara, N.G. Zirihi. Evaluation de l'activité antifongique *in vitro* et *in vivo* d'extraits de *Terminalia ivorensis* et *Terminalia superba* sur *Fusarium oxysporum*.
- [4]. C.L. Wilson, M.E. Wisniewski, S. Droby, E. Chalutz. **1993**. A selection strategy for microbial antagonists to control postharvest diseases of fruits and vegetables. *Sci. Hortic.* (53): 183-189.
- [5]. F. Neri, M. Mari, S. Brigati. **2006**. Control of *Penicillium expansum* by volatile compound. *Plant Pathol.* (55):100-105.
- [6]. S. Aydin, E. Seker, **2005**. Effect of an aqueous distillate of *Origanum onites* L on isolated rat fundus, *duodenum* and *ileum*: Evidence for the role of oxygenated monoterpenes. *Pharmazie*. (60): 147-150.
- [7]. M.H. Guinebertière, C. Nguyen-The, N. Morrison, M. Reich, P. Nicot. **2000**. Isolation and characterization of antagonists for the biocontrol of the postharvest wound pathogen *Botrytis cinerea* on strawberry fruits. *J. Food Protection*. (3): 386-394.
- [8]. A. Tabet zatla. **2017**. Caractérisations chimiques et étude biologiques d'extraits de quatre plantes aromatiques "*Daucus. carota ssp. sativus*, *Marrubium vulgare*, *Ballota nigra* et *Cynoglossum cheirifolium*" de la région de Tlemcen (Doctoral dissertation, 08-01-2018).
- [9]. M. Schorderet. **1989**. Pharmacologie: des concepts fondamentaux aux applications thérapeutiques. Frison-Rocher. 918.
- [10]. C. Basset. **2011**. Recherche de composés antifongiques issus de bois durables amazoniens (Doctoral dissertation, Université des Antilles et de la Guyane; Universidade de Brasília).
- [11]. R. Croteau, R.E. Ketchum, R.M. Long, R. Kaspera, M.R. Wildung. **2006**. Taxol biosynthesis and molecular genetics. *Phytochem. Rev.* (5): 75-97.

- [12]. S. Kordali, A. Cakir, T.A. Akcin, E. Mete, A. Akcin, T. Aydin, H. Kilic. **2009**. Antifungal and herbicidal properties of essential oils and n-hexane extracts of *Achillea gypsicola* Hub-Mor. and *Achillea biebersteinii* Afan. (Asteraceae). *Ind. Crop Prod.* (29): 562-570.
- [13]. A. M. Clark, C. D. Hufford. **1992**. Chapter 2 Antifungal alkaloids. *Antifungal Alkaloids.* (42): 117-150.
- [14]. A. Tabet Zatla, M. E. A. Dib, N. Djabou, F. Ilias, J. Costa, A. Muselli. **2017**. Antifungal activities of essential oils and hydrosol extracts of *Daucus carota subsp. sativus* for the control of fungal pathogens, in particular gray rot of strawberry during storage. *Journal of Essential oil research.* 29(5): 391-399.
- [15]. S. Mohammadi, A. Hossein, M.H. Aminifard, V. Jahanbakhsh. **2012**. *In-vitro* and *in-vivo* antifungal activities of the essential oils of various plants against strawberry grey mould disease agent *Botrytis cinerea*. *Arch Phytopathology Plant Protect.* 45 (20): 2474-2484.
- [16]. J. Paolini, C. Leandri, J.M. Desjobert, T. Barboni, J. Costa. **2008**. Comparison of liquid-liquid extraction with headspace methods for the characterization of volatile fractions of commercial hydrolats from typically Mediterranean species. *J Chromatogr A.* 1193. (1-2): 37-49.
- [17]. F. Z. Benomari. Variabilité chimique et activités biologiques des volatils des espèces aromatiques à intérêt économique des genres *mentha*, *inula*, *thymus*, *astericus* et *chrysanthemum* de l'ouest algérien (Doctoral dissertation, 16-05-2018).
- [18]. A. Kumar, S.P. Singh, R.S. Bhakuni. **2005**. Secondary metabolites of *Chrysanthemum* genus and their biological activities. *Current science.* (89): 1489.
- [19]. T. Lograda, M. Ramdani, P. Chalard, G. Figueredo, H. Silini, M. Kenouf. **2013**. Chemical composition, antibacterial activity and chromosome number of Algerian populations of two *Chrysanthemum* species. *Appl. Pharm. Sci.* (3): 6-11.
- [20] P. Quezel, S. Santa. **1963**. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques Méridionales. Tome1. Paris. *Appl. Pharm. Sci.* (3): 6-11.
- [21]. H. Gaussen, F. Leroy. **1982**. Précis de botanique (Végétaux supérieurs). 424-426.
- [22]. L'encyclopédie des arbres et des jardins Les Chrysanthème. [Consulté le 28-12-2019]. Disponible à partir de: <http://www.joomlart.com/>

- [23]. N. Boutaghane, A. Kabouche, A. M. El-Azzouny, Z. Kabouche. **2008**. Composition of the essential oil of *Chrysanthemum macrocarpum* from Algeria. *Chem. Nat. Compd.* 44(6): 817-818.
- [24]. A. Chevalier. Notes Historiques sur l'origine du Chrysanthème d'automne. *Revue de botanique appliquée et d'agriculture coloniale, bulleti.* (195): 804-813.
- [25]. J. Bellakhdar, R. Claisse, J. Fleurentin, C. Younos. **1991**. Repertory of standard herbal drugs in the Moroccan pharmacopoeia. *Journal of Ethnopharmacology.* (35): 123.
- [26]. Q. Chu, F. Fu, Y. Guan, J. Ye. **2004**. Determination and differentiation of Flos *Chrysanthemum* based on characteristic electrochemical profiles by capillary electrophoresis with electrochemical detection. *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* (52): 7828-7833.
- [27]. J.P. Lai, Y.H. Lim, J. Su, H.M. Shen, C.N. Ong. **2007**. Identification and characterization of major flavonoids and caffeoyl quinic acids in three Compositae plants by LC/DAD-APCI/MS. *Journal of Chromatography B.* (848): 215-225.
- [28]. H-J. Lee, Y-I. Hwang, E.J. Park, S-U. Choi. **2011**. Antihepatotoxic and antigenotoxic effects of herb tea composed of *Chrysanthemum morifolium* Ramat, Han'guk Sikip'um Yongyang Kwahak Hoechi. (40):78-83.
- [29]. C.W. Beninger, J.C. Hall. **2005**. Allelopathic activity of luteolin 7-0- β -glucuronide isolated from *Chrysanthemum morifolium* L. *Biochemical Systematics and Ecology.* (33): 103-111.
- [30]. I.V. Ivashchenko. **2017**. Chemical composition of essential oil and antimicrobial properties of *Chrysanthemum coronarium* (Asteraceae) Chemical Biosystems Diversity. (25): 119-123.
- [31]. S.K. Dokuparthi, P. Manikanta, Phytochemical and Pharmacological Studies on *Chrysanthemum coronarium* L: A. **2015**. *Journal of Drug Discovery and Therapeutics.* (27): 11-16.
- [32]. J.A.T. Da Silva. **2004**. Mining the essential oils of the Anthemideae. *Afr. J. Biotechnol.* 3(12): 706-720.
- [33]. *Chrysanthemum coronarium* (fleur comestible) graine- Alsagarden. [Consulté le 22-01-2020]. Disponible à partir de: [http : //www.alsagarden.com/](http://www.alsagarden.com/)
- [34]. Atlas-Sahara. Asteraceae. [Consulté le 17-01-2020]. Disponible à partir de: atlas-sahara.org.

- [35]. C.H. Zheng, T.H. Kim, K.H. Kim, Y.H. Leem, H.J. Lee. **2004**. Characterization of potent aroma compound in *Chrysanthemum coronarium* L. (Garland) using aroma extract dilution analysis. *Flavour Fragr. J.* (19): 401-405.
- [36]. S.K. Bardaweel, M.M. Hudaib, K.A. Tawaha, R.M. Bashatwah. **2015**. Studies on the *in vitro* antiproliferative, antimicrobial, antioxidant, and acetylcholinesterase inhibition activities associated with chrysanthemum coronarium essential oil. *Evid. - Based Complement. Altern. Med. ECAM*.
- [37]. F. Senatore, D. Rigano, R. De Fusco, M. Bruno. **2004**. Composition of essential oil from flower heads of *Chrysanthemum coronarium* L. (Asteraceae) growing wild in Southern Italy. *Flavour and fragrance journal*. (19): 149-152.
- [38]. B. Sebastian, A.M. Urzua, M. Vines. **2006**. Analysis of surface and volatile compounds of flower heads of introduced plants of *Chrysanthemum coronarium* L. growing wild in Chile. *Flavour and fragrance journal*. (21): 783-785.
- [39]. P.P. Alvarez-Castellanos, C.D. Bishop, M.J. Pascual-Villalobos. **2001**. Antifungal activity of the essential oil of flowerheads of garland *Chrysanthemum coronarium* against agricultural pathogens. *Phytochemistry*. (57): 99-102.
- [40]. F. Benouaklil, F. Hamaidi-cherqui, M.S. Hamaidi, F. Saidi. **2012**. Valorisation d'un adventice poussant en Algérie: *Chrysanthemum coronarium*. *Phytothérapie*.
- [41]. K. Tawaha, M. Hudaib. **2010**. Volatile oil profiles of the aerial parts of Jordanian garland, *Chrysanthemum coronarium*. *Pharmaceutical Biology*. (48): 1108-1114.
- [42]. K. Hosni, I. Hassen, H. Sebei, H. Casabianca. **2013**. Secondary metabolites from *Chrysanthemum coronarium* (Garland) flower head: Chemical composition and biological activities. *Industrial Crops and Product*. (44): 263 -271.
- [43]. K. Hosni, H. Casabianca. **2012**. Essential oil composition and allelopathic effect of *Chrysanthemum coronarium* (Garland) extract on the germination and root growth of four plant species.
- [44]. L. Humbert, M. Lhermitte. **2005**. Molécules indétectables par chromatographie en phase gazeuse. In *Annales de Toxicologie Analytique*. (17): 57-62. EDP Sciences.
- [45]. A. Chauhan, M. K. Goyal, P. Chauhan. **2014**. GC-MS technique and its analytical applications in science and technology. *J. Anal. Bioanal. Tech*. 5(6): 222.
- [46]. F.S. de Souza, A. Spinelli. **2009**. Caffeic acid as a green corrosion inhibitor for mild steel. *Corrosion science*. 51(3): 642-649.

- [47]. J. Tian, X. Zeng, A. Lü, A. Zhu, X. Peng, Y. Wang. **2015**. Perillaldehyde, a potential preservative agent in foods: Assessment of antifungal activity against microbial spoilage of cherry tomatoes. *LWT-Food Sci Technol.* (60): 63-70.
- [48]. G. Flamini, P. L. Cioni, et I. Morelli. **2003**. Differences in the fragrances of pollen, leaves, and floral parts of garland (*chrysanthemum coronarium*) and composition of the essential oils from flowerheads and leaves. *Agric. Food Chem.* 51(8): 2267–2271.
- [49]. S. Kim, T. Ha, J. Kim, D. Chang, K. Kim. **2014**. Classification of Korean chrysanthemum species based on volatile compounds using cluster analysis and principal component analysis. *J. Korean Soc. Appl. Biol. Chem.* 57(6): 789-796.
- [50]. B. Marongiu, A. Piras, S. Porcedda, E. Tuveri, S. Laconi, D. Deidda, A. Maxia. **2009**. Chemical and biological comparisons on supercritical extracts of *Tanacetum cinerariifolium* (Trevir) Sch. Bip. with three related species of *chrysanthemums of Sardinia* (Italy). *Nat. Prod. Res.* 23(2): 190-199.
- [51]. D. Haouas, P. L. Cioni, G. Flamini, M. Ben Halima-Kamel, et M. H. Ben Hamouda. **2016**. Variation of chemical composition in flowers and leaves essential oils among natural population of tunisian *glebionis coronaria* (L.) tzvelev (asteraceae). *Chem. Biodivers.* 13(10): 1251-1261.
- [52]. Z. Xiao, B. Fan, Y. Niu, M. Wu, J. Liu, et S. Ma. **2016**. Characterization of odor-active compounds of various Chrysanthemum essential oils by gas chromatography–olfactometry, gas chromatography–mass spectrometry and their correlation with sensory attributes. *J. Chromatogr. B.* (1009): 152-162.
- [53]. L.F. Ibrahim, W.M. EL Senousy, U.W. Hawas. **2007**. NMR Spectral analysis of flavonoids from *Chrysanthemum coronarium*. *Chemistry of Natural Compounds.* (43): 659-662.
- [54]. Y. Chuda, M. Suzuki, T. Nagata, T. Tsushida. **1998**. Contents and Cooking Loss of Three Quinic Acid Derivatives from Garland (*Chrysanthemum coronarium* L.). *Journal and Agricultural and Food Chemistry.* (46): 1437-1439.
- [55]. M.C. Song, D.H. Kim, Y.H. Hong, D.K. Kim, I.S. Chung, S.H. Kim, N.I. Back. **2003**. Terpenes from the Aerial Parts of *Chrysanthemum coronarium* L. *Agriculture Chemistry and biotechnology.* (46): 118-121.

- [56]. T.J. Ha, B.W. Lee, J.R. Lee, J. Lee, S.W. Hwang, D.Y. Cho, K.D. Lee. **2003**. Isolation and identification of terpenoids from the leaf of *Chrysanthemum coronarium* L. *Applied Biological Chemistry*. (46): 55-59.
- [57]. G.B. Zore, A.D. Thakre, V. Rathod, S.M. Karuppayil. **2011**. Terpenoids inhibit *Candida albicans* growth by affecting membrane integrity and arrest of cell cycle. *Phytomedicine*. (18): 1181-1190.

الملخص:

الهدف الاساسي من هذا البحث هو المساهمة في تطوير نبات *Chrysanthemum coronarium* في منطقة تلمسان. ولهذا تطرقنا غالى تطوير جزئين رئيسيين ، الجزء الأول كيميائي : ويتضمن تحديد التركيب الكيميائي للزيت الاساسي للنبات المدروس *Chrysanthemum coronarium* المستخرج من خلال التقطير المائي وتحليله بواسطة الأشعة تحت الحمراء GC-IR و GC/MS.

تم التعرف على 56 مركبًا كيميائيًا تشكل 88.25٪ من الزيت الأساسي.

المركبات الرئيسية هي : Camphre (10.15%), E-β-Farnesène (6.21%), Pinocarvone (5.47%), Cis-3-Hexenylenzoate (5.32%), Germacrene-D (5.13%), Cis chrysanthenyl acetate (4.75%), Lyratyl Isovalerate (4.39%).

اما الجزء الثاني فبيولوجي: يركز على تقييم الزيت الأساسي والمحلل المائي *C. coronarium* من خلال دراسة نشاطها المضاد للفطريات في الجسم الحي ضد عدوى التفاح التي تسببها *Penicilium expansum*. اظهرت نتائج اختبار مستخلصي الزيت العطري والمحلل المائي نشاطًا وقائيًا مهمًا جدًا ضد السلالة المدروسة تصل إلى 40-70 يومًا من التخزين على التوالي , مقارنة بالضوابط غير المعالجة.

كلمات البحث : *Chrysanthemum coronarium*, الزيت الأساسي, الحلال مائي, تفاح , قوة مضادة للفطريات

Résumé:

L'objectif principal de notre étude est de contribuer à la valorisation de l'espèce *Chrysanthemum coronarium* de la région de Tlemcen. Pour ceci, deux volets vont être développés, le premier volet chimique qui consiste à la caractérisation de la composition chimique de l'huile essentielle de *Chrysanthemum coronarium* dont cette huile a été extrait par l'hydrodistillation et ces composants chimiques ont été analysés par CPG-SM. 56 Composés chimiques qui représentent 88.25% de l'huile essentielle ont été identifiés.

Les composés majoritaires sont: le Camphre (10.15 %), E-β-Farnesène (6.21%), Pinocarvone (5.47 %), Cis-3-Hexenylenzoate (5.32 %), Germacrène-D (5.13%), Cis chrysanthényl acétate (4.75 %), Isovalérate de lyratyle (4.39 %).

Le deuxième volet biologique qui met en évidence la valorisation de l'huile essentielle et les hydrolats de *Chrysanthemum coronarium* par l'étude de leur activité antifongique *in vivo* sur les fruits de pommes contre l'infection causé par *Penicilium expansum*. Les résultats des tests des deux extraits (l'huile et les hydrolats) ont montré une grande activité préventive et protectrice contre la souche étudiée.

Mots clés: *Chrysanthemum coronarium*, huile essentielle, hydrolat, pouvoir antifongique, pomme.

Abstract:

The main objective of our study is to contribute to the development of the species *Chrysanthemum coronarium* in the Tlemcen region. For this, two components will be developed, the first chemical component, which is the characterization of the chemical composition of the *Chrysanthemum coronarium* essential oil extracted by hydrodistillation, and these chemical components were analyzed by GC-MS. 56 Chemical compound representing 88.25% of essential oil have been identified. The majority compounds are: Camphor (10.15%), E-β-Farnesène (6.21%), Pinocarvone (5.47%), Cis-3-Hexenylenzoate (5.32%), Germacrene-D (5.13%), Cis chrysanthenyl acetate (4.75%), Lyratyl isovalerate (4.39%).

The second biological component that highlights the valorization of essential oil and hydrosol of *Chrysanthemum coronarium* by studying their antifungal activity *in vivo* against apple infection caused by *Penicilium expansum*. The results of the test of the two extracts (the oil and the hydrosol) showed great preventive and protective activity against the strain studied.

Key words: *Chrysanthemum coronarium*, essential oil, hydrosol, antifungal power, apple.