

## OBTENTION ET CARACTÉRISATION PHYSICOCHIMIQUE ET CHROMATOGRAPHIQUE DE L'HUILE ESSENTIELLE DES GRAINES DE *FOENICULUM VULGARE* MILL. (FENOUIL SAUVAGE)

ALILI Dahmane<sup>1\*</sup>, BRAHIM Oussama<sup>2</sup>, DOUMANDJI Amel<sup>2</sup> et SERIER BOUCHENAK Nora<sup>2</sup>

1. Département des Sciences Agronomiques, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et Sciences de la Terre et de l'Univers, Université Bachir El Ibrahimi de Bordj Bou-Arréridj, Algérie.

2. Département Agro-Alimentaire, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, Université de Blida 1, Blida, Algérie.

Reçu le 02/11/2021, Révisé le 25/04/2022, Accepté le 27/04/2022

### Résumé

**Description du sujet :** *Foeniculum vulgare* Mill., est une plante aromatique, spontanée et très répandue dans le bassin Méditerranéen. En Algérie elle est utilisée par les populations locales pour ses vertus médicinales.

**Objectifs :** Cette étude est menée dans le but d'apprécier la qualité organoleptique (odeur, aspect et couleur) et physicochimique (densité, pouvoir rotatoire, pH, indice de réfraction, indice d'acide, indice de saponification et indice d'ester) de l'huile essentielle des grains du *Foeniculum vulgare* de la région de Mouzaïa. Ainsi que sa caractérisation chromatographique.

**Méthodes :** L'extraction de l'huile essentielle est réalisée à raison d'une toute les 2 jours par hydrodistillation sur des graines sèches de fenouil sauvage. Ces dernières ont subi un séchage sur une période de 10 jours. Par la suite et après le séchage, le taux d'humidité est calculé par la méthode de Dean et Stark.

**Résultats :** Les résultats montrent qu'un rendement optimal (soit de 2,343%) en extrait est obtenu au bout de 6 jours de séchage. L'étude analytique de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* qui a porté sur l'analyse organoleptique (odeur, aspect et couleur) et physicochimique (densité, pouvoir rotatoire, pH, indice de réfraction, indice d'acide, indice de saponification et indice d'ester), a révélé des résultats en accord avec ceux préconisés par les normes AFNOR. La caractérisation chromatographique en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG-SM) a permis d'une part de quantifier un total de 45 composés, dont 2 sont majoritaires (Trans-anéthol, et le limonène), et de classer, d'autre part, l'huile comme de bonne qualité, pour sa richesse en composés terpéniques.

**Conclusion :** Au cours de cette présente étude, il est à noter que l'huile essentielle de l'échantillon d'intérêt présente une composition chimique prometteuse pour une éventuelle utilisation dans différents domaines agro-alimentaires.

**Mots clés :** *Foeniculum vulgare*; hydrodistillation; huile essentielle; caractérisation.

## OBTAINING AND PHYSICOCHEMICAL AND CHROMATOGRAPHIC CHARACTERIZATION OF THE ESSENTIAL OIL OF *FOENICULUM VULGARE* MILL. (WILD FENNEL)

### Abstract

**Subject description:** *Foeniculum vulgare* Mill. is an aromatic plant, spontaneous and widespread in the Mediterranean sea. In Algeria it is used by the local populations for its medicinal virtues.

**Objectives:** This study is conducted to assess the chemical quality of the essential oil of *Foeniculum vulgare* seeds from the region of Mouzaïa.

**Methods:** The extraction of the essential oil is carried out at a rate of one every 2 days by hydrodistillation on dry seeds. The latter have undergone a drying over a period of 10 days. Then and after drying, the moisture content is calculated by the method of Dean and Stark.

**Results:** The results show that an optimal yield (2.343%) in extract is obtained after 6 days of drying. The analytical study of the essential oil of *Foeniculum vulgare* which focused on organoleptic (odor, appearance and color) and physicochemical (density, rotatory power, pH, refractive index, acid index, saponification index, and ester index) analysis, revealed results in agreement with those recommended by the AFNOR standards. The chromatographic characterization by GC-MS allowed on the one hand to quantify a total of 45 compounds, of which 2 are in the majority (Trans-anethol, and limonene), and to classify, on the other hand, the oil as of good quality, for its richness in terpene compounds.

**Conclusion:** During this study, we were able to characterize the essential oil of the sample studied in terms of chemical composition and biological activity for possible use in different fields according to their effectiveness.

**Key words:** *Foeniculum vulgare*; hydrodistillation; essential oil; characterization.

\*Corresponding author: ALILI Dahmane, Email: dahmanealili69@gmail.com

## INTRODUCTION

Les plantes avec leur grande importance pour l'homme, confèrent à ce dernier des vertus qu'il ne peut pas s'en passer, dont l'entretien de la vie sur Terre par la photosynthèse, c'est une source de nourriture, elles fournissent des matériaux de construction, des produits à base de papier et les combustibles en plus de leur utilisation comme des médicaments et comme additifs pour les produits alimentaires pour diverses raisons [1]. Depuis l'antiquité, les plantes aromatiques ont été utilisées pour leurs propriétés de conservation de certains produits, leurs parfums, la saveur et pour des usages médicaux et cosmétiques [2 et 3]. A l'heure actuelle encore, la science confirme les différentes vertus des plantes aromatiques et de leurs huiles essentielles et leurs extraits dont les domaines d'application sont très variés tels que l'industrie alimentaire comme additifs, les cosmétiques, les parfumeries et les industries de savon et de détergents. Elles rentrent également dans la composition de plusieurs médicaments. Leur utilisation s'appelle « l'aromathérapie », qui consiste à utiliser les huiles essentielles dans diverses manifestations pathologiques. Ce qu'il permet à ces huiles d'envahir le commerce international [4 et 5]. Plusieurs travaux scientifiques ont permis de mieux connaître les essences et définir précisément leurs différents constituants, leurs caractéristiques physicochimiques, révélant le principe de leur action thérapeutique [6]. L'activité antimicrobienne dont dispose la plupart des huiles essentielles est attribuable à la présence d'un certain nombre de terpénoides [7]. Les effets naturels des huiles, comme agents antiseptiques puissants faisant partie du régime alimentaire de l'homme, ainsi que leur biodégradabilité leur permettant de présenter moins de problèmes de résidus toxiques [8]. En Algérie, seulement quelques études ont abordés les activités biologiques de certaines huiles essentielles extraites de nos plantes dans les différents domaines [9]. C'est dans ce cadre que nous nous sommes intéressés, dans ce travail, à l'étude de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare*, choisi en raison de sa disponibilité dans la région de Mouzaïa, ainsi qu'à son large spectre d'activité antimicrobienne. L'objectif de cette présente étude est de montrer que l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* Mill., présente les caractéristiques nécessaires pour la proposer en tant qu'agent antiseptique. Une approche expérimentale consistant à : (i) l'estimation du rendement de *Foeniculum vulgare* en huile essentielle,

(ii) l'étude des caractéristiques organoleptique, physicochimique et chromatographique.

## MATÉRIEL ET MÉTHODES

### 1. La récolte des graines

Les graines de fenouil ont été récoltées manuellement dans la région de Mouzaïa, par des paysans. La collecte d'échantillons s'est déroulée en mois de mars pendant les matinées (à 5 h du matin). En effet, le fenouil peut être récolté toute l'année, mais de préférence durant la période comprise entre août et novembre [10]. Il est préférable de procéder à la récolte par un temps sec et chaud, car les graines mouillées de pluie ou de rosée s'altèrent, moisissent, fermentent et perdent toute valeur thérapeutique [11]. Afin que le séchage soit effectué correctement c'est-à-dire, ni trop rapidement pour éviter l'échaudage, ni trop lentement pour éviter les moisissures, les échantillons sont mis dans un local ombragé, avec un plancher en bois (absorbe l'humidité). Il faut éviter le ciment et les matières plastiques (condensation), éviter la proximité de pesticides et d'engrais solubles. Un système d'aération devrait être installé en plus des lucarnes existantes [12]. Le séchage a pour but d'extraire aux plantes l'eau qu'elles renferment pour assurer une bonne conservation, favoriser l'inhibition de toute activité enzymatique, éviter la dégradation de certains constituants ainsi que la prolifération bactérienne, et enfin augmenter le rendement en huile essentielle [13]. La durée du séchage s'est étalée de 2 à 10 jours et des extractions ont été réalisées tous les deux jours. Après séchage, ne sont sélectionnées que les graines propres pour l'extraction.

### 2. Détermination du taux d'humidité des graines

Le protocole suivi est celui de la pharmacopée européenne [14], réalisé à l'aide du dispositif de Dean et Starck. Une quantité de 10 g de graines sèches est introduite dans un ballon de 250 mL dans lequel sont versés 125 mL de toluène (1/2 du volume du ballon). Le ballon est surmonté d'un réfrigérant muni d'un récipient gradué. Le tout est porté à reflux (2 à 3 gouttes par seconde) jusqu'au moment où la vitesse d'écoulement devient constante. À la fin de l'opération, le chauffage est augmenté dans le but de récupérer toutes les gouttes d'eau déposées sur les parois du réfrigérant. Après l'arrêt du chauffe-ballon, les dernières gouttelettes vont sédimenter sur le récipient. À la fin, le volume d'eau est noté. Le taux d'humidité est calculé par l'expression indiquée ci-dessous :  $H = (V/M) \times 0,998 \times 100$ .

Avec: H: taux d'humidité(%), V: volume d'eau (mL), M: masse de la matière végétale sèche (g), 0,998: densité de l'eau.

### 3. Extraction par hydrodistillation

La technique utilisée dans cette étude est l'hydrodistillation (échelle laboratoire) qui est le procédé le plus répandu. Ce principe est celui de la pharmacopée européenne [14]. Ce mode d'extraction respecte bien les composants très fragiles des plantes à huile essentielle, en conservant leurs constituants volatils, d'où une huile de bonne qualité physicochimique [15]. Une quantité de 100 g de graines sèches est broyée, pour faire éclater les cellules sécrétrices en huile essentielle et faciliter son introduction dans un ballon de 1 litre, rempli d'eau distillée jusqu'au 2/3 de sa capacité. Le ballon est chauffé ensuite à l'aide d'un chauffe-ballon. Après une durée moyenne de 45 min, l'eau entre en ébullition. Il se forme alors des vapeurs avec un débit relativement constant, entraînant les constituants volatils. Ces vapeurs s'élèvent et passent dans un réfrigérant qui est constamment refroidi à une température qui varie de 15° à 18°C. Au contact des parois refroidies du réfrigérant, les vapeurs chaudes se condensent et s'écoulent à l'état liquide, goutte par goutte, dans un récipient où elles forment le distillat. L'extraction dure 3h et le comptage du temps commence dès l'apparition des premières gouttes de l'hydrolat. Ce dernier est un mélange de deux phases non miscibles: huile essentielle et eau. Les deux phases seront séparées l'une de l'autre par une extraction liquide-liquide ou décantation au moyen d'éther diéthylique, jusqu'à obtention de deux phases non miscibles et bien visibles : une phase supérieure (organique) constituée par le mélange éther-huile essentielle et une phase inférieure (aqueuse) formée par l'eau. La phase supérieure récupérée est dite «huile primaire». Pour éliminer toute trace d'eau, l'huile primaire obtenue va subir un séchage par le sulfate de sodium anhydre (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>). Elle sera par la suite évaporée sous pression et réduite à une température qui varie de 37°C à 40°C par un rota-vapeur (évaporateur rotatif) dans le but d'éliminer le solvant (éther diéthylique). L'huile ainsi obtenue est conservée dans des flacons en verre ambré hermétiquement fermés, à l'abri de la lumière, au frais à 4°C, afin d'éviter tout risque d'altération. Car l'effet de l'air induirait une oxydation, et celui de la lumière génère une polymérisation. Ces deux agents peuvent par conséquent causer la dégradation des essences [16].

### 3.1. Détermination du rendement

Le rendement de l'huile essentielle est défini comme étant le rapport entre la masse de l'huile essentielle obtenue après extraction et la masse de la matière végétale utilisée selon la pharmacopée européenne [14]. Après un temps estimé à 3 heures d'extraction, l'huile essentielle est prélevée et récupérée par simple décantation. Elle est par la suite pesée dans une balance de précision (0,0001 g). Au total et en fonction du temps de séchage, 05 extractions ont été réalisées, et ce, tous les deux jours. Le rendement, exprimé en pourcentage, est calculé par la formule suivante :  $RHE = (MHE/MMVS) \times 100$ . Avec : RHE : rendement en huile essentielle (%), MHE : masse de l'huile essentielle (g), MMVS : masse de la matière végétale sèche (g).

### 3.2. Analyses physicochimiques

La qualité d'une huile essentielle et sa valeur commerciale sont définies par des normes admises portant sur les indices physicochimiques caractéristiques. Les normes utilisées lors de cette présente étude sont celles de la pharmacopée européenne [17], fixant les conditions opératoires et mettant au point des monographies pour la caractérisation des huiles essentielles.

-*Le pH* : Le potentiel d'hydrogène (pH) désigne le degré d'acidité. Ce paramètre a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre de type HANNA. Le pH-mètre est étalonné par une solution tampon. Les électrodes rincées avec de l'eau distillée sont plongées dans l'huile essentielle. Une fois l'appareil stabilisé, la valeur du pH est notée (NA 367, 1990) [18].

-*Indice d'acide* : L'indice d'acide (IA) est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 g de corps gras (ISO 660: 1996 F) [19]. Cet indice donne une appréciation sur le taux d'acide gras libres [20]. La prise d'essai de notre échantillon a été déterminée sur la base d'indices d'acide de 1 à 4, correspondant à une huile de bonne qualité (AFNOR, 2000) [21]. 10 g de la prise d'essai d'huile essentielle sont dissous dans 50 mL d'un mélange à volumes égaux d'éthanol et d'éther. Le solvant doit être neutralisé au préalable avec de l'hydroxyde de potassium (KOH) à 0,5 M en présence de 0,5 mL de solution de phénolphtaléine. La dissolution de la prise d'essai dans l'éthanol, contenant l'indicateur coloré (phénolphtaléine), est portée à ébullition à 75°C. Après dissolution, il faut titrer immédiatement par l'hydroxyde de potassium à 0,5 M (alors que la solution est encore chaude).

Le titrage est terminé lorsque la couleur rose persiste 15 secondes au moins. L'indice d'acide est exprimé en milligrammes par gramme et est donné par la formule suivante :  $IA=56,1VC/M$ . Avec : IA: indice d'acide, M: masse de la prise d'essai (huile utilisée) (g), C: concentration de la solution KOH à 0,5 M, V: volume de la solution KOH utilisée en titrage (mL), 56,1: poids moléculaire de KOH.

*-Indice de saponification :* L'indice de saponification (Is) est défini comme étant le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier 1g de matière grasse (ISO 3657: 2002 F) [22]. Cet indice est très utile pour l'estimation du poids moléculaire, il permet de prévoir la longueur moyenne des chaînes d'acides gras [23]. La prise d'essai de 8 g a été déterminée sur la base d'indices de saponification de 10 à 40, correspondant à une huile de bonne qualité (AFNOR, 2000) [21].

La prise d'essai (8 g) est introduite dans une fiole de 250 mL de verre et munie d'un réfrigérant à reflux. 25 mL d'hydroxyde de potassium alcoolique à 0,5 M et quelques billes de verre (régularisatrice d'ébullition) y sont ajoutés. Le réfrigérant est alors adapté et chauffé à reflux pendant 60 min. Après ajout de 1 mL de solution de phénolphthaléine, le titrage se fait immédiatement par l'acide chlorhydrique (HCl) à 0,5 M jusqu'à disparition de la couleur rose de l'indicateur. En parallèle, un essai à blanc est effectué en suivant le même mode opératoire et la même solution éthanolique d'hydroxyde de potassium à 0,5 M, mais sans la prise d'essai. L'indice de saponification (Is) est donné par la formule suivante:  $Is=(V0-V1) \times C \times 56,1/M$ . Avec : Is: indice de saponification, V0: volume (mL) de l'acide chlorhydrique utilisé pour l'essai à blanc, V1: volume (mL) de l'acide chlorhydrique utilisé pour la détermination, C: concentration (M/l) de l'acide chlorhydrique, M: masse (g) de la prise d'essai, 56,1: masse moléculaire de KOH.

*-Indice d'ester :* L'indice d'ester (IE) est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la saponification des esters présents dans 1 g d'huile essentielle (pharmacopée européenne, 2001)[17]. Cet indice renseigne sur la quantité d'acides gras liés [24]. Il est calculé à partir de l'indice de saponification (Is) et de l'indice d'acide (IA).  $IE = IS - IA$

*-Indice de réfraction à 20°C :* C'est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée,

passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante (ISO 6320 : 2000 F) [25]. L'indice de réfraction renseigne sur la qualité de l'huile végétale [26]. L'étalonnage du réfractomètre est vérifié en mesurant l'indice de réfraction de l'eau distillée (1,33). Maintenir la température du prisme du réfractomètre à la valeur constante requise au moyen d'une circulation d'eau assurée par le bain d'eau. La température de l'eau sortant du réfractomètre est contrôlée en utilisant un thermomètre. Avant la prise de mesure, abaisser la partie mobile du prisme en position horizontale. Les mesures sont effectuées conformément aux instructions d'utilisation de l'appareil. L'indice de réfraction est lu à 0,0001 en valeur absolue et la température du prisme de l'appareil est notée. Deux autres prises de mesure de l'indice de réfraction sont réalisées en procédant de la même façon. Le résultat de l'essai est égal à la moyenne arithmétique des trois mesures. Si la différence entre la température de prise de mesure ( $t_1$ ) et la température de référence (t) est inférieure à 3°C, l'indice de réfraction à la température de référence (t) est donné par la formule :

$$n_D^t = n_D^{t_1} + (t_1 - t)F. \text{ Avec : } n_D^t: \text{ Indice de réfraction à la température de référence t, } n_D^{t_1}: \text{ Indice de réfraction à la température de mesurage } t_1, t_1: \text{ température de prise de mesure (}^\circ\text{C), t: température de référence (}^\circ\text{C), F: facteur égal à 0.00035 pour t = 20}^\circ\text{C. Dans le cas contraire, il convient de ne pas tenir compte du résultat et de procéder à une nouvelle détermination.}$$

*-Densité relative à 20°C :* La densité relative à 20°C est le rapport de la masse d'un certain volume de l'huile essentielle à 20°C à la masse d'un volume égal d'eau distillée à 20°C (ISO 279 : 1998 F) [27]. Cette grandeur est sans dimension et son symbole est  $d_{20}^{20}$ . Le pycnomètre doit être nettoyé soigneusement et rincé successivement au moyen d'éthanol puis d'acétone et séché à l'intérieur. Il est alors pesé vide muni de son bouchon à 0,001 g. Ensuite, le pycnomètre est rempli d'eau distillée bouillie puis refroidie à 20°C. L'ensemble est plongé dans un bain thermostatique durant 30 min en ajustant le niveau d'eau au trait repère. Le pycnomètre est bouché et l'extérieur est essuyé. Puis il est pesé plein. Enfin, le pycnomètre est vidé, rincé et séché comme au début.

Puis les mêmes opérations sont effectuées en remplaçant l'eau par l'échantillon d'huile essentielle. La densité relative  $d_{20}^{20}$  est donnée par la formule suivante:  $d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$ . Avec :

$m_0$ : masse en grammes du pycnomètre vide,  $m_1$ : masse en grammes du pycnomètre rempli d'eau,  $m_2$ : masse en grammes du pycnomètre rempli en huile essentielle.

-*Pouvoir rotatoire* : Le pouvoir rotatoire est la faculté que possèdent les différentes substances de faire tourner d'un certain angle le plan de polarisation d'un rayon de lumière polarisée qui le traverse. Cette polarisation est due à la présence de molécules n'ayant ni plan ni axe de symétrie (Pharmacopée Européenne, 2001) [17]. Allumer la lampe à vapeur de sodium : le polarimètre peut être utilisé 5 à 2 min après l'allumage de la source. Déterminer le zéro avec le tube remplie de solvant (éthanol). Ajuster la position de l'analyseur de manière à obtenir une zone de pénombre uniforme. Remplir le tube avec la solution de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* et on détermine l'angle de rotation en tournant le prisme analyseur de manière à obtenir une zone de pénombre uniforme. Le pouvoir rotatoire, exprimé en milli radians ou degré d'angle, est donné par l'équation suivante :  $\alpha = \left(\frac{A}{L}\right) \cdot 100$ . Avec : A : valeur de l'angle de rotation en milli radians ou degré d'angle, L : longueur du tube utilisé, en millimètre.

### 3.3. Analyse organoleptique

L'huile essentielle extraite est soumise à des tests afin d'évaluer ses caractères organoleptiques, notamment l'aspect, la couleur et l'odeur.

- *Aspect*: L'aspect d'une huile essentielle dépend des produits qui la constituent; il peut paraître sous forme solide, liquide ou solide-liquide. Il est lié au pouvoir de dissolution de la matière végétale. Cette caractéristique a été vérifiée à l'œil nu.

- *Odeur*: L'odorat est un sens chimique très sensible. De plus, d'après la nature du système olfactif, une substance pour être sentie doit être volatile. À 3 gouttes d'huile sont ajoutés 5 mL d'alcool à 90% qui sont agités avec 10 g de saccharose pulvérisé. L'odeur est ainsi semblable à celle de la plante ou des parties composant la plante (Pharmacopée Européenne, 2001) [17].

- *Couleur*: La couleur d'une huile essentielle dépend des produits qui constituent l'extrait.

Certains solvants ont le pouvoir d'extraire beaucoup de pigments, ce qui intensifie la couleur de l'huile. Cette caractéristique a été vérifiée à l'œil nu.

### 3.4. Analyse chromatographique

Afin d'identifier et de quantifier les constituants volatils de l'huile essentielle, nous avons réalisé une analyse chromatographique par couplage CG-SM qui est une technique de séparation chromatographique et d'identification qui résulte de l'alliance entre la chromatographie phase gazeuse (CG) et la spectrométrie de masse (SM). Cette analyse nous a été réalisée par l'entreprise Mobydal sous forme de prestation. Par conséquent, seul le principe sera donné. Un volume de 0,2  $\mu$ l de l'échantillon à analyser est injecté dans le chromatographe (Hewlett Packard 5890) à l'aide d'une micro-seringue, puis mélangé au gaz vecteur, l'hélium. Ce dernier constitue la phase dite mobile, il a pour rôle de véhiculer les analytes depuis l'injecteur jusqu'au détecteur via la colonne capillaire. La colonne capillaire est située à l'intérieur du four où souvent la programmation de la température varie entre 60°C et 300°C. Les colonnes capillaires sont de type HP5-MS, constituées d'un tube de silice fondue, dont la paroi interne est recouverte d'un film chimique nommé la phase stationnaire. Les constituants du mélange sont alors séparés en fonction de leur polarité. Les différences des propriétés physicochimiques leur confèrent des vitesses d'élution différentes. Ainsi ils seront séparés en fonction du temps de rétention [28]. Pour la spectrométrie de masse (SM), les sources utilisées sont dites à ionisation électronique. Leur usage est réservé à l'analyse des composés gazeux ou très volatiles. L'analyse par spectrométrie de masse soumet les molécules à une série de tests :

- Ionisation électronique qui consiste à bombarder les molécules par un faisceau d'électrons de haute énergie. L'impact de cette ionisation est d'arracher un électron à la molécule conduisant ainsi à la formation d'un ion radicalaire  $M^+$ .

- Séparation des ions produits en fonction du rapport de masse et charge (M/Z).

- Détection des ions proportionnellement à leur nombre et amplification du courant correspondant pour les rendre détectables par l'appareil (MS model 5973) [29].

L'identification est faite par comparaison des spectres de masse avec la banque de données fournie par le logiciel Chemstation (NIST 2002 et Wiley version 7.0).

Ce logiciel, après comparaison des spectres de masse des composés détectés avec ceux de la banque de données, propose des structures validées pour des taux de reconnaissance supérieurs à 90%. L'appareil est soumis à des réglages précis contrôlant les conditions opératoires.

## RÉSULTATS ET DISCUSSION

### 1. Détermination du taux d'humidité des graines

Le taux d'humidité des graines de *Foeniculum vulgare* calculé par la méthode de Dean et Stark s'élève à 7,98%. Il apparaît que l'état des graines utilisées (fraîches ou sèches) exercerait une grande influence sur la variabilité de taux d'humidité, du fait que le séchage assure l'évaporation de l'eau ce qu'il donne par conséquent un taux d'humidité faible. Par contre l'utilisation des graines fraîches permet de obtenir un taux d'humidité plus élevé, ceci revient à la richesse des graines fraîches en eau. Le taux d'humidité optimum d'une graine doit être compris entre 10 à 12% [12].

Tableau 1 : Variations du rendement en huile essentielle en fonction du temps de séchage

Temps de séchage (jour)	2	4	6	8	10
Rendement (%)	2,123	2,489	2,675	2,313	2,117

Tableau 2 : Variation du rendement en huile essentielle de *Foeniculum vulgare* dans diverses régions d'Algérie

Région	Mouzaïa	Tlemcen	Mascara
Rendement en huile essentielle (%)	2,34	2,15	0,68
Références	Echantillon de la présente étude	[32]	[33]

Par ailleurs, la courbe représentée dans la figure 1, montre que le taux de rendement de l'huile essentielle évolue avec le temps de séchage. En effet, deux phases distinctes se dessinent au fur et à mesure que ce temps augmente. Au cours de la première phase (2 à 6 jours), l'augmentation du rendement est considérable (de 2,123 à 2,675%) au moment où la quantité d'eau est en train de diminuer par évaporation. Le séchage assure l'augmentation du rendement par le phénomène d'évaporation, qui consiste à faire déshydrater la graine de toute particule d'eau libre emprisonnée dans les lacunes, sans toucher les composés volatils encellulés dans des glandes huileuses, cette dernière pourrait être une protection contre les insectes et une limite d'évaporation [13]. Durant la phase (6-10 jours) et après le 6<sup>ème</sup> jour de séchage, la productivité en huile essentielle commence à diminuer lentement pour baisser à 2,117% le 10<sup>ème</sup> jour. Cette décroissance peut être expliquée par un début de déshydratation des

composés volatils, ce qui rend le rendement faible.

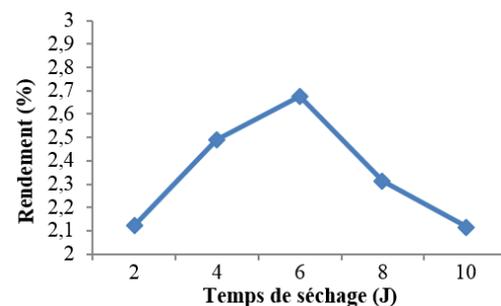


Figure 1 : Evolution du rendement de l'huile essentielle en fonction du temps de séchage

L'augmentation de la concentration en huile essentielle pendant les premiers jours de séchage s'expliquerait par une activité physiologique (réactions enzymatiques) importante [34]. La biosynthèse des huiles essentielles continue et s'accélère après la récolte du matériel végétal en réponse au stress hydrique.

Sa diminution est observée après le 8<sup>ème</sup> jour de séchage, et serait due à la réduction ou l'arrêt de l'activité enzymatique causant la mort des cellules suite à une forte déshydratation. D'après les résultats obtenus, un temps de séchage de 6 jours permet d'obtenir un rendement optimal en huile essentielle de *Foeniculum vulgare*.

### 3. Etude analytique de l'huile essentielle

#### 3.1. Analyses physicochimiques

Le tableau 3 montre qu'à l'exception de l'indice d'ester et le pH pour lesquels les valeurs extrêmes ne sont pas données, le reste des résultats des paramètres physicochimiques ciblés se situent dans les intervalles de valeurs de la norme AFNOR (2000) [21].

Tableau 3 : Paramètres physicochimiques de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare*

Paramètres	Test	Résultat	Norme AFNOR (2000) [21]
Propriétés physiques	Indice de réfraction à 20°C	1,502	1,484 - 1,508
	Densité relative à 20°C	0,905	0,879 - 0,978
	pH (22°C)	4,62	Non indiqué
	Pouvoir rotatoire	+62,24°	+20° à +68°
Propriétés chimiques	Indice d'acide	1,401	<10
	Indice de saponification	23,468	10 - 40
	Indice d'ester	22,067	Non indiqué

L'indice de réfraction renseigne sur la qualité de l'huile végétale, il varie avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés [26]. Une forte teneur en monoterpènes donnerait un indice élevé. Bien que les monoterpènes soient bien représentés dans notre huile essentielle,

surtout qualitativement (tableau 4), il semble qu'ils n'aient pas atteint les seuils pouvant générer une influence sur cet indice, et le résultat obtenu (1,502) montre que l'huile essentielle extraite lors de cette présente étude est de bonne qualité physicochimique.

Tableau 4 : Caractéristiques physicochimiques des différentes huiles essentielles de *Foeniculum vulgare*

Paramètres	Echantillon obtenu (Mouzaïa)	Tlemcen [32]
Indice de réfraction à 20°C	1,502	1,689
Densité relative à 20°C	0,905	0,895
Pouvoir rotatoire	+62,24°	+78,21°
Indice d'acide	1,401	0,90
Indice d'ester	22,067	77,95

#### 3.2. Analyses organoleptiques

Les résultats des caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* (Tableau 5) montrent que

les trois critères étudiés sont identiques à ceux donnés par la norme AFNOR (2000) [21].

Tableau 5 : Caractéristiques organoleptiques de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare*

Caractéristiques	Aspect	Couleur	Odeur
Huile essentielle de <i>Foeniculum vulgare</i>	Liquide	Jaune	Anisée, épicée et aromatique
AFNOR (2000)	Liquide, limpide	Jaune pâle	Anisée, épicée et légèrement camphrée

La plupart des huiles essentielles sont de couleur jaune pâle et parfois incolore, sauf pour les essences à azulène (camomille, matricaire) qui ont une couleur bleues [35]. Le trans-anéthol compte pour le goût d'anis, l'estragole fournit la douceur, alors que le fenchone donne le goût amer [36]. Le fenchone est un liquide sans couleur possédant une odeur et un gout piquant et camphré [37]. Actuellement, le fenouil sauvage est connu dans la pharmacopée de tous les pays pour son intérêt aromatique et

employé dans les régions arides de divers pays, notamment en usage interne, pour masquer la saveur désagréable de quelques drogues [38].

#### 3.3. Analyse chromatographique

Les résultats de la composition chimique de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* réalisée par CG-SM sont présentés dans la figure 2 et le tableau 6. Les différents composés ont été listés avec leur temps de rétention. Au total, 45 composés ont été quantifiés par CG-SM représentant un taux de 99,98%. Les

composés identifiés sont au nombre de 24 avec un taux de 90,29% et 21 non identifiés avec le taux 9,69%.

Les résultats obtenus révèlent que le trans-anéthol, qui appartient à la famille des alcools (monoterpène oxygéné), est le composé majoritaire (43,73%), suivi par le limonène (33,23%), et un autre composé non identifié (4,74%). Les autres molécules (le carvacrol, Acétate d'oct-1-en-3-yle,  $\alpha$ -pinène, et

l'estragole) sont présentes, mais à des concentrations très faibles (<3%).

Sur le plan biochimique, les limites définies indiquent que l'huile essentielle des grains de fenouil amer se compose majoritairement par des monoterpènes oxygénés représentés essentiellement par le trans-anéthol (50 à 60%), suivi par le limonène (10 à 20%), et enfin le fenchone et l'estragole avec un taux inférieur à (<10%).

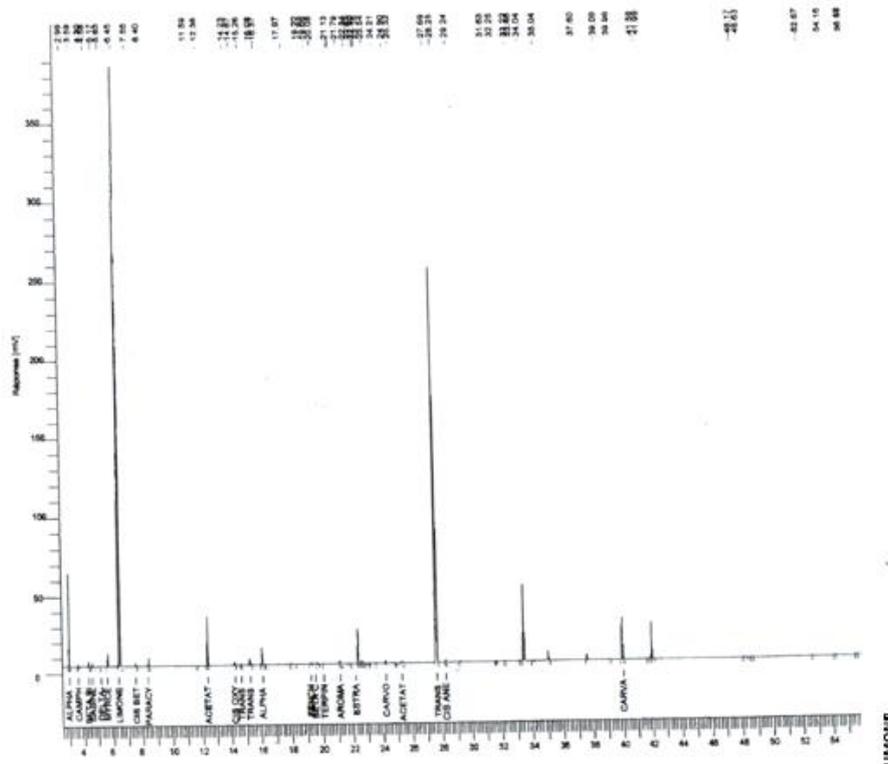


Figure 2 : Chromatogramme de l'huile essentielle analysé par CG/SM.

Globalement, c'est la même composition qualitative qui a été révélée par chromatographie sur notre huile essentielle. En revanche, du point de vue quantitatif, l'extrait obtenu renferme un taux d'anéthol légèrement inférieur à celles trouvées par certains auteurs [36] (43,73%), suivi par une proportion élevée de

limonène (>20%), et une quantité très faible d'estragole (1,93%) et de fenchone (0,06%). On note aussi la présence d'autres composés particulièrement le carvacrol appartenant à la famille des phénols (2,65%), suivi par l'acétate d'oct-1-en-3-yle (2,56%), et le  $\alpha$ -pinène avec un taux de 2,40%.

Tableau 6 : Composition chimique de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* par CG-SM.

N°	Composés	Pourcentage relatif	Temps de rétention (mn)	Q	Famille chimique
1	<b><math>\alpha</math>-pinène</b>	<b>2,40</b>	2,99	97	Monoterpènes
2	Camphène	0,09	3,59	97	Monoterpènes
3	$\beta$ -pinène	0,17	4,30	72	Monoterpènes
4	Sabinene	0,12	4,58	95	Monoterpènes
5	Delta-3-carene	0,03	5,17	91	Monoterpènes
6	Myrcene	0,47	5,63	91	Monoterpènes
7	<b>Trans-anéthol</b>	<b>43,73</b>	6,45	97	Monoterpène oxygéné
8	NI	0,04	6,61	98	
9	Cis- $\beta$ -ocimene	0,15	7,55	97	Monoterpènes
10	Para-cymene	0,37	8,40	96	Phénols

11	NI	0,02	11,59	96	
12	<b>Acétate d'oct-1-en-3-yle</b>	<b>2,56</b>	12,36	90	
13	Cis oxyde de limonène	0,19	14,23	78	Monoterpène oxygéné
14	Trans oxyde de limonène	0,07	14,67	86	Monoterpène oxygéné
15	Trans hydrate de sabinene	0,33	15,26	94	
16	$\alpha$ - copaene	0,95	16,08	95	Sesquiterpènes
17	NI	0,05	16,37	46	
18	NI	0,06	17,97	86	
19	NI	0,04	18,22	96	
20	Fenchone	0,06	19,22	43	Monoterpène oxygéné
21	$\beta$ - caryophyllene	0,09	19,68	78	Sesquiterpènes
22	Terpinen-4-ol	0,03	20,08	98	Monoterpène oxygéné
23	Aromadendrene	0,18	21,13	97	Sesquiterpènes
24	NI	0,02	21,27	99	
25	NI	0,04	21,79	76	
26	<b>Estragole</b>	<b>1,93</b>	22,34	95	Monoterpènesols
27	NI	0,18	22,63	97	
28	NI	0,03	22,90	89	
29	NI	0,08	23,54	98	
30	Carvone	0,16	24,21	93	Monoterpène oxygéné
31	NI	0,03	24,90	79	
32	Acétate de transcarvyle	0,16	25,32	85	Monoterpène oxygéné
33	<b>Limonène</b>	<b>33,23</b>	27,69	95	Monoterpènes
34	Cis- anéthol	0,17	28,25	83	Monoterpène oxygéné
35	NI	0,10	29,24	96	
36	NI	0,15	33,22	72	
37	<b>NI</b>	<b>4,74</b>	33,48	88	
38	NI	0,60	35,04	95	
39	NI	0,46	39,09	79	
40	<b>Carvacrol</b>	<b>2,65</b>	39,96	73	Monoterpènesols
41	NI	0,11	41,79	88	
42	<b>NI</b>	<b>2,29</b>	41,99	76	
43	NI	0,24	52,67	98	
44	NI	0,21	55,58	79	
45	NI	0,20	56,17	93	
Somme totale des composants		<b>99,98%</b>			
Somme des composants identifiés		<b>90,29%</b>			
Somme des composants NI		<b>9,69%</b>			

Q : probabilité de rétention du composant., NI : composés non identifiés.

Selon ce qui est transcrit dans le tableau 6, un polymorphisme remarquable a été enregistré au niveau de la composition chimique des huiles essentielles du fenouil. D'une manière générale, une dissemblance extrême, entre les échantillons de diverses origines, a été notée. Les fluctuations du rendement en huile essentielle de *Foeniculum vulgare* ont été notées par plusieurs auteurs et dans différentes régions. Au sein d'une même espèce, ces variations peuvent être attribuées à plusieurs facteurs : l'écologie de la plante, son cycle végétatif, les conditions édaphiques, les méthodes d'extraction ainsi que le temps de séchage du matériel végétal [39]. Ces résultats ont révélés l'existence d'une différence significative du rendement en huile essentielle d'un pays à un autre, ce qu'il explique que la productivité en huile essentielle de notre espèce (*Foeniculum vulgare*) est étroitement liée à sa région de provenance. On note qu'un faible rendement est enregistré pour l'échantillon de *Foeniculum vulgare* récolté en Inde à 1,2 %, qui est largement dépassé par le rendement des

échantillons de la même espèce récoltés en Algérie, Brésil, Pakistan, et la Turquie, présentant des valeurs de l'ordre de 2,15%, 2,4%, 3,8%, et 6,1% respectivement. Cette différence de rendements pourraient être expliquée par les conditions édapho-climatiques dans lesquelles la plante est évolué. La valeur de la densité relative de l'huile essentielle de fenouil sauvage trouvée est de 0,905. Ce résultat est en adéquation avec la norme. Par ailleurs, cette valeur est inférieure à celle de l'eau (1,00), ceci vient du fait que la composition de l'huile essentielle analysée est pauvre en aromadendrone (0,18%).

Le pH obtenu pour l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* est de 4,62. Cette valeur indique une faible acidité. Le degré d'acidité est lié à la fraîcheur, l'état sanitaire des graines et les conditions de stockage. Il varie d'un genre à un autre, et plus l'acidité est élevée, meilleure sera la qualité sanitaire de l'huile [40].

Le pouvoir rotatoire de l'huile essentielle de *Foeniculum vulgare* est de +62,24°, ce résultat est conforme à la norme AFNOR qui préconise

une valeur allant de  $+20^{\circ}$  à  $+68^{\circ}$ . Ce paramètre physique nous donne un bon renseignement en ce qui concerne les composés, qui sont responsables de la déviation du plan de polarisation (composés chimiques ayant une asymétrie de leur composition chimiques) [21]. Concernant les paramètres chimiques, la valeur obtenue de l'indice d'acide est conforme à la norme établie, puisqu'elle est inférieure à 10. Cet indice permet de donner une appréciation sur le taux d'acides gras libres. Plus sa valeur est faible, meilleure sera la qualité de l'huile essentielle [20]. Car un taux élevé d'acides gras libres dans une huile pourrait provenir d'une hydrolyse ou d'une oxydation des esters par des actions enzymatiques. Ces réactions aboutissent à la libération d'acides pouvant affecter l'aspect qualitatif de l'huile [41]. Le résultat obtenu pour cet indice nous permet d'avancer que notre huile essentielle a été bien conservée durant son stockage.

L'indice d'ester renseigne sur la quantité d'acides gras liés [24]. La valeur de l'indice d'ester obtenue est 22,067 mg de KOH/1g d'huile.

L'huile essentielle du fenouil étudiée présente un indice de saponification de 23,468 mg de KOH/1g d'huile. Cette valeur est en accord avec celle préconisée par AFNOR (2000) [21].

Sur les différents organes de la même plante d'un seul pays (Algérie), on note d'un côté une différence significative des constituants majoritaires : le trans-anéthol suivi par le limonène au niveau des grains (Echantillon obtenu), le  $\alpha$ -phellandrene (44,3%) au niveau des feuilles et le myristicine (39,2%) au niveau des fleurs [42]. D'un autre côté, la distribution quantitative de différents composants est très hétérogène d'un organe à un autre.

Dans une étude menée parallèlement à Bangladesh sur *Foeniculum vulgare*, les résultats obtenus sont approximativement adéquats sur le plan quantitatif avec nos valeurs, mais qualitativement présentaient quelques différences. En effet, l'huile essentielle extraite de grains était composée majoritairement d'anéthol (58,54%) et de limonène (19,63%), suivi par des quantités négligeables en Sabinene,  $\alpha$ -phellandrene, et le  $\alpha$ -pinène dans un ordre de 0,69%, 0,30%, et 0,18% respectivement. Notons que le  $\alpha$ -phellandrene est totalement absent dans notre extrait. Pour sa part, l'huile essentielle provenant des feuilles

donnait le trans-anéthol (51,08%), le limonène (22,90%), le fenchone (7,72%), le  $\alpha$ -phellandrene (0,04%), et enfin Le myristicine avec un taux de 0,08% [43]. Avisant bien que la quantité de fenchone provenant des feuilles cultivées à Bangladesh est largement supérieure à celle obtenu dans notre étude.

D'autres études ont abouti à des compositions quantitatives différentes. Les résultats de travaux effectués sur la même espèce menés par plusieurs auteurs sont équivalents aux nôtres sur le plan qualitatif, avec le trans-anéthol comme constituant majoritaire, mais quantitativement sa concentration varie entre 34,8 et 87,2% [44]. D'autres résultats rapportent en revanche que le composé majoritaire est le fenchone (31,76%), suivi du  $\alpha$ -phellandrene (17,08%) et du trans-anéthol (10,33%) [32]. Globalement et selon les données de la littérature, il apparaît que les facteurs pédoclimatiques exerceraient une grande influence sur la variabilité dans le profil chromatographique des extraits aromatiques des plantes. Cette variabilité dépend de la période de récolte (estivale ou hivernale), de l'âge du matériel végétale, des caractéristiques du climat, particulièrement la température, la durée d'ensoleillement, la pluviométrie, l'altitude et la nature du sol [10].

## CONCLUSION

Garantir la sécurité des produits est l'objectif majeur des secteurs industriels (alimentaire ou pharmaceutique). Les substances actives des plantes, par leur large spectre d'activités biologiques reconnues ont trouvées leur place en pharmacie et dans le domaine alimentaire en tant qu'agents antiseptiques. Bien que la biomasse végétale soit une source prometteuse pour l'avenir de la médecine, la cosmétique et l'industrie agro-alimentaire, très peu d'études ont portées sur l'analyse détaillée de la fraction aromatique d'une plante médicinale très rependue en Algérie. Il s'agit des grains du fenouil sauvage, appelé aussi fenouil amer (*Foeniculum vulgare* Mill.). Notre travail s'inscrit dans le cadre d'une valorisation des ressources végétales disponibles. Il a pour objectif d'une part de caractériser la qualité chimique de l'huile essentielle des grains du *Foeniculum vulgare* de la région de Mouzaïa, afin d'estimer son activité microbienne dans une perspective de le proposé en tant qu'agent

antiseptique contre certains germes impliqués dans la contamination des denrées alimentaires.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]. Murray, N. (2009). Biologie végétale : structure, fonctionnement, écologie et biotechnologies. Pearson Education, France, 614 p.
- [2]. Kabera, N.J. (2004). Caractérisation des huiles essentielles de trois plantes aromatiques: *Huptis spicigera*, *Pluchea ovalis* et *Laggera aurita*. Thèse d'ingénieur, Université de Lomé, Togo, 95 p.
- [3]. Ait-Ouazzou, A. (2012). Evaluation of the chemical composition and antimicrobial activity of *Mentha pulegium*, *Juniperus phoenicea* and *Cyperus longus* essential oils from Morocco. *Food Research International*.45, 313-319
- [4]. Tchamdja, K.M. (1995). Etude de performance d'un extracteur artisanal pour la production d'essence de citronnelle. Thèse d'ingénieur en travaux biologiques, Ecole Supérieure des Techniques Biologiques et Alimentaires (ESTBA) de Lomé, Togo. 95 p
- [5]. Reynolds, J.E.F. (1996). Martindale: the extra pharmacopeia. Ed *Pharmaceutical Society*, Great Britain (London), 199 p.
- [6]. Bardeau, F. (1976). La médecine par les fleurs. Laffont, France, 335 p.
- [7]. Gilles, M. (2010). Chemical composition of fennel oil (*Foeniculum vulgare* Mill.) from Spain. *Food Research International*.12, 159-162.
- [8]. Kloneck, P. (2009). Antimicrobial properties of selected essential oils in vapor phase against food borne bacteria. *Food Control*. 20, (2), 157-160.
- [9]. Bouguerra, A. (2012). Etude des activités biologiques de l'huile essentielle extraite des graines de *Foeniculum vulgare* Mill. en vue de son utilisation comme conservateur alimentaire. Thèse de Magistère en Science Alimentaire, Université Mentouri, Constantine.102p.
- [10]. Bruneton, J. (1999). Pharmacognosie – phytochimie: plantes médicinales. 2<sup>ème</sup> édition Lavoisier, Paris, 1120 p.
- [11]. Debuigne, G. (1984). Larousse des plantes qui guérissent. Librairie Larousse, France, 255 p
- [12]. Couturier, L. (1997). Production de graines potagères en petite surface. Fédération francophone des organismes régionaux de Culture Bio-Dynamique, Suisse, 57 p.
- [13]. Wichtel, M. & Anton, R. (1999). Plantes thérapeutique: tradition pratique, officinale, science et thérapeutique. Tec et Doc, Paris, 636 p.
- [14]. Pharmacopée européenne (2000). Addendum 2000, 3<sup>ème</sup> Édition - conseil de l'Europe.
- [15]. Branger, J. (2004). Cahier de charge pour: maîtrise différents techniques d'extraction. Lavoisier, France, 354 p.
- [16]. Bruneton, J. (2002). Élément de phytochimie et de pharmacognosie. 3<sup>ème</sup> édition Lavoisier, Paris, 544 p.
- [17]. Pharmacopée européenne, (2001) Addendum 2001, 3<sup>ème</sup> édition.
- [18]. NA 367, 1990) Agents de surface – Détermination du pH des solutions aqueuses – Méthode potentiométrique
- [19]. ISO 660:1996 F) Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.
- [20]. Salle, J.L. (1991). Les huiles essentielles : Synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie. Frison-Roche, Paris, 149 p.
- [21]. AFNOR. (2000). Les huiles essentielles. Monographies relatives aux huiles essentielles. *PARA Graphic*, 2(1), Paris, 323 p.
- [22]. ISO 3657:2002 F International Standard specifies a method for the determination of the saponification value of animal and vegetable fats and oils.
- [23]. Bousdira, K.H. (2000). Contribution à l'étude de l'activité oléicole dans la wilaya de Jijel : proposition d'une démarche pour l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive. Thèse de magistère en Technologie Alimentaire, université de Jijel, Algérie. 102 p.
- [24]. Gougouam, H. & Baiteche, R. (1989). Recueil des travaux pratiques, chimie des corps gras, 51 p.
- [25]. ISO 6320:2000 F, Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice de réfraction.
- [26]. Koba, K. & Sanda, K. (2003). Activité antimicrobienne des huiles essentielles de *Cymbopogon citratus* L, *C. nardus* L et *C. schoenanthus*. *Journal de mycologie médicale*. 13, (4), 175-180.
- [27]. ISO 279:1998 F Essential oils — Determination of relative density at 20 °C — Reference method.
- [28]. Lamarti, A., Badoc, A. & Carde, J.P. (1993). Etude chromatographique de l'huile essentielle de la plantule de fenouil amer (*Foeniculum vulgare* Mill.); caractéristiques spectrales (UV, IR, SM) de ses constituants. *Bull Soc Pharm*. 09, 73-89.
- [29]. Aprino, P. (1985). La chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse: Manuel pratique. Masson, Paris, 136 p.
- [30]. Garnerio, J. (1991). Les huiles essentielles, leur obtention, leur composition, leur analyse et leur normalisation. Ed *Encyclopédie des médecines naturelles*, Paris, 220 p.
- [31]. Moura, L.S., Carvalho Junior, R.N., Quispe-Condori, S., Rosa, P.T.V., Ming, L.C. & Meireles, M.A. (2003). Determination of the global yields for the system fennel (*Foeniculum vulgare*) + CO<sub>2</sub> in the State of São Paulo. *Phytother Research*. 11, 1-6
- [32]. Lazouni, H.A., Benmansour, A., Taleb-Bendjab, S.A. et Chabane Sari, D. (2007). Composition des constituants des huiles essentielles et valeurs nutritives du *Foeniculum vulgare* Mill. *Sciences & Technologie*.25, 7-12.
- [33]. Mohammedi, Z., Bachik, S. & Belkaroube, N. (2010). Potentiel antifongique et anti-aflatoxinogène des huiles essentielles d'une plante endémique *Thymus fontanesii*. *Boiss et Reut*.15. (19), 10-15
- [34]. Zrira, S. (1992). Les huiles essentielles d'Eucalyptus du Maroc: Facteurs influençant la productivité et la qualité de ces essences, investigation sur les possibilités d'exploiter l'*Ecaldilensis* pour la production d'huile essentielle d'Eucalyptus à cinéole. Thèse de doctorat en Sciences Agronomiques, Institut Agronomique et vétérinaire Hassan II, Rabat (Maroc). 210 p.
- [35]. Martini, M.C. (2006). Actifs et additifs en cosmétologie. Tec & Doc Lavoisier, Paris, 1039 p.

- [36]. Olle, M. & Bender, I. (2010). The content of oils in Umbelliferous crops and its formation. *Agronomy Research*.8, (3), 687-696.
- [37]. Vienna, C.F., Bauer, R., Carle, R., Tedesco, D., Tubaro, A. & Zitterl-Eglseer, K. (2005). Assessment of plants/herbs extracts and their naturally or synthetically produced components as "additives" for use in animal production. *FEEDAP*. 13, 297-302.
- [38]. Ait Youssef, M. (2006). Plantes médicinales de Kabylie. *Ibis Press*, Paris, 349 p.
- [39]. Gilly, G. (1997). Les plantes à parfum et huiles essentielles à Grasse. 1<sup>ère</sup> Ed L'Harmattan, Paris, 372 p.
- [40]. Ait Athmane, A. (2002). Caractérisation physico-chimiques de trois variétés locales d'huiles. Mémoire de magistère, université de Bejaia, Bejaia. 118 p.
- [41]. Nazli, N.B. (2003). Etude des huiles essentielles (essences végétales) de quelques plantes Algériennes: caractérisation chimique et valorisation agronomiques. Thèse de magistère en Science Agronomiques, INA, El Harrach. 129 p.
- [42]. Djebbara, A. & Messaoudene, L. (2012). Composition chimique et activités anti-oxydante et antimicrobienne des huiles essentielles des feuilles et des fleurs du *Foeniculum vulgare* et *Conyzacanadensis*. Mémoire d'ingénieur en technologie alimentaire, Ecole Nationale d'Agronomie (INA), El Harrach. 149 p.
- [43]. Chowdhury, J.U., Mobarok, H., Bhuiyan, N.I. & Nandi, N.C. (2009). Constituents of essential oils from leaves and seeds of *Foeniculum vulgare* Mill. Cultivated in Bangladesh. *J. Bot.* 38, (2), 181-183.
- [44]. Raal, A., Orav, A. & Arak, E. (2012). Essential oil composition of *Foeniculum vulgare* Mill. Fruits from pharmacies in different countries. *Natural Product Research*.26, (13), 1173-1178.