

COMPOSITION DES CONSTITUANTS DES HUILES ESSENTIELLES ET VALEURS NUTRITIVES DU *Foeniculum vulgare* Mill.

Reçu le 30-06-2003– Accepté le 10-03-2007

Résumé

Le *Foeniculum vulgare* mill., plante aromatique, spontanée et répandue en Algérie est utilisée par les populations locales pour ses vertus médicinales.

Nos échantillons, provenant de l'ouest algérien, ont montré que le rendement de 2.7% en huile essentielle pour la plante en floraison est intéressant et est conforme à ceux obtenus par la littérature.

L'indice d'acide et l'indice d'ester déterminés en fonction du temps et de la température suivent une évolution attendue et il est intéressant de constater une convergence vers une valeur commune pour le deuxième indice.

Trente constituants sont identifiés dans les huiles essentielles de la plante par CPG et CG/SM dont quatorze ne sont pas cités par la littérature comme appartenant à la plante.

Les teneurs des principaux composés issus du métabolisme primaire et pour chacune des parties de la plante (graine, tige, et racines) sont relativement faibles et peu intéressantes sur le plan nutritionnel. Nous constatons cependant l'absence de la plupart des constituants toxiques à l'exception des saponosides et des tanins qui sont en faibles proportions.

Mots clés: *Foeniculum vulgare* mill.-Composition chimique- Huile essentielle – CPG/et CG/SM

Abstract

Foeniculum vulgare mill. Plant aromatic, spontaneous and widespread in Algeria is used by the population for its medicinal virtues.

Our samples, coming from the Algerian west, showed that the output of 2.7 in essential oil from the flowering plant is interesting and is in conformity with those obtained by the literature.

The index of iodine and the index of ester determined according to the time and temperature follow an awaited evolution and it is interesting to note a convergence towards a common value for the second index.

Thirty components are identified in essential oils of the plant by CPG and CG/SM of which fourteen are not quoted by the literature like pertaining to the plant.

The contents of the principal compounds resulting from the primary metabolism and for each part of the plant (seed, stem and roots) are relatively weak and not very interesting on the nutritional level. We however note the absence of the majority of the toxic components except for the saponosides and the tannins which are in small proportions.

Key words: *Foeniculum vulgare* mill.-Chemical composition-Essential oil- CPG/et CG/SM

H.A.LAZOUNI¹
A. BENMANSOUR¹
S.A. TALEB-BENDIAB²
D. CHABANE SARI²

¹ Département de Biologie -
Faculté des Sciences -
Université Aboubekr
BELKAID – Tlemcen.
ALGERIE.

² Département de Chimie -
Faculté des Sciences -
Université Aboubekr
BELKAID – Tlemcen.
ALGERIE

ملخص

يعتبر نبات *Foeniculum vulgare* mill من النباتات العطرية الهامة بالقطر الجزائري حيث تستخدم من قبل الأهالي في كثير من الأغراض الإستطبابية. أخذت العينات من منطقة الغرب الجزائري حيث تبين من خلال النتائج المتحصل عليها أن المرودية من الزيوت الأساسية بلغ حوالي 2.7% في مرحلة إزهار النبات مما يتفق مع كثير من النتائج المسجلة بمختلف المراجع. إن مؤشرات كل من الأحماض والإسترات بدلالة الزمن ودرجة الحرارة تتبع تطوراً معقولاً ومما يزيد من أهمية ذلك كله أننا نلاحظ نقاط تقارب وتلاقح مع بعض القيم للمؤشر الثاني. تم بموجب هذه الدراسة تشخيص ثلاثين مكوناً من مكونات الزيت الأساسي لهذا باستخدام تقنيات الفصل الكروماتوجرافي CPG و GC/SM منها أربعة عشر مكوناً لم تتم الإشارة إليها كمكونات لهذا النبات من قبل مختلف المراجع إن تردد كميات المكونات الأساسية كمنتجات أيضية أولية ولكل جزء من أجزاء النبات (بذور ، سيقان ، جذور) نسبياً ضعيفة وقليلة الأهمية الغذائية ، كما نلاحظ غياب أغلبية المكونات السامة عدا بعض جزيئات الطانان و Saponosides والتي توجد بنسب قليلة.

الكلمات المفتاحية: الزيوت الأساسية، التركيب الكيميائي، CPG, CG/SM • *Foeniculum vulgare* mill.

Le fenouil appartenant au genre *Foeniculum* et à l'espèce *Foeniculum vulgare* mill. (1), est une plante originaire de l'est du bassin méditerranéen et de Caucasic(2). Très utilisé pour ses vertus médicinales, il est de nos jours cultivé pour des usages industriels. C'est une plante à tige dressée (80 à 200 cm), ramifiée et à forte odeur d'anis (3), (4).

Il est également reconnu comme étant une plante aromatique, spontanée, abondante dans l'ouest algérien et s'adaptant bien aux sols argileux.

"Fenouil" en français, il est communément appelé "BESBES" par les populations locales. Ses huiles essentielles (HE) sont très utilisées par les industries pharmaceutique, cosmétique et également alimentaire (5).

Le but de notre étude consiste, en plus de la détermination des constituants des huiles essentielles par CPG et CG/SM, de faire une estimation des teneurs en huile essentielle en fonction de la période de cueillette, d'étudier la dégradation de cette huile en fonction de l'évolution de caractéristiques chimiques au cours du temps avec variation de la température et de déterminer la composition chimique de la plante.

La station d'étude, (Honaïne), fait partie de l'éco-complexe des monts de Traras. Elle est caractérisée par une ambiance bioclimatique semi-aride à hiver tempéré où l'influence maritime est présente. Ce sont des formations de motorrall dense et plus ou moins jeunes (rendzines) jusqu'à des sols bruns profonds (6).

MATERIELS ET METHODES

♦ OBTENTION DE L'HUILE ESSENTIELLE

L'huile essentielle est obtenue par distillation à la vapeur d'eau selon le principe décrit par BELAICHE et PADRINI (7), (8).

Pour cela, nous avons utilisé un montage élaboré dans notre laboratoire (9) qui présente l'avantage de fonctionner en continu avec un minimum d'eau et qui permet également d'optimiser le temps d'extraction.

♦ ANALYSE PHYSICO –CHIMIQUE

La connaissance d'indices physiques et chimiques est importante puisqu'elle permet de caractériser voire d'identifier une huile essentielle (11).

1. Indices physiques

La densité spécifique à 20 °C, l'indice de réfraction à 20 °C, le pouvoir rotatoire, la miscibilité à l'éthanol ainsi que le point de congélation sont déterminés par les méthodes conformes aux normes A.F.N.O.R. (12).*

2. Indices chimiques

Les méthodes utilisées pour la détermination des indices d'acide et d'ester sont également conformes aux normes A.F.N.O.R. (12).

♦ COMPOSITION CHIMIQUE DU FENOUIL

La détermination de la composition chimique totale a été élaborée dans le respect des métabolismes primaire et secondaire reconnus pour le développement d'une plante (14),(15),(16),(17),(18).

1. Teneurs en eau et en cendres

▪ La teneur en eau est donnée par la méthode gravimétrique (détermination de la perte de poids par dessiccation).

▪ La teneur en cendres est obtenue suite à une calcination de l'échantillon végétal dans un four à moufle à 550 °C pendant 2 heures. Le taux moyen de la quantité de cendres est déterminé par différence de poids.

2. Composés appartenant au métabolisme primaire

2.1 - Dosage des sucres

La méthode utilisée est dite méthode phénol / acide sulfurique.

En présence d'acide sulfurique concentré les oses sont déshydratés et les produits se condensent avec le phénol pour donner des complexes jaune-orange. L'apparition de ces derniers est suivie par la mesure de l'augmentation de la densité optique à 490 nm.

2.2 - Dosage de la cellulose

Le dosage de la cellulose brut est obtenu après traitement du matériel végétal successivement avec de l'acide sulfurique et de l'hydroxyde de potassium. La cellulose pure est obtenue par la méthode de Kruschner et Hoffner.

2.3 - Dosage des protéines et lipides

Le dosage des protéines au niveau du matériel végétal se fait par la méthode de Kjeldhal et celui des lipides à l'aide de l'appareil de soxhlet.

3. Composés appartenant au métabolisme secondaire

Les trois parties de la plante (racines, tiges et graines) sont séchées et broyées finement. L'extraction des différentes familles de composés chimiques nécessite l'utilisation de trois solvants de polarités différentes (eau, éther diéthylique, éthanol) et consiste à ajouter l'échantillon par petite quantité dans l'un des solvants. Le mélange, porté ensuite à ébullition, permet d'extraire tous les principes de la plante.

RESULTATS ET DISCUSSION

♦ RENDEMENT

Les valeurs de rendement obtenues en fonction des périodes de cueillette sont regroupées dans le tableau 1:

Tableau 1: Teneurs en huile essentielle en fonction des périodes de cueillette.

Période de cueillette	Septembre	Octobre	Novembre	Décembre
Rendement (%)	0.98	1.53	1.82	2.15

Les valeurs obtenues sont en relation avec celles citées par la littérature (Tableau2). (10)

♦ ANALYSE PHYSICO-CHIMIQUE

1. Caractéristiques physiques et chimiques de l'huile essentielle fraîchement extraite:

Le tableau regroupe les valeurs des indices physiques et chimiques de l'huile essentielle fraîchement extraite.

Tableau 2: Rendements obtenus dans différents pays.

Origine	France	Inde	Japon
Rendement	2.1	0.72	2.7

Tableau 3: Caractéristiques physiques et chimiques de l'huile essentielle fraîchement extraite.

Indices	Résultats	Valeurs données par la littérature	Réf
Densité spécifique à 20°C	0.895	0.879-0.978	(13)
Indice de réfraction à 20°C	1.6896	-	
Pouvoir rotatoire	+78.21°	[+6, +24]°	(13)
Miscibilité à l'éthanol à 90 °	1V:3V	-	
Point de congélation	<-20°C		
Indice d'acide	0.90	-	
Indice d'ester	77.95	-	

2. Evolution des indices chimiques de l'huile essentielle en fonction de la température au cours du temps:

L'évolution de deux indices (indices d'acide et d'ester) chimiques a été suivie en fonction de la température au cours du temps.

A cet effet, deux échantillons d'huile essentielle ont été conservés pendant 120 jours à 4 °C, 27°C et 45 °C.

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 4.

Tableau n° 4: Variations des indices d'acide et d'ester au cours du temps en fonction de la température.

Indice d'	Température (C°)	J0	J15	J30	J45	J60	J75	J90	J105	J120
Acide	4	0,90	0,97	1,03	1,12	1,26	1,36	1,46	1,50	1,60
	27		1,12	1,18	1,35	1,46	1,68	1,74	2,13	2,16
	45		1,23	1,31	1,40	1,68	2,00	2,14	2,39	2,56
Ester	4	77,95	67,36	43,41	33,94	30,79	28,05	21,00	16,36	7,61
	27		70,00	57,87	54,75	40,67	35,06	28,05	16,83	8,01
	45		57,33	40,55	36,67	26,37	20,03	17,85	14,02	6,01

L'indice d'acide déterminé en fonction du temps et pour les trois températures choisies montre comme attendu une évolution croissante de sa valeur; les valeurs les plus faibles correspondent à la plus basse température et les plus élevées à la température la plus importante (Figure1)

Aussi, il est intéressant de remarquer que l'indice d'ester donne des valeurs plus faibles pour la température la plus élevée (Figure2). Nous constatons également pour cet indice une convergence des valeurs en fonction des températures de conservation aux environs du 120ème jour.

♦ COMPOSITION CHIMIQUE

1. Teneurs en eau et en cendres:

Les teneurs en eau et en cendres que nous avons obtenues sont respectivement de **76,5%** et de **6%**.

2. Composés appartenant au métabolisme primaire:

Les teneurs en sucres, en cellulose, en lipides et en protéines sont regroupés dans le tableau n° 5:

3. Composés appartenant au métabolisme secondaire :

Ces substances sont reconnues comme étant responsables de l'activité pharmacologique (20). Aussi, nous avons appliqué les méthodes décrites par (19) et (20) pour des tests qualitatifs.

Les résultats obtenus sur les différents organes de la plante sont présentés dans le tableau n°6.

Les valeurs moyennes des lipides et protéines obtenues restent faibles (Tableau 5). Ces taux ne permettent pas d'assurer une bonne croissance pondérale de l'animal ainsi qu'un bon bilan énergétique.

Tableau n° 5: Teneurs moyennes en glucides, protéines, lipides et cellulose du Fenouil exprimées en pourcentage par rapport à la matière sèche).

Composés	Poids sec (%)	Valeurs de la littérature	Réf.
Glucides	13	23	(18)
Cellulose	40	27.50	(18)
Lipides	12	20	(19)
Protéines	17.50	20	(19)

Il est à noter toutefois l'absence totale des quatre familles de substances plus ou moins toxiques (alcaloïdes, anthracénosydes, anthocyanosides et émodol) (Tableau6). Ce résultat permet de dire que le coefficient de digestibilité (qui représente la quantité d'aliment assimilé par l'animal par rapport à la quantité ingluée en pourcent) reste faible dans l'ensemble et ne permettant pas une rétention azotée (marqueur de la croissance).

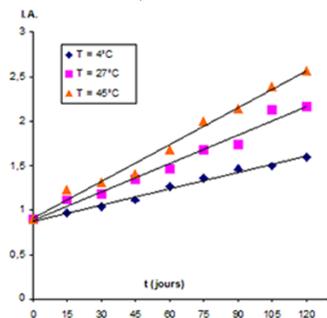


Figure n° 1: Evolution de l'indice d'acide au cours du temps en fonction de la température

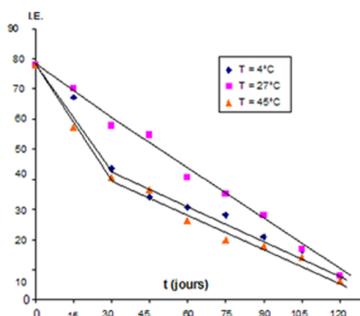


Figure n° 2: Evolution de l'indice d'ester au cours du temps en fonction de la température

ANALYSE CHROMATOGRAPHIQUE

L'analyse par chromatographie et par couplage (CG/SM) a été effectuée. L'analyse par CG/SM a été faite sur un chromatographe GIRDEL utilisant une colonne OV1 de 25 mètres de long et 0.22mm de diamètre intérieur. La température en programmation est de 60°C à 250°C à raison de 5°C par minute. La température de l'injecteur est de 250 °C et le débit du gaz vecteur (hélium) est de 2ml/mn.

Le détecteur est lié à un spectromètre de masse de type NERMAG R10-10H muni d'un filtre de masse quadripolaire. L'appareil fonctionne à basse résolution à 800 Hz et l'ionisation est faite par impact électronique à 75 ev.

L'identification des trois spectres de masse des constituants analysés par CG/SM est assistée en comparaison à une bibliothèque informatique SIDAR liée au spectromètre.

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

Nous avons utilisé une colonne capillaire de 25 mètres de long et de 0.22mm de diamètre intérieur imprégnée d'une phase OV1.

Nos conditions d'analyse sont

- 1- débit de gaz vecteur (N2): 1ml/mn
- 2- température colonne : en programmation de température de 60 °C à 250°C à raison de 2C°/mn
- 3- température injecteur : 200°C
- 4- température détecteur à ionisation de flamme : 250°C avec débit d'air de 400ml/mn et débit d'H2O de 40 ml/mn.

L'identification des constituants analysés par CPG est faite par rapport à des échantillons authentiques.

Tableau 6 : Constituants issus de la graine, de la tige et des racines.

Epuisement à Famille de composés	Ethanol			Eau			Ether			Résultats
	Graine	Tige	Racines	Graine	Tige	Racines	Graine	Tige	racines	
Saponosides				++	+	++				Présence
Stérol et stéroïdes	-	+	-				+	+	+	
Huiles volatiles							+++	++	+	
Flavonoïdes	+++	+	-							
Tanins	++	+	-	++	+++	-		-	-	
Coumarines	+++	++	-							
Alcaloïdes	-	-	-				-	-	-	Absence
Anthracénosides	-	-	-							
Anthocyanosides	-	-	-							
Emodol							-	-	-	

52 produits sont mis en valeur; 30 d'entre eux sont identifiés dont 3 à savoir l' α -phellandène, le fenchone et l'anéthole sont confirmés par l'analyse CG/SM. Parmi les 30 constituants identifiés, 14 sont cités par Badoc et al (tableau7).

Tableau 7: Composés identifiés par CPG.

N° pic	TR(m n)	Composés identifiés	%	Ref
1	11.921	α -thujone	0.092	
2	12.360	α -pinène	5.115	21
3	13.003	camphène	0.249	21
4	14.306	sabinène	0.123	21
5	14.484	β -pinène	0.433	21
6	15.330	myrcène	2.245	21
7	16.250	α -phellandène	17.087	21
8	16.440	Δ -3 carène	16.080	
9	17.274	Pycymène	7.700	21
10	17.569	Limonène(70%)+ β -phellandène(30%)	9.174	21
11	17.909	Ocimène(Z)	1.315	
12	18.430	Ocimène (E)	0.180	
13	19.014	γ -terpinène	0.291	21
14	20.872	fenchone	31.765	21
15	21.460	linalol	0.278	21
16	21.536	cis-p-menth- 2- éno	0.058	
18	22.658	camphre	1.366	21
20	25.219	bornéol	0.995	
21	25.690	tapinèn-4-ol	0.235	
25	26.951	anéthole	10.339	21
26	27.213	α -phellandène époxyde	0.361	21
27	27.359	verbénone	0.701	
32	31.627	acétate de bornyle(20%)+ (E) anéthol	0.680	
37	34.025	acétate de sabinyle	0.088	
43	38.938	β -caryophyllène	0.531	
44	39.311		0.462	
45	39.923		0.262	
46	40.706	α -humulène	0.086	
51	44.227	δ -cadinène	0.161	
52	47.229	oxyde de caryophyllène	0.113	

CONCLUSION

La teneur en huile essentielle obtenue est comparable à celle citée par la littérature en particulier pour la période de maturité de la plante.

La densité et le pouvoir rotatoire sont respectivement comparables et en deçà des valeurs données par la bibliographie.

L'évolution de l'indice d'acide en fonction du temps et des températures choisies donne des résultats attendus et confirment la stabilité de l'huile conservée à basse température. Il est intéressant de remarquer que l'indice d'ester converge vers une valeur commune pour les trois températures en fonction du temps et que de plus, les valeurs les plus faibles sont observées pour la température la plus élevée.

Du point de vue nutritionnel, les résultats obtenus mettent à contribution la valeur des protéines végétales comme nouvelle source susceptible d'être exploitée à

l'échelle industrielle en vu de leur utilisation dans l'alimentation animale et/ou humaine.

L'analyse par CPG et CG/SM a permis l'identification de 30 constituants dont le fenchone, l' α -phellandène et l'anéthol comme composés majoritaires.

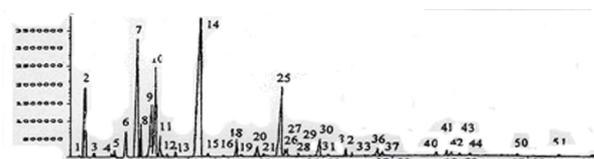


Figure n° 3 : Chromatogramme d'huile essentielle de la plante mature (décembre).

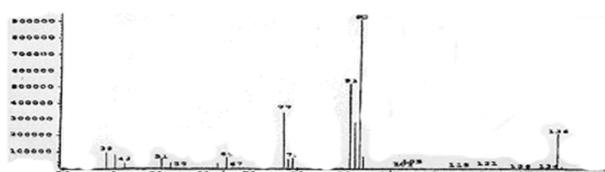


Figure n° 4 : Spectre de masse de l' α -phellandène (pic n° 7)

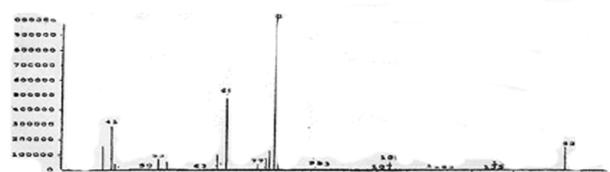


Figure n° 5 : Spectre de masse du fenchone (pic n° 14)



Figure n° 6 : Spectre de masse de l'anéthole (pic n° 25).

REFERENCES

- [1]- VOGEL G., ANGERMANN H. Atlas de la biologie .Encyclopédies d'aujourd'hui, la photothèque. Librairie générale française.1984-1994.
- [2]- Deutscher Taschenbuch Verlag Gmbh et HG. Munich. (1998)
- [3]- MAROTTI M., DELLACECCA V., PICCAGLIA R., GIOVANELLI E. Agronomic and chemical evaluation of three varieties of *Foeniculum vulgare* mill. ACTA Horiticulturae 331.WOCMAP, Italy.(1993)
- [4]- QUEZEL P., SANTA S. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales Ed.C.N.R.S, tome II. (1963)
- [5]- GARNIER G., BEZANGER D.L., DEBRAUX G. Ressources médicinales de la flore française .Ed .Vigot frères, Tome II, Paris VI.(1961)
- [6]- FORMACEK V., KUBECZKA K.H. Essential oils analysis by capillary gas chromatography and carbon -13 NMR spectroscopy, John Wiley and Sons, New-York (ALNAP Database ref.ID:171).(1982)
- [7]- ALCARAZ. La tetraclinaie sur terra rosa en sous étage sub-humide chaud en Oranie (ouest algérien). Ecologia Méditerranéa Tome II-fas 2. (1983)

- [8]- **BELAICHE P.** Traité de phytothérapie et d'aromathérapie .Tome I. Ed.Maloine (Paris). (1979)
- [9]- **PADRINI F.,LUCHERONI M.T.** La nature des huiles essentielles Ed. DEXECCHI. (1997)
- [10]- **BENMANSOUR A.** Etude et valorisation de l'armoise blanche de l'ouest algérien et des noyaux de dattes algériennes. Thèse de Doctorat es-sciences physiques –université Aboubekr Belkaid Tlemcen. (1999).pp 29-30.
- [11]- **GRIEVE M.**A modern herbal . Ed Electric Newt. (1995)
- [12]- **FRITZ R.,MARTIN F.** Plantes venimeuses, vertus et dangers. Ed .Silva, Zurich. (1984)
- [13]- **GARNERO J.** Les huiles essentielles, leurs obtentions, leurs compositions, leurs analyses et leurs normalisations. Ed. Techniques, Encycl. Med-Nat. (Paris, France).(1991)
- [14]- **GARNIERG., BESANGER-BEAUQYESNE L., DEBRAUX G.** Ressources médicinales de la flore française Tome II, Ed Vigot- frères.(1961)
- [15]- **ROBERT S.** Chimie d'appoint, CHM-1010.Section chimie organique .Département de chimie –biologie .Centre de recherche en pâte et papiers. Université du Quebec à Trois-Privières.(2000)
- [16]- **BRUNETO N J.** Pharmacognosie. Phytochimie. Plantes médicinales, 3ème édition.Ed. Tec. et Doc. Paris. (1999)
- [17]- **VAN GANSEN P.,ALEXANDRE H .** Biologie générale.4ème édition .Ed. MASSON. Paris (1997)
- [18]- **NAHRSTEDT A.,BUTTERWECK V..** Biologically active and other chemical constituents of the herbe of hypericum perforatum L- Pharmacopsychiat.,30(suppl). (1997) p.p.129-134.
- [19]- **MIDDLETON E.ET AL.** Pharmacological review, vol 52, N°4,(2000).p.p673-751.
- [20]- **FACHMANN et KRAUT..** Composition des aliments d'après le répertoire général des aliments, Regal Ed.Log Access.APRIFEL. (1995)
- [21]- **WITHIL M.,ANTON R.**Plantes thérapeutiques. Tradition, pratique officinale, science et thérapeutique.3ème Ed.Tec.Doc.(1999). p.p.189-190.
- [22]- **BADOC A., LAMARTI A., GARDE J.P.** Etude chromatographique de l'HE de la plantule de fenouil amer, caractéristiques spectrales (UV,IR,SM) de ses constituants.Bull.Soc.Pharm.Bordeaux-132,(1993).P.280-281.