REPUBLIQUE AMGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIR

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DOCTOR YAHIA FARESE MEDEA FACULTE DES TECHNOLOGIE

DEPARTEMENT GENIES DES PROSEDES ET ENVERONNEMENT

Mémoire

En vue de l'obtention

DU DIPLOME DE MASTER EN

GÉNIE DES PROCEDES PHARMACETIQUE

Thème :

HEMI-SYNTHESE DES MOLECULES BIOACTIVE A PARTIR DES HUILES ESSENTIELLES

Présenté par :

BOUSSAAD Meriem

MOSTEFA Assia

Encadreur : LETTREUCH Hichem

Co-Encadreur :A. DRIOUECHE

Devant le jury composé de :

Promotion 2019/2020

Remercîment

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de la Faculté de Génie des Procédés de l'université de Saad Dahlab Blida.

Avant toute chose Nous remercions notre créateur Allah, Grand et Miséricordieux, le tout puissant pour le courage qu'il nous a donnés pour mener ce travail à terme.

On commence par exprimer notre profonde reconnaissance et nos vifs remerciements à notre encadreur Mr. Hichem LETTREUCH, qui nous a honorées en acceptant de diriger ce travail, pour tous les efforts qu'il a consenti tout au long de l'élaboration de ce travail. Ses encouragements, et ses précieux conseils.

Nous remercions très sincèrement notre Co-Encadreur Mm A. DRIOUECHE pour sa confiance, son soutien, son attention, ses bons conseils, ses qualités humaines. Merci de nous avoir guidées avec patience et d'avoir consacré autant d'heures pour les corrections de ce mémoire, on exprime notre respect et notre gratitude. Nous me trouvons incapable de formuler nos remerciements à lui.

Je remercie aussi les membres de jury Pour avoir accepté d'être examinateur de ce travail. Je tiens à vous exprimer ma sincère reconnaissance et mon plus profond respect.

Nous adressons nos remerciements également envers tous les enseignants qui ont contribué à notre formation, ainsi que nos collègues pour les témoignages de sympathie et l'aide morale que nous avons pu trouver auprès d'eux.

Enfin, Merci à tous ceux et celles qui nous ont soutenu d'une manière ou d'une autre, de près ou de loin.

Dédicace

Avec l'aide de dieu, j'ai pu réaliser ce modeste travail que je dédie A :

Ma très chère idéale mère, source de tendresse, en témoignage de ma reconnaissance pour son amour, sa patience et sa compréhension

Mon très cher père l'homme le plus parfait dans le monde, le secret de ma réussite et mon grand exemple qui a rêver toujours de me voir heureuse.

Que dieu vous protège et vous réserve une longue vie pleine de bonheur et de santé.

Mes chères sœurs « khalida, Marwa », mon frère et unique Adam

Ma meilleure copine « B. Khadîdja »

A tous ma 2eme famille, mes collègues de la promotion

Et tous ceux qui m'ont soutenue de près ou de loin

Meriem

يعد استخدام الزيت العطري من cuminum cyminum L. في تصنيع المستحضرات الطبية لعلاج الأمراض والجهاز التنفسي والجهاز الهضمي ، هو سبب اهتمامنا باستخراجه ، وفي التعديل الكيميائي لـ الزيت العطري من أجل الحصول على مركبات النيتروجين النشطة بيولوجيًا.

يعرض العمل الحالي، في المقام الأول، استخلاص اليوت الاساسية من cuminum cyminum L بالتقطير المائي ، والذي أعطى مكافئًا محصولًا بنسبة 2.50 ٪ ؛ تم إجراء الدراسة التحليلية للخواص الفيزيائية والكيميائية للزيت العطري الذي تم الحصول عليه (تم تحديد معامل الانكسار والكثافة ، وأظهر التحليل بواسطة التحليل الطيفي FTIR وجود الألدهيدات بكميات كبيرة (الكمينالديهيد ومونوتربينات الاكسجينية).

ثانيًا ، تم إجراء تعديل كيميائي للزيت العطري لعنصر الكومينوم بواسطة هيدروكسيل أمين لإنتاج الأوكسيم ، وهو مركب نيتروجين حيوي ، يستخدم كمضادات لعوامل الأعصاب ؛ تم تأكيد هذا التعديل من قبل IRTF.

الكلمات المفتاحية. الزيت الأساسية. الكمون, الكومينألدهيد,الاوكسيم

L'emploi de l'huile essentielle de *cuminum cyminum* L. dans la fabrication des préparations médicamenteuse pour le traitement des maladies, des appareille respiratoire et digestif, est la raison pour laquelle nous nous sommes intéressés à son extraction, et à la modification chimique de son huile essentielles afin d'obtenir des composé azoté bioactif.

Le présent travaille présente, en première lieu extraction de HE de *cuminum cyminum* L par hydro distillation, qui a fournit une HE avec un Rendement de 2,50 % ; l'étude analytique des propriétés physico-chimique de l'huile essentielle obtenue (l'indice de réfraction, la densité sont déterminer a été éffectué, et l'analyse par spectroscopie FTIR a montré présence des aldéhydes en grandes quantité (cuminaldehyde et Monoterpènes oxygénés).

En seconde lieu, et par hémi-synthèse, une modification chimique de l'huile essentielle de *cuminum cyminum* L a été réalisée par l'hydroxyle amine pour produire des oximes, composé azoté bioactif, sont utilisés comme antidotes pour les agents neurotoxiques ; cette modification a été confirmé par IRTF.

Mots clé : Huile Esentielle, *cumin cyminum* L. ,Cuminaldehyde, Hémi-synthèse, oxime.

The use of the essential oil of *cuminum cyminum* L. in the manufacture of medicinal preparations for the treatment of diseases, respiratory and digestive systems is the reason why we are interested in its extraction and in the chemical modification of its essential oil in order to obtain bioactive nitrogen compounds.

The present work presents, Firstly extraction of EO from cuminum cyminum L by hydro distillation, which gave an EO with a yield of 2.50%; the analytical study of the physico-chemical properties of the essential oil obtained (the refractive index, the density are determined was carried out, and the analysis by FTIR spectroscopy showed the presence of aldehydes in large quantities (cuminaldehyde and oxygenated monoterpenes).

Secondly, and by hemi-synthesis, a chemical modification of the essential oil of *cuminum cyminum* L was carried out by the hydroxyl amine to produce oximes, a bioactive nitrogen compound, which are used as antidotes for nerve agents; this modification has been confirmed by IRTF.

Keywords : Essential oil, *cuminum cyminum* L, , Cuminaldehyde, Hemi-synthesis, oxime.

الملخص.....i

RESUME ii

ABSTRACT.....iii

LISTE DES FIGURES.....vi

LISTE DES TABLAUX viii

LISTE DES ABREVIATIONS.....ix

INTRODUCTIO 1

OBJECTIF.....2

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I : LES HUILES ESSENTILLES

1. Définition 5
2. Composition chimique des huiles essentielles.....6
   - 2.1 les terpènes.....6
   - 2.2 les mono terpènes.....7
   - 2.3 Les sesquiterpène.....7
   - 2.4 Les déterpènes.....8
   - 2.5 Les phénols aromatiques 8
   - 2.6 Les phénols méthyle-éther 9
   - 2.7 Les oxydes terpéniques.....9
   - 2.8 Les aldéhydes aromatiques 10
   - 2.9 Les esters terpéniques.....10
   - 2.10 Les cétones terpéniques.....11
   - 2.11 Les lactones 11
   - 2.12 Les coumarines 12
   - 2.13 Les phtalides 12
   - 2.14 Les composés azotiques 13
   - 2.15 Les composés soufrés 13
3. Les méthodes d'extraction 14
   - 3.1 La distillation 15
   - 3.2 Hydrodisillation 15
   - 3.3 Distillation mix.....15
   - 3.4 Distillation à la vapeur d'eau saturé.....16
   - 3.5 Extraction des huiles essentielles à l'aide des solvants 16
   - 3.6 Autres méthodes 17
     - Expression 17
     - En fleurage 17
     - La macération 17
     - Extraction par dioxyde de carbone liquide.....18
     - Extraction par micro-ondes.....18

CHAPITRE II : LA PLATE ETUDIEE

1. Introduction 20
2. La monographie de la plante cumin 21
3. La description botanique de la plante cumin 22
4. La composition chimique 22
5. Les activités biologiques d'huile essentielle du *cumin cyminum* 23
   5.1 Activité antimicrobienne.....23
      Activité antimicrobienne qualitatif 23
      Activité microbien quantitatif 25
   5.2 Activité antioxydant 25

CHAPITRE III : LES OXIMES

1. Définition 27
2. Méthode de synthèse.....28
3. Application d'oximes.....29

PARIE EXPERIMENTALE

I. MATRIELES ET METHODES

I-1 MATRIELES 32

I-2 METHODES 33

1. Extraction d'huile essentielle de cumin.....34
2. Caractérisation d'huile essentielle 36
   Caractérisation organoleptique.....36
   Caractérisation physicochimique 37
3. Préparation à partir d'huile essentielle.....39

II. RESULTATS.....41
III. DESCITION.....44

CONCLUTION

REFERENCE BIBLIOGARAPHIQUED

Figure 1 : Limonène 7

Figure 2 : Linalol et Menthol 7

Figure 3 : Alpha-curcumène et Chamazulène 8

Figure 4 : Thymol et Eugénol 8

Figure 5 : Estragole et Béta-asarone 9

Figure 6 : 1,8 cinéole et ascaridole.....9

Figure 7 : Benzaldéhyde et Aldéhyde cinnamique 10

Figure 8 : Néral et Géranial 10

Figure 9 : Acétate de linalyle et Salicylate de méthyle 11

Figure 10 : Alantolactone et Costunolide 12

Figure 11 : Bergapène 12

Figure 12 : Ligustilide et Sédanolide 13

Figure 13 : Mintsulfide 13

Figure 14 : montage d'extraction par distillation.....14

Figure 15 : montage d'extraction par hydro distillation.....14

Figure 16 : montage d'extraction par distillation à la vapeur d'eau saturé.....15

Figure 17 : montage d'extraction par Expression.....16

Figure 18 : montage d'extraction par en fleurage.....16

Figure 19 : Extraction par CO_2 supercritique.....17

Figure 20 : montage d'extraction par micro-ondes.....17

Figure 21 : graine de cumin.....21

Figure 22 : la plante du cumin (a), les graines du cumin (b), les petites fleurs de la plante cumin (c) 22

Figure 23 : Réaction de synthèse des oximes.....26

Figure 24 : Réaction de la nitrosation sur un carbone porteur d'un hydrogène actif.....26

Figure 25 : Réaction de l'addition de NOX sur une oléfine.....26

Figure 26 : Réaction de tautoméries le dérivé nitroso qui comporte un hydrogène eu α en oxime.....27

Figure 27 : Réaction de synthèse de oxime par la réduction de composé nitroaliphatique….27

Figure 28 : Spectromètre FT-IR (infrarouge) Varian Scimitar 1000 FT-IR.....31

Figure 29 : Le Clevenger.....32

Figure 30 : Etapes préalables à l'extraction.....34

Figure 31 : Montage d'Hydro-distillation**.** 34

Figure 32 : Le réfractomètre d'Abbe.....36

Figure 33 : pesé de la fiole : A- vide ; B- contenant de l'eau purifiée ; C- contenant de l'HE.....37

Figure 34 : Réaction de la synthèse d'oxime.....38

Figure 35 : En travaux pratique, la formation d'oxime.....39

Figure 36 : Evaporateur rotatif 39

Figure 37 : HE de *Cuminum cyminun*.....42

Figure 38 : lecture du résultat au réfractomètre.....43

Figure 39 : Spectre IRTF de l'huile essentielle de *C.cyminum*.....44

Figure 40 : solution diluée d'HE modifiée.....45

TABLEAU I : Les produits et les solvants chimiques.....31

TABLEAU II : Les caractères physico-chimique d'HE de cumin.....42

Tableau III : Caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques de l'HE modifié.....44

TABLEAU IV : comparaison des caractères organoleptiques de notre huile essentielle avec 02 études rapportées par la littérature.....49

TABLEAU V : comparaison de la densité de notre huile essentielle avec 02 études rapportées par la littérature.....50

TABLEAU VI : comparaison de la densité de notre huile essentielle avec 02 études rapportées par la littérature.....50

% : Pourcentage

µm : Micrométre

µl : microlitre

Cm : centimétre

g : gramme

m: masse

ml : millilitre

mg : milligramme

mg/l : Milligramme par litre

AFNOR : Association Française de Normalisation

B. cereus : *Bacillus cereus*

B. fragilis : *Bacteroides fragilis*

C. albicans : *Candisa albicans*

C. cyminm L : *cumin cyminum Linn*

C. dubliniensis : *candida dubliniensis*

CMI : concentration Minimale Inhibitrice

DPPH : 2-2diphenylpicrylhydrazyl

E. coli : *escherichia coli*

E. faecium :*Enterococcus feacium*

HE : Huile Essentielle

IRTF : infrarouge à transformée de Fourier ou spectroscopie

L. monocytogenes : *Listéria monocytogenes*

M. pyocyaneus : *Micrococcus pyacyaneus*

$\boldsymbol{R^{dt}}$: Rendement

S. aureus : *Staphylococcus aureus*

S. cerevisiae : *Saccharomyces cerevisiae*

S. Enteritidis : *salmonella enteritidis*

INTRODUCTIO GENERALE

La thérapeutique des infections microbiennes humaines se base principalement sur l'usage des antibiotiques et antifongiques. Cependant, la prescription à grande échelle et parfois inappropriée de ces agents a abouti à l'émergence et la propagation de bactéries multi résistantes.

Produit comme métabolite secondaire par les Plantes Aromatiques Médicinales (PAM), les huiles essentielles sembles êtres une alternative fiable face à la résistance aux antibiotiques qui constitue un problème majeur de la santé publique. Connues de façon empirique depuis des siècles, l'étude de ces huiles essentielles est toujours d'une brulante actualité et leur efficacité anti-infectieuse a été scientifiquement démontrée. [1]

Les épices et les herbes sont des ingrédients courants ajoutés aux aliments pour améliorer le gout et la couleur. En outre, ils constituent de bonnes sources d'antioxydants et d'antimicrobiens [2]. Les huiles essentielles d'épices et herbes ont été recommandées pour les produits à base de viande et de poisson afin de prolonger la durée de conservation, de protéger la qualité organoleptique et d'inhiber la croissance microbienne et l'oxydation des lipides.[3]

Les plants aromatique appartiennent à 12 familles végétales les plus importantes en aromathérapie, a savoir les abiétacées, *les apiacées, les astéracées, les cupressacées, les éricacées, les géraniacées, les lamiacées*… [4]. Dans ce contexte, on choisi l'espèce, *cuminum cyminim* qui appartient à la famille des *Apiacée*, est une petite plante annuelle herbacée qui pousse dans tous les systèmes ethno-médicaux de l'Europe de Nord[5], cette espèce exerçaient des propriétés antimicrobiennes, insecticides, analgésiques, antioxydant, anticancéreux, antidiabétique, agrégation, antiplaquettaire, hypotenseur, bronchodilatateur et immunologique. [6]

Dans notre travail, on s'intéressera à l'évaluation de l'activité antimicrobienne de composé azoté bioactif synthétisé par la modification de l'huile essentielle extraite à partir de la poudre de *cumin cyminum* et la comparer à celle de certaines préparations : macération, décoction et infusion. Le choix de cette plante est basé sur sa disponibilité tout au long de l'année et l'importance de son rendement ainsi qu'à l'intérêt thérapeutique que promet son huile essentielle.

Notre étude sera scindée en deux parties :

Une partie théorique comprenant trois chapitres, où le premier sera consacré à l'étude des huiles essentielles d'une manière générale, le secondaire concerne la monographie de la plante étudiée, tandis que le troisième consacré à la généralité sur la molécule bioactif

Une partie expérimentale, quant à elle, comprendra les méthodes utilisées pour la réalisation de ce travail à savoir l'étude botanique de la plante, l'extraction et la caractérisation organoleptique et physicochimique de l'huile essentielle de *cumin cyminum*, ainsi que l'étude de l'effet synergique d'huile essentielle de *cumin cyminum*

Elle finira par une conclusion générale résumant les résultats obtenus et dégageant les principales perspectives.

L'objectif principal de ce travail est la modification chimique de quelque huile essentielles chémotypé aldéhyde dans le but d'obtenir des composé azoté bioactif et étudié leur activité biologique

Objectifs secondaires

- La réalisation d'une monographie de la plante *cumin cyminum* ;
- L'extraction de l'huile essentielle ;
- L'étude de ses caractéristiques organoleptiques et physicochimiques ;
- L'étude de sa composition chimique ;

PARTIE THEORIQUE

I

Les huiles Essentielles

1. Définition

On trouve dans le littérateur et sur internet plusieurs définitions des huiles essentielles. Afin d'être le plus exacte possible voici quelque ânes de ces définitions

1.1 Définition ANSM

Produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entrainement par la vapeur d'eau, soit par la distillation sèche, un procédé mécanique approprié sans chauffage

L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entrainement pas de changement significatif de sa composition

1.2 Définition, selon la norme ISO9235

(Matière premier aromatique d'origine naturelle)

Une huile essentielle est définie comme un produit obtenu a partir d'une matière première d'origine végétale, après séparation de la phase aqueuse par des procédés physique, soit par entrainement a la vapeur d'eau, soit par des procédés mécanique à partir de l'épicarpe des citrus, soit par distillation sèche. [7]

1.3 Autres définitions

Une huile essentielle est la fraction ordorante volatile extrait des végétaux, c'est la parfume concrétisé du plant, un véritable concentré, Elle peut être extrait de différents parties d'un végétale : [8]

- Les feuilles
- Les fleure
- L'écorce
- Le bois
- Le zeste
- Les graines
- La baise…etc.

L'huile essentielle, au sens stricte du terme, est le produit obtenu à partir de la matière première végétale par les techniques froides. Cette définition ne comprend pas les extraits aromatique ontenus par d'autres techniques d'extraction. L'essence est la substance

aromatique sécrétée par le plant, qui par la distillation devient une huile essentielle [9]

Nous pouvons constater que ces définitions se ressemblent et qu'elles ne se contredisent àaucun mom0ent. Cependant, on remarque qu'il difficile de définir parfaitement ce qu'est une huile essentielle en peu de mots, il faut en effet préciser leur origine (certaines partie de certaines plants), leur moyen d'obtention (distillation, expression à froid …), leur apparence (liquide huileux mais non gras, volatile), leur utilité (parfumerie, aromathérapie), leur composition (complexe) etc…

L'extraction des huile essentielle se fait par entrainement a la vapeur d'eau dans une opération de distillation, soit par distillation sèche (Hempyreumatique), soit par expression a froid (Zestes), dans ce dernier cas, une certaine ambiguité existe sur la dénomination d'huile essentielle, selon l'AFNOR, il faut utilisé le terme d'essence alors que la pharmacopée française et la pharmacopée européenne utilisent le terme d'huile essentielle. Le terme d'huile essentielle a été retenu par les spécialistes en pharmacognosie. La quantité d'huile essentielle contenue dans les plantes est toujours faible, parfois très faible, voire infime. [10]

2. Composition chimique des huiles essentielles :

Les composants aromatiques de toute huile essentielle sont des molécules connues et biochimiquement définis, ce sont ces éléments chimiques aromatiques des huiles essentiellesschémotypée qui leur confèrent leur propriété thérapeutiques spécifiques.

Apprendre à les connaitre c'est se donner les clés de la compréhension de l'aromathérapie, thérapeutique de pointe en médecine naturelle. [10]

Les huiles essentielles sont des mélanges complexes de constituants appartenant, de façons quasi exclusives, à deux groupes caractérisées par des origines biogénétiques distinctes. [11]

- ✓ Le groupe des terpéniodes (les plus fréquents).
- ✓ Le groupe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane (moins fréquents)

Principaux groupes chimique des huiles essentielles : [12], [13], [14].[15].

2.1Lesterpènes

Ce sont des molécules composées d'un nombre d'unité d'isoprène, comptant les mono terpènes, les sesquiterpène et les di terpène

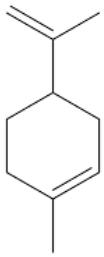


Figure 1 : Limonène. [10]

2.2 Les Monoterpènes(C10H16)

Quand une unité hydroxyle se rattache à un mono terpène il ne résulte un mono terpène

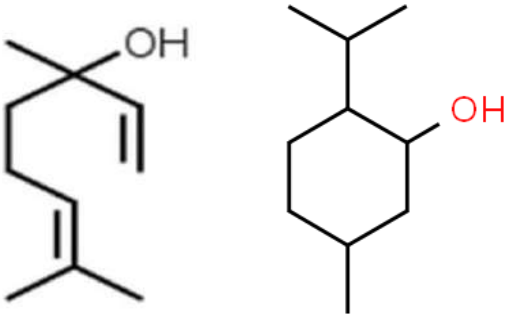


Figure 2 : Linalol et menthol. [10]

Les propriétés

Les monoterpènes sont de puissants décongestionnants respiratoires et lymphatiques.En diffusion, ils ont une grande efficacité antiseptique. Mais sont peu microbicides par contact. Ils sont des stimulants généraux, ils agissent sur les glandes mucipares, le système vasculaire et notamment le système veino-lynphatique. Certains monoterpènes que l'on trouve dans le Pin Sylvestre (Pinus sylvestris) et l'Epinette Noire (Picea mariana) ont une activité cortison-like (stimulant la glande andocrinienne) et stimulent le système immunitaire. Antalgiques en usage percutané et ont une action révulsive utile en cas de douleurs localisées.

2.3 Les sesquiterpènes ($C_{15}H_{24}$)

Composé de trois unités, d'isoprènes, ils sont présents dans de nombreuses huiles essentielles

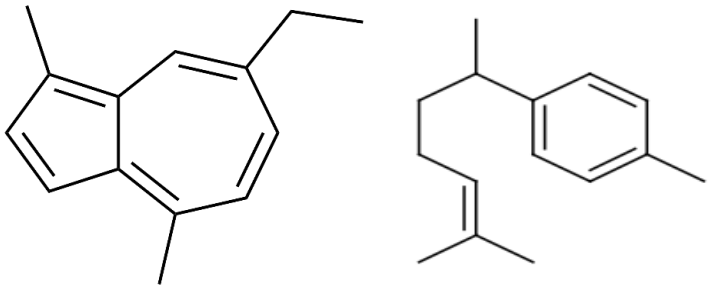


Figure 3 : Alpha-curcumène et Chamazulène. [10]

Les propriétés

- Ils sont des propriétés antiallergiques antalgiquesIls sont hypotenseurs, calmant et sédatifs, cholérétique et cholagogues
- Négativante.

2.4 Les di terpène

2.5 Les phénols aromatiques

Ce sont des alcools dans lesquels le groupement hydroxyle est fixé a un anneau d'atomes de carbone

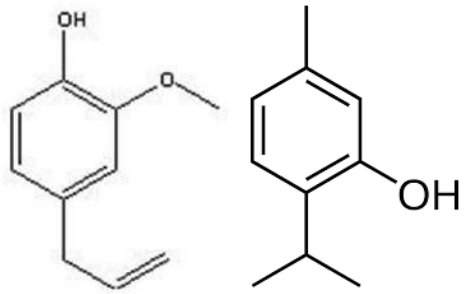


Figure 4 : Eugénolet Thymol. [10]

Les propriétés

L'utilisation d'huiles essentielles riches en phénols doit ètre associée à l'absorption d'autres huiles essentielles ou plantes (chardon-marie, l'artichaut, desmodium) qui sont régulatrices et décongestionnantes de la sphère hépato-biliaire, afin de faciliter leur assimilation. Sont peu

fréquents et spécifiques de certaines huiles essentielles, le carvacrol est le phénol le plus toxique.

2.6 Les phénols méthyl-éthers

Les structures phénolées subissent une ou plusieurs O-méthylation

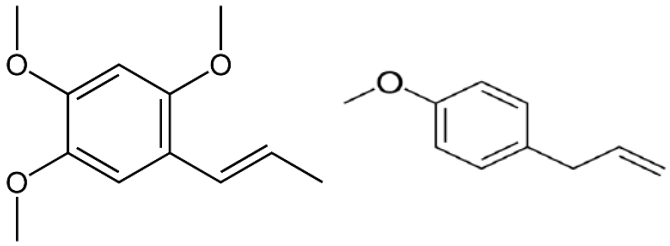


Figure 5 : Béta-asarone et Estragole. [10]

Les propriétés

- Positivant
- Antalgiques puissants
- Anti-inflammation
- Antiviraux
- Antiparasitaires
- Antifongiques
- Stomachiques

2.7 Les oxydes terpéniques

Une fonction oxyde s'inséré dans le squelette du composé terpénique

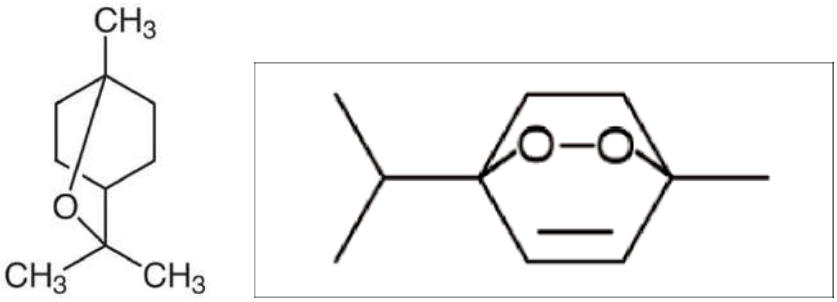


Figure 6 : 1,8 cinéole et ascaridole. [10]

Les propriétés

Ce sont des fluidifiants des sécrétions bronchiques, expectorants, décongestionnants respiratoires et mucolytiques, Ont des propriétés antibactériennes et antivirales, Soulagent les infections respiratoire.

2.8 Les aldéhydes aromatiques

Ils sont formés par l'oxydation des alcools, ce sont des molécules très volatiles qui dégagent souvent une odeur puissante (le citronellal est un bon répulsif).

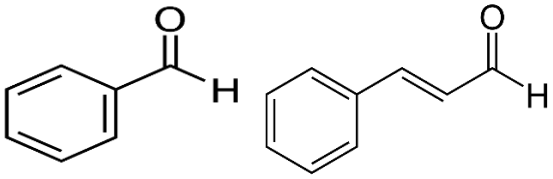


Figure 7 : Benzaldéhyde et Aldéhyde cinnamique. [10]

Les propriétés

- Positivant
- Anti-infectieux puissants à large spectre d'action (antibactériens, antiviraux, antifongiques, antiparasitaires
- Stimulants immunitaires
- Toniques généraux

2.9 Les aldéhydes terpéniques

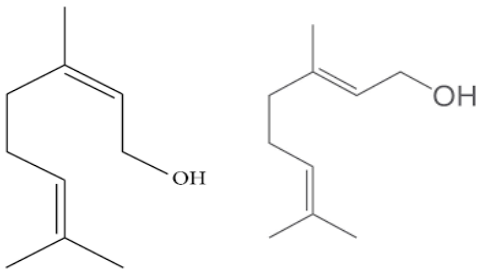


Figure 8 : Nérol et Géraniale. [10]

Les propriétés

- Négativant
- Anti inflammatoire
- Hypotenseurs
- Calmants et sédatif
- Stomachiques et eupeptiques
- Anti bactériens
- Antifongiques

2.10 Les esters terpéniques

Les esters issus de la réaction acide et alcool, leur nom de compose en deux

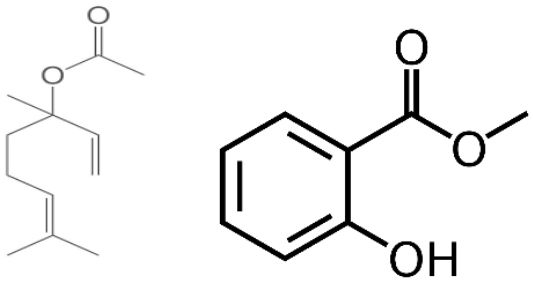


Figure 9 : Acétate de linalyle etSalicylate de méthyle. [10]

Les propriétés

Sont principalement antispasmodiques, Sont à la fois calment et tonique,Très doux sur la peau et décongestionnants, Les ester des huiles essentielles correspondent aux alcools, qu'ils contiennent l'acétate de linalyle dérivé du linalol est l'ester le plus fréquent, Les ester du géranium sont antifongiques

2.11 Les cétones terpéniques

Les propriétés

A faible dose sont faiblement antiseptique, antimycosique, cholagogues A doses fortes ou répétées sont neurotoxique stupéfiants, épileptisants, Antiparasitaires et Antivirales

2.12 Les lactones

Ce sont des molécules cycliques comportant a la fois une fonction oxyde et cétone. Elle sont relativement fragiles et peu résistent a la distillation

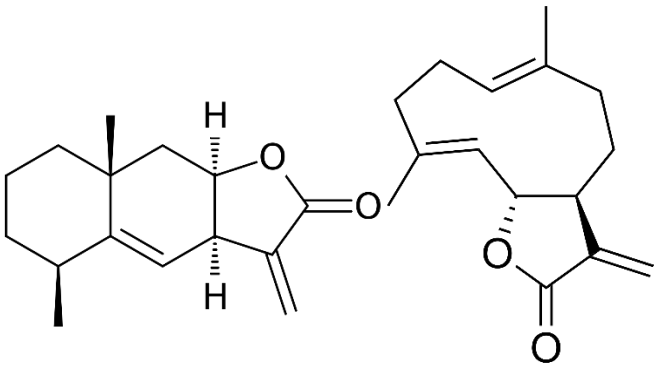


Figure 10 : Alantolactone et Costunolide. [10]

Les propriétés

Des molécules puissant agissant même a faible dose Certaines, sont allergènes par voie cutanée Sont non toxique Sont mucolytique et expectorants L'huile essentielle de la cataire est sédative pour les souris, les rats, les chats et même l'homme

2.13 Les coumarines

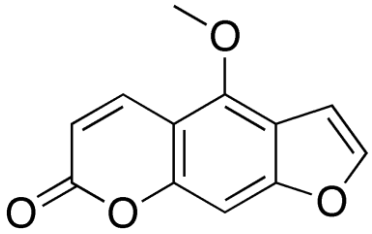


Figure 11 : Bergapène. [10]

Les propriétés

Sont des sédatifs nerveux et anticonvulsivantes (actives même à l'état de traces dans les huiles essentielles). Sont hypothermisants et hypotensives, et aussi de bons anticoagulants. Sont antispasmodiques, antiviraux, antibactériens et antifongiques

2.14 Les phtalide

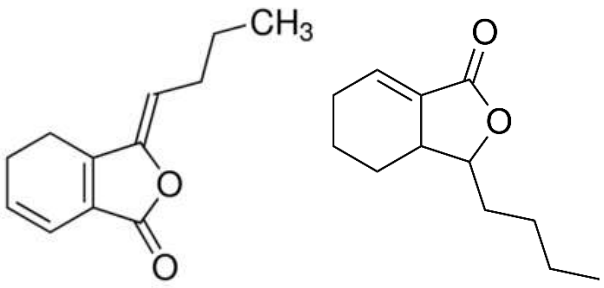


Figure 12 : Ligustilide et Sédanolide. [10]

Les propriétés

Sont des draineur des émonctoires (Les organes de l'organisme responsables de l'élimination des toxines comme le foie les reins et les intestins).

2.15 Les composés azotés

Rares et très faible concentration, ces molécules sont de puissants sédatifs et permettent de caractérisé la fragrance et l'aspect informationnel.

Leur puissant, calment du système nerveux

2.16 Les composés soufrés

Se retrouvent parfois dans huile essentielle, souvent a l'état de traces, comme dans le songe sclarée et la Menthe poivrée n'aura pas de propriété thérapeutique, sa présence, se marque par une note olfactives et informationnelle vu sa très faible concentration dans ces huile essentielle, il en va de même avec d'autre sulfidés de l'Anis vert, du Carvi ou du Géranium

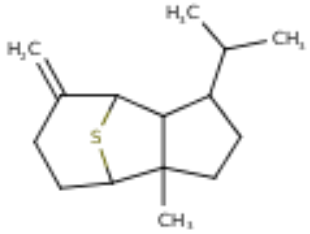


Figure 13 : Mintsulfide. [10]

Les compositions biochimiques des huiles essentielles, de façon isolée, sont très souvent toxiques et leur utilisation à cette pure exige certaines précautions d'emploi

Tout de même les huiles essentielles constituées de ces molécules pouvant être utilisée (avec précaution aussi) grâce à la synergie moléculaire, qui rende ces molécules relativement plus ou moins toxique, car les effets des uns composent et équilibrent les effets des autres.

Il est alors impératif que les phytothérapeutes connaissent la composition des huiles essentielles, pour propriété et contrôler les posologies. [11]

3. Les méthodes d'extraction des huiles essentielles

Selon les plants utilisés, il existe divers méthodes pour extraire les huiles essentielles, soit ;

- La distillation
- Hydro distillation
- Distillation mix
- Distillation a la vapeur d'eau saturé
- Extraction des huiles essentielles à l'aide des solvants

Les étapes de l'extraction des huiles essentielles restent identique, quel que soit le type d'extraction utilisé, il est nécessaire dans un premier temps d'extraction les molécules aromatiques constituants l'huile essentielles, puis dans un second temps de séparer ces molécules de milieu par distillation.

La méthode choisir pour l'extraction des huiles essentielles doit être la plus efficace et qui donnerait une huile essentielle de très bonne qualité, un rendement élevé avec un cout économique faible, l'huile essentielle obtenue doit être limpide concentré, d'odeur fine caractéristique de la parité de la plante utilisée et ne doit contenir aucune trace de solvant. [16]

3.1 La distillation

Il est communément admis que la vapeur pénétré les tissus de la plante et vaporise toute les volatiles.

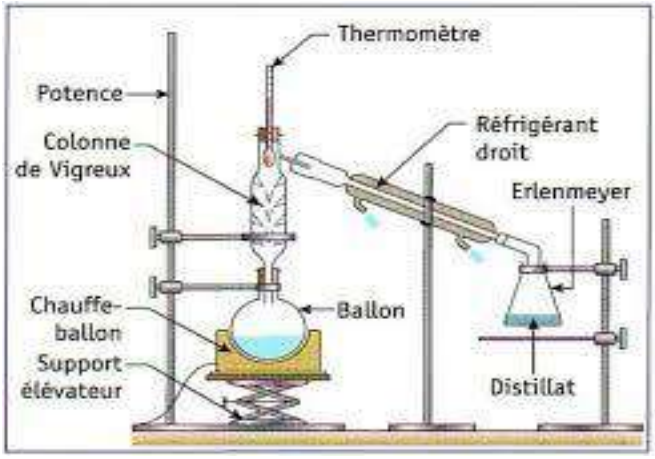


Figure 14 : montage d'extraction par distillation

3.2 Hydrodistillation

Elle consiste à émargé directement la matière végétale a traité dans un alambic rempli d'eau est ensuite porté l'ébullition, les vapeurs hétérogène sont condensés sur la première surface et les huiles essentielles sont séparés par différences de densité. [17]

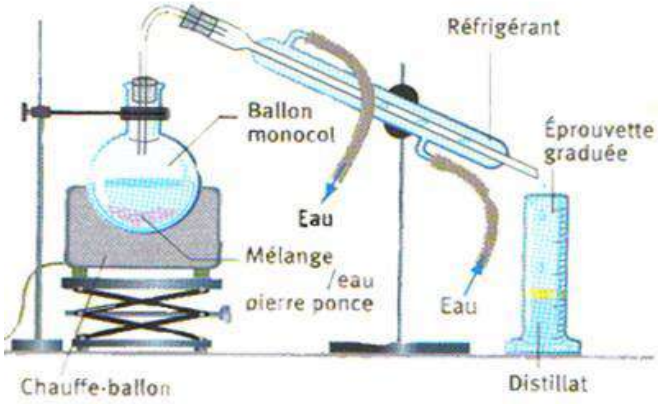


Figure 15 : montage d'extraction par hydro distillation

3.3 Distillation mixte

La distillation mixte est un processus couplent l'entrainement a la vapeur d'eau et l'hydro distillation, A cour de l'extraction la matière végétal baignant dans l'eau bouillante est traversé par un courant de vapeur d'eau. [18]

3.4 La distillation à la vapeur d'eau saturé

Le végétale est supporté dans l'alambic par une plaque perforée située a une certaine distance au-dessus fond rempli d'eau, Le végétale est en contact avec la vapeur d'eau bouillante.

Cette méthode est surtout réservée à l'obtention d'huile essentielle a partir des épices, des plantes aromatiques et médicinale. [19]

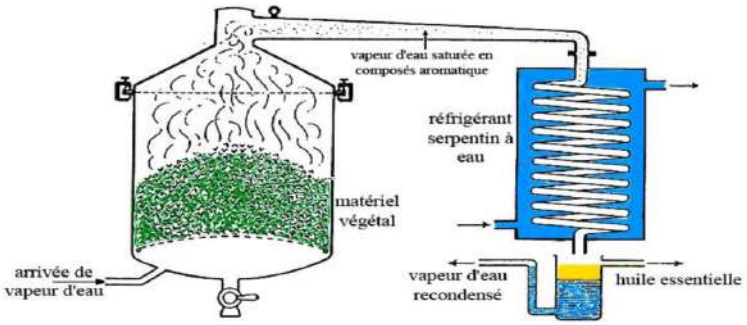


Figure 16 : montage d'extraction par distillation à la vapeur d'eau saturé

3.5 L'extraction par des solvants organiques

L'extraction par les solvants est un procédé inspiré de l'enfleurage qui utilise des solvants non aqueux. Il peut s'agir de l'hexane, d'éthers de pétrole, d'huiles, de gaz... Le solvant idéal devant répondre aux critères suivants. [20]

- ✓ Être sélectif : extraire les molécules aromatiques mais pas les molécules indésirables comme les pigments.
- ✓ Avoir une température d'ébullition basse, pour permettre une élimination simple.
- ✓ Être chimiquement inerte vis-à-vis des substances à extraire.
- ✓ Ne pas être miscible à l'eau, qui rendrait la purification de l'extrait plus délicate.
- ✓ Être peu coûteux.
- ✓ Ne pas présenter de contre-indication dans les domaines d'application de l'extrait obtenu.
- ✓ Ne pas être inflammable.
- ✓ Présenter la plus faible toxicité possible.

Aucun solvant ne remplit la totalité de ces conditions, mais le plus utilisé est l'hexane. L'intérêt de ces solvants est leur pouvoir d'extraction des parfums très supérieur à celui de l'eau. Cependant, ils n'entrainent pas seulement les composés volatils. [21]

Le point négatif des solvants organiques est leur toxicité. Cela réduit les champs d'application des extraits obtenus (appelés « concrètes »), notamment dans les domaines pharmaceutiques et agroalimentaires. [22]

3.6 Autres méthodes

- ✓ Expression

L'extraction par expression à froid est un procédé mécanique visant à récupérer l'huile essentielle logée dans la peau (ou épicarpe) des agrumes. Cette technique est réservée spécifiquement aux agrumes en raison de la localisation de leur huile essentielle. [23]

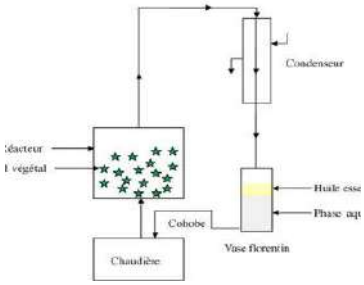


Figure 17 : montage d'extraction par Expression

- ✓ Enfleurage

La technique de l'enfleurage permet d'extraction l'huile essentielle de plantes, ou parties de plante, dont l'arôme est trop fragile pour supporter la chaleur d'une distillation. Cette chaleur détruirait les fleurs avant qu'elle puisse libérer leur huile essentielle. [24]

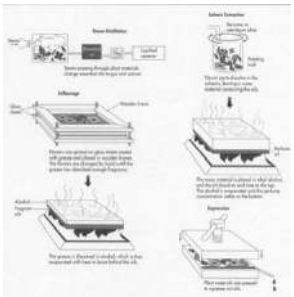


Figure 18 : montage d'extraction par en fleurage

- ✓ La macération

La macération dans l'huile, est technique connue depuis l'Antiquité, consiste a faire infuser les fleurs (ou autre élément odorant), dans des matières grasses (huile végétales ou graisses). Ce procédé de macération ne permet d'extrait que des substances lipophiles. [25]

✓ Extraction par dioxyde de carbone liquide

La technique d'extraction au Co2, supercritique est tout simplement que la technique d'extraction par solvant, mais utilisant le dioxyde de carbone a l'état supercritique comme solvant, N'importe quel fluide supercritique peut être utilisé comme solvant, mais sa faible température critique (31°) fait du Co2 un solvant facile a obtenir. [24]

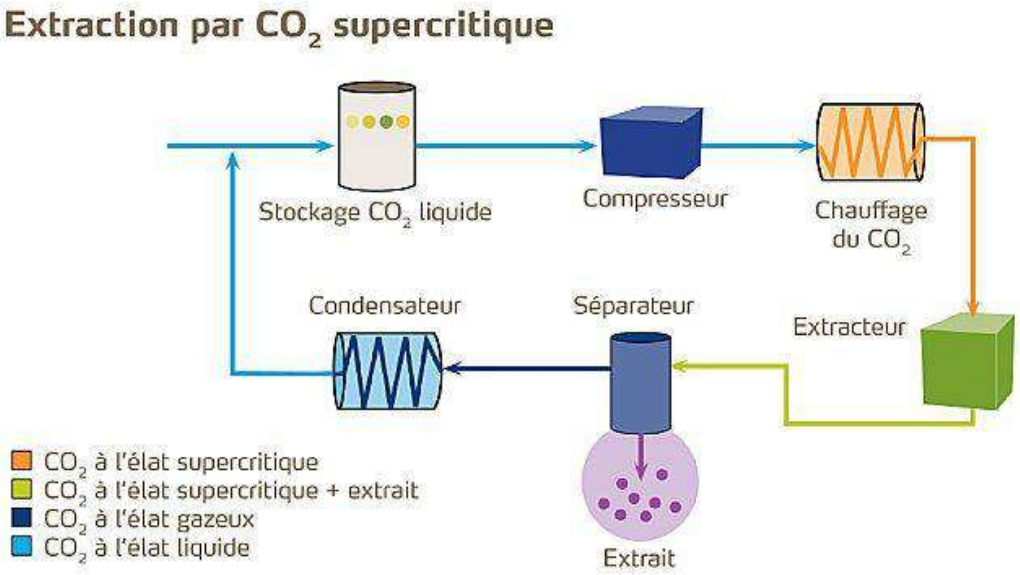


Figure 19 : Extraction par CO_2 supercritique.

✓ Extraction par micro-ondes

L'extraction à la micro-onde peut être réalisée en l'absence de solvant, dans le cas de l'ESSAM et d'eau, dans le cas du VMHD, Ansi l'huile essentielle est entrainée par la seul vapeur d'eau de la plante. [24]

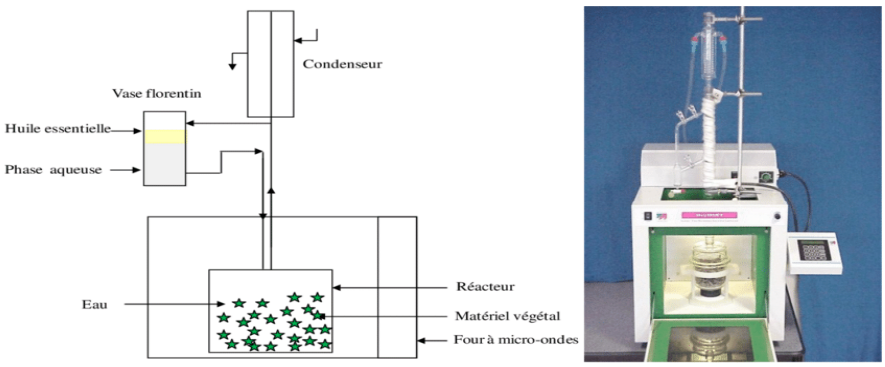


Figure 20 : montage d'extraction par micro-ondes

En somme, l'extraction des huile essentielles de la matière végétale peut être au moyen de plusieurs procèdes, basés sur des techniques anciennes ou récentes. Ces dernières, bien que présentant de nombreux avantages, notamment celui de réduire considérablement le temps d'extraction, ne sont pas, pour l'instant, reconnues par la pharmacopée européenne. Cependant, quel que soit le procédé utilisé, l'extrait final correspond à une concentration des composés initialement présents dans la matière première de plus, les méthodes de production tout comme l'origine géographique, le climat, le sol, la période de récolte ou bien encore les pratiques agriculturales, peuvent avoir une influence directe sur la composition chimique de l'huile essentielle distillée. Les prochaines années verront raisonnablement augmenter, de façon significative, le nombre de publication relative à l'utilisation de nouvelle technique innovante, fiable et rapide, dans le domaine de l'extraction des substances aromatiques. [26]

II

La

Plante Etudiée

Cumin (*cuminum cyminun*)

1. Introduction

Le cumin est-il une épice, un aliment ou un médicament ? Tout d'abord, c'est l'une des plus anciennes épices - des informations sur son utilisation en tant qu'épice trouvée par les scientifiques qui étudient la culture des civilisations anciennes. Le cumin était connu des anciens Celtes, des Égyptiens et des Romains. Deuxièmement, les graines de cumin (le nom latin de la plante est Carum carvi) peuvent également être considérées comme un produit alimentaire, si l'on considère leur composition chimique. Troisièmement : le cumin a des propriétés cicatrisantes, car ses graines sont inscrites dans le registre des matières premières médicinales de nombreux pays du monde.

Les graines de cumin stimulent la digestion et la sécrétion de bile, ont un effet positif sur le péristaltisme intestinal et améliorent le passage des masses fécales. L'huile de cumin irrite les papilles gustatives et stimule l'appétit. L'utilisation de graines de cumin améliore la diurèse (propriétés diurétiques), la séparation du mucus et des expectorations. Les graines de cumin ont un effet stimulant sur les glandes mammaires pendant la lactation, ce qui augmente la production de lait maternel.

La partie surélevée de la plante contient une huile essentielle parfumée, utilisée dans l'industrie de la parfumerie et des boissons alcoolisées, ainsi que des flavonoïdes. L'huile essentielle est également présente dans les fruits, où sa teneur atteint 7%. En plus de l'huile essentielle, les graines de cumin contiennent jusqu'à 20% d'huile grasse et la même quantité de protéines. Par conséquent, le fruit peut être considéré comme un produit alimentaire. [27]

L'huile essentielle de Cumin est extraite des graines réputées pour leur efficacité en cas d'inconforts digestifs. L'huile essentielle de Cumin est conseillée pour ses propriétés calmantes exceptionnelles, notamment en cas de tensions ou de troubles du sommeil. Véritable actif sur le système digestif, l'huile essentielle de Cumin est parfaite pour faciliter la digestion et éliminer les gaz intestinaux après un repas riche et copieux. Antalgique et antispasmodique, l'huile essentielle de Cumin est à la fois utile pour calmer les spasmes digestifs et les douleurs articulaires telles que l'arthrose, l'arthrite et autres rhumatismes.L'huile essentielle contenue dans les graines de cumin, possède des propriétés antispasmodiques et anesthésiques, inhibe les processus de putréfaction et de fermentation. Elle est donc souvent prescrite contre les douleurs à l'estomac et aux intestins



Figure 21 : graine de cumin.

2. La description botanique de la plante du cumin

Position systématique [28]

Règne : Plantes

Embranchement : Spermaphytes

Classe : Dicotyledones

Ordre : Apiales

Famille : Apiaceae

Genre : Cuminum

Espèce : Cuminum cyminum L.

Le cumin est une épice très populaire, il parfume parsque tous les plants et on le rencontre partout àtravers le monde, est originaire du Proche-Orient, son gout est terreux lorsque nom apprête, il est de la même famille que le persil, les synonymes de celle épice sont nombreux et incluent le « cumin blanc » ; « cumin du Marco » ou « faux amis »

Le cuminum cyminum est une plante mince, glabre, herbacée et annuelle appartenant àla famille des ombellifères. Elle peut atteindre une hauteur de 20 jusqu'à 60cm. [29] Cetteplante possède des racines effilées, des feuilles vertes, très fines, palmatiséquées à lanières longuement filiforme et des petites fleurs, 3 à 5 par ombellules ayant unecouleur blanche ou rose. [30]

Rare (R), sous-secteur des hauts plateaux Algérois et Oranais (H1), sous-secteur del'Atlas saharien oranais (AS1), sous-secteur des hauts plateaux Constantinois (H2), estméditerranéen. [31]

Le fruit du*C.Cyminum* séché (appelé aussi graine) est un schizocarpe possédant une forme ovale ou fusiforme, de couleur brun clair ou grisâtre. Contenant deux méricarpes avec une forme ovale ou graine, d'une odeur aromatique et un gout épicé et amer [32], d'une longueur comprise entre 5 et 6 mm,hérissés de longues soies dressées, la graine de *C.Cyminum*est vert clair a gris brunâtre et de forme allongée portant 9 arêtes et 9 canaux sécréteurs. [28]

Son apparence et son goût se rapprochent de celui du carvi, mais en faisant uneobservation minutieuse, on remarque que le cumin possède une forme ovale et sacouleur verte est plus foncée par rapport à celle du carvi. [33]

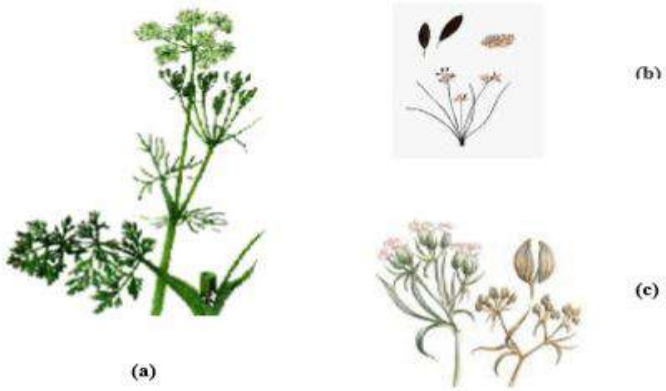


Figure 22 : la plante du cumin (a), les graines du cumin (b), les petites fleurs de la plante cumin (c). [31]

3. La composition chimiqued'huile essentielle de *cumium cyminum*:

Selon le littérateur, l'huile essentielle *cuminum cyminum* contient une variété de classe de produits chimiques [29], cette huile contient une fraction des monoterpéne à savoir les monoterpénes oxygénés représentés principalement par le cumin aldéhyde (14%-50%), et (13%-62%) d'hydrocarbures monoterpénique constituent par le β-pinéne (5%-17%), p-cyméne (9%-47.08%) et le γ-terpinéne (18%-29%). En outre Tahri, K et al [34], ont publié plus de détails sur la composition de cette huile en différents quantités a savoir : thyno, safranal, β-terpinol, linalol, tértradécene, 1,8-ceneol, 2-caren, α-pinéne. Toutefois, Des sesquiterpènes n'ont été trouvées que dans l'huile des graines à de faibles concentrationsà savoir le β-Caryophylléne et le β-Farnesene de teneures respectives (3%-14%) et (1%-72%).

[35]. Alors que les aldéhydes qui contribuent à la saveur caractéristique de l'épice état caractérisé par p-mentha-1,3-dien-7 (15%-18%). [36]

4. Les activités biologiques d'huile essentielle du *cumin cyminum* :

Les épices sont intensivement employées en médecine, pharmacie, parfumerie, et les produits de beauté. Cumin possédé un large spectre d'utilisation en médecine traditionnelle récemment prouvé par des études pharmacologiques et biologiques dues a la haute teneur en principes actifs tels que : le cuminaldéhyde, le p-cyméne et pinéne.

4.1 Activité antimicrobienne

✓ Activité antimicrobienne qualitatif

Parmi les travaux sur l'activité citons l'étude faite sur l'huile essentielle de graines cumin qui a été réalisée contre différentes souches de micro-organismes. Les tests antimicrobiens ont révélé une activité élevée de cette huile essentielle contre *candida albicans, aspergillus niger*, les bactéries Gram-positives *Bacillus subtilis* et *staphylococcus eopidermidis*, ainsi *saccharomyces cerevisiae*. [37]

L'huile de cumin exerçait un effet antibactérien d'inhibition contre tous les micro-organismes testés avec des diamètres allant de 10 à 60 mm où la zone d'inhibition était plus élevée chez la bactérie *E.* f*aecalis*, mais la plus faible chez *E. coli* et *M. pyocyaneus*, et parmi les champignons, celle qui est contre *B. fragilis* était supérieure que sue *S. cerevisiae.* [38]

L'efficacité d'huile essentielle de cumin a été étudiée aussi contre la croissance de certaines, bactéries couramment utilisées dans l'industrie alimentaire, le *Lactobacillus curvatus, Lactobacillus sakei, staphylococcus carnosus* et *staphylococcus xylosus* ou liés au apoilage alimentaire (*Enterobacter gergoviae, Enterobacter amigig*), elle a montré un effet inhibiteur contre toutes les bactéries testées [39]. Alors que cette huile est dotée d'une activité antifongique significative contre *pseudallescheria boydii* et *aspergillus flavus* et aussi contre différentes aspéces pathogènes de *candida* à montrer des zones d'inhibition varient de 7 à 50 mm [40, 41]

Le temps total de la mort lors de l'exposition à l'huile essentielle de cumin était de 20, 180 et 90 min pour *E. coli, S. aureus et L. monocytogenes*, respectivement cela présentait une forte activité antimicrobienne [42], la durée de conservation des fraises a été augmentée de maniéré significative par l'utilisation des huiles essentielles de cumin, car elles inhibaient les champignons (*Botrytis cinerea*). [43]

- ✓ Activité antimicrobienne quantitative

L'huile essentielle des graines de cumin a montré une bonne efficacité sur la croissance bactérienne de trois souches (*Streptococcusmutants, Proteus vulgarise, salmonella paratyph*i) obtenues suite aux valeurs faibles de CMI comprises entre 20.4 et 62.5µl/ml [44], et vis-à-vis de plusieurs agent pathogène d'origine alimentaire (*S. aureus, B. cereus, E. coli, S. enteritidis et L. moncytogenes*) étaient de 0,37 à 3,0 mg/ml [45]. Alors qu'elle été étudiée contre deux espèces de candida pathogène (*C. albicans et C. dubliniensis*) d'où la meilleure CMI de l'huile a été enregistrée était 289 mg/ml. [46]

4.2 Activité antioxydant

Les cellules et tissus humains peuvent êtresoumis a une grande d'agressions physique (traumatisme, irradiation, hyper ou hypothermique), chimiques (acidose, toxines) et métaboliques (exposition à des xénobiotique, privation d'in facteur hormonal ou facteur de croissance). La plupart de ces agressions débouchent sur une expression commune appelée stress oxydant, dues à l'exagération d'un phénomène physiologique, normalement très contrôlé, la production de radicaux dérivés de l'oxygéné. [47]

L'huile essentielle du cumin a montréde l'activité anti-radicalaire et antioxydant. Parmi les tests les plus utilisés, la méthode au DPPH et la méthode du blanchissement du β-carotène. Cependant, les résultats de l'essai de blanchissement du β-carotène ont été meilleurs que ceux de l'essai du balayage du radical libre 2-2diphenylpicrylhydrazyl (DPPH). [44]

III

Les Oximes

1. Définition

Une oxime est un composé chimique appartenant aux imines, de formule générale RR'C=NOH, R est une chaine latérale organique et R' peut être l'hydrogène formant une aldoxime, ou un autre group organique, formant une cétoxime. Les oximes, o-substituée formant une famille étroitement apparentée de composé, Les amidoximes sont des oximes d'amides de structure général RC (=NOH) NR'R''. [48]

Les oximes sont générale ment formée par la réaction de l'hydroxylamine avec des aldéhydes ou des cétones. Le terme oxime remonte au 19 ém siècle, une combinaison des mots oxygéné et imine.

2. La synthèse :

La méthode le plus classique [49], consiste à faire réagir une cétone ou un aldéhyde avec le chlorhydrate d'hydroxylamine (NH_2OH. HCl) en milieu basique (alcool/ pyridine) a reflux.

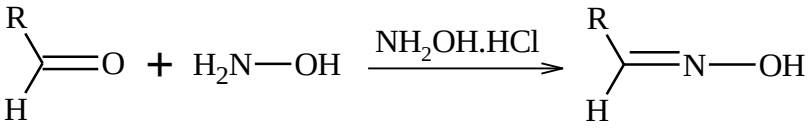


Figure 23 : Réaction de synthèse des oximes. [50]

Le mécanisme est une addition, élimination qui ne nécessite pas de la catalyse va la grande réactivité de l'hydroxylamine de son chlorhydrate dans le milieu. [50]

Il existe d'autres méthodes de synthèse des oximes.

- ✓ La nitrosation sur un carbone porteur d'un hydrogène actif :[51]

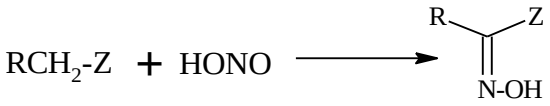


Figure 24 : Réaction de la nitrosation sur un carbone porteur d'un hydrogène actif. [50]

- ✓ L'addition de NOX sur une oléfine : [52]

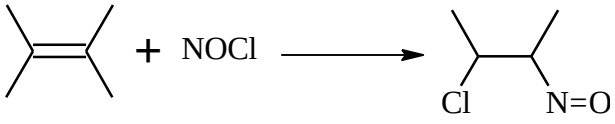


Figure 25 : Réaction de l'addition de NOX sur une oléfine. [50]

- ✓ L'addition de NOX sur une oléfinea :[53]

Le produit initial est toujours un composé p-halogéno nitroso, qui se tautomérise en oxime. On rencontrs aussi I'oxydation d'amines primaires en composés nitroso par I'acide de Caro ou H2O2 dans l'acide acétiqueas. [54]

Si le dérivé nitroso comporte un hydrogène eu α, le composé se tautoméries en oxime. [55]

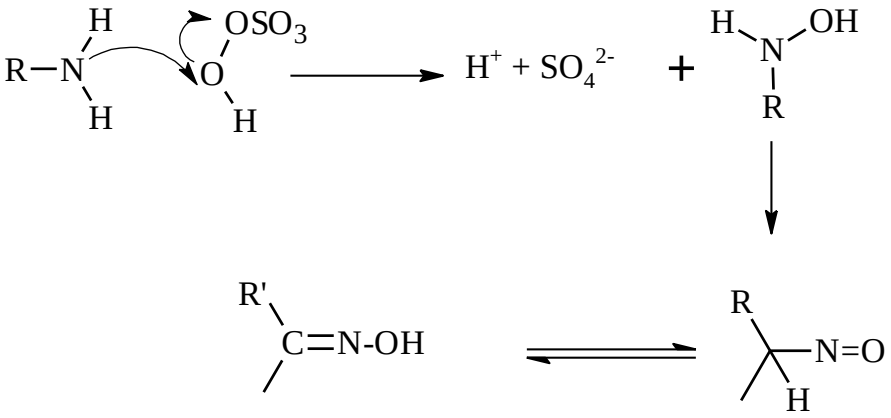


Figure 26 :Réaction de tautomériesle dérivé nitroso qui comporte un hydrogène eu αen oxime.[50]

En fin, on rencontre la réduction de composé nitroaliphatique en oximes

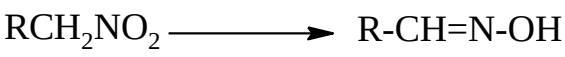


Figure 27 :Réaction desynthèse de oxime par la réduction de composé nitroaliphatique. [50]

3. Application d'oximes :

Dans les applications industrielles, les oximes sont utilisées dans la production d'un composé organique qui est précurseur du polymère nommant Nylon6.

En chimie organique, ceux-ci sont également utilisés comme antidotes qui sont utilisée comme agent nerveux

Au japon, l'oxime nommant perillaldéhyde est utilisée comme édulcorant artificiel

Dans les peinturesà huile, l'oxime appelé méthyléthyl-cétoxime est utilisé comme additif pour empêcher la peau des produits chimiques

L'oxime appelée acétone oxime est utilisé comme désoxydant ou inhibiteur de corrosion qui abaisse la toxicité. [56].

PARTIE ÉXPERIMENTALE



I

Matériels Et Méthodes



La partieexpérimentale a été réalisée au niveau du laboratoire de la faculté de génie des procédés d'université de Blida, et des laboratoires de hale technologie d'université de Médéa

1. Matériels :

Dans ce chapitre, nous présentons les différents produits et matériaux utilisés, et nous donnons un rappel bibliographique sur les principes fondamentaux des différentes méthodes de caractérisation utilisées dans ce travail.

1.1 Matériels végétal

La plantes que nous avons utilisée lors de notre expérimentation est : le cumin (***Cuminum cyminum)*** provenant des hauts plateaux de l'Algérie

1.2 Réactifs et solvant

Les réactifs et les solvants sont employés cités dans le tableau suivant :

Réactif	Solvant
Cumin aldéhyde $C_{10}H_{12}O$	Etnanol 99.9% $CH_3\ CH_2\ OH$ (PANREAC)
Chlorure hydroxylamine 98.80% $NH_2\ OH.HCl$ (FLUKA)	L'eau distillée

Tableau 1 : Les produits et les solvants chimiques

1.3 Verrerie

- ✓ Eprouvette
- ✓ Verre de montre
- ✓ Erlenmeyer
- ✓ Fiole jouges
- ✓ Bécher
- ✓ Burette
- ✓ réfrigérant

1.4 Appareillage

- Chauffe ballon
- Refractomètre
- Agitateurmagnétique
- Autoclave
- Evaporateur rotatif

1.5 Matériel d'analyse

- Spectroscopie IRTF

À spectroscopie *infrarouge à transformée de Fourier ou spectroscopie* IRTF (ou encore *FTIR, de l'anglais Fourier Transform InfraRed spectroscopy*) est une technique utilisée pour obtenir le spectre d'absorption, d'émission, la photoconductivité ou la diffusion Raman dans l'infrarouge d'un échantillon solide, liquide ou gazeux.

Un spectromètre FTIR permet de collecter simultanément les données spectrales sur un spectre large. Ceci lui confère un avantage significatif sur les spectromètres à dispersion qui ne peuvent mesurer l'intensité que dans une gamme réduite de longueurs d'onde à un instant donné. [57]



Figure 28 :Spectromètre FT-IR (infrarouge) Varian Scimitar 1000 FT-IR. [58]

2. **Méthodes**

2.1Extraction de l'huile essentielle de *Cuminum cyminum*

Dispositif d'extraction :

L'extraction d'huile essentielle à été effectuée par hydro-distillation (Figure 31) il s'agit de la méthode la plus simple, et de ce fait la plus anciennement utilisée.

Pour extraire l'huile essentielle de *Cuminum* la technique d'hydrodistillation simple a été utilisé, celle-ci se produit dans l'appareil de Clevenger et consiste à porter à ébullition l'eau à laquelle est mélangée la poudre dans un ballon de laboratoire, et ce, grâce à un chauffe ballon. Les vapeurs hétérogènes ascendantes provenant du ballon progressent dans la partie A puis se condensent sur la surface froide du réfrigérant (partie B). Le condensat est récupéré dans la partie C ou l'huile essentielle se sépare de la phase aqueuse grâce à leurs différences de densité. L'eau en excès retourne dans le ballon par la partie D qu'un robinet à 3 voies (f) fait communiquer avec la partie C. (Figure 30)

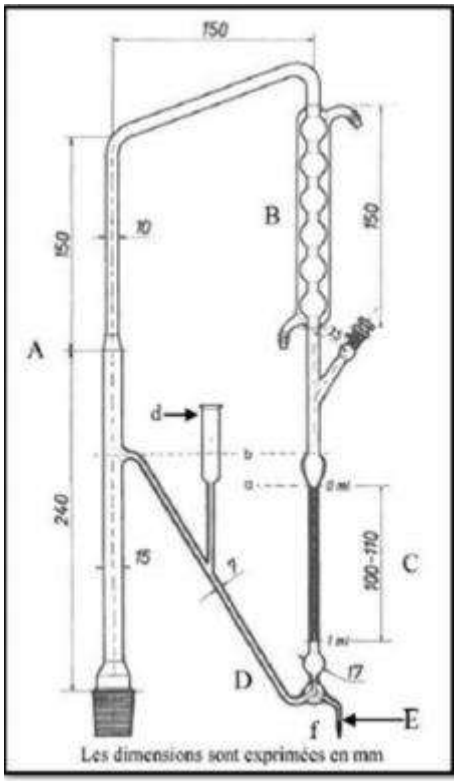


Figure 29 :le Clevenger [1]

Afin de réaliser cette extraction, les étapes suivantes ont préalablement été réalisées :

La matière végétale qui est estimée à 150 g est immergée directement dans un ballon de 2 L rempli d'eau distillée, placé sur une source de chaleur (Chauffe-ballon), le tout est ensuite porté à ébullition. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant suite au choc thermique que subissent les vapeurs .celles-ci se transforment de vapeurs en liquides, puis elles sont récupérées dans un bêcher, et l'huile essentielle se sépare de l'hydrolat par simple différence de densité.



Figure 30 : étapes préalables à l'extraction

(Après deux heures et demie d'extraction, les deux phases (eau florale et huile essentielle) présentes dans la partie C et la partie E sont séparées en tournant le robinet à 3 voies.

L'huile essentielle a été déshydratée avec du sulfate de sodium anhydre (Na2SO4) pour éliminer les traces d'eau avant d'être conservée dans un flacon en verre hermétique et ombré à température ambiante)



Figure 31 : Montage d'Hydro-distillation.

-(1) Clevenger.

-(2) Réfrigérant.

-(3) Ballon de 1000 ml.

-(4) Chauffe-ballon.

-(5) Bécher.

-(6) Support.

Conservation de l'huile essentielle obtenue :

L'huile essentielle extraite est conservée dans un flacon en verre teinté, à basse température, et nous l'avons couvert de papier aluminium pour la préserver de l'air et la lumière.

Rendement :

Le rendement en H.E. est le rapport entre le poids de l'huile extraite et le poids du matériel végétal utilisé (*Lippia citriodora*). Le rendement est exprimé en pourcentage (%) est calculé par la formule suivante :

$$\boldsymbol{R}(\%) = \frac{\boldsymbol{m_{HE}}}{\boldsymbol{m_V}} \times \mathbf{100}$$

- R : rendement de l'huile en %
- m_{HE} : poids de l'huile en g
- m_V : poids du matériel végétal en g.

3. Les caractérisations

3.1 Caractérisation organoleptique

Cette caractérisation a porté sur trois volets :

- ✓ L'aspect
- ✓ La couleur
- ✓ L'odeur

3.2 Caractérisation physico-chimiques

- ❖ caractérisations physiques

Toutes les caractérisations sont déterminées par les méthodes selon la norme AFNOR

- ✓ Indice de réfraction :

Le réfractomètre d'Abbe a été utilisé pour mesurer l'indice de réfraction de l'huile essentielle, à une température T indiquée par le thermomètre de l'appareil.

L'indice de réfraction d'une huile essentielle, 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. La longueur d'onde spécifiée est (589,3*0,3) nm, correspondant aux radiations D1 et D2 du sodium = +0 ,0004(t'-t) : valeur lue à la température t', à laquelle a été effectuée la détermination. Et `'t'' : température de référence.

$$\eta_D^{20}=\eta_D^{t'} + 0{,}0004(t'- 20)$$

η_D^{20}: Valeur de la lecture obtenue à la température « t' » à laquelle a été effectuée la détermination.



Figure 32 : Le réfractomètre d'Abbe

Le réfractomètre a été préalablement étalonné à l'aide d'une solution tampon.

Placer une goutte d'HE de cumin sur le prisme du réfractomètre ;

Effectuer le réglage nécessaire grâce à la micro-visse ; puis lire le résultat.

- Densité relative à 20°C : Norme NF T 75-111

La norme NF T 75-111, recommande l'utilisation d'un pycnomètre

Peser successivement : la fiole vide, la fiole volumes égaux d'huile essentielle, et d'eau distillée

Noter à chaque fois leurs poids exacts ; La pesée a été réalisée à une température de 20°C, à l'aide d'une balance analytique.

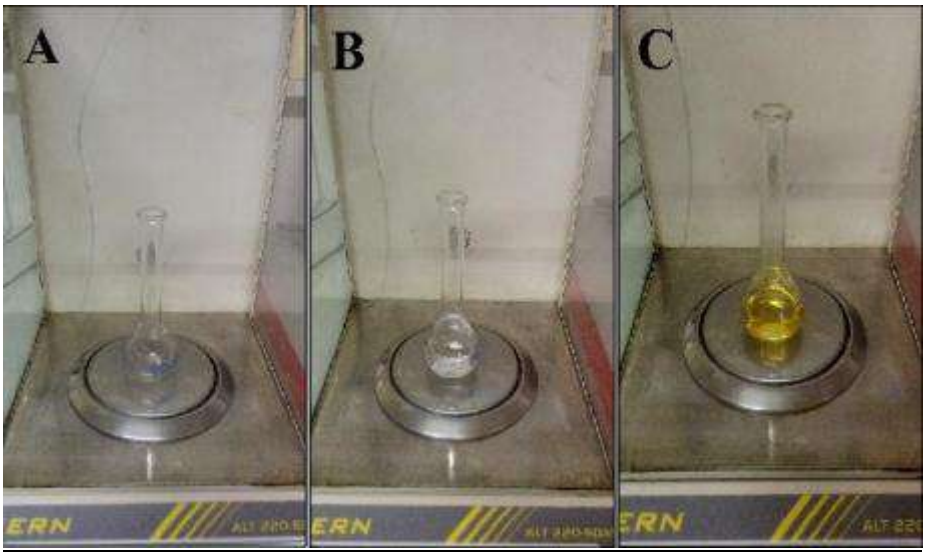


Figure 33 : pesé de la fiole : A- vide ; B- contenant de l'eau purifiée ; C- contenant de l'HE

Calcul de la densité de l'huile essentielle à partir de la loi suivante :

$$d^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

m0 : Masse du pycnomètre vide en gramme.

m1 : Masse du pycnomètre rempli d'eau distillée en gramme.

m2 : Masse du pycnomètre rempli d'huile essentielle en gramme.

- ❖ Caractérisation chimique
  - ✓ Spectroscopie IR

Le spectre infrarouge a été enregistré sur un spectromètreVarian Scimitar 1000 FT-IRa transformer de fourrier, les fréquences d'absorption sont exprimées en cm^{-1}

L'échantillon à analyser a été sur des pastilles de bromure de potassium (KBr).

4. Modification chimique de l'huile essentielle de*cumin cyminum L* :

L'objectif de ce travail est de réaliser la synthèse de l'oxime

Par hémi synthèse à partir d'HE de *Cuminum cyminum* L, on produit l'oxime, celle-ci est plus performant comme antidotes qui sont utilisée comme agent nerveux

La réaction de l'hydroxylamine NH_2OH sur l'HE de *Cuminum cyminum* L(cumin aldéhyde) conduit à une oxime, l'équation de la réaction correspondante est :

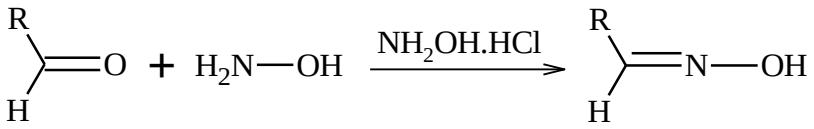


Figure 34 : Réaction de la synthèse d'oxime

Le chlorure d'hydroxylamine, choisi pour de stabilité chimique, peut également réagir d'une similaire pour produire une oxime. La réaction est exothermique.

Mode opératoire :

Préparation d'oxime

Introduire dans une fiole, et à l'aide d'une balance analytique.

- 0,38 gramme de chlorure d'hydroxylamine (NH_2OH HCl)
- 0,51 gramme de cumin aldéhyde ($C_{10}H_{12}O$)
- 10 ml d'éthanol (C_2H_3OH)

Mettre le mélange sous agitation et chauffage

Porte le mélange réactionnel à reflux pend 15 min (la réaction elle est rapide)

Le réfrigèrent, condense les vapeurs afin qu'elles retombent dans le milieu réactionnel

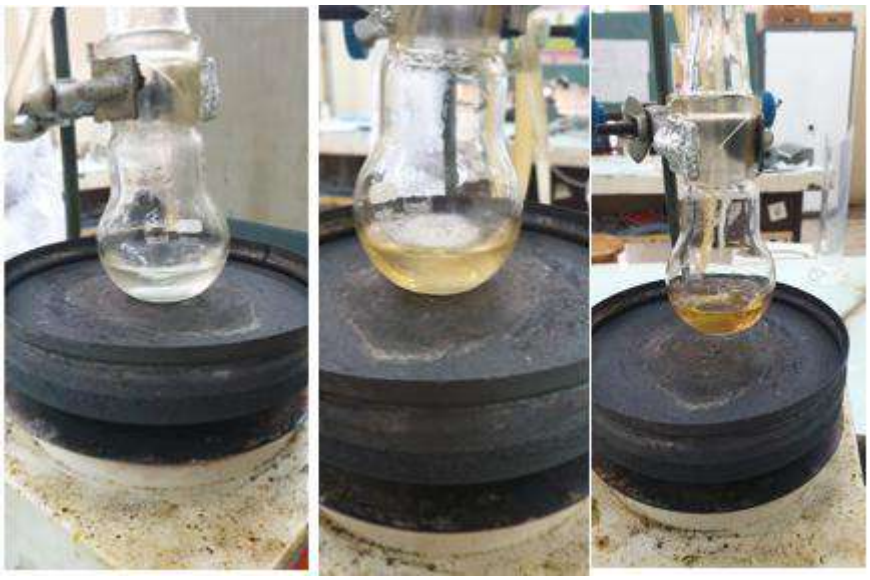


Figure 35 : En travaux pratique, la formation d'oxime

Une fois la réaction termine, le mélange est placé dans Evaporateur rotatif pour que l'éthanol s'évapore



Figure 36 : Evaporateur rotatif

Après évaporation du solvant (éthanol), et refroidissement du mélange réactionnelle ; le produit final (précipité) a été récupéré par filtration.



II
Résultats



Introduction **:**

Dans cette partie d'étude, l'extraction de l'huile essentielle de *Cuminum cyminum* L., leur Caractéristiques organoleptiques, physico-chimiques ainsi que sa modification chimique ont fait l'objet de discussion.

1. **Extraction** :

1.1 Rendement de l'extraction

R % = (mHE/mVégétale) x 100	R % = 2.50 %

A la fin de l'extraction, un rendement de 2.50% calculé en fonction de la matière végétalea été obtenu.

1.2 Caractéristiques organoleptiques

Cette caractérisation de l'HE de *Cuminum cyminum* a portée sur trois volets :

- L'aspect : liquide mobile, limpide ;
- La couleur : jaune clair ;
- L'odeur : odeur anisée

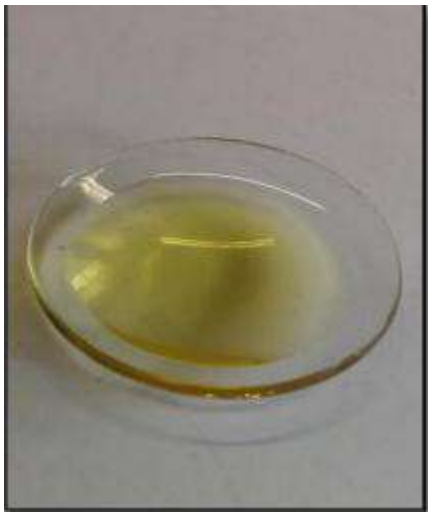


Figure37 : HE de *Cuminum cyminun*

1.3 caractérisation physico-chimique

1.3.1 caractérisation physique

- ✓ **la densité**

d = (m2-m0) / (m1-m0)	$\boldsymbol{d^{20}}$= 0.942

La densité de l'HE de *Cuminum cyminun*testée est égale à 0.942.

- ✓ **l'indice de réfraction :**



Figure 38 : lecture du résultat au réfractomètre

η_D^{20}= nT' + 0.0004 × (T' –T)		η_D^{20}= 1.5184
nT'= 1.503	T = 20°C	T'= 14°C

Interprétation

Le tableau regroupe les caractères physico-chimiques comparés à ceux donnés par la norme A.F.N.O.R

Tableau II : les caractères physico-chimique d'HE de cumin

	Indice η_D^{20}	Densité $\boldsymbol{d^{20}}$
L'huile essentielle du cumin	1.5184	0.942
D'après lanorme A.F.N.O.R.	1.4900 -1.5060	0.905-0.930

D'après la comparaison faite, nous avons constaté que les caractères organoleptiqueset les indices physico- chimiques sont conformes avec ceux de la norme A.F.N.O.R. Par contre nous avons remarqué une légère augmentation de la densité, qui peutêtre expliquée par la nature des fruits du cumin cultivés en Algérie et les conditionsclimatiques dans lesquelles notre plante a évolué.

1.3.2 caractérisation chimique

✓ **Caractérisation par IRTF**

le spectre IR de l'huile essentielle de *C .cyminum* représenté dans la figure 40montre la présence d'un pic situé à 2961 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation d'un C_{tri}-H_{Ar} aldéhyde, un pic situé à 2717 cm^{-1} est attribué à la vibration de la liaison C_{tri}-H aldéhyde, la prédominance de cuminaldéhyde a été confirmé par la présence d'un pic fort situé à 1700 cm^{-1}relative à la fonction carbonyle C=O d'aldéhyde, ainsi que la vibration d'élongation de C=C_{Ar} à 1573 cm^{-1}.

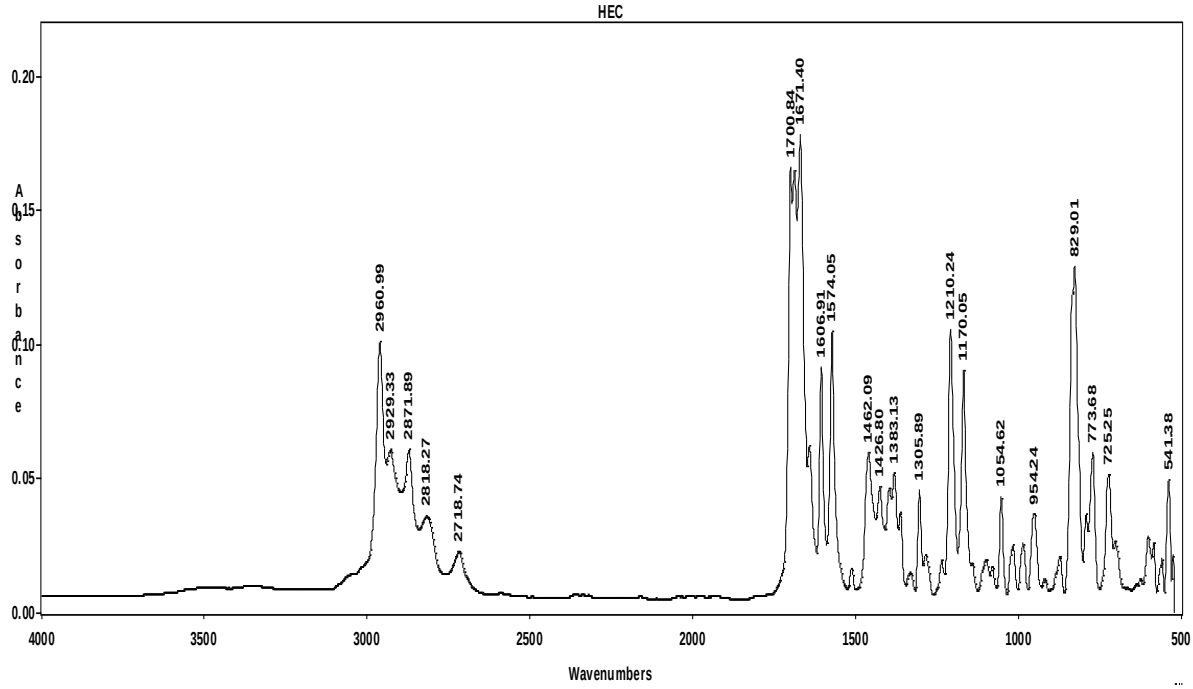


Figure 39 : Spectre IRTF de l'huile essentielle de *C.cyminum*

2. Caractérisation d'huile essentielle modifiée

L'action de l'hydoxylamine sur le cuminaldéhyde à conduit à sa transformation en oxime.

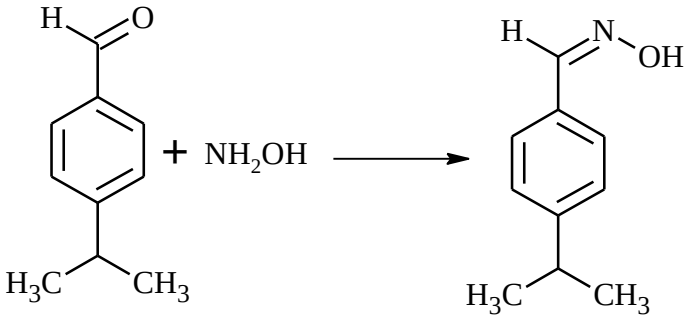


Figure 40 : Réaction de synthèse de l'oxime.

Après observation des produits qui résultent de notre modificationnous avons pu établir ce tableau :

Tableau III : Caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques de l'HE modifié.

	Aspect	Couleur	Odeur	R(%)
Oxime	Liquide	Marron	Sans odeur	89

Caractérisation par IRTF

Le spectre IR de l'HE de cumin modifié est caractérisé par la disparition du pic relative à la fonction C=O d'aldéhyde et l'apparition d'une bonde forte à 3371 cm^{-1} de la fonction OH et un pic à 1612 cm^{-1} de la liaison C=N ; ce qui confirme que l'HE a été modifié selon la réaction figure 42.

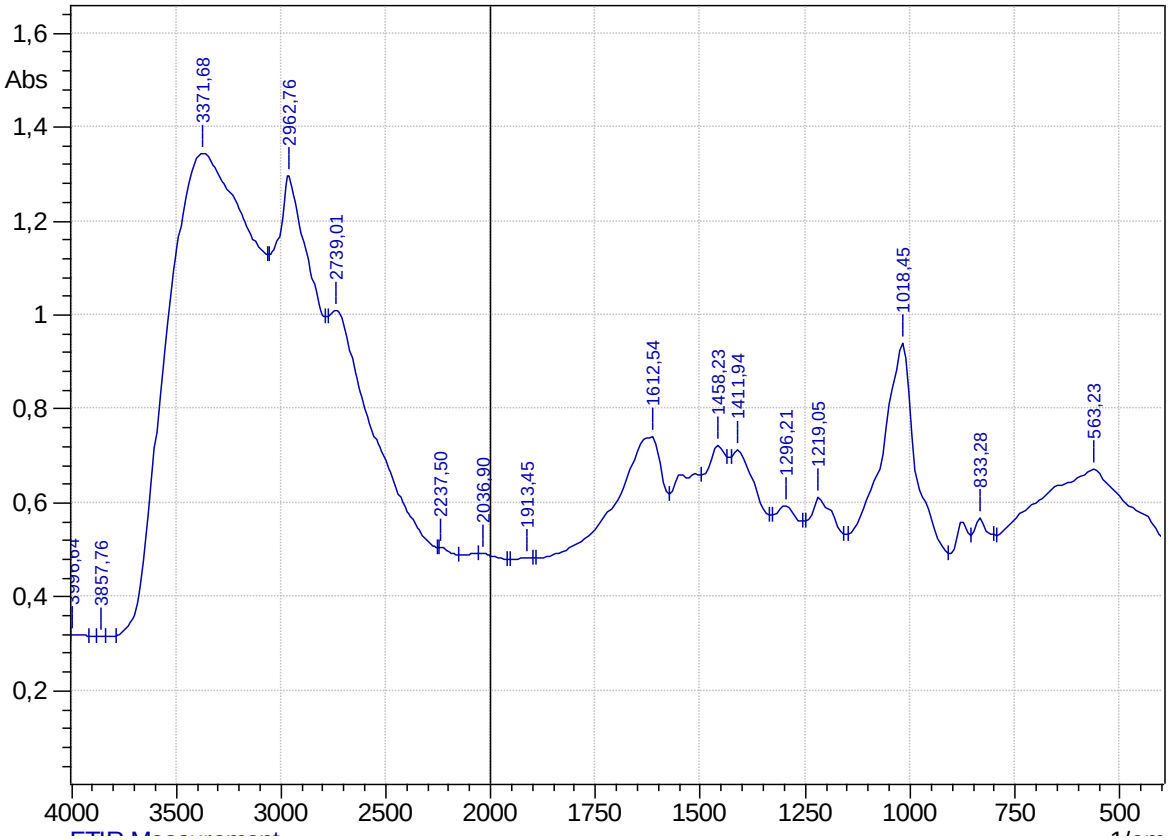


Figure 41 : Spectre IRTF de l'HE de cumin modifié



III

Discussion



Tous les résultats obtenus seront discutés par rapport aux espèces de *Cuminum cyminun* comme composé majoritaire.

1. Rendement d'extraction de l'HE

L'extraction de l'HE du *Cuminum cyminun* par hydrodistillation révèle à une valeur du rendement de 2,50%, ces résultats restent en accord avec celui citées dans la littérature. Du fait le rendement en HE du *Cuminum cyminun* semble plus important que celui mentionné par (Yezza et Djediai, 2016)[59] (1.02%), et inférieur à celui trouvé par (Abdellaoui et ses collaborateurs, 2016) [60] (5.27%).
Cette différence du rendement en huile essentielle est tout à fait normale puisqu'elle peut être attribuée à plusieurs facteurs en même temps d'une part à la drogue utilisée, mais aussi aux facteurs climatiques et environnementaux, à l'organe de plante, la situation géographique, l'âge, la période de la cueillette.

2. Caractérisation organoleptique de l'HE de cumin

Tableau IV : comparaison des caractères organoleptiques de notre huile essentielle avec 02 études rapportées par la littérature

	HE testé	YAACOUB, 2018	Abbas.M 2019
Aspect	Liquide mobile, limpide	Limpide mobile	Limpide
Couleur	Jaune claire	Limpide	Jaune pale
L'odeur	Odeur anisée	Caractéristique épicée aromatique	Odeur puissante et épicée

On note que nos huiles essentielles ayant des caractéristiques organoleptiques du même ordre à des propriétés en accord et comparables avec ceux donnés [61], [62] par la littérature et par la direction de normalisation

3. Caractérisation physique de l'HE
   - ✓ **Densité relative**

Tableau V : comparaison de la densité de notre huile essentielle avec 02 études rapportées par la littérature

	HE testé	Dridi.F 2005	YAACOUB 2018
Densité	0,942	0,953	0,9104

La densité de l'HE testée est comparable à celle de Dridi.F (2005) [31] et légèrement supérieure à celle de YAACOUB (2018) [61]. Cette discordance peut être expliquée par une différence de pureté des HE testés et des conditions opératoires.

Cette valeur concorde avec la norme générale des HE retrouvée dans la littérature.

- ✓ **Indice de réfraction**

La densité relative constitue un critère très important pour évaluer la qualité d'une huile essentielle dans différance domaine de la vie (cosmétique, pharmacie, agroalimentaire, etc.…). Elle peut facilement donner un aperçu sur la naturalité des produits ainsi que les tentatives de fraudes et d'altération.

Tableau VI:comparaison de la densité de notre huile essentielle avec 02 études rapportées par la littérature

	HE testé	Saha et al 2006	YAACOUB 2018
L'indice de réfraction	0,942	0,90	0,9104

Pour l'indice de réfraction, notre résultat est comparable à celui de Saha et al (2006)[63] et légèrement supérieure à celle de YAACOUB (2018) [61].

Les valeurs obtenues des densités de nos huiles essentielles sont comparables aux valeurs des normes (tableau V).

4. Caractérisation d'huile essentielle modifiée

L'action de l'hydroxylamine sur le cuminaldéhyde à conduit à la formation de l'oxime ; ceci a été confirmé par l'analyse IR ou la disparition du pic caractéristique de la fonction C=O aldéhyde de l'HE de cumin situé à 1700cm^{-1} a été observé dans le spectre IR de l'HE modifié avec l'apparition de nouveaux pics 3371 à et à 1612 cm^{-1} de la fonction OH et de la liaison C=N respectivement.

CONCLUSION

De nos jours, les huiles essentielles sont des substances très sollicitées dans divers domaines. La thérapeutique médicale étant le domaine dans lequel elles sont le plus prometteuses avec leur activité antimicrobienne, qui peut être mise à profit face aux résistances bactériennes qui ne cessent d'augmenter.

Le présent travail est consacré à une étude expérimentale concernant l'extraction de l'HE de cumin par hydro-distillation, suivie par la caractérisation physico-chimique de cette huile essentielle.

Le rendement en huile essentielle obtenu par hydrodistillation de cette plante (2,5%) est important, comparé avec le rendement en huiles essentielles d'autre plantes.

Les caractéristiques organoleptiques (aspect, odeur et couleur) de l'HE obtenue par hydro-distillation présente des valeurs en accord avec celles retrouvées dans la littérature témoignent la bonne identification de notre spécimen.

La détermination des propriétés physico-chimiques (densité, indice de réfraction, analyse par IRTF..) de l'essence recueillie nous a conduits à des valeurs conformes aux normes de commercialisation des huiles essentielles établies par des travaux antérieurs.

L'analyse chimique par Spectroscopie IRTF a montré la prédominance des aldéhydes (le cumin aldéhyde et le 2-caren-10-al) dans l'HE de C. cyminum.

Une modification chimique de l'huile essentielle de *Cuminum cyminum* L. dans le but de réaliser la synthèse d'oxime par hémi synthèse à partir a été réalisée par action de NH_2OH sur l'HEde *Cuminum cyminum* L. ; cette modification a été confirmée par l'analyse de l'oxime par IRTF qui a montré la disparition totale des aldéhydes et l'apparition des oximes

REFERENCE BIBLIOGARAPHIQUES

[1] HESSAS Thafsouth , SIMOUD Sounia Contribution à l'étude de la composition chimique et à l'évaluation de l'activité antimicrobienne de l'huile essentielle de *Thymus sp,* Université TIZI-OUZOU

[2] ABRAHAM.P, PARIDHAVI.M (2013), A review of comprehensive study on medicinal plants of polyherbal formulation-churna, *Asian Journal of pharmaceutical and Clinical Research*, 6(4), 10-18.

[3] Bobbarala. V, Rybicki. EP, Chikiwamba. R, Koch. M, Rhobes.JI, Groenewald. JH, (2012). Asearch for antimicrobial agents. Croatia, In tech ; *Plant mode therapeutics : an emgerging platform in south Africa. AJB* : 30(2) :449-59.4

[4] Jean. B, (2009). Pharmacognosie, *Phytochimie, Plantes médicinales*. *(4^{e} éd*). Lavoisier.

[5] Dhaliwal. HK, Singh.R, Sidhu. JK, Grewal. JK, et Sadhar. G, (2016), Phytopharmacological properties of *Cumimum Cyminum Linn.* As a potential medicinal seed : an overview, World Journal of Pharmaceutical Sciences, 5(6), 478-489.

[6] Al-Snafi A. E, (2016), The pharmacological activities of *Cuminum Cyminum* – A review, IOSR Journal of Pharmacy ; 6(6), 46-65

[7] ANSM. Recommandations relatives aux critères de qualité des huiles essentielles. Site Web de l'ANSM. [En ligne] 2008. http://ansm.sante.fr/.

[8] Festy, Danièle. Ma bible des huiles essentielles. 2008.

[9] Bonnafous, Catherine. Traité scientifique : Aromathérapie, aromatologie et aromachologie. 2013.

[10] Charles PIERRON, Mémoire, Les huiles essentielles et leurs expérimentations dans les services hospitaliers de France : exemples d'applications en gériatriegérontologie et soins palliatifs UNIVERSITÉ DE LORRAINE (2015)

[11] Mlle ATTOU Amina, Mémoire, Détermination de la Composition Chimique des Huiles Essentielles de Quatre Plantes Aromatiques de l'Ouest Algérien (Région d'Ain Témouchent) Etude de Leurs Activités Antioxydante et Antimicrobienne Universite Tlemcen 2017

[12] Boukhobza F. et Goetz P, 2014, Phytothérapie en odontologie (guide clinique), Edition CdP, ISBN 978-2-84361-244-2/ISSN 1242-899X.

[13] Rhind J.P., 2012, Essential oils: a handbook for aromatherapy practice, 2nd edition, Singing Dragon London and Philadelphia, eISBN 978-0-85701-072-8.

[14] Stewart D., 2005, The chemistry of essential oils made simple: God's love manifest in molecules, Marble Hill, Missouri, ISBN 978-0-934426-99-2/LCCN 2004091768.

[15] Tisserand R. et Young R., 2014, Essential oil safety: a guide for health care professionals, 2nd edition, Churchill Livingstone, Elsevier, ISBN 978-0-443-06241-4.

[16] Site Web, agronmie.info/ Les methodes d'extraction, By BEDRANE Mohamed.

[17] BRUNETON J., 1987. « Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales » 1 iére Editions

[18] VONROCHEMBERG C., 1910. Theorie der gewinning and trennung der atherishen ol durch destillation. Selbot-verlag Von Shimmel : p 432.

[19] LAYADI et SOUADKI., 1999. Contribution à l'étude des huiles essentielles de deux plantes : Ocium basilicum L. et Santolina chamaecyparissus L. thèse d'ingénieur en agronomie institu national agronomique el harach.

[20] Garneau F.X. Huiles essentielles : de la plante à la commercialisation - Manuel pratique. Corporation Laseve, Université du Québec à Chicoutimi (2005). 185p

[21] ROBIN DESCHEPPER, Mémoire, VARIABILITÉ DE LA COMPOSITION DES HUILES ESSENTIELLES ET INTÉRÊT DE LA NOTION DE CHÉMOTYPE EN AROMATHÉRAPIE, Marseille Université p(37) 2015.

[22] Piochon M. Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne : composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse. Mémoire pour la maitrise en ressources renouvelables. Université du Québec à Chicoutimi, 2008.

[23] Set Web : albertvieille.com

[24] Set Web : tpe-huile essentielle-monsite.com les déférents procédés d'extraction d'une huile essentielle

[25] Set Web : ZAYAT-AROMA.com. Entreprise familiale, 1985

[26] BOUKHATEM Mohamed Nadjib, FERHAT Amine et KAMELI Abdelkrim, Revue Agrobiologia (2019) 9(2): 1653-1659, MÉTHODES D'EXTRACTION ET DE DISTILLATION DES HUILES ESSENTIELLES : REVUE DE LITTÉRATURE p(1658) 2019.

[27] Set Web : frutos.info/26-omr-2 p le Karstvennye-rasteniya, composition chimique du cumin

[28] Aéimovié M. G, Kostadinovié. L.M, Popovié.S.J, et Dojeinovié N. S, (2015), Apiaceae seeds as functional food, Journal of agricultural Sciences, 60(3), 237-246.

[29] Singh R. P, Gangadharappa. H. V, et Mruthunjaya. K, (2017), Cuminum Cyminum- A Popular Spice : An Updated Review, *Pharmacognosy Journal*, 9(3), 292-301.

[30] Behera. S, Nagarajan. S, et Rao. L. J. M, (2004), Microwave heating and conventional roasting of cumin seeds (*Cuminum Cyminum L.)* and effect on chemical composition of volatiles, Food Chemistry, 87(1), 25-29

[31] Dridi F, Extraction et analyse de l'huile essentielle de cumin formulation d'une pommade décongestionnante, Université BOUMERDES 13-15 (2005)

[32] Sahana. K, Nagarajan. S, Jagan. L, et Rao. M, (2011), Cumin (*Cuminum Cyminum L.) Seed Volatile Oile : Chemistry and Role in Health and Disease Prevention, Nuts and Seeds in Health and Disease Prevention, 417-427*

[33] Minakshi De, Amit Krishna De, Ranjan Mukhopadhy A Y, Arun Baran Benerjee and Manuel Miro, Antimicrobial Activity of *Cuminum Cyminum L.* Ars pharmaceutica, 44-3 ; pp 257-269, 2003.

[34] El-Sawi S. A et Mohamed M. A, (2005), Cumin herb as a new source of essential oils and its response to foliar spray with some micro-elements, *Food Chemistry*, 77(1) ; 75-80

[35] Kara M, Baser K. H. C, Beis S. H, Azcan N, et Ozek T, (2000), Production of essential oil from cumin seeds, *Chemistry of Natural Compounds*, 36(3), 265-268.

[36] Toroglu. S et Imam K. S, (2011), In-Vitro antimicrobial activity and synergistic antagonistic effect of interactions between antibiotics and some spice essential oils, *Jouenal of Environmmental Biology*, 32(1), 23-29

[37] Athamena. S, Chalghem. I, Kassah Laouar. A, Laroui. S, et Khebri. S, (2010), activité anti-oxydante et antimicrobienne d'extraits de *Cuminum Cyminum L. Lebanese Science Journal, 11(1), 69-81.*

[38] Viuda Martos M, Ruiz Navajas Y, Femandez Lopez J, et Perez Alvarez J.A, (2007), Chemical composition of the essential oils obtained from some spices widely used in Mediterranean Region, *Acta Chemica Slovenica*, 54(4), 912-926.

[39] Atta Ur Rahman Choudhary, Iqbal M, Afgan F, Aftab A, Zafar I. M, Betur. D, Fatih. D, et Can B. K. H, (2000), Antifungal activities and essential oil constituents of some spices from Pakistan, Journal of the Chemical Society of Pakistan, 22(1), 60-65.

[40] Nostro. A, Cellini. L, Di Bartolomeo. S, Di Campli. E, Grande. R, Cannatelli. M. A, Marzio. L, et Alonzo. V, (2005), Antibacterial Effect of Plant Extracts Against Helicobacter Pylori, *Phytotherapy Resseach*, 19, 198-202.

[41] Fakoor. M. H, et Rasooli. I, (2008), Pathogen Control by Abtioxidative Characteristics of Cuminum *Cyminum* and Rosmarinus officinalis Essential oils, International *Workshop on Medicinal and Aromatic Plants*, 786, 125-136.

42] Asghari Marjanlo. A, Mostofi Y, Shoeibi S, et Fattahi. M, (2009), Effzct of cumin essential oil on postharvest decay and some quality factors od strawberry, *Journal of Medicinal Plants*, 3(31), 25-43.

[43] Oroojalian F, Kasra Kermanshahi R,Azizi M, et Bassami M. R, (2010), Phytochemical composition of the essential oils from three Apiaceae species and their antibacterial effects on food-borne pathogenes, Food Chemistry, 120(3), 765-770.

[44] Bettaieb I, Bourgou S, Wannes W. A, Hamrouni I, Limam F, et Marzouk B, (2010), Essential oils, phenolics, and antioxidant activities of different parts of cumin, Journal of Agricultural and Food Chemistry, 58(19), 10410-10418.

[45] Karbin S, Rad A. B, Aroiee H, et Sasan J, (2009), Antifungal Activities of the Essential Oils on Post-harvest Disease Agent Aspergilus Flavus, Environmental Biology, 3(3), 219-225.

[46] Tour. D, (2015), Etude chimique et biologique des huies essentielles de quatre plantes aromatiques medicinales de Cote D'Ivoire, these de doctorat, Département de chimie organique, Facukté de Biochilie, Université Felix Houphoeut Biogny, Cote d'Ivoire, 17.

[47] Jayaprakasha G. K, Negi P.S, et Ra L. J. M ; (2007), Antioxidant and antimutagenic activites of cinnanommum zeylanicum fruit extracts. Journal of Food composition and analysis, 20(3-4), 330-336.

[48] Google Web Set

/http:/www. Wékipidia.com/ Définition des oximes .

[49] J. M. J. Tronchet, F. Habashi, J. P. Fasel, G. Zosimo-Landolfo, F. Barbalat-Rey et G. Moret *Helv. Chim.* Acta 69,1132-t136 (1986).

[50] Fabienne de VILLEDON de NAIDE, NOUVEAUX ANALOGUES DE L'URIDINE PORTANT UNE SONDE PARAMAGNETIQUE : SYNTHESE, SPECTROSCOPTE ET ACTTVITE BTOLOGIQUE, FACULTE DES SCIENCES UMVERSITE DE OENEVE, 18-22 (1992)

[51] O. Touster Oganic Reactions, Eds R. Adams, A. H. Blatt, A. C. Cop, F. C. Mc Grew, C. Nielmann, H. R. Snyder, Wiley & Sons 7, 327-377 (1953).

[52] P. P. Kadzyauskas & N. S. Zefirov Russ. chem. Rev.37, 543-550 (1969).

[53] R. R. Holmes & R. p. Bayer J. *Am. chem. soc*.82, 3454-3456(1960).

[54] K. Kahr & C. Benher *Chem. Ber*.93, 132-136 (1960).

[55]. J. F. Knifton J.*Org.Chem*.38, 3296-3301 (1973).

[56] Google Web Set

https://byjus.com/chemistry/oximes/

[57] Web Sert :
https://fr.wikipedia.org/wiki/Spectroscopie_infrarouge_%C3%A0_transform%C3%A9e_de_Fourier#Applications

[58] Google Web Set : bibliothèque de photo
https://commons.wikimedia.org/wiki/File:IR_spectrometer.jpg

[59] Yezza Samiha et Djediai Rania.analyse physico-chimique et activités biologiques des huiles essentielles de quelques épices. Mémoire de Master Académique.Université Kasdi Merbah Ouargla (2016).

[60] Abdellaoui M., Kasrati A., Allaoui A., El Rhaffari L. Caractérisations Agronomiques et Activités anti Oxydantes des Huiles essentielles des Populations Locales du Cumin (Cuminum Cyminum) Conduit sous des Conditions de Production Biologique dans la Réserve

de Biosphère des Oasis du Maroc. European Journal of Scientific Research, Vol. 137 (2016), pp. 11-25.

[61] YAACOUB Rahma, TLIDJANE Imane ; Caractérisation physico-chimiques et analyses biologiques de l'huile essentielle des grains de Cuminum cyminum L. et de Foeniculum : supercritique 2extraite par hydrodistillation et COMill. vulgare Etude comparative, UNIVERSITE OUM EL BOUAGHI 57-62, (2018)

[62] ABBS, M. MAOUCHE, R. N, Etude chimique de l'huile essentielle de Cuminum Cyminum et Cinnamomum Zeylanicum, test de synergisme antibactérien contre des microorganismes liés a l'alimentation, UNIVESITE BLIDA (2019)

[63] Saha S., Walia1 S., Kundu1 A., Sharma1 K., Singh1 J., Tripathi1 B and Raina A. Compositional and functional difference in cumin (cuminum cyminum) essential oil extracted by hydro-distillation and SCFE. Cogent Food & Agriculture (2016), 2 : 1143166.