

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



SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE OUARGLA



Faculté des sciences et des sciences de l'ingénieur

Département des Sciences de l'Ingénieur

Mémoire de Fin d'étude

en vue de l'obtention de diplôme d'ingénieur d'état

Spécialité : Génie Des Procédés

Option : Génie chimique

Présentées par :

Ghedamsi Rébha

Zeggai Messaouda

Thème

Evaluation des terpènes dans la plante
Foeniculum Vulgaris

Soutenu publiquement devant le jury à le 27/09/2003

Mr : A. Benouna	M.A (Université de Ouargla)	Président
Mr : M.R.Ouahrani	M.A.C.C (Université de Ouargla)	Examinateur
Mr : L.Segni	M.A.C.C (Université de Ouargla)	Examinateur
Mr : N.Gherraf	M.A.C.C (Université de Ouargla)	Rapporteur

Promotion 2002/2003

ملخص :

إن الدراسة الحالية تهدف أساسا إلي تقييم معدل التربينات كما و نوعا في نبتة البسباس. و قد تم إنجاز مسح كيميائي لمختلف العائلات الكيميائية المحتواة في هذه النبتة ، ثم بعد ذلك تم استعمال كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة لمختلف مستخلصات أعضاء النبتة بواسطة عدة أنظمة مذيبات لمعرفة أحسن نظام لكي يستعمل في عملية الفصل.

الكلمات الدالة : التربينات ، مسح كيميائي ، كروماتوغرافيا

Summary :

The present study is aimed mainly at assessing the terpenoide rates qualitatively and quantitatively in the plant *Foeniculum vulgare*.

The work carried out has dealt with a phytoscreening of the plant as far as the main chemical families are concerned followed by thin layer chromatography analyses of the different plant organs.

Many solvent eluting systems have been tried and the best one is chosen for any subsequent separation.

Key words : terpenoide, phytoscreening, chromatography.

Remerciements

- *Nous exprimons nos profonds remerciement à mon Encadreur, Mr.Noureddine Gherraf pour l'aide qu'il m'a apportée, pour sa patience et son encouragement D'avoir bien accepter de m'encadrer et de me guider tout le long de ce travail.*
- *Nous remercions :Mr.Lanez.Touhami président de département de l'ingénieur.*
- *Un grand remerciements : Y.Chabouaat, M.Belfar, D.Ghilani,F.Nettari, H.Sabah, A.Kessal, Y.Mehdjoubi et S.Abdessettar*
- *Nous tenons remercier les personnels de laboratoire de valorisation et promotion des ressources sahariennes Mr.T.Gougui et Mme.N.Aloui.*
- *Nous remercions les personnels de bibliothèque Mr.Hakoum , Belkhaire et Habel, sans oublier le cybercafé anouar pour leur aide.*
- *Nous remercions les membres du jury : Mr.A.Benouna , Mr. R.OUAHRANI ,et Mr.L.SEGNI.*
- *Nous remercions tous les enseignants :Mr.M.Korichi,Mr.Ghrabe ,Mr.S.Sellami et Mr.L.SAKHRI.*
- *En fin, Nous remercions tous nos amis et collègue pour leur soutiens moral tout au long de la préparation de ce mémoire.*

Liste des Figures :

	<u>Page</u>
Figures N° 1: Les squelettes principaux des terpènes	06
Figures N° 2: La plante <i>Foeniculum vulgare</i> dans la région Hassi ben Abedallah (20 Km dans le Nord de Ouargla).	32
Figures N° 3: Les différents étapes de l'extraction des terpènes par solvant.	35
Figures N° 4: Montage de l'extraction des terpènes (Les huiles essentielles) par hydrodistillation.	37
Figures N° 5: Les étapes de l'extraction de l'H.E par hydrodistillation.	38

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau N° 1: Les différents types de terpènes rencontrés dans le règne végétal.	09
Tableau N° 2: Résultats des tests phytochimiques.	33
Tableau N° 3: Résultats de l'extraction des terpènes.	42
Tableau N° 4: Résultats de l'analyses chromatographique sur CCM par toluène/acétate d'éthyle (90/10).	43
Tableau N° 5: Résultats de l'analyses chromatographique sur CCM par éther / hexane (2/1).	44
Tableau N° 6: Résultats de l'analyses chromatographique sur CCM par éther/hexane (1/1).	45
Tableau N° 7: Résultats de l'analyses chromatographique sur CCM par hexane/acétate d'éthyle (96/4).	46
Tableau N° 8: Résultats de l'analyses chromatographique sur CCM par toluène/acétate d'éthyle (95/5).	48
Tableau N° 9: Résultats de l'analyses chromatographique sur CCM par toluène/acétate d'éthyle (80/20).	49
Tableau N°10: Nombre des terpènes et les phases mobiles pour chaque organe.	50

Abréviations

H.E	:	Huile essentielle
CCM	:	Chromatographie sur couche mince
UV	:	Ultra violet
R _f	:	Facteur de rétention
Et-OH	:	Ethanol
Me-OH	:	Methanol
CH ₂ Cl ₂	:	Dichlorométhane

SOMMAIRE

	Page
Liste des figures	
Liste des tableaux	
 <u>INTRODUCTION</u>	
<u>PARTIE THEORIQUE</u>	
<u>CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES TERPENES</u>	
I-1- Definition	5
I-2- Nomenclature	5
I-3- Classification	7
I-3-1- Les Monoterpènes	7
I-3-2- Les Sesquiterpènes	7
I-3-3- Les Diterpènes	7
I-3-4- Les Triterpènes	8
I-3-5- Les Tetraterpènes	8
I-3-6- Les Polyterpènes	8
I-4- Historique	10
I-5- Propriétés physiques	12
I-6- Propriétés chimiques	12
I-7- Occurrence dans la nature	12
I-8- Localisation dans le végétale	13
I-9- Etat naturel des terpènes dans la plante	13
I-10- Rôle des terpènes	13
I-10-1- dans le végétale	13
I-10-2- dans l'organisme humain	13
 <u>CHAPITRE II : ELEMENTS PHYTOCHIMIQUES</u>	
II-1- Les alcaloïdes	15
II-2- Les flavonoïdes	15
II-3- Les tanins	16
II-4- Les saponosides	17
II-5- Les glycosides cardiotoniques	18
II-6- Les stéroïdes	19
II-7- Les stérols	19
 <u>CHAPITRE III : PRESENTATION DE LA PLANTE</u>	
III-1- Nomenclature	21
III-2- Taxonomie	21
III-3- Description botanique	21
III-4- Biogéographie	23
III-5- Cycle végétatif	23
III-6- Utilisation thérapeutique	23

CHAPITRE IV : METHODES D'ANALYSE

IV-1- Chromatographie sur couche mince (CCM)	25
--	----

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE V : MATERIELS ET METHODES

V-1- Appareillage	28
V-2- Réactifs	28
V-3- Echantillonnage	30
V-3-1- Cueillette de la plante	30
V-3-2- Séchage de la plante	30
V-3-3- Broyage de la plante	30
V-3-4- Conservation de la plante	30
V-4- Tests phytochimiques de la plante	31
V-4-1- Terpènes	31
V-4-2- Stérols et triterpènes	31
V-4-3- Alcaloïdes	31
V-4-4- Flavonoïdes	32
V-4-5- Tanins	32
V-4-6- Saponosides	32
V-4-7- Cardenolides	32
V-5- Techniques d'extraction	34
V-5-1- Extraction par solvant	34
V-5-2- Entraînement à la vapeur	36
V-6- Techniques de séparations	39
V-6-1- Analyse chromatographique sur couche mince (CCM)	39
V-6-2- Purification par chromatographie préparative	40

CHAPITRE VI : RESULTATS ET DISCUSSION

VI-1- Taux de terpènes dans la plante <i>Foeniculum vulgare</i>	42
VI-2- Analyse chromatographie sur couche mince (CCM)	43
VI-3- Optimisation de conditions de séparations	48
VI-4- Nombre des terpènes et les phases mobiles optimales pour chaque organe	50
VI-5- Les taches communs dans tous les organes	50
Discussion	52

CONCLUSION GENERALE

Conclusion	54
Bibliographie	

INTRODUCTION

Introduction :

L'emploi des plantes dans la médecine traditionnelle remonte à très longtemps. Cette pratique a été délaissée suite à l'apparition des médicaments de synthèse.

De nos jours nous constatons un retour à l'emploi d'une médication plus douce qui n'est autre que l'ancienne phytothérapie.

Ce regain de faveur a permis de mieux faire connaître l'intérêt des plantes médicinales aussi bien dans la médecine traditionnelle que dans la médecine moderne.

Les progrès de la chimie ont permis de connaître la composition des végétaux et de dégager peu à peu la notion de principe actif. Ce dernier distingue plusieurs catégories ; des terpènes, les alcaloïdes, les hétérosides et les autres composés tels que tanins et cardénolides.

Les terpènes constituent un groupe très important de produits naturels se trouvant aussi bien dans le règne animal que dans le règne végétal. Ils constituent entre autre le principe odoriférant des végétaux. Cette odeur est due à la libération des molécules très volatiles.

Dans le cadre de la valorisation des espèces existantes au niveau de la région de Ouargla, on s'est intéressé à l'étude des terpènes existant dans les différents organes du *Foeniculum vulgare* récoltée à Hassi Ben Abdellah.

Ainsi, les objectifs visés par ce travail sont :

- la mise en évidence des terpènes dans les différents organes du *Foeniculum vulgare* à savoir les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines.
- L'estimation du taux des terpènes dans les organes du *Foeniculum vulgare*.
- La mise au point des conditions de séparation des mélanges des terpènes obtenus par un technique de séparation couramment employées à savoir la chromatographie sur couche mince (CCM).
- L'optimisation des conditions de séparation.
- La détermination du nombre des terpènes dans chaque organe.

PARTIE THEORIQUE

CHAPITRE I

GENERALITES SUR LES TERPENES

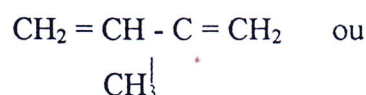
I-1-Définition:

Le terme terpènes est une dénomination collective pour toutes les substances odorantes, qui peuvent être isolées au départ de végétaux. Ce sont des combinaisons organiques, souvent apolaires et très volatiles. Dont on sait depuis très longtemps les extraire sous la forme des "huiles essentielles" [1].

De nombreux composés terpéniques sont employés en parfumerie ou dans diverses autres industries et d'autre part certains représentants de cette classe jouent des rôles biologiques importants (hormones, vitamines) [1].

Au sens strict, les terpènes sont des hydrocarbures, mais de nombreux dérivés fonctionnels de structure apparentée (alcools, aldéhydes, cétones, acides) sont également considérés comme des composés terpéniques [1].

Tous les terpènes sont des polymères (enchaînement) de l'isoprène, donc possèdent une formule brute de nature $(C_5 H_8)_n$ [1] [2].



I-2- Nomenclature:

Pour connaître la nomenclature des terpènes, il faudrait préciser leurs squelettes principaux. Ceux - ci sont regroupés dans la figure N°1 [3].

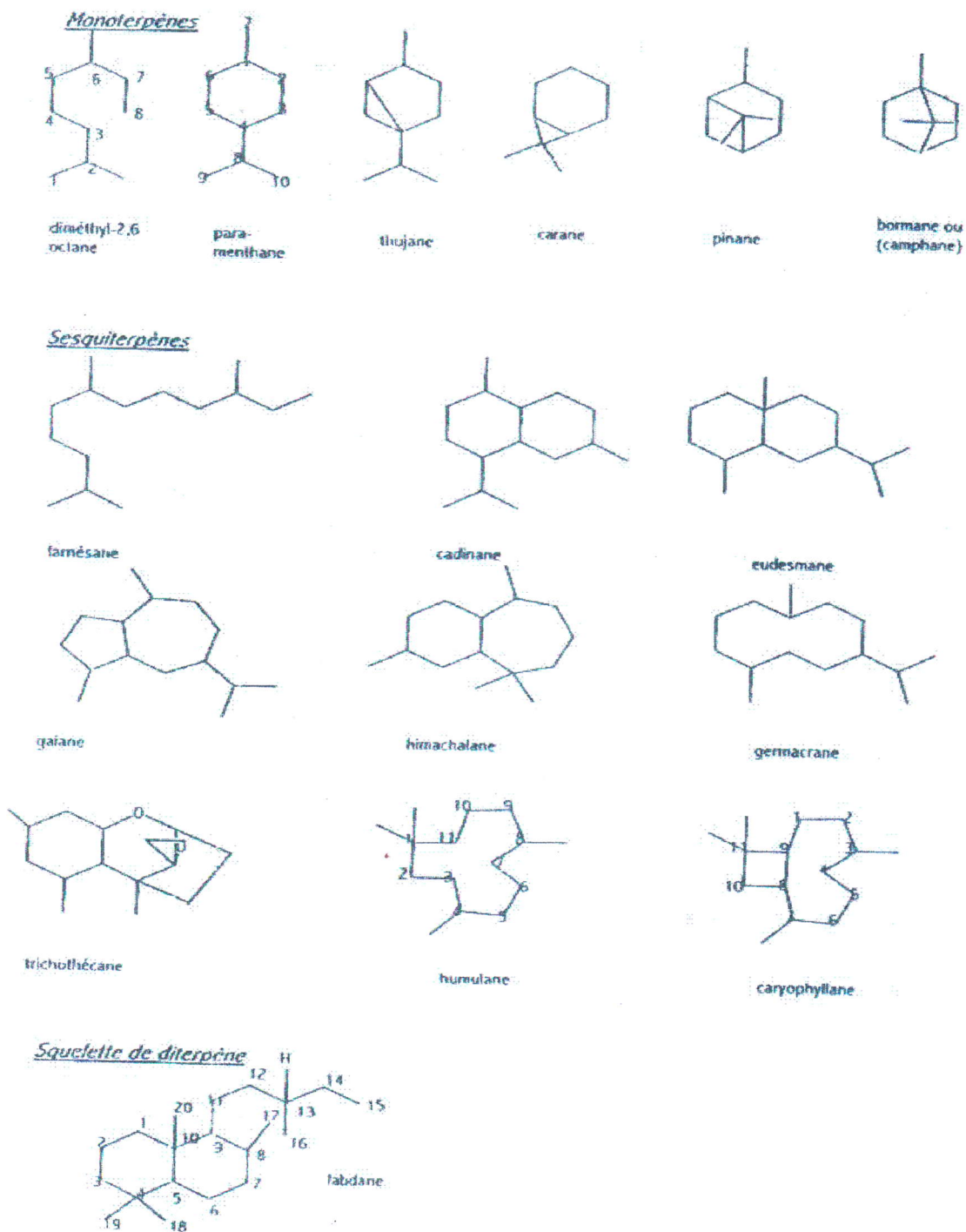


Figure N°1: Les principaux squelettes des terpènes

I-3- Classification :

Les terpènes forment un groupe de produits naturels largement représenté et d'un intérêt chimique considérable. Bien que de structures très diverses, ils ont un caractère commun: ils peuvent être virtuellement déconnectés en unités isopréniques. De ce fait, une classification rationnelle basée sur le nombre d'unités isopréniques qu'ils renferment est possible [3].

I-3-1-Les Monoterpènes:

Les monoterpènes ($C_{10} H_{16}$) peuvent être classés en acycliques, monocycliques et bicycliques. Il existe même un monoterpène tricyclique précisément appelé "tricyclène". Dans chaque série, on rencontre des produits oxygénés tels qu'alcools, aldéhydes, cétones, oxydes, esters ...etc. Ils constituent les composants principaux d'un très grand nombre d'huiles essentielles tirées de fleurs, feuilles ou fruits [3].

I-3-2- Les Sesquiterpènes :

Ils comptent 15 atomes de carbone et peuvent scindés en trois unités d'isoprène [2], ils regroupent:

- les sesquiterpènes linéaires qui sont largement répandus dans le règne Végétal [4].

- Les sesquiterpènes cycliques dont les composés monocycliques et bicycliques sont plus fréquents [4].

I-3-3- Les Diterpènes:

Ils sont un assemblage de quatre unités $C_5 H_8$. Leurs dérivés sont cycliques et acycliques[2]. Parmi les plus importants, on peut citer les vitamines A et certains aldéhydes qui interviennent dans le mécanisme de la vision [2].

I-3-4- Les Triterpènes:

Ils sont un assemblage de six unités $C_5 H_8$, ils comprennent plusieurs groupes de substances et des nombreux composés importants sur le plan biologique [2].

Par exemple, le squalène, extrait du foie de requin est un triterpène important précurseur du cholestérol [1].

I-3-5- Les Tetraterpènes:

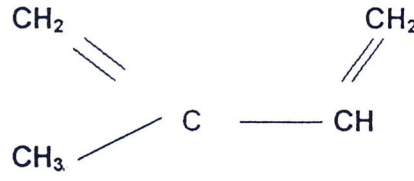
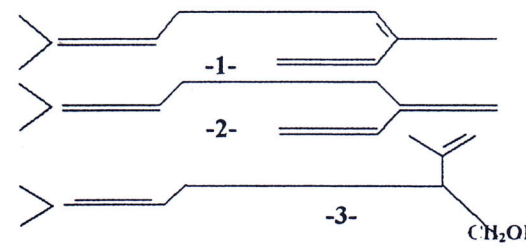
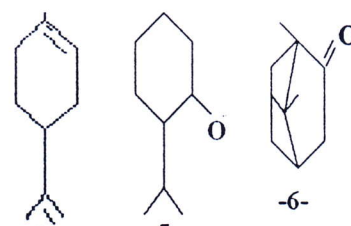

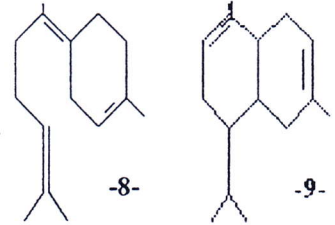

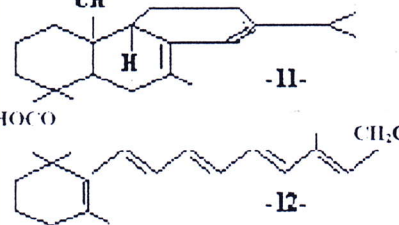

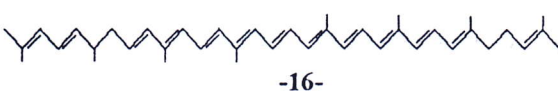
Ils sont un assemblage de huit unités $C_5 H_8$, [2]. Parmi les tetraterpènes les plus important on cite le carotène qui possède une longue chaîne aliphatique avec onze doubles liaisons conjuguées, raison pour laquelle son absorption de la lumière se situe dans le domaine du visible. Ce sont de substances ces fortement colorées qui donnent leur couleur à certains végétaux. Le carotène donne la couleur orange aux carottes et aux feuilles d'automne [1].

I-3-6- Les Polyterpènes:

Le butadiène peut polymériser, pour donner des longues chaînes polyéthyléniques constituant des élastomères c'est-à-dire des substances ayant les mêmes propriétés que le caoutchouc [1].

Les exemples pour les mono - sesqui – di – tri et tétra terpènes sont présentés dans le tableau N°1 [1] [2].

Tableau N° 1 : Les différents types de terpènes rencontrés dans le règne végétal

L'isoprène		
Terpènes	Acyclique	Cyclique
Monoterpènes		
Sesquiterpènes		
Diterpènes		
Triterpènes		
Tétraterpènes		

1- ocymène -2- myrcène -3-lavandulal -4- limonène -5- menthol -6-comphe
 -7- farnésol -8- zingibéréne -9- cardinéne -10- phytol -11- acide obétique
 -12- vitamine A -13- squaléne -14- lupéol -15- anyrine -16- lycopéne -17- B caroténe

I-4- Historique :

Jusqu'au moyen âge, l'art de la distillation sert avant tout à la préparation des eaux distillées. Quand une huile apparaît à la surface de l'eau, cette huile est regardée comme sous-produit indésirable; la première description de la distillation d'une huile essentielle est généralement attribuée au médecin catalan Arnold de Villanova (1235-1311).

Il a fallu attendre les travaux d'analyse de O. Wallach, entre les années 1880 et 1914 pour commencer à connaître en partie la composition des huiles essentielles. On connaissait des hydrocarbures de formule brute $C_{10}H_{16}$ dénommés * terpènes *, terme inventé par kékulé.

En ce qui concerne leur constitution, ces terpènes étaient considérés comme des substances assez énigmatiques, difficiles à étudier et de plus, très altérables. Elles le sont d'ailleurs toujours ! entreprendre leur étude était considéré par kékulé comme une véritable gageur et, a priori, n'était pas très tentante [5].

Dès sa première publication en 1884, kékulé révéla que plusieurs terpènes décrits sous des noms différents n'établir une liste de neuf terpènes différents, chacun d'eux étant caractérisable sans ambiguïté; ceux sont: le pinène, le camphène, le fenchène, le limonène, le dipentène, le phellandrène, le terpinolène et le sylvestrène. En effet, la méthode analytique employée par Wallach pour la séparation de ces substances était la seule distillation fractionnée systématique des huiles essentielles. Pour leur caractérisation il faisait ensuite réagir sur les fractions isolées des réactifs minéraux très simple, tels que l'acide chlorhydrique, le brome, le chlorure de nitrolyse, les oxydes de l'azote..., etc.

Malgré les efforts considérables de Merwein et Wagner, seul un nombre relativement restreint de substances monoterpéniques était parfaitement connu au début du 20 siècle. Par ailleurs, ce n'est qu'en 1910 que Semmler détermine la structure correcte du premier composé sesquiterpénique le bêta santalène. Depuis, le nombre de terpénoïdes naturels connus s'est prodigieusement accru: il est actuellement voisin de 5000, compte – tenu des mono, sesqui, di, tri et polyterpénoïdes[6] [7].

En ce qui concerne les monoterpènes libres, ils sont généralement odorants. Et on en dénombre actuellement environ 200, répartis en une quinzaine de squelettes différents.

Pour ce qui est des sesquiterpènes, il y'a environ 30 ans, trente composés seulement étaient connus, répartis en une quinzaine de squelettes. Dix ans plus tard on connaît environ trois cents répartis en 40 squelettes. Actuellement, près de deux cents squelettes sont connus et constituent un groupe d'environ mille composés.[8] [9].

Cet accroissement quasi exponentiel de nos connaissances dans le domaine des terpènes naturels est dû essentiellement au développement considérable des méthodes d'analyse immédiate au cours des vingt dernière années, notamment celui des méthodes chromatographiques sous toutes leurs formes et, en particulier de la chromatographie gazeuse, bien adaptées à l'analyse des substances volatiles odorantes[8] [9].

Les terpènes constituent entre autre le principe odoriférant des végétaux. Cette odeur est due à la libération des molécules très volatiles contenant 10, 15, 20, atomes de carbones .

Une fois extraites, ces molécules, sont employées comme condiment (girofle) ou comme parfum (rose, lavande). Certains possèdent des propriétés antiseptiques, d'où divers emplois dont l'embaumement qui est resté dans le terme balsamique donné aux plantes et aux huiles qui en sont tirées. Ces terpènes sont biosynthétisés à la suite du couplage de 2-au moins entités à 5 carbones, les terpènes sont classés selon le nombre de ces entités.

Bien que les terpènes au sens strict ne soient que des hydrocarbures, de nombreux dérivés porteurs de fonctions divers sont également considérés comme des composés terpéniques.

Il n'y a pas de fonction chimique commune aux terpènes; seul leur structure et leur biosynthèse en font une catégorie. Aussi se contente-t-on ici d'en citer quelque exemple et certains de leurs propriétés.

Certains terpènes ont une structure acyclique, d'autres comportent un ou plusieurs cycles et ou plusieurs doubles liaisons.

Les composés, terpéniques oxygénés sont parfois moins insaturés que les hydrocarbures terpéniques correspondants (exemple: menthol et limonène)[10].

I-5- Propriétés Physiques:

- Les terpènes forment un groupe homogène liquide à la température ambiante.
- Ils constituent un groupe de matières naturelles organiques.
- Les terpènes sensibles à la lumière et à la chaleur.
- Ils sont solubles dans tous les solvants organiques et très légèrement solubles dans l'eau.
- Leurs densités sont en général inférieures à 1 et sont peu polaires donc peu solubles dans l'eau, mais solubles dans les alcools de titre élevé[11].
- Ils sont volatils d'où leur caractère odorant et la possibilité de les obtenir par entraînement à la vapeur d'eau [12].
- L'indice de réfraction est généralement élevé de même que le pouvoir rotatoire puisque ces composés renferment des carbones asymétriques [11].

I-6-Propriétés Chimiques :

Les terpènes sont des mélanges plus ou moins complexes dont les constituants jouent du point de vue parfum des rôles d'inégales importances [11].

I-7-Occurrence dans la Nature :

La présence des terpènes dans les différentes plantes varient dont les proportions disparates d'une plante à une autre et d'une partie à une autre dans une même plante. Par exemple, les terpènes représente 0.15% dans les fleurs de violette l'Egypte 7% dans Le carvi [13].

I-8-Localisation dans le végétale:

Les terpènes peuvent être localisées dans des cellules sécrétrices isolées, mais on les trouve le plus souvent dans des organes sécréteurs (labiées, composées) [11].

I-9- Etat Naturel Des Terpènes Dans la Plante :

- 1- Ils se trouvent dans l'état libre directement.
- 2- Ils se trouvent dans les parties végétatives sous forme de composés glycosidés [13].

I-10- Rôle des Terpènes :

I-10-1-Dans le végétal ;

- Ils peuvent être antitoxiques pour certaines plantes.
- Ils attirent les insectes vers les plantes ce qui contribue à l'accomplissement de l'opération de pollinisation naturelle et l'augmentation de la production ainsi qu'à la préservation de l'espèce végétale.
- Ils ont aussi un effet répulsif pour certains insectes et animaux aux effets néfastes pour la plante au niveau des feuilles et des fleurs c'est ce que l'on appelle les facteurs défensifs de la plante [13].

I-10-2-Dans l'organisme humain :

- Ils peuvent inhiber l'accumulation de toxines dans le corps humain, et peuvent aider le foie et les reins à se débarrasser de l'accumulation de toxines. Les terpènes possèdent des propriétés stimulantes, anti-inflammatoires, antivirales, antibactériennes, analgésiques, antispasmodiques et sédatives. Ils peuvent irriter la peau [1][10].

CHAPITRE II

ÉLEMENTS DE PHYTOCHIMIE

II-1- les alcaloïdes :

Le terme d'alcaloïde a été introduit par W. Meisner au début du 19^{ème} siècle pour désigner des substances naturelles réagissant comme des bases. [14]

Les alcaloïdes ont des structures hétérocycliques, principalement azotées [15], plus de 4000 alcaloïdes sont actuellement connues, leur répartition dans le règne végétal est souvent très localisée dans certaines familles [16], surtout chez les dicotylédones et très rarement chez les monocotylédones [17].

De nombreux alcaloïdes sont ordinairement toxiques à l'état pur [18] mais ceci n'empêche pas qu'ils possèdent une activité pharmacologique significative. [19]

Parmi les nombreux systèmes proposés pour la classification des alcaloïdes on cite celui de HEGNANER[20], qui regroupe les alcaloïdes en trois classe à savoir:

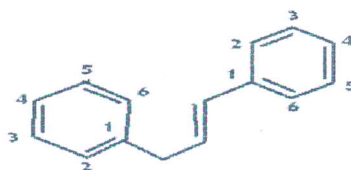
- Alcaloïdes Vrais
- Pseudo – alcaloïdes
- proto – alcaloïdes

II-2- les flavonoïdes :

Le terme flavonoïdes rassemble une très large gamme de composés naturels appartenant à la famille des polyphénols. Leur fonction principale semble être la coloration des plantes [21].

Ce groupe de substances phénoliques est considéré comme étant la classe de composés naturels la plus riche en composés à hétérocycles oxygénés se rencontrent à la fois sous la forme libre ou sous forme glycosides [21].

Les flavonoïdes possèdent un squelette de base à quinze atomes de carbone constitué de deux cycles en C₆ (A et B) reliés par une chaîne en C₃ [22].



Les composés de chaque sous – classe se distinguent par le nombre, la position et la nature des substituant qui peuvent être soient des hydroxyles, des méthoxyles ou des glycosides. L'état d'oxydation de l'unité C₃ et les diverses substitutions constituent les particularités de la molécule.

Les différentes formes structurales des flavonoïdes ont été présentées par Harborne [24] .

Les propriétés des flavonoïdes sont aussi largement étudiées dans le domaine médical ou on leur reconnaît diverses activités ainsi que dans l'industrie alimentaire [23] .

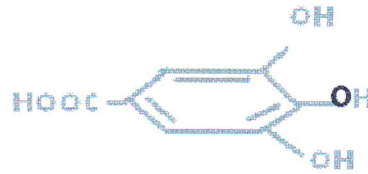
II-4- Les Tanins :

On désigne par le terme tanin un groupe hétérogène de dérivés phénoliques végétaux [16] en effet, on groupe sous ce nom, un ensemble de corps qui possèdent certaines propriétés communes, mais qui n'ont pas forcément des analogies de structure[4].

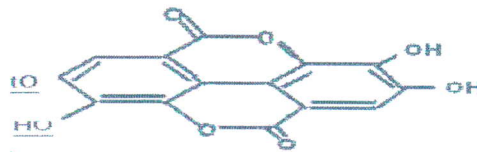
Les tains sont des composés phénoliques de structures complexes et de poids moléculaire variant de 500 à 3000g[25]. Ils sont divisés en deux groupes principaux.

Ce sont des polyesters de glucide et l'acide phénolique [4], selon la nature de celui ci en distingue.

- Les tanins galliques (gallo, tanins) relatif à l'acide, gallique[27].



- Les tanins ellagique (ellago - tanins) relatif à l'acide ellagique.

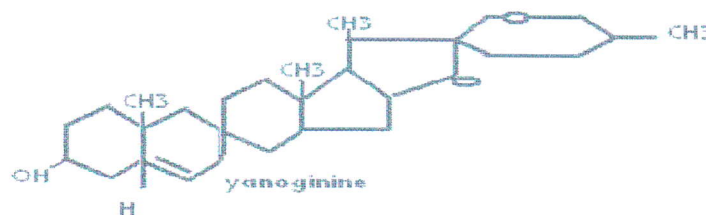


II-3- les saponosides :

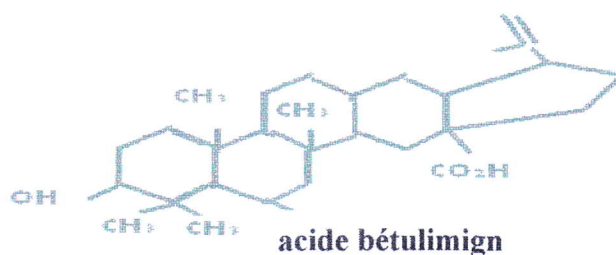
Les saponosides, encore appelées saponines sont des substances glucosidiques végétales, mal connus dont les solutions aqueuses moussent par agitation sont douées de propriétés émulsionnantes[25].

De point de vue structurale, les saponosides sont des glycosides terpéniques dont la génies est nommée sapogénine. Selon cette génine les saponosides sont classées en deux groupe[26].

- 1) – saponosides à génine stéroïdique (par exemple):



2) – saponosides à génine triterpénique (par exemple):

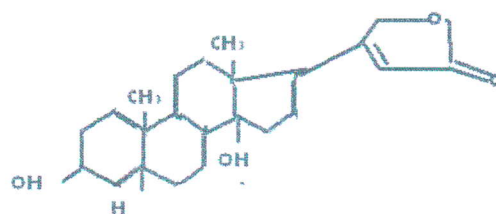


II-6- les glycosides cardiotoniques :

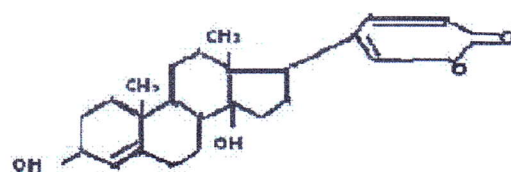
Les glucosides cardiotoniques sont des hétérosides dont leur structure est très semblable à celle de saponosides[27], leur nom provient du fait que ces composés ont une action sur le travail et le rythme du muscle cardiaque [28].

Les glycosides cardiotoniques ont une distribution assez restreinte dans les végétaux, alors qu'ils s'accompagnent des saponines dans de nombreuses familles de plantes, à environ 15 familles particulièrement dans le digitalis et le strophanthus[27].

De point de vue structurale, ces composés sont des glyco - stéroïdes à cause de la structure légèrement différente de l'aglycone. On distingue deux types de ce groupe :



- Les cardénolides



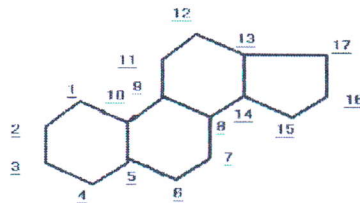
- Les bufadiénolides:

CHAPITRE III

PRESENTATION DE LA PLANTE

II-5- les stéroïdes :

Les stéroïdes constituent une classe de composés abondamment présents dans la nature (règne végétal et règne animal), contenant le squelette du <<Perhydrocyclopentanophénanthrène>>



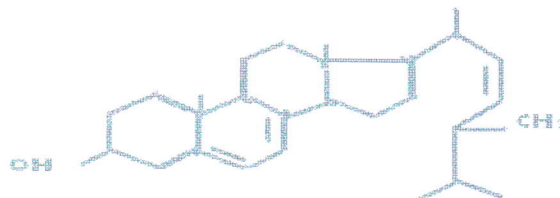
La plupart des stéroïdes possèdent une hydroxyle en C₃, certains possèdent des groupements hydroxyles dans d'autres positions du cycle ou sur les chaînes latérales attachées [1].

II-7-les stérols :

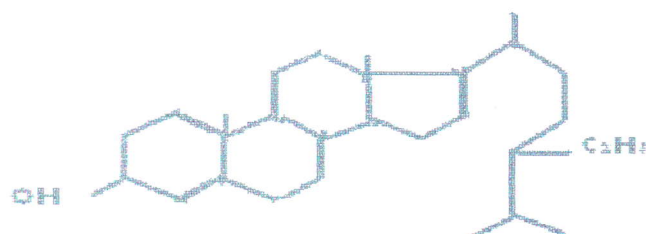
Les stérols sont des substances naturelles stéroïdiques caractérisées par un noyau polycyclique portant une fonction alcool [25].

Les stérols d'origine végétale sont mal connus, parmi ceux:

-L'ergostérol qui a pour formule brut C₂₈ H₄₄, il possède trois doubles liaisons, il donne tout les réactions colorées des stérols [29].



-Le sitostérol : du grec sitos signifie grain est l'équivalent de cholestérols dans le règne animal.



III-1- Nomenclatures :

- Nom vernaculaire : Besbace [30]
- Nom français : Fenouil [31][32]
- Noms anglais : Fennel, Finocchio [32]
- Nom latin : Foeniculum vulgaris Miller [32]

III-2 – Taxonomie :

- Règne : Végétal [33]
- Embranchement : Spermaphytes [33] [34]
- Sous embranchement : Angiospermes [33] [34]
- Classe : Dicotylédones [33] [34]
- Sous classe : Dialypétale [33] [34]
- Série : Caliciflore [34]
- Ordre : Ombellale [33] [34]
- Famille : Ombellifères [30] [34] [35]
- Sous famille : Apioïdées [34]
- Genre : Foeniculum [30] [32]
- Espèce : Vulgaris [30][35]

III-3-Description Botanique :

Plante vivace à tiges élevées 1-2m ramifiées. Feuilles inférieures, fleurs groupées en ombelles, elles - mêmes formant à leur tour une ombelle .corolle à 5 pétales jaunes. [30][36].



Figure N° 02 : La plante *Foeniculum vulgare* dans la région de Hassi ben Abdellah (20 Km dans le Nord de Ouargla)

III-4- Biogéographie :

Régions méditerranéennes et Asie occidentale; se rencontre souvent dans les endroits arides, les champs, les pays méditerranéens, en Europe orientale et en thuringe [32].

A Ouargla, cette plante est récoltée principalement à Hassi ben Abdellah.

III-5- Cycle végétatif :

La feuillaison se fait en Février, la floraison de Mars à Avril et les graines apparaissent à partir de Mai.

III-6-Utilisation Thérapeutique :

- Régime amaigrissant (favorise la perte de poids)
- Ses graines facilitent la digestion et combattent les flatulences et parfument l'haleine
- Problème gasto – intestinaux – mauvaise digestion
- Indigestion
- Brûlement d'estomac
- Rhume
- Coliques
- Effets bénéfique sur le système digestif
- Des Intestins.
- Elimine les toxines

CHAPITRE IV

METHODE D'ANALYSE

IV-1- La chromatographie sur couche mince (C C M) :

Elle est placée parmi les méthodes chromatographiques de séparation et de purification. Elle se base sur l'adsorption et le partage [31] [36] [37].

On met en œuvre un support adsorbant telle que la silice ou l'alumine le support est étalé en couche fine sur une plaque en verre ou en plastique la quelle est placée dans une cuve de développement contenant au font une phase mobile (solvant), tout est fermé par une plaque de verre. Le solvant migre le long de la plaque par l'effet de capillarite entraînant avec lui le soluté.

Les phases stationnaires les plus utilisées en CCM sont : la silice (SiO_2), Alumine, Amidant, cellulose et polyamide [36] [37].

Les phases mobiles les plus utilisées en CCM sont : généralement un ou plusieurs solvants mais tous simplement il faut respecté l'ordre de polarité (de moins polaire jusqu' au plus polaire) [37].

Les supports utilisés pour l'analyse des terpènes sont les adsorbants traditionnels tels que la silice et l'alumine [37].

La détection sur les terpènes s'est faite par lampe UV (longueurs d'ondes : 254nm, 366nm) et par de très nombreux réactifs tels que : le trichlorure, la vanilline et solution de KMnO_4 [37].

Dans cette technique la vitesse de migration de chaque substance est mesurée par une grandeur appelée facteur de rétention (R_f) qui dans des conditions bien déterminées constitue une caractéristique importante de la substance analysée [37].

**PARTIE
EXPERIMENTALE**

CHAPITRE V

MATERIELS ET METHODES

V-1- Appareillage :

- Agitateur magnétique combiné type GALLENHAMP
- Balance type BP2215 de précision 0.0001g
- Broyeur type KARLKOLB (220-240 C°)
- Etuve type Gallenkamp Vacuum oven
- Etuve type Jumo OmRon H5CN-120°C
- Rota vapeur type jane et KUNKLIKA RVO5-ST
- Lampe UV type WALDMANN a 254 nm et 366 nm
- PH/mv/°C Métré de paillasse à microprocesseur type (PH 210 et PH 211)

V-2-Réactifs :**- Acides :**

HCl : acide chlorhydrique

H₂ SO₄ : acide sulfurique

CH₃COOH : acide acétique

- Alcools:

CH₃OH : méthanol

C₂H₅OH : ethanol

- Bases:

NH₃ : ammoniac

NH₄OH : hydroxyde d'ammonium

- Sels:

FeCl₃ : chlorure de fer

HgCl₂ : Chlorure de mercure

KI : iodure de potassium

- Solvants organiques:

CHCl_3	: chloroform
$(\text{CH}_3)_2\text{CO}$: acétone
$\text{CH}_3 \text{COOC}_2 \text{H}_5$: acétate d'éthyle
$(\text{C}_2 \text{H}_5)_2\text{O}$: diéthyléther
$\text{C}_6\text{H}_5 \text{CH}_3$: toluène
CH_2Cl_2	: dichlorométhane
Ether de pétrole	
C_6H_{14}	: hexane

- Réactif de Mayer:

- Solution A : 13.55 g d' HgCl_2 dissoute dans 20 ml d' H_2O
- Solution B : 49.80 g de KI dissoute dans 20 ml d' H_2O

Les deux solutions sont mélangées et diluées avec de l'eau jusqu'à un litre

- Vanilline :

- Prendre 5g de poudre de vaniline dans 100 ml de méthanol:
- Ajouter 5ml d'acide acétique anhydride.
- Ajouter 5ml d'acide sulfurique 35% [37].

V - 3 – Echantillonnage du matériel végétal:

V -3-1- Cueillette de la plante:

Le *Foeniculum vulgare* a été cueilli en printemps (mars et avril) dans la région de Hassi ben Abdellah.

V -3-2- Séchage de la plante:

Le séchage de la plante a été effectué à l'air libre à l'abri de la chaleur et de la lumière pendant deux semaines.

V -3-3- Broyage de la plante:

Pour le broyage de notre plante nous avons utilisé deux broyeurs calibres (2 mm, 5 mm).

V -3-4- Conservation de la plante :

La plante a été conservée dans un récipient en verre bien fermé afin de garder sa couleur, odeur, goût et principalement son effet thérapeutique.

V-4-Tests phytochimiques de la plante:

V-4-1- Terpènes:

Prendre 10g de la plante et extraire avec 100ml (CH_2Cl_2 -MeOH) (1:1). Evaporer l'extrait et le faire dissoudre dans 10ml de CH_2Cl_2 .

- Prendre une goutte sur un morceau de plaque CCM analytique sur Aluminium.
Prendre comme phase mobile un mélange éther – hexane (1:1).

Faire mouiller dans une solution de vanilline et chauffer à 100 °C, l'apparition des taches de couleurs différentes sur la plaque indique la présence des terpènes.

V-4-2-Stérois et triterpènes:

Prendre 5g de produit sec, le dissoudre dans 20ml d'éther de pétrole, filtrer évaporer jusqu'à sec, le résidu est dissout dans 5ml d'acide acétique anhydride et ensuite dans 5ml de CHCl_3 .

La solution est transférée dans un tube puis en ajoute 1ml d'acide sulfurique concentré. Dans la zone de contact entre les deux phases, un cercle violet ou marron est formé puis devient gris ou violet, ceci indique la présence des stérois et tri terpènes.

V-4-3- Alcaloïdes:

Prendre 10g du poudre sèche et l'extraire avec 50ml HCl dilué 1%, rendre l'extrait basique avec NH_3 puis extraire le mélange trois fois avec du CHCl_3 chaque fois avec 20ml. Evaporer la phase organique puis dissoudre le précipité dans 2ml d'HCl dilué 1%.

Ajouter à la solution trois gouttes du réactif de Mayer, l'apparition d'un précipité blanc indique la présence des alcaloïdes.

V-4-4- Flavonoïdes:

Macérer 10g de poudre sèche dans 150ml HCl dilué 1% pendant 24 heures, filtrer et procéder au teste suivants:

1- Prendre 10ml du filtrat, et rendre basique par l'ajout de NH_4OH l'apparition d'une couleur jaune clair dans la partie supérieure de tube à essai indique la présence des flavonoïdes.

2- Prendre 5ml du filtrat, ajouter 2.5ml d'alcool amylique, si la phase alcoolique qui se trouve en haut du tube à essai se colore en jaune clair ceci implique la présence des flavonoïdes libres.

V-4-5- Tanins :

Prendre 10g de poudre sèche, l'extraire avec une solution aqueuse de $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 1% filtrer, tester le filtrat avec quelques gouttes d'une solution de FeCl_3 , l'apparition d'une couleur verte indique la présence des tanins.

V-4-6-Saponosides:

Prendre 2g de poudre la mettre à l'ébullition avec 80ml d'eau distillée. Filtrer et refroidir la solution, ensuite agiter le filtrat, l'apparition d'une mousse qui dure quelques instants indique la présence des saponosides

V-4-7- Cardénolides:

Macérer 1g de la poudre sèche dans 20 ml d'eau distillé et filtrer, prélever 10 ml de filtrat, extraire avec un mélange de 10 ml de CHCl_3 et de $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

Evaporer la phase organique et dissoudre le précipité dans 3ml de CH_3COOH glacial ajouter quelques gouttes de FeCl_3 suivi de 1ml d' H_2SO_4 concentré sur les parois du tube à

essai avec beaucoup d'attention, l'apparition d'une couleur verte- bleue essai dans la phase acide indique la présence des cardénolides.

Les résultats des tests phytochimiques de la plante

Tableau N° 2 : résultats des tests phytochimiques

Principes actifs	Résultat
Terpènes	+++
Stérols et triterpènes	+++
Alcaloïdes	+
Flavonoïdes	++
- flavonoïdes libres	+
Tanins	+++
Saponosides	+
Cardénolides	-

Le signe (-) : absence de principe actif.

Le signe (+) : présence des traces de principe actif

Le signe (++) : présence d'une qualité appréciable de principe actif.

Le signe (+++) : plante riche en principe actif.

D'après les résultats obtenus, on remarque l'existence des alcaloïdes en quantité moyenne a coté des flavonoïdes, les tanins, stérols et triterpènes se trouvent en grande quantité tandis que les saponosides en des traces et les cardénolides sont totalement absents.

V-5-Téchniques d'extraction :

- Parmi les méthodes appliquées dans l'extraction des terpènes, on citera [2] :
- Extraction par solvant
- Entraînement à la vapeur

V-5-1-Extraction par solvant :

Principe :

L'extraction par solvant consiste à dissoudre le composé recherché dans un solvant non miscible avec l'eau et à séparer la phase organique contenant le composé à extraire de la phase aqueuse.

Cette technique fait intervenir quatre étapes.

* La mise en contact du solvant avec la substance contenant le composé à extraire. Elle peut se faire directement dans un réacteur adapté (bêcher, erlenmeyer, ...etc.) où en faisant intervenir d'abord l'eau. On fait alors agir le solvant sur une décoction, une infusion.

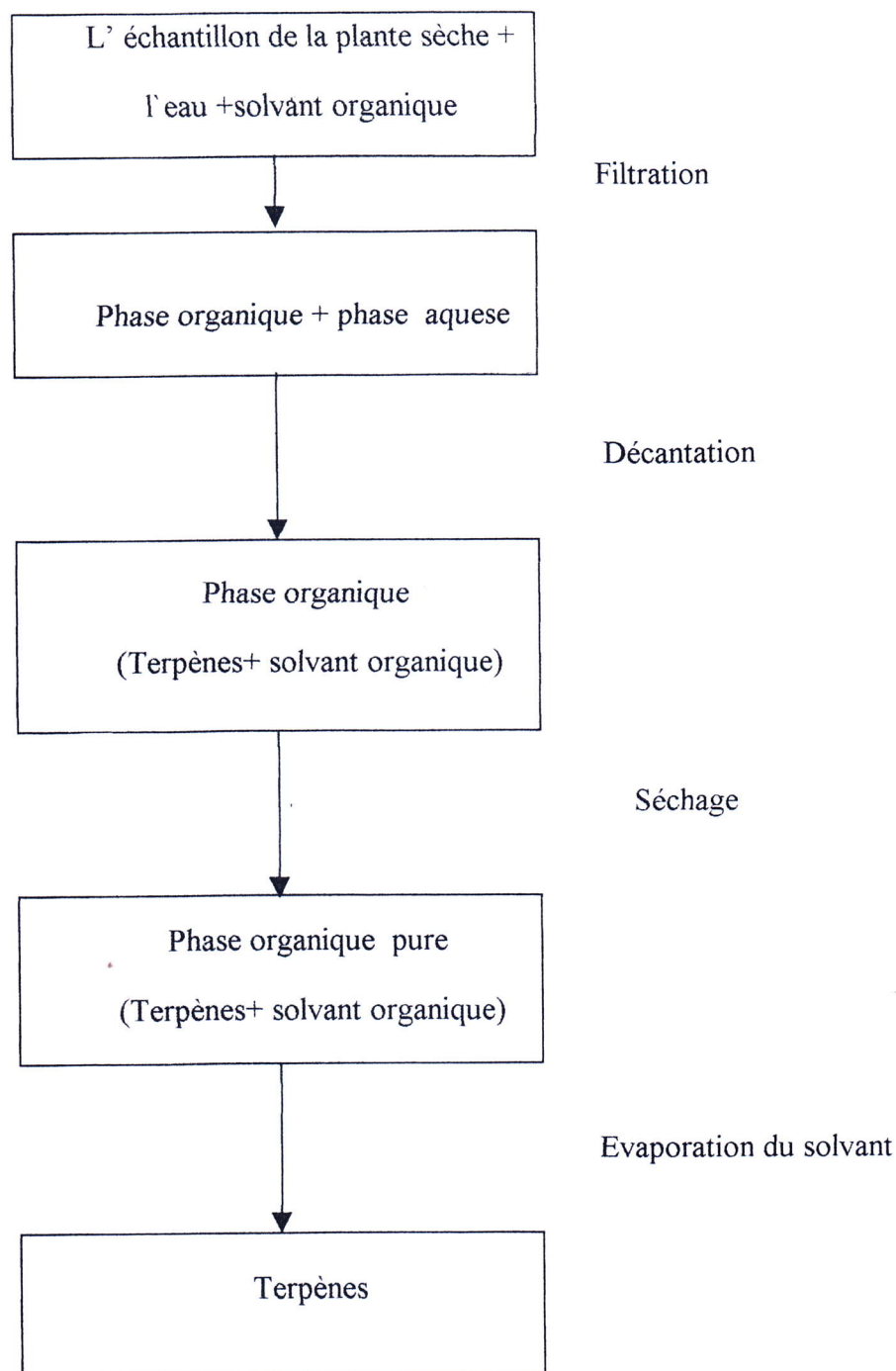
* La décantation : Il s'agit de l'opération réalisée à l'aide de l'ampoule à décanter pour séparer en deux phases (phase organique et phase aqueuse).

* Le séchage et la filtration : Afin d'éliminer le peu d'eau susceptible d'avoir été retenue dans la phase organique, il faut ajouter $Mg SO_4$ puis filtrer.

* Evaporation du solvant

Il s'est avéré que l'extraction des terpènes par un mélange d'un solvant organique moyennement polaire et un alcool donne un bon rendement. Dans notre travail on a opté pour un mélange CH_2Cl_2 -EtOH [38].

Les étapes essentielles à suivre lors de l'extraction des terpènes par la méthode d'extraction par solvant sont représentées dans la figure suivante :



Figur N° 3 : Les différents étapes de l'extraction de terpènes par solvant.

V-5-2- Entraînement à la vapeur

Il existe deux grands modes de distillation par entraînement à la vapeur d'eau.

-L'hydrodistillation :

Cette méthode consiste à immerger directement le matière végétal à traiter dans l'eau distillée qui est portée à ébullition. Les principes volatiles sont alors entraînés par la vapeur d'eau et après condensation du distillat, sont séparés par décantation [38].

- Distillation à la vapeur d'eau :

La plante est placée dans un ballon, au dessus d'un chauffe ballon, sans être en contact avec l'eau, On admet que la vapeur d'eau pénètre les tissus de la plante et vaporise toutes les substances volatiles. Ces dernières, n'ayant qu'une solubilité partielle dans l'eau, vont pouvoir être séparées par décantation du distillat refroidi [38].

Les étapes essentielles à suivre lors de l'extraction des terpènes sont résumées dans l'organigramme présenté dans les figures N° 4 et N° 5.

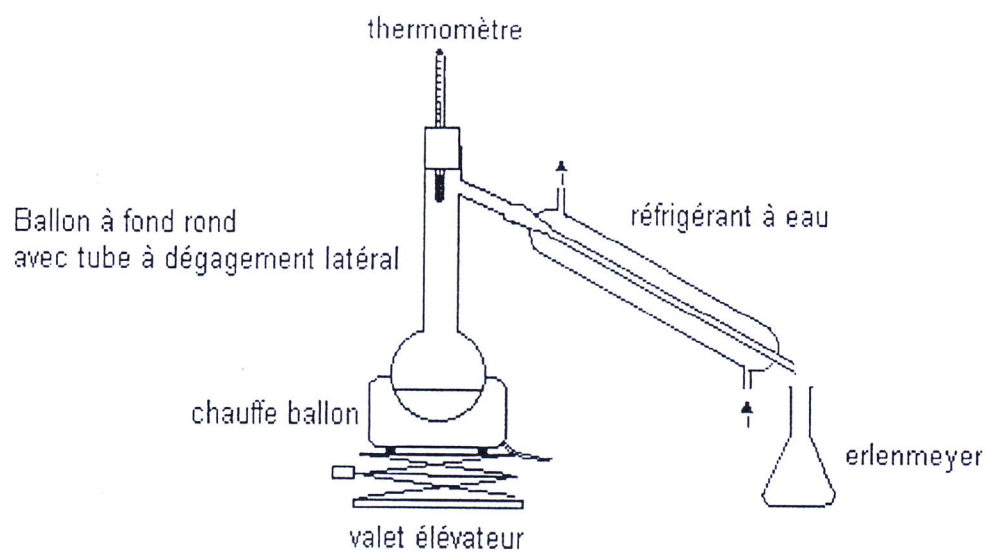


Figure N° 4 : montage de l'extraction de terpène. (huile essentielle) par hydrodistillation.

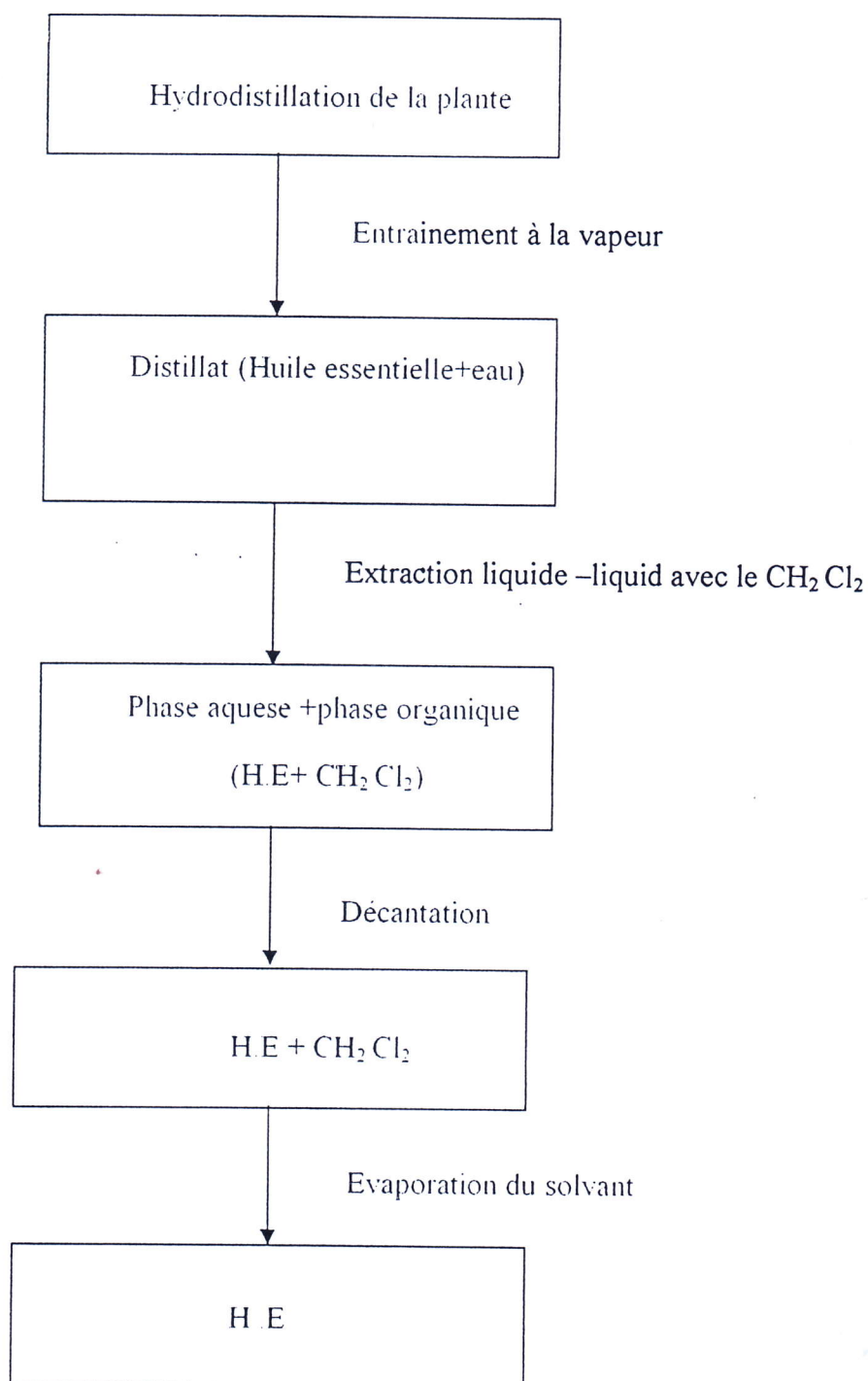


Figure N° 5 : Les étapes de l'extraction de l'H.E par hydrodistillation.

On choisit la méthode de l'extraction par CH_2Cl_2 -EtOH (1:1)

Partie Expérimentale :

Extraction par solvant :

Macérer 50 g de poudre sèche de chaque organe de la plante (les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines) dans le mélange des solvants (EtOH + CH_2Cl_2)(100 ml/100ml) pendant 24 heures, filtrer, ensuite utiliser un rotavapeur pour éliminer les solvants et de concentrer la solution organique, pour cela le distillat de chaque échantillon est introduit dans le ballon. La température est réglée suivant la température d'ébullition de solvant. Après l'élimination du solvant le composé est récupéré dans un petit flacon.

V-6- Techniques de séparations:

V-6-1-Analyse Chromatographique sur couche mince(CCM):

Afin de bien connaître et déterminer les meilleures conditions analytiques pour séparer les constituants d'une huile essentielle, nous avons choisi la méthode de chromatographie sur couche mince (CCM)

a- Mise au Point des Conditions de Séparation :

Les plaques utilisées sont de 20 cm x 20 cm, avec une épaisseur de 250 μm , le support est l'aluminium; la phase stationnaire est le gel de silice.

La détection s'est fait par lampe UV (longueurs d'ondes:254 nm, 366 nm) et par solution de vanilline.

Les conditions de séparation sont représentées ci-dessous :

Phases mobiles

Toluène / acétate d'éthyle (90/10)

Hexane / acétate d'éthyle (96/4)

Ether/hexane (1/1)

Ether/hexane (2/1)

b- Optimisation des conditions de séparations :

Sur la base des résultats de la séparation des terpènes, nous avons dressé un protocole de séparation par CCM dans lequel nous avons utilisé du gel de silice G comme phase stationnaire fixe et des phases mobiles composées de toluène et de acétate d'éthyle à des proportions différentes à savoir :

- Toluène / Acétate d'éthyle (95/5)
- Toluène / Acétate d'éthyle (90/10)
- Toluène / Acétate d'éthyle (80/20)

V-6-2-Purification par chromatographique préparative:

Le mélange l'huile essentielle fractionné sur des plaques préparatives dans les conditions suivantes :

- La phase stationnaire : gel de silice G de 1mm d'épaisseur
- La phase mobile: Toluène / acétate d'éthyle (90/10)
- Le dépôt est sous forme de bande de 3 mm d'épaisseur au maximum.

CHAPITRE VI

RESULTAT ET DISCUSSIONS

VI-1- Taux de terpènes dans la plante *Foeniculum vulgare* :

La quantité, la concentration et le taux des terpènes (huiles essentielles) existant dans chacun des organes analysé est donné dans le tableau suivant:

Les résultats l'extraction des terpènes sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau N°3: résultats de l'extraction des terpènes :

Les Organes de la plante	Quantité (g)	Concentration (g/kg)	Taux (%)
Graines	2.120	42.40	4.240
Fleurs	3.015	60.30	6.030
Feuilles	2.023	40.46	4.046
Tiges	1.952	39.04	3.904
Racines	1.182	23.64	2.364

L'analyse de ces résultats nous a permis de confirmer l'exactitude de l'approche quantitative proposée lors de la mise en évidence des terpènes dans les différents organes de la plante.

Nous avons déterminé la quantité des terpènes dans chaque organe analysé.

Les quantité des terpènes peuvent avoir une relation avec l'une ou l'ensemble des paramètres suivants:

- D'un organe à l'autre.
- La faculté de la plante a former les terpènes.
- La région de culture .
- La variété du *Foeniculum vulgare* utilisé.
- Le mode d'extraction.

VI-2- Analyse chromatographique sur couche mince (CCM):

Les résultats de l'analyse chromatographique de chaque organes sont représentés dans les tableaux N°4 a N° 7

Tableau N°4 : Résultats de l'analyses chromatographique par toluène / acétate d'éthyle (90/10).

Les organes de la plante	Nombres de spots	R _f
Les graines	2	0.25
		0.52
Les fleurs	5	0.25
		0.36
		0.52
		0.76
		0.83
Les feuilles	6	0.25
		0.36
		0.52
		0.76
		0.83
		0.90
Les tiges	4	0.25
		0.36
		0.52
		0.76
Les racines	3	0.25
		0.36
		0.52

Tableau N° 5 : Résultats de l'analyse chromatographique sur CCM par éther / hexane (2/1)

Les organes de la plante	Nombres de spots	R _f
Les graines	2	0.27
		0.62
Les fleurs	3	0.27
		0.62
		0.81
Les feuilles	3	0.27
		0.62
		0.81
Les tiges	2	0.27
		0.62
Les racines	2	0.27
		0.62

Tableau N° 6 : Résultats de l'analyse chromatographique sur CCM par éther / hexane (1/1)

Les organes de la plante	Nombres de spots	R _f
Les graines	2	0.23
		0.40
Les fleurs	5	0.23
		0.40
		0.62
		0.72
		0.90
Les feuilles	4	0.23
		0.40
		0.72
		0.90
Les tiges	3	0.23
		0.40
		0.90
Les racines	2	0.23
		0.40

Tableau N° 7 : Résultats de l'analyse chromatographique sur CCM par hexane / acétate d'éthyle (96/4)

Les organes de la plante	Nombres de spots	R _f
Les graines	2	0.25
		0.38
Les fleurs	4	0.25
		0.38
		0.57
		0.94
Les feuilles	4	0.25
		0.38
		0.57
		0.94
Les tiges	3	0.25
		0.57
		0.94
Les racines	2	0.25
		0.57

Suite à l'analyse des résultats obtenues nous pouvons conclure que les terpènes de *Foeniculum vulgare* sont apolaire ou peu polaire, ils peuvent être séparés sur une phase stationnaire de gel de silice G et avec un éluant composé de toluène et acétate d'éthyle à des proportions de 90/10 respectivement.

Dans le but d'affiner la séparation, on s'est demandé s'il était possible d'obtenir une séparation meilleure que celle obtenue avec la phase mobile précédente mais avec une phase mobile composée de toluène et acétate d'éthyle à des proportions différentes.

Pour répondre à cette question une optimisation s'impose ceci fera justement l'objet de l'étape suivante.

VI-3- Optimisation de conditions de séparations :**Tableau N° 8 : Résultats de l'analyse chromatographique sur CCM par toluène / acétate d'éthyle (95/5)**

Les organes de la plante	Nombres de spots	R _f
Les graines	3	0.21
		0.30
		0.54
Les fleurs	7	0.21
		0.30
		0.54
		0.65
		0.74
		0.81
		0.89
Les feuilles	6	0.21
		0.30
		0.54
		0.65
		0.74
		0.89
Les tiges	4	0.21
		0.30
		0.54
		0.74
Les racines	2	0.21
		0.30

Tableau N° 9 : Résultats de l'analyse chromatographique sur CCM par toluène / acétate d'éthyle (80/20)

Les organes de la plante	Nombres de spots	R _f
Les graines	2	0.39
		0.81
Les fleurs	5	0.39
		0.58
		0.74
		0.81
		0.95
Les feuilles	6	0.39
		0.58
		0.62
		0.74
		0.81
		0.95
Les tiges	5	0.39
		0.62
		0.74
		0.81
		0.95
Les racines	2	0.39
		0.58

La phase mobile correspondante au maximum de nombres des terpènes est toluène / acétate d'éthyle (95/5).

VI-4-Nombre des terpènes et les phase mobiles optimales pour chaque organes :

Tableau N° 10 : Nombre des terpènes et les phases mobiles optimales pour chaque organe :

organes	Nombres des spots	phase mobile
Graines	3	Toluène /acétate d'éthyle (95/5)
Fleurs	7	Toluène / acétate d'éthyle (95/5)
Feuilles	6	Toluène / acétate d'éthyle (80/20)- (90/10) - (95/5)
Tiges	5	Toluène/acétate d'éthyle (80/20)
Racines	3	Toluène / acétate d'éthyle (90/10)

Pour chaque organe, la phase mobile présentant une meilleure séparation fournie le maximum de nombre des terpènes.

VI-5- Les taches communes dans tous les organes :

- 1) dans la phase mobile éther / hexane (1/1) quatre taches :
 - $R_f = 0.23$ dans (les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)
 - $R_f = 0.40$ dans (les fleurs, les feuilles)
 - $R_f = 0.72$ dans (les fleurs et les feuilles)
 - $R_f = 0.90$ dans (les fleurs, les feuilles et les tiges)
- 2) dans la phase mobile : toluène / acétate d'éthyle (80/20) six taches :
 - $R_f = 0.39$ dans (les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)
 - $R_f = 0.58$ (les fleurs, les feuilles et les racines)
 - $R_f = 0.74$ dans (les fleurs, les feuilles et les tiges)
 - $R_f = 0.81$ dans (les graines, les fleurs, les feuilles et les tiges)
 - $R_f = 0.95$ dans (les fleurs, les feuilles et les tiges)
- 3) dans la phase mobile toluène /acétate d'éthyle (90/10) scinque taches :
 - $R_f = 0.23$ (les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)

- $R_f = 0.36$ (les fleurs, les feuilles, les tiges et les graines)
 - $R_f = 0.52$ (les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)
 - $R_f = 0.76$ (les fleurs, les feuilles et les tiges)
 - $R_f = 0.83$ (les fleurs et les feuilles)
- 4) dans la phase mobile toluène /acétate d'éthyle (95/5) six taches :
- $R_f = 0.21$ (les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)
 - $R_f = 0.30$ (les graines, les fleurs, les feuilles et les tiges)
 - $R_f = 0.54$ (les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)
 - $R_f = 0.65$ (les fleurs et les feuilles)
 - $R_f = 0.74$ (les fleurs, les feuilles et les tiges)
 - $R_f = 0.89$ (les graines, les fleurs, les feuilles et les tiges)
- 5) dans la phase mobile éther / hexane (2/1) trois taches:
- $R_f = 0.27$ dans (les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)
 - $R_f = 0.62$ dans (les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)
 - $R_f = 0.81$ dans (les fleurs et les feuilles)
- 6) dans la phase mobile hexane /acétate d'éthyle (96/4) quatre tache:
- $R_f = 0.25$ dans (graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)
 - $R_f = 0.38$ dans (les graines, les fleurs et les feuilles)
 - $R_f = 0.57$ dans (les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines)
 - $R_f = 0.94$ dans (les fleurs, les feuilles et les tiges)

CONCLUSION

Conclusion :

Dans notre étude nous avons entamé un screening chimique total de la plante. Les résultats ont révélé la présence de plusieurs familles chimiques telles que: terpènes, stérols et triterpènes, alcaloïdes, flavonoïdes, tanins, saponosides, cardénolides et stéroïdes. Les terpènes qui font le sujet de la présente étude existent dans tous les organes de la plante à savoir les graines, les fleurs, les feuilles, les tiges et les racines.

Nous avons opté à l'estimation du taux des terpènes en utilisant la méthode d'extraction par un système de deux solvants (dichloromethane, éthanol) que nous avons trouvé dans la littérature. Par manque de moyens d'analyses adéquates nous nous sommes limités à la chromatographie sur couche mince en optimisant la séparation par des systèmes de solvants convenables. La teneur des terpènes dans les organes est classée suivant l'ordre décroissant : les fleurs (6.030), les graines (4.240), les feuilles (4.046), les tiges (3.904) et les racines (2.364).

Les systèmes de solvants utilisés ont donné de bons résultats. Neanmoins le système constitué d'un mélange toluène –acétate d'éthyle (95:5) a montré une meilleure séparation. Par manque de moyens d'analyses tels que la CPG et les autres méthodes de séparation nous n'avons pas pu dépasser ce stade, nous recommandons ainsi la poursuite de cette étude par l'isolement de chaque constituant suivi par les méthodes spectroscopiques afin de déterminer les structures chimiques.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] P. Arnaud , cours de chimie organique, 16^{ème} édition, Dunod, Paris, 1997.
- [2] P. Nivière , cours de chimie organique, fonctions et mécanismes réactionnels, éditions Erolles, 1994.
- [3] P. Jose Teissiere , chimie des substances odorantes Ed, technique et documentation lavoisier ,1991.
- [4] P. Ribereau et Gayon , les composés phénoliques des végétaux. Dunod, Paris, 1968.
- [5] W. Gang Gens et Hans, phytochemistry 53 (2000).
- [6] S. Koul , T.K.Bazdou et C.S. Andotra , phytochemistry 53 (2000).
- [7] Elhassane , Lahloun , T. Hashimoto et Y. Asakawa , phytochemistry 53 (2000).
- [8] Abimael et D. Rodriguez , eduvigis. Gonzalaz.j.org.chem,1998.
- [9] I.Clorol , Dclédat , S. Battin et P.J.P. Cardot , journal of chromatography A, 903 (2000).
- [10] V.Castro , P.Rungeler , R.Muriollo , E.Hermondez et G.Mora , phytochemistry 53 (2000).
- [11] T. Bernard , F.Perineau , R.Bravo , M.Delmas et A.Gaset , extraction des huiles essentielles chimie et technologie, informations chimie 298, Octobre 1986.
- [14] R. Bastin , traité de physiologie végétale, Paris,1967.
- [15] R. Heller , biologie végétale H, nutrition et métabolisme, Paris, 1969.
- [16] A.Marouf ,dictionnaire de la botanique la phanérogame. Dunod, Paris, 2000.
- [17] A. kirrman et al , chimie organique tome 3, Alger, 1984.
- [18] P.Arnaud , cours de chimie organique, 15^{ème} édition, 1986.
- [19] N. Chaouch , etude des alcaloïdes dans le coloquinte coloenthis vulgaris (L) Schrad (cueurbitacée)dans la région de Oued N' sa (wilaya de Ouargla)Thèse de magistère universitaire de Ouargla,2001.
- [20] J. Bruneton ,pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, 3^{ème} édition, 1999.
- [21] K. Dehak , extraction et analyse des flavonoïdes contenus dans la plante Rétama rétam de la région de Ouargla, Thèse de magistère, centre universitaire de Ouargla, 2001.
- [22] K. Benzahi ,contribution à l'étude des flavonoïdes dans la plante Cynodon dactylon.L."Chiendent". Thèse de magistère, centre universitaire de Ouargla 2001.
- [23] E. Brown , traité de chimie organique, 15^{ème} édition, Paris, 1999.
- [24] R.Ikman , naturels produits à laboratory guide, 1969.
- [25] C.Duval et R.Duval , direction de la chimie et de ces applications, 3^{ème} édition, 1978.

- [26] G. Richter , métabolisme les végétaux, physiologie et biochimie, 1993.
- [27] J. Angenault , la chimie, dictionnaire encyclopédique 2^{ème} édition, Paris, 1995.
- [28] J. Bruneton , plantes toxiques végétaux dangereux pour l'homme et les animaux, 3^{ème} tirage, Paris, 1999.
- [29] M. Javallier et Al , traité de biochimie général, Tome 1, Paris, 1959.
- [30] P. Quezel et S.Santa , nouvelle flore d'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome 2, 1963.
- [31] F. Couplan , dictionnaire étymologique et botanique, Paris, 2000.
- [32] M.Denayer et Tournay ,analyse chromatographie et microscopique des drogues entreprise moderne d'édition, Paris, 1974.
- [33] R. Caratini , les plantes, Paris, 1984.
- [34] B. Messaili , systématique des spermaphytes botaniques.office des publication universitaires, 1995.
- [36] P.Quezel et S.Santa , nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques Méridionales Tome I ,1963.
- [37] Journal of chemical Education "December 95"
- [38] A . A. Ahmed , terpènes from Inula Verbascifolia, phytochemistry, 62 (2003), 1191-1194.

المراجع العربية

- [12] الدكتور محمد سيد هيكل وعبد الله عبد الرزاق ، النباتات الطبية والعطرية، كيمياؤها، إنتاجها فوائدها ، الطبعة الثانية منشأة المعارف الإسكندرية 1993.
- [13] الدكتور شكري إبراهيم سعد ، النباتات الزهرية ، نشأتها تطورها، تصنيفها، دار الفكر العربي 1994.