



République Algérienne Démocratique et Populaire  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université A.MIRA-BEJAIA

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires  
Laboratoire de Biochimie, Biophysique, Biomathématique et Scientométrie (L3BS)

# THÈSE

Présentée par

**BOUDRAA-TALEB Hayet**

Pour l'obtention du grade de

**DOCTEUR EN SCIENCES**

Filière : Biologie

Option: Sciences Alimentaires

**Thème**

**Optimisation des conditions d'extraction des substances bioactives de *Foeniculum vulgare* par micro-ondes et ultrasons en utilisant les plans d'expérience**

Soutenu le : 11 /03/2023

Devant le Jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
Mme. Boulekbache-Makhlouf Lila	Prof	Univ. de Béjaïa, Algérie	Président
Mr Madani Khodir	Prof	Univ. de Béjaïa, Algérie	Rapporteur
Mr Mouni Lotfi	Prof	Univ. de Bouira, Algérie	Co-Rapporteur
Mr Lounici Hakim	Prof	Univ. de Bouira, Algérie	Examineur
Mme Sobhi-Amirouche Widad	Prof	CRBT de Constantine, Algérie	Examineur
Mr Benhamiche Nadir	MCA	Univ. de Béjaïa, Algérie	Examineur

**Année Universitaire: 2022/2023**



Democratic and Popular Republic of Algeria  
Ministry of Higher Education and Scientific Research  
University of Bejaia

Faculty of Nature and Life Sciences  
Department of Food Sciences  
Laboratory of Biomathematics, Biophysics, Biochemistry and Scientometry  
(L3BS)

# THESIS

Presented by:

**BOUDRAA-TALEB Hayet**

Submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of PhD in  
Sciences

Sector: Biology

Option: Food Sciences

## Thesis Title

**Optimization of microwave and ultrasound assisted  
extraction conditions of bioactive compounds from  
*Foeniculum vulgare* using experimental design**

Supported on: 11/ 03/ 2023

In front of the jury:

First and last name	Grade		
Mrs Boulekbache-Makhlouf Lila	Prof	<i>Univ. of Bejaia, Algeria</i>	Chairman
Mr Madani Khodir	Prof	<i>Univ. of Bejaia, Algeria</i>	Supervisor
Mr Mouni Lotfi	Prof	<i>Univ. of Bouira Algeria</i>	Co-adviser
Mr Lounici Hakim	MCA	<i>Univ. of Bouira Algeria</i>	Examiner
Mme Sobhi-Amirouche Widad	Prof	<i>CRBT of Constantine, Algeria</i>	Examiner
Mr Benhamiche Nadir	MCA	<i>Univ. of Bejaia, Algeria</i>	Examiner

**Academic year: 2022/2023**

# Remerciements

---

## *Remerciement*

*J'adresse mes plus vifs remerciements à mon directeur de thèse Monsieur **Madani Khodir** de sa contribution dans la réalisation de cette thèse.*

*Je tiens également à adresser mes sincères remerciements à mon co-directeur de thèse Monsieur **Mouni Lotfi** de sa collaboration et de son accueil au sein de laboratoire **GVRNAQ** de l'université de Bouira.*

*Ma respectueuse gratitude est adressée également à Monsieur **Kadri Nabil** de sa contribution dans la publication de l'article.*

*Je suis également très reconnaissante à Madame **Beder Wassila** de son aimable contribution dans la révision de la thèse.*

*Je suis également reconnaissante à Madame **Boulekbache-Makhlouf Lila** de m'avoir honoré en acceptant de présider ce jury.*

*Je remercie également Madame **Sobhi-Amirouche Vidal**, Monsieur **Lounici Hakim** et Monsieur **Benhamiche Nadir** de la valeur ajoutée à cette thèse par leurs remarques et suggestions.*

*J'exprime aussi ma reconnaissance à **mes chers collègues et ami(e)s**, les membres du laboratoire de recherche **L3BS** et du centre de recherche **CRTAA** de l'université de Bejaia ainsi que les membres du laboratoire de recherche **GVRNAQ** de l'université de Bouira.*

# Dédicaces

---

## *Dédicaces*

*Je dédie ce travail*

*A ma très chère mère*

*A mon cher Père*

*A mon cher mari*

*A mes très chères enfants Eline, Elya et Abderrahim*

*A mes sœurs*

*A mon frère et à ma belle-sœur*

*A la mémoire de ma grand-mère maternelle*

*A ma belle-famille*

*A mes ami (e)s*

**Hayet**

# Table des matières

# Table des matières

---

## Table des matières

<i>Introduction générale</i> .....	1
<b>Partie 1: Synthèse bibliographique: Etat de l'art sur <i>Foeniculum vulgare</i></b>	
<b>Chapitre I. Substances bioactives et bio-activités</b> .....	<b>4</b>
<b>I.1. Introduction</b> .....	<b>4</b>
<b>I.2. Description botanique et morphologique</b> .....	<b>4</b>
<b>I.3. Taxonomie</b> .....	<b>5</b>
I.3.1. Variété amère .....	5
I.3.2. Variété douce .....	6
I.3.3. Fenouil de florence .....	6
<b>I.4. Phytochimie</b> .....	<b>6</b>
I.4.1. Métabolites primaires .....	6
I.4.1.1. Carbohydrates .....	6
I.4.1.2. Protéines.....	7
I.4.1.3. Lipides .....	7
I.4.2. Minéraux et vitamines .....	7
I.4.3. Métabolites secondaires .....	7
I.4.3.1. Composés phénoliques .....	8
I.4.3.2. Huiles essentielles.....	10
<b>I.5. Activités biologiques</b> .....	<b>10</b>
I.5.1. Activités antioxydantes .....	11
I.5.2. Activité antimicrobienne.....	12
I.5.3. Activités antiparasitaire, larvicide et insecticides .....	13
I.5.4. Activité anti-inflammatoire.....	13
I.5.5. Effet hépatoprotecteur.....	14
I.5.6. Effet antispasmodique.....	15
I.5.7. Effet diurétique .....	15
I.5.8. Activité hypoglycémique .....	15
I.5.9. Activité hypolipidémique .....	15
I.5.10. Effet sur les hormones sexuelles.....	15
I.5.11. Activité apoptotique et antitumorale.....	16
I.5.12. Effet analgésique et antipyrétique.....	17
I.5.13. Effet sur l'arthrite.....	17
I.5.14. Effet antidépresseur .....	17
I.5.15. Amélioration de la masse musculaire .....	17
<b>I.6. Toxicité</b> .....	<b>18</b>
<b>I.7. Applications</b> .....	<b>18</b>
I.7.1. Applications traditionnelles .....	18

# *Table des matières*

---

I.7.2. Usages culinaires .....	18
I.7.3. Application industrielle.....	19
I.7.3.1. Industrie alimentaire .....	19
I.7.3.2. Industrie pharmaceutique.....	19
I.7.3.3. Industrie textile .....	19
I.7.4. Aromathérapie .....	19
<b>Chapitre II.      <i>Méthodes d'extraction et optimisation par les plans d'expérience ...</i></b>	<b>20</b>
<b>II.1. Introduction .....</b>	<b>20</b>
<b>II.2. Méthodes d'extraction.....</b>	<b>20</b>
II.2.1. Extractions par micro-onde .....	20
II.2.1.1. Définition.....	21
II.2.1.2. Mécanisme.....	21
II.2.1.3. Caractéristiques du chauffage par micro-ondes.....	22
II.2.1.4. Système et appareillage .....	23
II.2.1.5. Travaux antérieurs .....	24
II.2.2. Extraction assistée par ultrason .....	26
II.2.2.1. Définition.....	26
II.2.2.2. Mécanismes .....	26
II.2.2.3. Phénomènes de cavitation .....	27
II.2.2.4. Système et appareillage .....	28
II.2.2.5. Travaux antérieurs .....	29
II.2.3. Extraction par fluides supercritiques .....	29
II.2.4. Extraction par solvant et extraction accélérée par solvant .....	31
II.2.5. Extraction assistée par champ électrique.....	32
II.2.6. Extraction enzymatique .....	33
II.2.7. Soxhlet.....	34
II.2.8. Hydrodistillation.....	35
<b>II.3. Plans d'expérience .....</b>	<b>36</b>
II.3.1. Généralités et définitions.....	36
II.3.1.1. Facteur .....	36
II.3.1.2. Réponse .....	36
II.3.1.3. Niveau.....	36
II.3.1.4. Isoréponse.....	37
II.3.1.5. Modèle.....	37
II.3.2. Etapes de l'optimisation .....	37
II.3.3. Travaux antérieurs .....	37
II.3.3.1. Facteur par facteur.....	38
II.3.3.2. Méthodologie de surface de réponses MSR .....	38
<b><i>Partie 2: Etude expérimentale</i></b>	
<b>Chapitre III.      <i>Séchage et caractérisation des poudres .....</i></b>	<b>41</b>
<b>III.1. Introduction .....</b>	<b>41</b>

# Table des matières

<b>III.2. Matériel et méthodes</b> .....	<b>41</b>
III.2.1. Choix de la matière végétale .....	41
III.2.2. Traitements du matériel végétal .....	42
III.2.3. Composition chimique .....	44
III.2.3.1. Détermination du taux d'humidité .....	44
III.2.3.2. Détermination de taux de matière sèche .....	44
III.2.3.3. Détermination de la teneur en cendres .....	44
III.2.3.4. Détermination de la teneur en matière grasse .....	44
III.2.3.5. Détermination de la teneur en protéines.....	45
III.2.3.6. Détermination des fibres totales .....	48
III.2.3.7. Détermination de la teneur en glucides .....	48
III.2.3.8. Calcul de la valeur énergétique .....	48
III.2.4. Caractérisation des poudres par spectroscopie infrarouge .....	49
III.2.5. Cinétique de séchage .....	50
III.2.5.1. Séchage à l'air libre.....	50
III.2.5.2. Séchage à l'étuve.....	50
III.2.5.3. Séchage au micro-onde .....	50
III.2.5.4. Séchage par lyophilisateur .....	50
III.2.6. Effets des méthodes de séchage .....	50
III.2.6.1. Extraction des composés phénoliques totaux.....	51
III.2.6.2. Rendement d'extraction .....	51
III.2.6.3. Indice des polyphénols .....	51
III.2.6.4. Dosage des composés phénoliques totaux .....	51
III.2.6.5. Dosage des flavonoïdes.....	52
III.2.6.6. Dosage des tanins .....	52
III.2.6.7. Capacité de piégeage du radical DPPH° .....	52
III.2.7. Analyses statistiques .....	52
<b>III.3. Résultats et discussion</b> .....	<b>53</b>
III.3.1. Composition chimique .....	53
III.3.1.1. Taux d'humidité et de matière sèche .....	54
III.3.1.2. Taux de cendres et de matière organique .....	54
III.3.1.3. Teneur en matière grasse.....	54
III.3.1.4. Teneur en protéines .....	54
III.3.1.5. Teneur en fibres totales .....	55
III.3.1.6. Teneur en carbohydrates .....	55
III.3.1.7. Valeur énergétique .....	55
III.3.2. Caractérisation des poudres par FTIR-ATR .....	56
III.3.2.1. Bandes d'absorption IR et composition chimique des tiges .....	58
III.3.2.2. Bandes d'absorption IR et composition chimique des graines .....	58
III.3.2.3. Bandes d'absorption IR et composition chimique des feuilles .....	58
III.3.3. Cinétique de séchage .....	59
III.3.3.1. Cinétique de séchage à l'air libre .....	59
III.3.3.2. Cinétique de séchage par lyophilisateur.....	60
III.3.3.3. Cinétique de séchage à l'étuve .....	61
III.3.3.4. Cinétique de séchage au micro-onde.....	64
III.3.4. Etude des corrélations .....	67

# Table des matières

III.3.5. Effet de la méthode de séchage .....	68
III.3.6. Analyse en composante principales .....	73
III.3.6.1. Corrélations et cordonnés.....	73
III.3.6.2. Détermination des groupes des individus en fonction des parties et des méthodes de séchage .....	75
III.3.7. Classification hiérarchique sur les résultats de l'ACP .....	76
III.3.7.1. Groupe 01.....	77
III.3.7.2. Groupe 02.....	77
III.3.7.3. Groupe 03.....	78
<b>III.4. Conclusion partielle.....</b>	<b>78</b>
<b>Chapitre IV.     Extraction et caractérisation des extraits .....</b>	<b>80</b>
<b>IV.1.    Introduction .....</b>	<b>80</b>
<b>IV.2.    Matériel et Méthodes.....</b>	<b>80</b>
IV.2.1. Procédure de l'extraction des composés phénoliques par ultrason.....	80
IV.2.2. Procédure de l'extraction des composés phénoliques par agitation magnétique .....	80
IV.2.3. Procédure de l'hydrodistillation assistée par micro-onde.....	81
IV.2.4. Procédure de l'hydrodistillation conventionnelle .....	82
IV.2.5. Etude préliminaire et effet des facteurs sur l'extraction par ultrason .....	82
IV.2.6. Etude préliminaire sur l'hydrodistillation assistée par micro-onde et application du plan Plackett-Burman .....	83
IV.2.7. Application des plans d'optimisation.....	83
IV.2.8. Détermination du profil phénolique par la chromatographie haute performance .....	84
IV.2.9. Détermination de la composition chimique des huiles essentielles par la spectroscopie infrarouge.....	85
IV.2.10. Détermination de la composition chimique des huiles essentielles par la chromatographie gazeuse .....	85
<b>IV.3.    Résultats et discussion .....</b>	<b>87</b>
IV.3.1. Extraction des composés phénoliques .....	87
IV.3.1.1. Effet de la nature de solvant.....	87
IV.3.1.2. Effet de la concentration de solvant.....	88
IV.3.1.3. Effet du ratio solide-liquide .....	88
IV.3.1.4. Effet du pH.....	89
IV.3.1.5. Effet de la taille des particules .....	89
IV.3.1.6. Effet du temps de sonification et cinétique de l'extraction assistée par ultrason .....	90
IV.3.1.7. Méthodologie de surface de réponse et validation des modèles .....	92
IV.3.1.8. Conditions optimales .....	95
IV.3.1.9. Analyse des surfaces de réponse.....	95
IV.3.1.10. Détermination du profil phénolique.....	99

# *Table des matières*

---

IV.3.2. Extraction des huiles essentielles .....	101
IV.3.2.1. Rendement et temps d'extraction.....	101
IV.3.2.2. Effet de la teneur en eau.....	102
IV.3.2.3. Effet de la taille des particules .....	102
IV.3.2.4. Effet de la puissance du micro-onde .....	102
IV.3.2.5. Effet du ratio solide/liquide .....	103
IV.3.2.6. Effet du pH.....	103
IV.3.2.7. Effet de temps d'irradiation.....	104
IV.3.2.8. Plan de Plackett-Burman et validation des modèles .....	105
IV.3.2.9. Plan de Box Behnken et validation des modèles de prédiction .....	107
IV.3.2.10. Conditions optimales .....	110
IV.3.2.11. Analyse des surfaces de réponse.....	111
IV.3.2.12. Caractérisation chimique des huiles essentielles par la spectroscopie infrarouge.....	113
IV.3.2.13. Caractérisation chimique des huiles essentielles par la chromatographie en phase gazeuse.....	116
<b>IV.4. Conclusion partielle.....</b>	<b>118</b>
<b><i>Conclusion générale et perspectives .....</i></b>	<b><i>122</i></b>
<b><i>Références bibliographiques.....</i></b>	<b><i>129</i></b>

# Liste des figures

---

## Liste des figures

Figure I.1: Illustration botanique des différentes parties de <i>Foeniculum vulgare</i> . .....	5
Figure I.2: Principales variétés de <i>Foeniculum vulgare</i> . .....	6
Figure II.1: Représentation schématique de la conduction ionique (a) et de la rotation dipolaire (b). .....	21
Figure II.2: Représentation schématique du mécanisme de l'extraction assistée par microondes. ....	22
Figure II.3: Illustration schématique des caractéristiques de chauffage . .....	23
Figure II.4: Représentation schématique des systèmes d'extraction assistée par microonde .....	24
Figure II.5: Représentation schématique du phénomène de cavitation. ....	27
Figure II.6: Représentation graphique d'un système d'extraction assistée par ultrason. ....	29
Figure II.7: Système d'extraction par fluides supercritiques. ....	30
Figure II.8: Système d'extraction accélérée par solvant. ....	32
Figure II.9: Système d'extraction assistée par champ électrique pulsé. ....	33
Figure II.10: Représentation schématique de l'extraction par les enzymes. ....	34
Figure II.11: Représentation schématique de l'extraction par l'appareil Soxhlet. ....	35
Figure II.12: Représentation schématique de l'hydrodistillation. ....	36
Figure III.2: Photographie des étapes du prétraitement de la matière végétale .....	43
Figure III.3: Détermination de la teneur en matière grasse .....	45
Figure III.4: Détermination de la teneur en protéines .....	47
Figure III.5: Spectroscopie infrarouge. ....	49
Figure III.6: Spectres IR des poudres de <i>Foeniculum vulgare</i> .....	57
Figure III.7: Evolution de la perte en eau en fonction de temps de séchage à l'air libre ....	59
Figure III.8 : Evolution de la perte en eau en fonction de temps de séchage par lyophilisation. ....	60
Figure III.9: Evolution de la perte en eau en fonction de temps de séchage à l'étuve .....	62
Figure III.10: Evolution de la perte en eau en fonction de temps de séchage au micro-onde. ....	65

## *Liste des figures*

---

Figure III.11: Effet des méthodes de séchage sur les teneurs en composés phénolique totaux (a), flavonoides (b) et en tanins (c) des différentes parties de <i>Foeniculum vulgare</i> .....	71
Figure III.12: Effet des méthodes de séchage sur les valeurs des indices de polyphénols (a), % d'inhibition de DPPH (b) et des rendements d'extraction (c) des différentes parties de <i>Foeniculum vulgare</i> .....	72
Figure III.13 : Cercle de corrélation.....	74
Figure III.14 : Biplot de l'ACP en fonction des parties de <i>Foeniculum vulgare</i> .....	75
Figure III.15 : Graphique des individus en fonction des méthodes de séchage.....	76
Figure III.16 : Classification hiérarchique à partir des résultats de l'ACP.....	77
Figure IV.1: Dispositif utilisé dans l'extraction assisté par ultrason.....	80
Figure IV.2: Dispositif utilisé dans l'extraction des composés phénoliques par agitation magnétique.....	81
Figure IV.3: Dispositif d'hydrodistillation assistée par microonde utilisé pour l'extraction des huiles essentielles.....	82
Figure IV.4 : Dispositif d'hydrodistillation conventionnelle utilisé pour l'extraction des huiles essentielles. ....	82
Figure IV.5 : Détermination du profil phénolique par la chromatographie haute performance. ....	85
Figure IV.6 : Détermination de la composition chimique des huiles essentielles par la chromatographie gazeuse.....	86
Figure IV.7: Résultats de l'effet des variables sur la teneur en composés phénoliques totaux extraits par ultrasons. ....	90
Figure IV.8 : Cinétique de l'extraction des composés phénoliques par les ultrasons. ....	91
Figure IV.9: Surface de réponse des interactions significatives sur la teneur en composés phénoliques totaux.....	96
Figure IV.10: Surface de réponse des interactions significatives sur la teneur en Flavonoides.....	97
Figure IV.11: Surface de réponse des interactions significatives sur le pourcentage d'inhibition de DPPH.....	98
Figure IV.12 : Profil phénolique des graines de <i>Foeniculum vulgare</i> obtenu par HPLC...	100

## *Liste des figures*

---

<b>Figure IV.13 : Résultats de l'effet des variables sur le rendement d'extraction des huiles essentielles. ....</b>	<b>105</b>
<b>Figure IV.14 : Surface de réponse des interactions significatives sur le rendement en huiles essentielles. ....</b>	<b>111</b>
<b>Figure IV.15: Spectres IR des huiles essentielles de <i>Foeniculum vulgare</i>. ....</b>	<b>114</b>
<b>Figure IV.16: Chromatogrammes obtenus par l'analyse chromatographique en phase gazeuse des huiles essentielles de <i>Foeniculum vulgare</i>. ....</b>	<b>117</b>

## *Liste des tableaux*

---

Tableau III.1 : Caractéristiques géographiques et climatiques de la région de récolte.....	42
Tableau III.2: Composition chimique et valeur énergétique des parties de <i>Foeniculum vulgare</i> .....	53
Tableau III.3 : Résultats de la perte en eau finale et la durée de séchage à l'air libre des différentes parties de <i>Foeniculum vulgare</i> . .....	59
Tableau III.4: Résultats de la perte en eau finale et la durée de la lyophilisation des différentes parties de <i>Foeniculum vulgare</i> . .....	60
Tableau III.5: Résultats de la perte en eau finale et la durée de séchage à l'étuve des différentes parties de <i>Foeniculum vulgare</i> . .....	63
Tableau III.6: Résultats de la perte en eau finale et le durée de séchage au micro-onde des différentes parties de <i>Foeniculum vulgare</i> . .....	64
Tableau III.7 : Corrélations de Pearson.....	67
Tableau III.8 : Valeurs propres, variance et variance cumulées des six composantes principales .....	73
Tableau III.9 : Corrélations des paramètres avec la dimension 01 .....	74
Tableau III.10 : Corrélations des paramètres avec la dimension 02.....	74
Tableau III.11: Cordonnées des catégories liées significativement à la dimension 01 .....	75
Tableau III.12 : Cordonnées des catégories liées significativement à la dimension 02 .....	75
Tableau III.13 : Description du groupe 01 par les paramètres quantitatifs .....	77
Tableau III.14 : Description du groupe 01 par les paramètres qualitatifs.....	77
Tableau III.15 : Description du groupe 02 par les paramètres quantitatifs .....	78
Tableau III.16 : Description du groupe 02 par les paramètres qualitatifs.....	78
Tableau III.17 : Description du groupe 03 par les paramètres quantitatifs .....	78
Tableau III.18 : Description du groupe 03 par les paramètres qualitatifs.....	78
Tableau IV.1: Quelques propriétés physiques et chimiques des solvants utilisés dans l'extraction assistée par ultrason .....	87
Tableau IV.2 : Plan Box–Behnken appliqué pour l'extraction des composés phénolique par les ultrasons .....	93
Tableau IV.3: Analyse de la variance pour le plan Box–Behnken appliqué dans l'extraction des composés phénoliques par les ultrasons.....	94
Tableau IV.4: Pics majoritaires obtenus par HPLC des extraits de <i>Foeniculum vulgare</i> ..	100

## *Liste des tableaux*

---

---

<b>Tableau IV.5: Résultats de l'application du plan Plackett–Burman.....</b>	<b>106</b>
<b>Tableau IV.6: Analyse de la variance du plan Plackett–Burman.....</b>	<b>106</b>
<b>Tableau IV.7: Résultats de l'application du plan Box–Behnken .....</b>	<b>108</b>
<b>Tableau IV.8: Analyse de la variance du plan Box–Behnken appliqué pour l'optimisation de l'hydrodistillation assistée par micro-onde .....</b>	<b>109</b>
<b>Tableau IV.9 : Intensités des pics majoritaires obtenus par IR des huiles essentielles de <i>Foeniculum vulgare</i> .....</b>	<b>115</b>
<b>Tableau IV.10: Composition chimique des huiles essentielles de <i>Foeniculum vulgare</i> obtenues par l'hydrodistillation assistée par microonde et l'hydrodistillation conventionnelle. ....</b>	<b>116</b>

## *Liste des abréviations*

---

### *Liste des abréviations*

- AA : activité antioxydante ;
- AG : algorithme génétique ;
- CCD : plan Composite Centré ;
- CEP : champ électrique pulsé ;
- CMI : concentration minimale inhibitrice ;
- CPT : composés phénoliques totaux ;
- DBD : décharge à barrière diélectrique ;
- DE : décharge électrique
- EACE : extraction assistée par champ électrique ;
- EAE : extraction assistée par enzyme ;
- EAM : extraction assistée par micro-onde ;
- EAU : extraction assistée par ultrason ;
- EC : extraction conventionnelle ;
- EF : état frais ;
- EFS : extraction par fluides supercritiques ;
- ELSP : extraction liquide sous pression ;
- EMSS : extraction par microonde sans solvant ;
- EMSSA : extraction par microonde sans solvant améliorée ;
- ES : extraction par solvant ;
- ESA : extraction par solvant accélérée ;
- ET : étuve ;
- FTIR- ATR : infrarouge à transformée de Fourier à réflexion totale atténuée ;
- HADBD : hydrodistillation assistée par décharge à barrière diélectrique ;
- HD : hydrodistillation ;
- HDAM : hydrodistillation assistée par micro-ondes ;
- HDAM-DC : hydrodistillation assistée par micro-ondes à double condensation ;
- HDMG : hydro-diffusion par micro-ondes et gravité ;
- HDSSAM: hydrodistillation sans solvant assistée par micro-ondes ;

## *Liste des abréviations*

---

- HE : huile essentielle ;
- HEFV: huiles essentielles de *Foeniculum vulgare*
- HEs : huiles essentielles ;
- IP : indice des polyphénols ;
- IR : infrarouge ;
- KI : l'indice de Kovats ;
- LY : lyophilisation ;
- M<sub>C</sub>: masse des cendres ;
- MF : matière fraîche ;
- MO : micro-onde ;
- M<sub>R</sub>: masse des résidus filtrés et séchés ;
- MS : matière sèche ;
- MSR : méthodologie de surface de réponses ;
- PBB : plans Box-Behnken ;
- PF : plasma froid ;
- PF-DBD : plasma froid généré par une décharge à barrière diélectrique ;
- Rdt: Rendement ;
- RFO : réserve folliculaire ovarienne ;
- TC: Taux de cendres ;
- TCC : tétrachlorure de carbone ;
- TF : teneur en flavonoïdes ;
- TFT : teneur en fibres totales ;
- TG : teneur en glucides ;
- TH: taux d'humidité ;
- TMG : teneur en matière grasse ;
- TP : teneur en protéine ;
- TP : teneur en protéines ;
- TPPT : teneur en polyphénols totaux ;
- Tr : temps de rétention ;
- TT : teneur en tanins.

# Introduction

### **Introduction générale**

Les plantes aromatiques et médicinales sont nombreuses et connues depuis l'antiquité pour leurs vertus thérapeutiques. Leur utilisation nécessite parfois une connaissance des doses admissibles, de leurs effets indésirables et voire même leurs toxicités. Certaines de ces plantes sont cultivées et consommées comme légumes. Ce qui leur permet d'être intégrés dans l'alimentation et de contribuer à la prévention de certaines maladies ([Hinneburg et al., 2006](#)).

Le fenouil est une plante médicinale à usage, à la fois alimentaire, condimentaire et thérapeutique. Il est connu sous le nom scientifique *Foeniculum vulgare* (*F. vulgare*) dont le bulbe blanc ou la base charnue est communément consommé comme légume ; cru en salade ou cuit comme ingrédient pour une variété de plats ([Malhotra, 2012](#)).

Les feuilles finement hachées sont parfois utilisées pour l'assaisonnement des plats et sauces et ses graines sont utilisées comme épice à la saveur sublimement anisée et légèrement sucrée dans les différents plats ou dans le pain ; à l'état entier, écrasé ou bien réduit en poudre.

Les graines sont traditionnellement connues par leurs vertus médicinales. Elles sont utilisées pour la préparation des tisanes pour nourrissons contre les coliques, leur infusion favorise également la lactation. Leur efficacité relève de ses composés actifs qui ont fait l'objet de nombreuses études pour ses propriétés biologiques et qui ont connu un intérêt croissant et une large utilisation dans de nombreux domaines d'activités ([D'Antuono et al., 2017](#)).

Nombreux sont les travaux scientifiques qui révèlent la richesse de cette plante en composés phénoliques totaux (CPT), tels que les acides phénoliques, les flavonoïdes, les stilbènes et les coumarines et en huiles essentielles (HEs) comme les phénylpropanoïdes et terpènes ([Lazouni et al., 2006](#); [Van den Berg et al., 2014](#); [Martati and Akmalina, 2018](#); [Mallik et al., 2020](#)). L'extraction constitue une étape importante pour la séparation et l'analyse de ces composés bioactifs. Plusieurs méthodes d'extraction sont empiriquement connues ; comme les différentes techniques d'extraction par solvant, l'hydrodistillation (HD) et l'entraînement à la vapeur ([XU et al., 2017](#); [Luque de Castro and Priego-Capote, 2010](#)). Néanmoins, ces techniques classiques sont longues et consomment de l'énergie et des quantités importantes de solvants toxiques.

En effet, les méthodes d'extraction ont tendance de plus en plus à se diversifier et à limiter l'utilisation des méthodes classiques ou à les combiner avec d'autres méthodes innovantes avec moins de risques sur la santé et l'environnement.

## *Introduction générale*

---

Dans ce contexte, l'éco-extraction prévoit l'utilisation des procédés verts et des moyens propres et performants tels que les micro-ondes et les ultrasons.

L'utilisation de l'énergie micro-ondes a connu un grand essor pour l'extraction de composés bioactifs durant ces dernières années (Marić et al., 2018). Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques dont la gamme de fréquences est comprise entre 0,1 et 3 GHz. Cette technique est basée sur l'application d'un champ électromagnétique, le transfert de chaleur se fait par deux phénomènes qui se produisent simultanément la conduction ionique et la rotation dipolaire (Li et al., 2019).

L'émergence des ultrasons dans les procédés d'extraction a également bouleversé les domaines d'exploitation des substances bioactives (Dzah et al., 2020). Les ultrasons sont des ondes mécaniques dont la fréquence est supérieure à la gamme de fréquences audibles pour l'Homme (20 Hz à 20 kHz). Le principe d'extraction est basé sur plusieurs phénomènes tels que la cavitation conduisant à la rupture cellulaire et l'amélioration du transfert de masse (Kumar et al., 2021).

Ces techniques alternatives ont un grand potentiel pour remplacer les techniques conventionnelles, mais leur application et leur optimisation devraient être discutées et développées plus en profondeur (Marić et al., 2018).

L'optimisation classique consiste à faire varier un seul facteur à chaque expérience en fixant les valeurs des autres facteurs constantes. Cependant cette méthode nécessite une longue durée expérimentale et un grand nombre d'essais sans mettre en évidence les interactions entre les paramètres, elle ne permet non plus une simulation pour les valeurs non testées des grandeurs choisies (Narendran et al., 2019).

Pour cela, la modélisation mathématique est nécessaire afin de prédire numériquement la réponse en fonction des facteurs. Un plan d'expérience est une approche mathématique et expérimentale qui évalue plusieurs facteurs tout en limitant le nombre d'expériences trouvant d'une manière fiable la relation entre les facteurs et les réponses choisis avec un minimum d'essais (Pratama et al., 2020).

Dans ce sens, l'objectif de l'étude est l'optimisation par plans d'expérience de deux méthodes d'extractions dites vertes à savoir l'extraction assistée par ultrasons (EAU) et l'hydrodistillation assistée par microondes des substances bioactives (HDAM) à partir de *F. vulgare*.

## *Introduction générale*

---

Cette étude s'inscrit également dans le cadre de la valorisation des sous-produits de l'agriculture et de l'industrie agroalimentaire en s'intéressant également aux parties non-comestibles d'un légume largement consommé.

La première partie est une synthèse bibliographique ou un état de l'art sur le fenouil, comportant deux chapitres : Le chapitre I comprend des données pertinentes sur les travaux antérieurs traitants les composés bioactifs et les activités biologiques de fenouil et le chapitre II décrit les méthodes d'extraction et l'application des plans expérimentaux.

La deuxième partie présente l'étude expérimentale qui comporte également deux chapitres ; le premier est consacré au séchage des différentes parties de la plante tout en étudiant la cinétique de séchage, l'effet des méthodes de séchage et la caractérisation des poudres obtenus (chapitre III).

Le dernier chapitre (IV) est consacré à l'extraction des CPT et des HES à partir des graines de fenouil par l'EAU et l'HDAM et leur optimisation en utilisant les plans d'expériences, tout-en caractérisant les extraits obtenus dans les conditions optimales par des méthodes spectrales et chromatographiques.

Une conclusion générale reliant toutes les données et les perspectives d'avenir est présentée à la fin du manuscrit.

Partie 1 :

Synthèse

Bibliographique :

Etat de l'art sur

*Foeniculum*

*vulgare*

**Chapitre I :**  
**Substances bioactives et bio-**  
**activités**

## **Chapitre I. Substances bioactives et bio-activités**

### **I.1. Introduction**

Le stress oxydatif ou le stress oxydant est défini comme étant la perturbation de l'équilibre entre la production des radicaux libres et les défenses antioxydantes entraînant des dommages potentiels et provoquant plusieurs pathologies telles que le cancer, le diabète, les maladies cardiovasculaires et neurodégénératives (Vermerris and Nicholson, 2006).

Les radicaux libres sont des espèces chimiques instables possédant un ou plusieurs électrons non appariés ce qui leur permet de réagir avec des molécules biologiques telles que les lipides, les protéines et l'ADN tout en arrachant leurs électrons. Ces molécules deviennent également instables enchainant ainsi une cascade de réactions (Habauzit and Horcajada, 2008).

A l'inverse, les antioxydants sont des substances capables d'empêcher ou de ralentir l'oxydation en neutralisant ces radicaux libres. Parmi les molécules antioxydantes, on trouve par exemple les composés phénoliques, les huiles essentielles, les caroténoïdes, les vitamines, les minéraux, les coenzymes et les enzymes (Hinneburg et al., 2006).

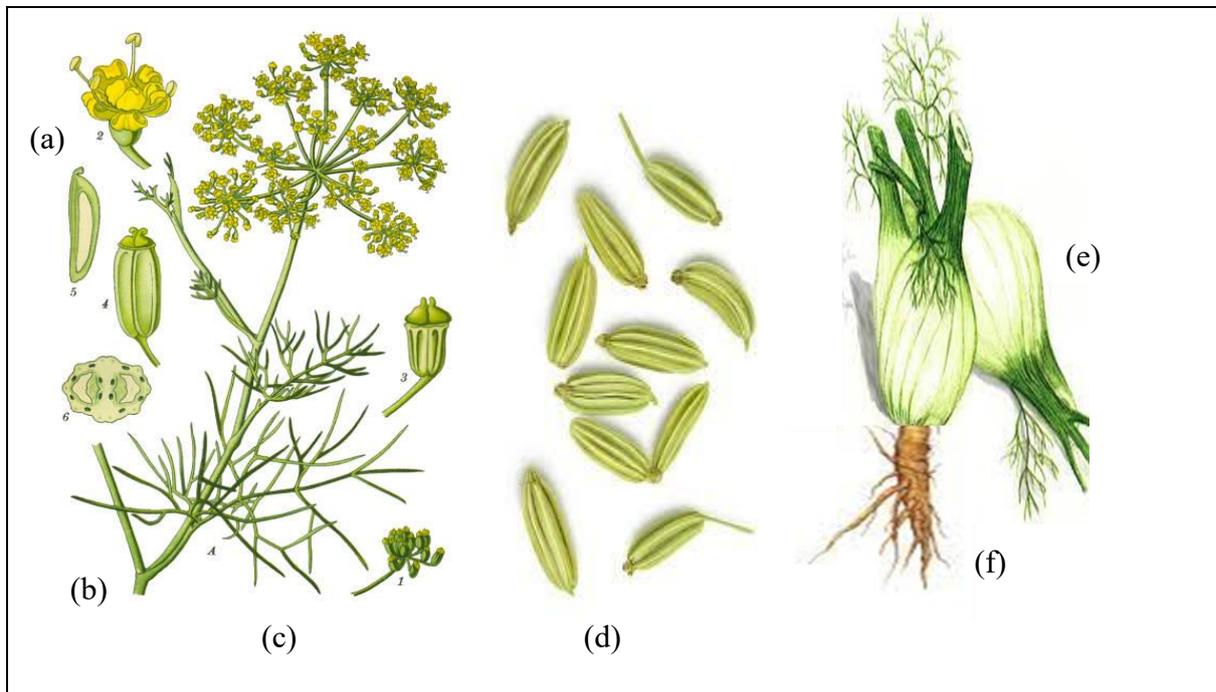
Le rôle des antioxydants dans la prévention des maladies chroniques a suscité l'intérêt des scientifiques, des producteurs et des consommateurs de produits alimentaires ou cosmétiques. Cette tendance a conduit alors à la consommation des produits naturels et sains. En plus, l'application des antioxydants synthétiques, tels que le butylhydroxytoluène (BHT) et le butylhydroxyanisole (BHA) dans les produits alimentaires n'est pas aussi populaire que les dernières décennies en raison des préoccupations exprimées concernant leurs effets néfastes sur la santé humaine. Ceci, a encouragé les chercheurs à explorer l'applicabilité et l'efficacité des composés naturels, tels que les CPT et les HEs, comme alternatives aux antioxydants chimiques nocifs dans les produits alimentaires (Soto et al., 2011).

Dans ce chapitre, nous mettons le point sur les substances bioactives extraites à partir de *F. vulgare* et leurs effets thérapeutiques et pharmaceutiques en commençant par une description botanique et la taxonomie de fenouil; rassemblant, par la suite, les travaux scientifiques relatifs à sa phytochimie, sa toxicité et ces applications dans les différents domaines.

### **I.2. Description botanique et morphologique**

Le fenouil est une plante biennale herbacée. Les feuilles sont plumeuses, divisées en segments filiformes. Les fleurs sont de couleur jaune, constituées de pétales à lobe arrondi et enroulés. Elles sont réunies en ombelles et leur odeur est très anisée (Kaur and Arora, 2010). Les tiges sont droites, feuilletées et unies de couleur jaune verdâtre.

Les fruits sont formés de deux akènes. Les racines sont ligneuses et le bulbe est charnu de couleur blanchâtre (la partie comestible) qui est le pétiole foliaire renflé à la base. Une illustration botanique de ces différentes parties est présentée dans la figure I.1.



**Figure I.1: Illustration botanique des différentes parties de *Foeniculum vulgare***  
**(Barros et al., 2009; Farid et al., 2020).**

(a) : Fleur ; (b) : Tige ; (c) : Feuilles ; (d) : Graines ; (e) : Bulbe et (f) : Racine

### I.3. Taxonomie

L'espèce *F. vulgare* appartient à la famille des Apiacées (Ex Umbellifères) ; la sous-famille des Apioïdées ; le super-ordre des Rosidés et à l'ordre des Umbellales (Malhotra, 2012). Trois variétés principales (figure 2) sont décrites: *F. vulgare* Mill. var. *piperitum* (**fenouil amer**), *F. vulgare* Mill. var. *dulce* (**fenouil doux**) et *F. vulgare* Mill. var. *azoricum* Thell (**Fenouil de Florence**).

#### I.3.1. Variété amère

*F. vulgare* Mill. var. *piperitum* pousse généralement à l'état sauvage. Mais il est également cultivé dans certains pays comme la France, l'Allemagne et l'Italie. Il est cultivé pour ses graines et son HE, les jeunes tiges sont utilisées comme légume et pour aromatiser les salades (Özcan et al., 2006).

C'est une variété vivace caractérisée par ses graines amères, de forme étroite avec une odeur anisée caractéristique. Sa tige est fine et arrondie. Ses feuilles sont courtes et un peu épaisses. Ses petites ombelles sont brièvement pédonculées avec des rayons inégaux et courts renfermant des fleurs jaunes (D'Antuono et al., 2017).

### I.3.2. Variété douce

*F. vulgare* Mill. var. *dulce* est une variété exclusivement cultivée. Il est connu par son bulbe blanc charnu et ses graines riches en HEs (Rather et al., 2016).

### I.3.3. Fenouil de florence

La variété *F. vulgare* Mill. var. *azoricum* Thell est cultivée pour ses graines, son HE, ses feuilles et son bulbe. Le bulbe est moyennement renflé, les bases des feuilles sont élargies (Çeti et al., 2010)

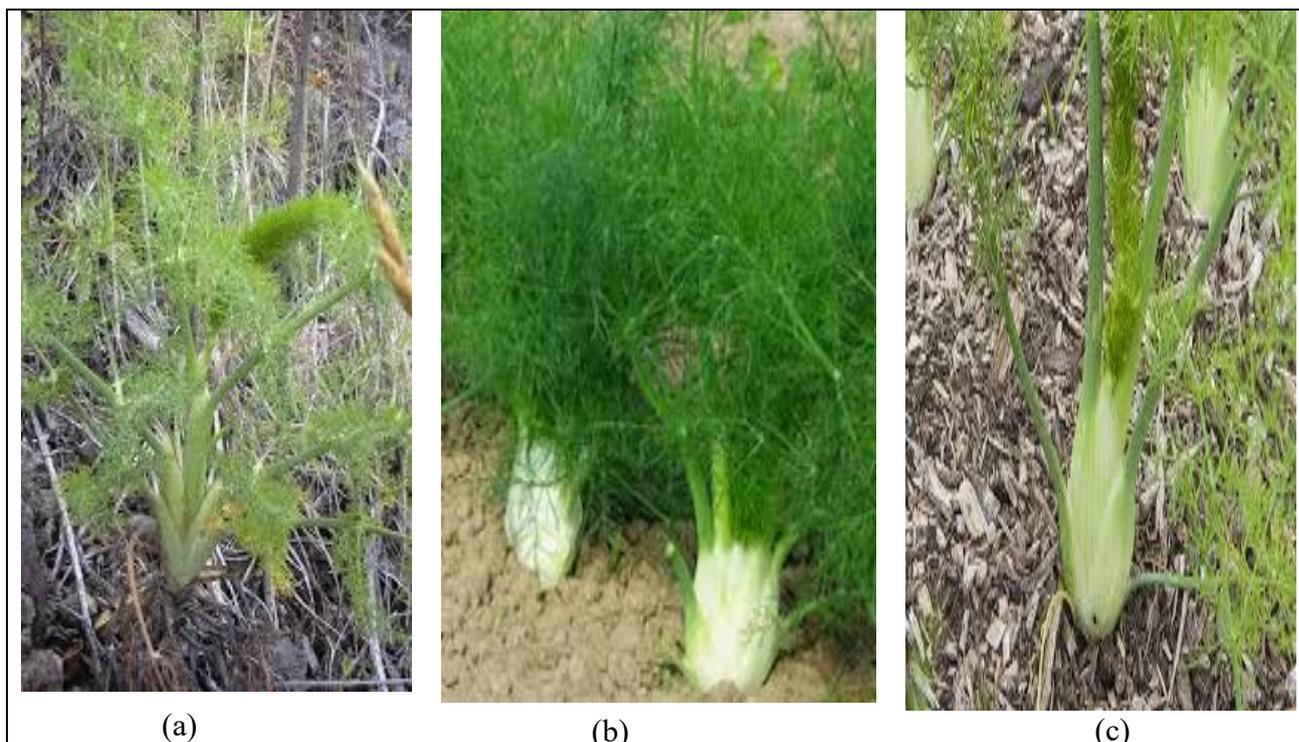


Figure I.2: Principales variétés de *Foeniculum vulgare* (He and Huang, 2011).

(a): var. *piperitum*; (b): var. *dulce*; (c): var. *azoricum* Thell.

## I.4. Phytochimie

### I.4.1. Métabolites primaires

Les métabolites primaires rassemblent les acides aminés, les lipides, les sucres ou les acides nucléiques qui sont directement impliqués dans les fonctions physiologiques de l'organisme telles que la multiplication cellulaire, la croissance et la reproduction (Silori et al., 2019). Plusieurs travaux antérieurs décrivent la composition chimique des différentes parties de fenouil.

#### I.4.1.1. Carbohydrates

Les carbohydrates sont les macronutriments les plus abondants dans toutes les parties dont l'amidon et la cellulose sont les plus abondants. Le fructose, le glucose et le saccharose ont été détectés dont le glucose est le sucre le plus abondant (Rather et al., 2016). Selon Abdellaoui et al. (2017), les graines de fenouil contiennent 42,3% de glucides.

#### **I.4.1.2. Protéines**

Les protéines représentent 1 à 1,5% de la plante (De Marino et al., 2007a) quant aux graines elles contiennent 9,5% (Abdellaoui et al., 2017). Ce qui fait de cette plante une excellente source d'acides aminés essentiels (Leucine, Isoleucine, Phénylalanine, Tryptophane) et d'acides aminés non essentiels (Glycine, Proline) (De Marino et al., 2007a).

#### **I.4.1.3. Lipides**

Les lipides sont les macronutriments les moins abondants dans la plante (inférieure à 1,3 %) (Barros et al., 2010) et d'après Yaldiz and Camlica (2019), la teneur en lipides varie de 0,62 % à 2,36 % selon le génotype de la plante. Les graines contiennent jusqu'à 10% de lipides (Abdellaoui et al., 2017) et même jusqu'à 21,7 à 22,8 % selon Moser et al. (2014).

L'analyse de la composition en acides gras a permis la quantification d'une vingtaine d'acides gras dont les acides gras polyinsaturés sont les prédominants (Barros et al., 2010) et des acides gras saturés dont l'acide Palmitique, l'acide Oléique et l'acide Linoléique ainsi que des oméga 3 et 6 (Yaldiz and Camlica, 2019).

Les principaux constituants sont l'acide pétrosélinique (67,0 à 71,3 %) (Moser et al., 2014) voir même (87,07 %) (Yaldiz and Camlica, 2019) et l'acide oléique (12,0 à 16,4 %) (Moser et al., 2014).

#### **I.4.2. Minéraux et vitamines**

Les minéraux les plus abondants dans le fenouil sont le potassium, le calcium, le magnésium, le phosphore, le sodium et le fer (Barros et al., 2010; Osman et al., 2013; Yaldiz and Camlica, 2019). Les graines contiennent 13,4 % de minéraux (Kooti et al., 2015).

Les vitamines retrouvées dans le fenouil sont les vitamines liposolubles telles que la vitamine A, E et K et les vitamines hydrosolubles comme l'acide ascorbique (C), la thiamine (B1), la riboflavine (B2), la niacine (B3) et la pyridoxine (B6) (Kooti et al., 2015; Abdellaoui et al., 2017).

#### **I.4.3. Métabolites secondaires**

Les métabolites secondaires sont des composés phytochimiques synthétisés par la plante qui, contrairement aux métabolites primaires assurent des fonctions non essentielles pour la croissance de la plante. Ces composés interviennent dans les interactions écologiques (défense ou attirance) entre la plante et son environnement : animaux, insectes, microorganismes et avec d'autres plantes (l'allélopathie) (Soto et al., 2011).

Ces composés phytochimiques exercent des fonctions de défense contre les prédateurs et les agents pathogènes, ou pour attirer les pollinisateurs ou comme disséminateurs des graines (Vermerris and Nicholson, 2006).

En se basant sur des études antérieures, les métabolites secondaires détectés dans le fenouil se divisent en deux groupes rassemblant plusieurs familles de composés chimiques ; les composés phénoliques (acides phénoliques, flavonoïdes, coumarines et stilbènes) et les composés volatiles (phénylpropanoïdes et terpènes).

#### I.4.3.1. Composés phénoliques

##### a. Acides phénoliques et dérivés

Deux types d'acides phénoliques sont présents dans le fenouil ; les dérivés de *l'acide benzoïque* (l'acide hydroxy-benzoïque, l'acide gallique et l'acide syringique) (Mohamad et al., 2011) et les dérivés de *l'acide cinnamique* (l'acide p-coumarique et l'acide caféique et l'acide férulique, acide quinique) (Rawson et al., 2013).

On trouve également les isomères de l'acide chlorogénique ; *les acides caffeoylquiniques* (acide 3-O-caffeoylquinique, acide 4-O-caffeoylquinique et acide 5-O-caffeoylquinique) et *les acides di-caffeoylquiniques* (acide 1,3-O-di-caffeoylquinique, acide 1,4-O-di-caffeoylquinique et acide 1,5-O-di-caffeoylquinique) (Pacifico et al., 2018).

##### b. Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des pigments phénoliques qui sont responsables de la plupart des colorations des fleurs et des fruits (XU et al., 2017).

En rassemblant les travaux antérieurs, les principaux flavonoïdes présents dans le fenouil se divisent en *flavonols*, *flavones* et *flavanols*.

##### b.1. Flavonols

Les flavonoïdes isolés de fenouil sont essentiellement représenté par des dérivés de flavonols possédant un hydroxyle phénolique en C3 et une fonction carbonyle C=O en C4 sur l'hétérocycle central du squelette de base des flavonoïdes. Les flavonols isolés de fenouil sont sous leur forme **aglycone ou glycosylée** (Križman et al., 2007).

Le glucide est généralement fixé par l'intermédiaire d'une liaison -C-O-C- établie entre l'hydroxyle (OH) phénolique ou alcoolique du composé phénolique et un hydroxyle (OH) de la molécule glucidique. Parmi les sucres rencontrés dans le fenouil, le D-glucose est le plus fréquent, mais on rencontre aussi le L-rhamnose, le D-galactose (Hinneburg et al., 2006).

Les dérivés de flavonols glucosides les plus abondants dans le fenouil sont les flavonols à base de quercétine et de kaempférol ; la quercetin-3-*O*-glucuronide ou la miquelianine, la quercetin-3-*O*-galactoside, le kaempferol-3-*O*-rutinoside et le kaempferol-3-*O*-glucoside (Parejo et al., 2004a; Parejo et al., 2004b).

Pacifico et al. (2018) ont également extrait la quercetin-3-rutinoside, eriodictyol-7-rutinoside et l'acide rosmarinique qui est un ester de l'acide caféique et de l'acide 3,4-dihydroxyphenyllactique.

### **b.2. Flavanols**

Une autre catégorie de flavonoïdes est celle des flavanols qui contrairement à la sous classe des flavonols qui ne comportent pas une fonction carbonyle C=O en position 4. Les flavanols isolés de fenouil se trouvent en monomère non glycosilés comme l'epicatéchine (Caleja et al., 2015; Xi et al., 2015).

### **b.3. Flavones**

Les flavones ont une double liaison entre C2-C3 et aucun groupe hydroxyle en C3. L'apigénine qui est un composé des flavones est le plus abondant des flavonoïdes dans les extraits de fenouil après la quercétine (Parejo et al., 2004c).

### **c. Tanins**

Une autre famille des composés polyphénoliques; les tanins qui se divisent en tanins hydrolysables et tanins condensés. Ils ont la capacité à précipiter les alcaloïdes et les protéines (Lubomirova Christova-Bagdassarian et al., 2014).

La présence des tanins dans les différentes parties de fenouil a été démontrée par (Lazouni et al., 2006; Purkayastha et al., 2012; Mallik et al., 2020).

### **d. Coumarines**

Les coumarines sont des composés phénoliques hétérocycliques oxygénés. Plusieurs études fondées sur des extraits de fenouil ont confirmé la présence des coumarines dans les différentes parties de fenouil. Parmi les composés ; le scopoletine, les furo-coumarines (Cherng et al., 2008), l'impératorine, le psoralène, le bergaptène, le xanthotoxine et l'isopimpinélline (Kwon et al., 2002).

### **e. Stilbènes**

Les stilbènes se caractérisent par la présence de deux noyaux aromatique qui sont reliés par une double liaison conjuguée. Ce qui leur confère une grande réactivité. Ils sont généralement glycosilés, hydroxylés, estérifiés ou méthylés (XU et al., 2017).

Les stilbènes isolés de fenouil sont les stilbènes di-glucosidiques et les dérivés de benzoisofuranone (Rather et al., 2016) tels que le cis-miyabenol et le trans-miyabenol ainsi que le foeniculosides (De Marino et al., 2007a).

Les saponines, les alcaloïdes les stérols, les stéroïdes, les anthracénosides, les anthocyanosides, les émодols (Lazouni et al., 2006) et les Anthraquinone (Purkayastha et al., 2012) sont des métabolites secondaires également présent dans le fenouil en quantités moins importantes que celles des polyphénols précédemment cités.

#### I.4.3.2. Huiles essentielles

Les HEs extraites à partir de fenouil sont composés de molécules volatiles odorantes ; les phénylpropanoïdes et des terpènes (Rodríguez-Solana et al., 2014a) qui s'accumulent dans les canaux sécréteurs principalement dans les graines (Strehle et al., 2005).

##### a. Phénylpropanoïdes

Ces composés aromatiques sont synthétisés par les plantes à partir d'un acide aminé, la phénylalanine. Les phénylpropanoïdes principalement l'anéthol et l'estragole sont les composants majoritaires des HEs extraites de fenouil. Plusieurs études ont montré que l'anéthol est le composé majoritaires (Damjanović et al., 2005; Telci et al., 2009; ;He and Huang, 2011). Tandis que dans d'autres études, l'estragole s'avère le composé principal (Mohamad et al., 2011; Van den Berg et al., 2014; Martati and Akmalina, 2018).

En effet, il a été démontré que plusieurs paramètres endogènes ou exogènes à la plante peuvent influencer la composition des HEs. Parmi eux ; l'origine de la plante et les conditions climatiques (Abdellaoui et al., 2017).

##### b. Composés terpéniques

Ces composés sont formés d'unités isopréniques (C<sub>5</sub>)<sub>n</sub>. Les composés terpéniques détectés dans le fenouil sont représentés par les **monoterpènes oxygénés** (fenchone) (Choi and Hwang, 2004), les **hydrocarbures mono-terpéniques** (le α-pinène, le limonène et le γ, β-terpinène) (Cássia et al., 2013) et les **sesquiterpènes** (Zoubiri et al., 2014).

Les HEs de fenouil contiennent également d'autres composés minoritaires qui agissent en synergie avec les composants principale en contribuant aux différentes activités biologiques (Singh et al., 2006; Bedini et al., 2016; Hatami et al., 2018).

#### I.5. Activités biologiques

Cette section décrit les travaux expérimentaux sur les différentes activités biologiques de fenouil et définit les méthodes d'évaluation tout en expliquant les mécanismes d'action pour les activités les plus couramment étudiées.

### I.5.1. Activités antioxydantes

L'activité antioxydante des différentes parties et des différents extraits de fenouil a été largement étudiée par plusieurs auteurs en utilisant plusieurs méthodes : la capacité de chélation des métaux et de la réduction du fer (Abdellaoui et al., 2017), l'inhibition de la peroxydation lipidique (Choi and Hwang, 2004) et la méthode de  $\beta$ -carotène (Abdellaoui et al., 2020).

D'autres méthodes sont également utilisées comme la méthode ORAC (Burkhardt et al., 2015; Pacifico et al., 2018), la méthode FRAP (Sreemoyee Chatterjee, Nandini Goswami, 2012; Rawson et al., 2013), la capacité scavenger de peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, du radical hydroxyle et de l'oxyde nitrique (Oktay et al., 2003), de DPPH (Senatore et al., 2013) (Angelov, 2016; Yaldiz and Camlica, 2019; Ahmed et al., 2019; Chen et al., 2020) et de l'ABTS (Rawson et al., 2013; Kontogiorgis et al., 2016).

L'effet scavenger est la capacité d'inhibition ou de piégeage des différents radicaux libres. Cette activité antiradicalaire est évaluée soit par le dosage des produits formés en utilisant généralement des techniques photométriques, soit par la mesure de la capacité du composé à inhiber les radicaux libres comme les peroxydes lipidiques, le peroxyde d'hydrogène (hydro-péroxydes H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), le radical hydroxyle (HO $\cdot$ ), le radical d'oxygène (superoxydes O<sub>2</sub> $\cdot^-$ ), le radical DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle), la capacité à inhiber le radical ABTS $\cdot^+$ , obtenu à partir de l'ABTS (sel d'ammonium de l'acide 2,2'-azinobis-(3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)).

Une étude sur les propriétés antioxydantes de différentes parties de fenouil a été publiée sur les jeunes pousses, les feuilles, les tiges et les inflorescences. Les pousses semblaient avoir l'activité de piégeage des radicaux la plus élevée en accordance avec la teneur la plus élevée en phénols et en acide ascorbique (Barros et al., 2010).

Salama et al. (2015) ont également démontré que l'effet antioxydant de l'extrait méthanolique de fenouil est peut être dû à la présence de flavonoïdes, de la vitamine C et d'autres constituants actifs en utilisant le test de l'activité de chélation du Fe<sup>2+</sup> et de DPPH.

L'extrait méthanolique des graines de fenouil a également montré une forte activité de piégeage des radicaux libres, de réduire le stress oxydatif et de protéger les cellules des souris des dommages causés par les espèces réactives de l'oxygène (Mohamad et al., 2011).

Une autre étude a été réalisée pour évaluer l'effet de différentes concentrations des huiles essentielles de fenouil ajoutées pour la congélation des matières biologiques comme les spermatozoïdes en empêchant la peroxydation lipidique après la décongélation.

L'étude a montré que le fenouil semble être un nouvel antioxydant à utiliser dans la cryoconservation des spermatozoïdes (Malo et al., 2012).

Les flavonoïdes de fenouil sont capables d'agir comme de puissants piègeurs de radicaux superoxydes impliquant l'arrêt de la réaction en chaîne lors de l'auto-oxydation des acides gras polyinsaturés (Anwar et al., 2009).

Les acides phénoliques et les flavonoïdes contenus dans les extraits de fenouil sont connus pour leur capacité à chélater les métaux de transition comme le cuivre et le fer (Oktay et al., 2003).

L'effet de l'extrait méthanolique des graines de fenouil sur la stabilité oxydative de l'huile de tournesol a été étudié par Mohamad et al. (2011). La capacité d'inhibition de l'acétylcholinestérase des HEs et des extraits aqueux et éthanoliques de fenouil a été également démontré par Mata et al. (2007) et Cragg (2012) ajoutant que l'anéthol est l'antioxydant le plus puissant.

#### **I.5.2. Activité antimicrobienne**

Il existe un grand nombre de travaux scientifiques mettant en évidence l'action antimicrobienne (antibactérienne et antifongique) des extraits de fenouil de différentes régions du monde (Anwar et al., 2009; Cragg, 2012; Senatore et al., 2013; Abdellaoui et al., 2020).

L'activité antibactérienne des HEs de fenouil contre plusieurs agents pathogènes d'origine alimentaire a été évaluée. Les résultats ont montré que les souches de bactéries Gram positif et Gram négatif avaient des sensibilités différentes (Diao et al., 2014).

Senatore et al. (2013) indiquent également un effet appréciable des huiles de fenouil sur les bactéries testées avec des valeurs de CMI qui sont inférieures avec les bactéries Gram négatif.

Les HEs agissent principalement contre la membrane cytoplasmique cellulaire des micro-organismes. L'hydrophobicité est une caractéristique des huiles essentielles qui leur permet de s'accumuler dans les membranes cellulaires, perturbant les structures et provoquant une augmentation de la perméabilité. Des fuites de constituants intracellulaires et une altération des systèmes enzymatiques microbiens peuvent alors se produire (Ili et al., 2019).

L'efficacité des composés polyphénoliques comme l'acide *p*-coumarique pourrait être attribuée à leur interaction avec la membrane cellulaire. Ces composés peuvent inhiber les activités des protéases ce qui affecte les fonctions biologiques des bactéries (Ennadir et al., 2014).

Les flavonoïdes, notamment la quercétine et l'apigénine peuvent aussi retarder la croissance des micro-organismes en inhibant la synthèse des acides nucléiques, la fonction de la membrane cytoplasmique et leur métabolisme énergétique (Salami et al., 2016).

L'activité antifongique a été également évalué par plusieurs auteurs (Özcan et al., 2006; Singh et al., 2006; Bassyouni et al., 2019; Chen et al., 2020). Une étude récente a été menée sur l'efficacité antifongique des extraits de du *F. vulgare* sur l'aflatoxine B1 qui pourrait être utilisé comme conservateur naturel pour améliorer la durée de conservation de certaines denrées alimentaires (Kumar et al., 2020).

### **I.5.3. Activités antiparasitaire, larvicide et insecticides**

L'HE de *F. vulgare* est une alternative prometteuse aux insecticides chimiques pour la protection post-récolte des cultures. Plusieurs études ont montré son efficacité comme insecticide et répulsif contre les insectes.

L'HE des graines d'une variété algérienne de *F. vulgare* a montré une activité larvicide contre le moustique *C. pipiens*. Ce qui est probablement due à la présence du trans-anéthol qui est le composé principal des HEs de fenouil (Zoubiri et al., 2014).

Bedini et al. (2016) ont étudié l'effet répulsif des HEs de deux variétés de *F. vulgare* de type anéthol et estragole contre trois insectes ravageurs des céréales (*Rhyzopertha dominica*, *Sitophilus zeamais* et *Tribolium confusum*). Les résultats ont montré que l'HE de type estragole était le répulsif le plus efficace contre les trois espèces d'insectes en raison de l'effet synergique entre ses principaux composants (Bedini et al., 2016). Cette étude indique que l'HE de fenouil de type estragole convient à l'élaboration de répulsifs écologiques pour la protection post-récolte des cultures céréalières.

L'HE de fenouil a également présenté des effets insecticides importants contre les larves de *Culex quinquefasciatus* et de *Spodoptera littoralis* et les formes adultes de *Musca domestica* (Pavela et al., 2016).

L'effet antiparasitaire des extraits aqueux de *F. vulgare* sur *Blastocystis spp* a été démontré par Méabed et al. (2018), ce qui est dû aux composés phénoliques.

### **I.5.4. Activité anti-inflammatoire**

Les substances bioactives extraites de fenouil peuvent être utilisées pour une variété de maladies inflammatoires, y compris l'asthme, la bronchite chronique et la rhinite allergique (Choi and Hwang, 2004). Signalant aussi, que certaines activités pharmacologiques de ces substances bioactives, telles que les activités antitumorales et anti-nociceptives, sont liées à leurs effets anti-inflammatoires (Cássia et al., 2013).

Des extraits hydro-alcooliques de feuilles de fenouil marquent un effet cytoprotecteur contre l'oxydation induite par le H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. La forte capacité anti-inflammatoire de l'extrait pourrait être due à la présence des dérivés phénoliques comme la miquélianine et d'autres flavonols glucuronides (Pacifico et al., 2018).

L'activité anti-inflammatoire des extraits méthanoliques des fruits de fenouil a été également évaluée par Farid et al. (2020) et Samadi-Noshahr et al. (2021). Les résultats de ces deux études récentes indiquent que le fenouil peut être utilisés comme traitement post-radiothérapie contre les effets oxydatifs et inflammatoires des rayonnements ionisants.

#### **I.5.5. Effet hépatoprotecteur**

Une étude menée par Özbek et al. (2003) indique que l'admission des HEs de *F. vulgare* montre une puissante action hépatoprotectrice contre les lésions hépatiques induites par le tétrachlorure de carbone (TCC) chez les rats.

Le TCC peut provoquer une peroxydation lipidique accrue conduisant à des lésions tissulaires et à une défaillance de la défense antioxydante incapable d'empêcher la formation excessive de radicaux libres.

L'effet hépatoprotecteur contre l'effet toxique du paracétamol a été également démontré par une autre étude réalisée par Shahat et al. (2012) sur les activités antioxydantes et hépatoprotectrices des extraits de deux variétés de fenouil.

Les HEs de fenouil ont également montré un rétablissement contre les lésions hépatiques induites par le TCC chez les rats albinos par attribution à la stabilisation du dysfonctionnement biliaire dans le foie (Rabeh and Aboraya, 2014).

L'évaluation des paramètres biochimique a montré une amélioration chez les rats traités par les HEs de fenouil par l'augmentation du flux de la bile chez le rat souffrant des troubles hépatorénales induits (Al-Amoudi, 2017).

Le profil lipidique sérique, l'activité enzymatique hépatique (aminotransférases), les marqueurs de stress oxydatif et le degré de fibrose du tissu hépatique ont été évalués. Cette étude visait à évaluer les effets protecteurs du trans-anéthol de fenouil sur les lésions hépatiques induites par la streptozotocine chez les rats. Les résultats suggèrent que les extraits de fenouil sont capables de protéger le foie contre les lésions hépatiques induites par le diabète chez le rat ; ce qui est due aux effets hypoglycémiantes et antioxydants (Samadi-Noshahr et al., 2021).

#### **I.5.6. Effet antispasmodique**

[Silveira et al. \(2019\)](#) ont étudié l'effet d'une formulation d'extraits de trois plantes dont *F. vulgare* sur les troubles du tractus gastro-intestinal. Les substances actives de ce complément sont principalement l'apigénine et l'anéthol. Les résultats de cette étude montrent que le traitement a réduit d'une manière significative les stimuli émétogènes induits par le cisplatine chez les rats. Cette formulation a également montré un effet laxatif en réduisant le transit gastro-intestinal, en affectant également les contractions du muscle lisse duodéal médiées par les canaux Ca<sup>2+</sup>.

#### **I.5.7. Effet diurétique**

L'efficacité des infusions de plantes formulées dont de *F. vulgare* sur la formation de calculs rénaux d'oxalate de calcium chez les rats a été étudié par [Ibrahim and El-Khateeb \(2013\)](#). Les résultats obtenus démontrent que cette infusion ajuste les niveaux d'enzymes marqueurs de fonctions rénales.

#### **I.5.8. Activité hypoglycémique**

[Samadi-Noshahr et al. \(2021\)](#) ont indiqué que l'administration du *trans*-anéthol de fenouil est capable de régler la glycémie chez les rats. Cette propriété hypoglycémique contribue dans les effets thérapeutiques des extraits de fenouil qui peuvent protéger directement le foie grâce à d'autres mécanismes tels que des effets antioxydants.

Ces résultats suggèrent que le *trans*-anéthol de fenouil pourrait être utile dans la gestion des complications du diabète.

#### **I.5.9. Activité hypolipidémique**

L'effet des extraits méthanoliques des graines de fenouil sur le cholestérol et les triglycérides a été étudié *in vivo* par [Choi and Hwang \(2004\)](#). Les résultats de cette étude ont montré un abaissement de taux des lipides dans le sang.

Les huiles essentielles de fenouil ont également montré des effets hypolipidémiques ; cardiovasculaires, anti-thrombotiques et anti-hypertensive ([Tognolini et al., 2007](#); [Rabeh and Aboraya, 2014](#)). De plus [Samadi-Noshahr et al. \(2021\)](#) ont montré que le *trans*-anéthol de fenouil soit le composant responsable de la normalisation du profil lipidique.

#### **I.5.10. Effet sur les hormones sexuelles**

Une étude clinique menée par [Moslemi et al. \(2012\)](#) a indiqué que la sévérité des douleurs pelviennes au moment des saignements menstruels était plus faible dans le groupe ayant consommé l'extrait de fenouil.

Une autre étude des essais cliniques a pour objectif d'évaluer l'efficacité de fenouil sur les symptômes de la dysménorrhée primaire et la durée de la ménorrhée (Ghodsi and Asltoghiri, 2019). La sévérité de la douleur a été évaluée à l'aide d'une échelle visuelle analogique et un questionnaire sur l'intensité de la douleur et de stress. Des capsules de fenouil ont été administrées pendant la période de la menstruation pendant une durée de trois mois. Les résultats de cette étude démontrent que l'intensité des nausées a été diminuée; les signes de dysménorrhée ont été soulagés et la durée de la période menstruelle a été réduite.

De plus, les indices anthropométriques et androgéniques chez les femmes en surpoids et obèses atteintes du syndrome des ovaires poly-kystiques ont été mesuré pour évaluer l'effet d'un régime amaigrissant supplémenté des gélules à base de fenouil (Nadjarzadeh et al., 2021).

Une autre étude a été menée pour évaluer les effets protecteurs des graines de fenouil pendant la période post-natale jusqu'à la puberté et la ménopause sur la réserve folliculaire ovarienne (RFO). Les groupes de souris ayant reçu les graines de fenouil ont montré une augmentation marquée du poids et du diamètre du corps et des ovaires par rapport au groupe témoin (Pourjafari et al., 2019); Le fenouil peut améliorer la RFO pendant la grossesse, l'allaitement et ensuite jusqu'à la puberté et la ménopause. L'extrait hydro-alcoolique de fenouil permet également de protéger la réserve folliculaire dans les ovaires de la progéniture ultérieure en augmentant le niveau d'hormones sexuelles dans le sérum et le niveau d'expression du gène anti-apoptotique dans l'ovaire tout en contrôlant l'atrésie folliculaire pendant la période embryonnaire et infantile.

#### **I.5.11. Activité apoptotique et antitumorale**

L'activité anti-cancérogène de l'extrait méthanolique de graines de fenouil contre les cellules cancéreuses du sein, du côlon et du foie a été réalisé par Bakry (2015), en utilisant la méthode de dosage de la *sulfodiamine-B*. L'évaluation de l'expression des gènes apoptotiques par une PCR et la détermination des protéines dans des cellules cancéreuse ont montré une fragmentation de l'ADN et une augmentation du taux de protéines dans les cellules cancéreuses traitées par les extraits de fenouil.

L'extrait méthanolique des graines de fenouil peut avoir un potentiel antimutagène remarquable contre les cellules cancéreuses du sein et du foie en réduisant le stress oxydatif; protégeant par conséquent les cellules des dommages causés par les espèces réactives de l'oxygène.

L'extrait a également montré des effets anti-tumoraux et cytoprotecteurs contre l'irradiation gamma en modulant la peroxydation lipidique et en améliorant le système de défense antioxydant (Mohamad et al., 2011).

Chen et al. (2020) ont également évalué l'efficacité de l'extrait méthanolique de graines de fenouil pour ses activités antioxydantes, cytotoxiques et antitumorales et pour sa capacité à servir de radioprotecteur non toxique chez les souris albinos testées.

#### **I.5.12. Effet analgésique et antipyrétique**

L'effet atténuant de la sensibilité à la douleur et de la fièvre a été démontré par Choi and Hwang (2004). L'administration orale de l'extrait méthanolique des graines de *F. vulgare* a montré un effet analgésique central chez les rongeurs testés.

#### **I.5.13. Effet sur l'arthrite**

Une étude clinique portant sur l'effet de l'admission orale des extraits de fenouil chez les patients souffrant d'arthrose du genou a été menée récemment par Alazadeh et al. (2020). Les résultats de cette étude indiquent que le fenouil peut être une alternative appropriée pour le traitement complémentaire contre l'arthrose.

#### **I.5.14. Effet antidépresseur**

Des expérimentations animales ont montré l'effet antidépresseur des extraits méthanoliques et des HEs de *F. vulgare*. Différentes doses d'HEs ont induit des effets antidépresseurs sur les systèmes neuronaux dopaminergiques et sérotoninergiques des rongeurs. En effet, il est recommandé que des faibles doses d'HEs soient utilisées simultanément avec des antidépresseurs courants pour obtenir des résultats antidépresseurs synergiques (Abbasi-Maleki and Maleki, 2021).

#### **I.5.15. Amélioration de la masse musculaire**

L'utilisation de la poudre des graines de fenouil dans le régime alimentaire des agneaux a montré une augmentation des performances du tissu musculaire et de la concentration de testostérone dans le sang (Hajalizadeh et al., 2019).

Cette étude suggère que le fenouil peut être intéressant en tant que promoteur de croissance naturel dans l'industrie de la production animale.

Une autre étude récente (Masoudzadeh et al., 2020) démontre que le fenouil peut être envisagé pour augmenter la croissance animale et la masse musculaire dans l'industrie ovine.

L'amélioration de la masse musculaire et de la taille des fibres musculaires est due probablement aux effets positifs de fenouil sur l'expression du gène de croissance (le DLK1) dans certains tissus; notamment dans le muscle du fémur.

### **I.6. Toxicité**

Plusieurs études ont montré que les phénylpropanoïdes tel que l'estragole sont les composants majoritaires des HEs extraites de fenouil (Mohamad et al., 2011; Van den Berg et al., 2014; Martati and Akmalina, 2018).

Bien que, la pharmacopée européenne a établi que la teneur en estragole d'une HE doit être inférieure à 5% en raison des risques.

(Levorato et al., 2018) ont démontré que l'estragole de fenouil n'a pas d'effets génotoxiques et hépato-carcinogènes, lorsque il est administré en associé avec la plante entière. Cela est dû aux substances présentes dans la matrice végétale comme les flavonoïdes qui ont un effet protecteur en inactivant la toxicité d'estragole.

Plusieurs études critiquant l'extrapolation de la cancérogénicité chimique des tests sur les animaux et sur l'Homme, affirmant qu'une exposition normale à l'estragole ne représente pas un risque grave de cancer. Selon ces preuves, l'estragole n'a pas d'action cancérogène directe (Gori et al., 2012; Smith et al., 2002; Waddell, 2004).

De plus, la cancérogénicité de l'estragole est due à son activation métabolique, ce qui conduit à la formation de radicaux actifs qui peuvent endommager l'ADN. Cependant, la biotransformation l'estragole diffère chez l'animal et chez l'homme (Rather et al., 2016).

### **I.7. Applications**

#### **I.7.1. Applications traditionnelles**

Le fenouil est utilisé en médecine traditionnelle comme carminatif des problèmes digestifs et des coliques chez les enfants et les nourrissons (Kaur and Arora, 2010)

#### **I.7.2. Usages culinaires**

Le fenouil est utilisé comme légumes dans la préparation de nombreux plats, pâtes et salades (Kaur and Arora, 2010). Les graines de fenouil sont largement utilisées comme épice pour donner de la saveur à un certain nombre d'aliments comme les soupes et les sauces, les viandes et saucisses et enfin le pain et les gâteaux (Singh et al., 2006). Les huiles essentielles de fenouil sont également utilisées comme essence culinaire pour aromatiser les plats (He and Huang, 2011).

### **I.7.3. Application industrielle**

#### **I.7.3.1. Industrie alimentaire**

##### **a. Agent aromatisant**

Dans l'industrie, le fenouil est utilisé comme un aromatisant ou un correcteur d'arôme dans les boissons, les pâtisseries, les condiments, crèmes glacées et liqueurs et comme assaisonnement pour les viandes préparées (Moreira Gonçalves et al., 2020).

##### **b. Agent de conservation**

La graine entière, la poudre et l'HE sont utilisées comme adjuvants antioxydants et conservateurs dans les confiseries et les boissons. Le fenouil est également ajouté à certaine catégorie d'aliments comme les fromages afin d'améliorer leur conservation (D'Antuono et al., 2017).

#### **I.7.3.2. Industrie pharmaceutique**

Il existe plusieurs compléments alimentaires à base des HEs de fenouil qui sont utilisé dans le traitement symptomatique des troubles digestifs tels que le ballonnement et la diarrhée (Kooti et al., 2015). Ils sont sous forme de gélule, solution buvable ou de tisane en sachet.

#### **I.7.3.3. Industrie textile**

Les colorants naturels sont une alternative importante aux colorants synthétiques en raison de leurs effets toxiques sur l'environnement. En effet, les feuilles de fenouil sont utilisées comme colorant naturel dans la teinture de tissus en coton (Haddar et al., 2014).

### **I.7.4. Aromathérapie**

Le trans-anéthol qui est le composé majoritaire de l'HE de fenouil est considéré comme un relaxant naturel et antispasmodique neuromusculaire qui soulage les douleurs et les contractions involontaires d'ordre digestif ou respiratoire (Malhotra, 2012).

Les cétones et les terpènes contenus dans l'HE de fenouil (Ghodsi and Asltoghiri, 2014) qui sont des molécules aux propriétés antalgiques et relaxantes, sont utilisées pour se détendre, soigner certaines maladies et soulager divers maux. Elles peuvent être utilisées par voie orale, cutanée ou par diffusion ou vaporisation dans l'atmosphère ambiante.

**Chapitre II :**  
**Méthodes d'extraction et**  
**Optimisation par plans**  
**d'expérience**

## **Chapitre II. Méthodes d'extraction et optimisation par les plans d'expérience**

### **II.1. Introduction**

L'extraction est une étape importante pour la séparation et l'analyse des composés bioactifs des plantes qui nécessite une maîtrise des différents facteurs expérimentaux affectants le phénomène en question.

Un plan d'expérience est une approche mathématique et expérimentale qui évalue plusieurs facteurs tout en limitant le nombre d'expériences. Dans les années 1920 à 1930, Ronald Fisher a proposé une méthode statistique permettant d'étudier plusieurs facteurs à la fois dans le domaine de l'agronomie. Après l'initiation réussie de Fisher dans le secteur agricole viennent les travaux de Taguchi vers les années 1960 dans le domaine industriel (Pratama et al., 2020).

Depuis, les plans d'expérience ont été appliqués dans les différents domaines d'activités en développant de plus en plus des logiciels commerciaux spécialisés (Narendran et al., 2019).

Ce chapitre comprend deux parties: Une première partie aborde les méthodes d'extraction et la deuxième partie concerne l'application des plans d'expérience dans l'optimisation des conditions d'extraction des substances bioactives à partir de fenouil. Des travaux antérieurs sur le fenouil traitants les méthodes d'extraction et l'optimisation de ces dernières sont alors détaillés.

### **II.2. Méthodes d'extraction**

Cette partie donne un aperçu général sur les extractions assistées par microondes et ultrasons, en citant l'historique, la définition, le principe de l'extraction et l'appareillage utilisé pour chaque technique ainsi que les études antérieures sur le fenouil. De nombreuses méthodes sont également citées, telles que l'extraction par fluide supercritique (EFS), l'extraction par solvant (ES) et l'extraction accélérée par solvant (EAS), l'HD, l'extraction par Soxhlet et l'extraction par champ électrique (ECE):

#### **II.2.1. Extractions par micro-onde**

L'utilisation de l'énergie des micro-ondes dans l'extraction de composés organiques a commencé à la fin des années 1980 (Li et al., 2019). L'extraction assistée par microonde (EAM) est une technologie d'extraction innovante qui combine la technologie des microondes avec des procédures d'extraction traditionnelles (Marić et al., 2018). C'est une technique simple, rapide et économique, nécessitant un temps d'extraction très court avec une faible quantité de solvants (Vivekananda et al., 2007).

### II.2.1.1. Définition

Les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques dans la gamme de fréquences de 300 MHz à 300 GHz avec deux champs oscillants perpendiculaires à savoir le champ électrique et le champ magnétique. Ce sont des rayonnements non ionisants avec une longueur d'onde de 0,001 m à 1 m qui provoquent des mouvements dans les ions et des rotations des dipôles (Zhang et al., 2011).

### II.2.1.2. Mécanisme

La technique d'EAM est basée sur l'application d'un champ électromagnétique; le transfert de chaleur se fait alors par deux phénomènes qui se produisent simultanément, et qui sont *la conduction ionique* et *la rotation dipolaire*.

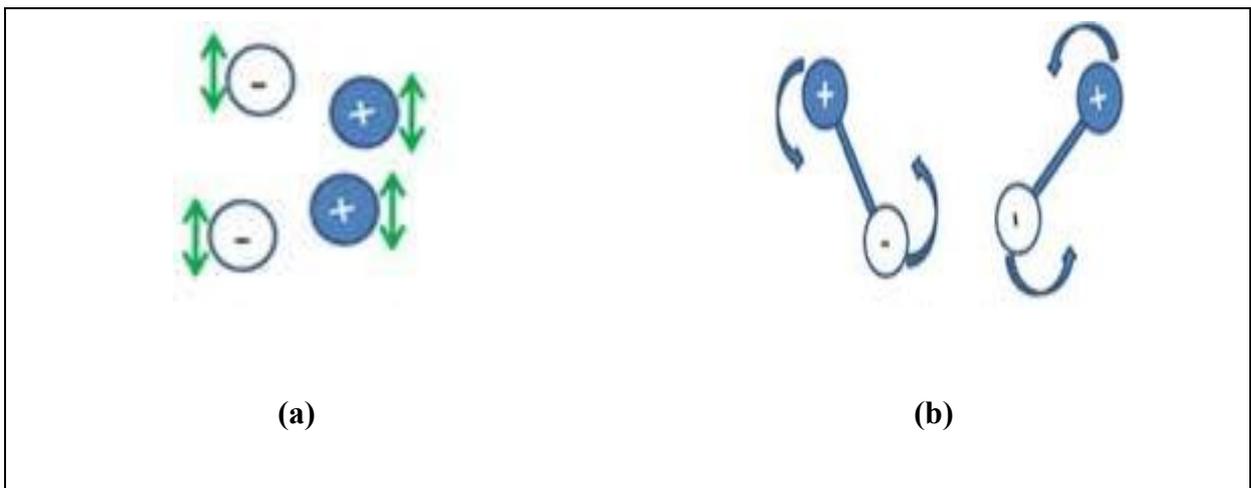
#### a. Conduction ionique

La conduction ionique fait référence à la migration électrophorétique des porteurs de charge (les ions et les électrons) sous l'influence du champ électrique produit par les micro-ondes. La «friction» qui en résulte entre les ions en flux et le milieu est capable de provoquer un échauffement (Chan et al., 2011).

#### b. Rotation dipolaire

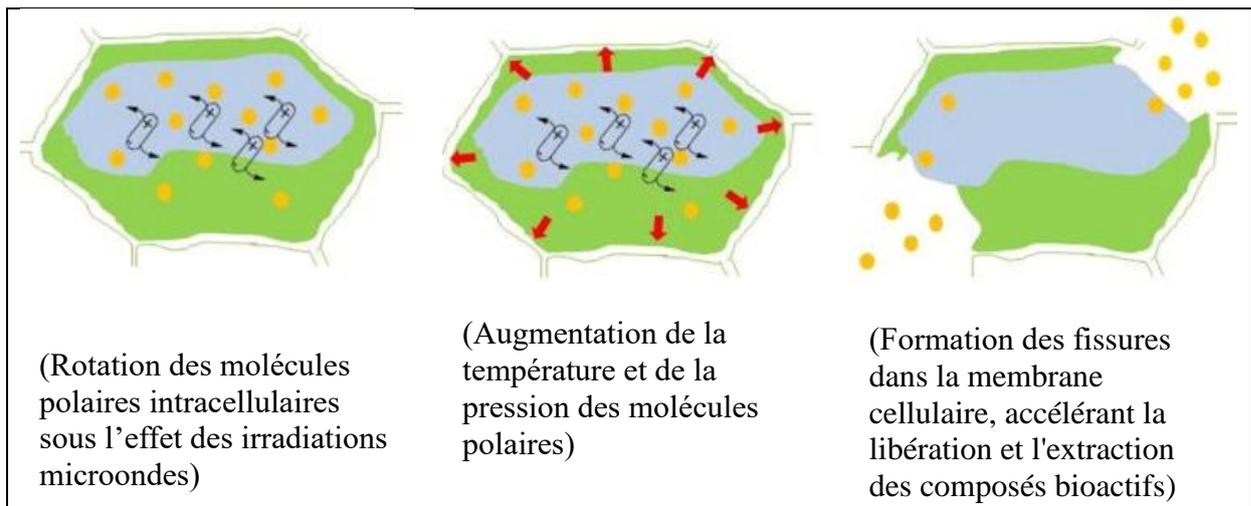
La rotation dipolaire se produit lorsque les molécules dipolaires tentent de suivre le champ électrique dans le même alignement. L'oscillation induite conduit à des collisions entre les dipôles et les molécules environnantes, et crée ainsi de la chaleur.

La conduction ionique et la rotation dipolaire se produisent simultanément, ce qui transforme efficacement l'énergie micro-onde en énergie thermique (Zhang et al., 2011). Ces deux phénomènes sont schématisés dans la figure II.1.



**Figure II.1: Représentation schématique de la conduction ionique (a) et de la rotation dipolaire (b) (Li et al., 2019).**

Lorsqu'une matière végétale est soumise aux radiations microondes, l'énergie résultante est efficacement absorbée par certaines substances, en particulier les molécules polaires comme l'eau. Par conséquent, la température interne des cellules végétales augmente considérablement. La surchauffe intérieure peut provoquer l'évaporation du liquide à l'intérieur des cellules, ce qui peut rompre les parois cellulaires et / ou les membranes plasmiques (Li et al., 2019). Le mécanisme de l'EAM à partir d'une cellule végétale est représenté dans la figure ci-dessous :



**Figure II.2: Représentation schématique du mécanisme de l'extraction assistée par microondes (Destandau et al., 2013).**

### II.2.1.3. Caractéristiques du chauffage par micro-ondes

Les caractéristiques du chauffage par micro-ondes sont la **rapidité** et la **sélectivité**.

#### a. Chauffage rapide

Contrairement au chauffage conventionnel dans lequel la chaleur est transférée de la source de chaleur vers le matériau, un chauffage diélectrique par micro-ondes se produit à l'intérieur des matériaux, conduisant à une augmentation plus rapide de la température (Farhat et al., 2009). La direction de l'évacuation de l'eau et celle du transfert de chaleur sont dans le même sens, ce qui entraîne la formation d'un plus grand nombre de fissures (pores) sur les membranes cellulaires (Li et al., 2019). Le chauffage rapide améliore l'efficacité de la séparation et la qualité du produit extrait (Seixas et al., 2014).

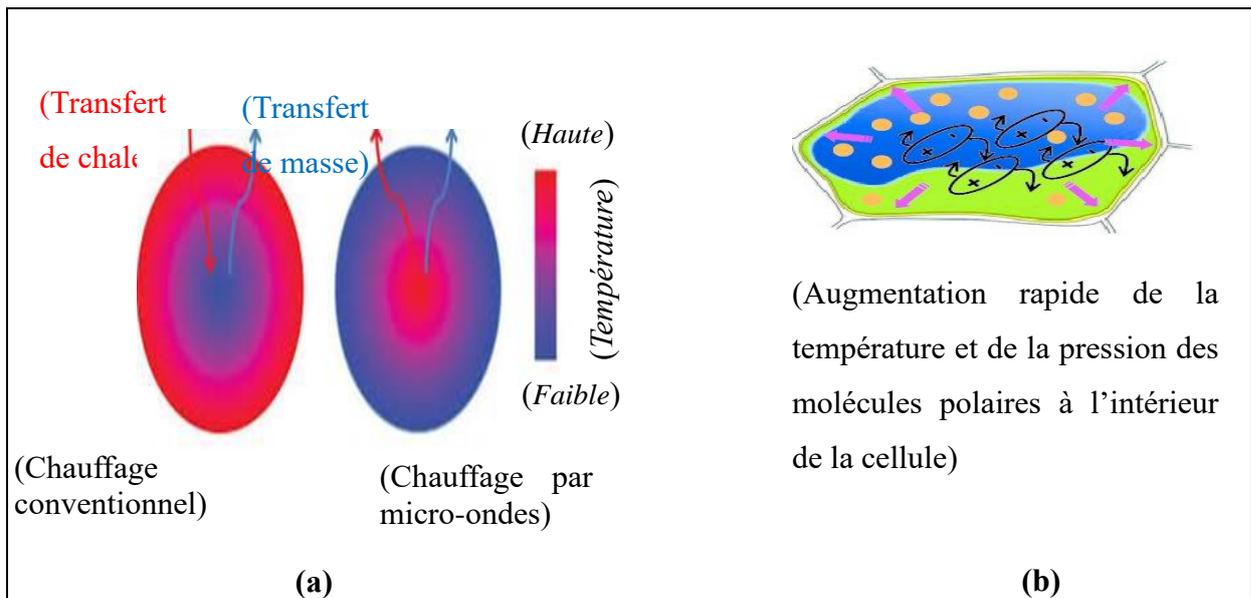
#### b. Chauffage sélectif

Les micro-ondes peuvent chauffer sélectivement les composants ayant un facteur de perte diélectrique (molécules polaires) élevé dans le mélange ; lorsque la température de la molécule polaire atteint son point d'ébullition, les molécules se regroupent, formant des bulles de vapeur qui passent ensuite de la phase liquide à la phase vapeur (Chan et al., 2011).

Au cours de ce processus, une dissipation thermique vers la phase liquide se produit également (c'est-à-dire des molécules non polaires) en raison de la conduction thermique et de la convection (Hayat et al., 2019).

Il s'agit d'un processus compétitif entre le processus de transfert de masse des molécules polaires et les propriétés thermodynamiques, comme le point d'ébullition et l'enthalpie de vaporisation, ainsi que les propriétés de transfert comme la viscosité, le coefficient de diffusion (Li et al., 2019).

Les caractéristiques du chauffage par micro-ondes sont représentées dans la figure II.3.



**Figure II.3:** Illustration schématique des caractéristiques de chauffage (Destandau et al., 2013).

(a) : chauffage rapide (sens de transfert thermique) ; (b) : chauffage sélectif.

#### II.2.1.4. Système et appareillage

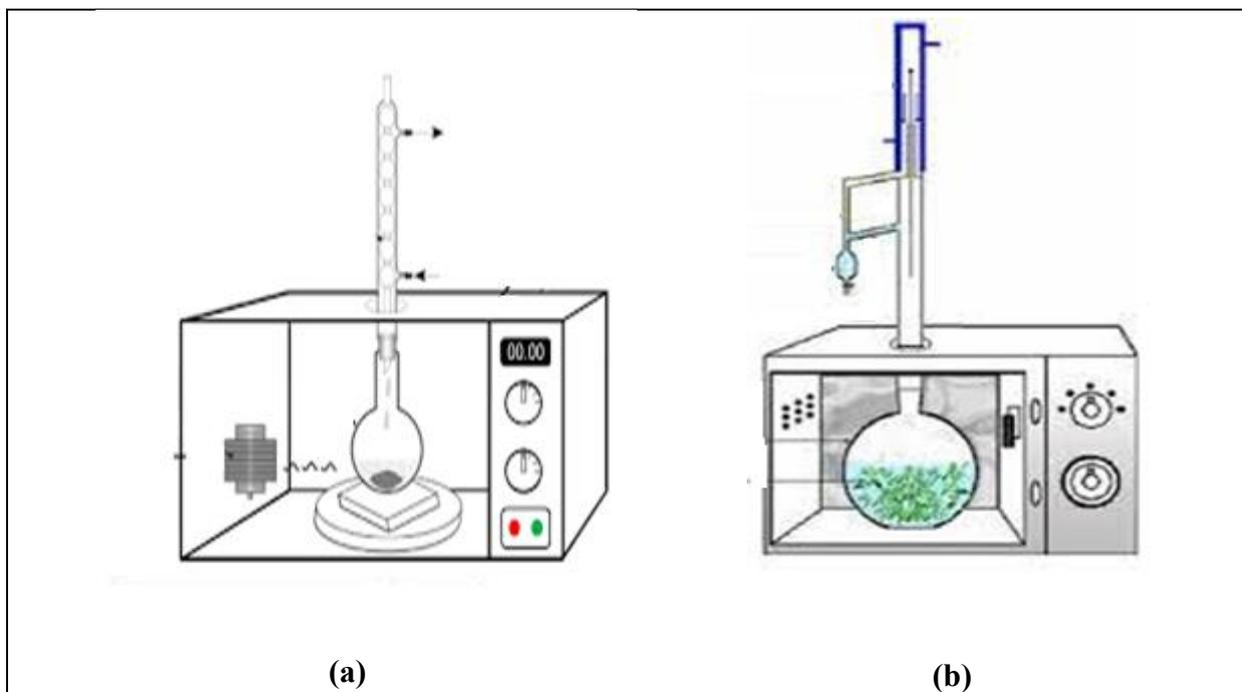
Le système d'extraction assistée par microonde est constitué d'une source de chaleur générée par un magnétron à l'intérieur d'un four microonde et d'un appareil conventionnel d'extraction des substances bioactives. Il existe des équipements commerciaux divers et des systèmes simples construits au laboratoire.

##### a. Equipements commerciaux

Les systèmes à micro-ondes commerciaux peuvent dépasser 1000 watts de puissance avec une température maximale de travail allant de 200 à 300 °C. La plupart des équipements micro-ondes commerciaux sont équipés de système de contrôle de la température et de la pression. Les capteurs à fibre optique peuvent surveiller la température du système à 20 fois par seconde et contrôler la pression et le système de refroidissement de la cuve (Chan et al., 2011). Ces dispositifs commerciaux sont utilisés à l'échelle laboratoire ou bien industrielle.

**b. Systèmes construits au laboratoire à base d'un four micro-onde domestique**

Le four à micro-ondes domestique est souvent modifié en ajoutant un condenseur à eau. Ce montage a été appliqué avec succès dans l'extraction de plusieurs métabolites secondaires à partir de plantes (Memarzadeh et al., 2015; XU et al., 2017; Kusuma et al., 2018; Selvaraj et al., 2019). La figure ci-dessous est une représentation schématique de systèmes d'extraction assistée par microonde :



**Figure II.4: Représentation schématique des systèmes d'extraction assistée par microonde (Fazlali et al., 2015; Fotsing Yannick Stéphane et al., 2021).**

(a): extraction par solvant assistée par microonde et (b) : hydrodistillation assistée par microonde.

**II.2.1.5. Travaux antérieurs**

Plusieurs études scientifiques ont été réalisées par plusieurs auteurs en utilisant les microondes pour l'extraction des substances bioactives à partir de fenouil ; l'hydrodistillation assistée par microonde (Kapás et al., 2011), l'hydrodistillation coaxiale assistée par microonde (González-Rivera et al., 2016), l'hydrodistillation assistée par micro-ondes à double condensation (Chen et al., 2020), l'hydro-diffusion micro-ondes et gravité (Xi et al., 2015) et l'extraction micro-ondes améliorée sans solvant (Benmoussa et al., 2015).

**a. Hydrodistillation assistée par microonde**

La méthode d'HDAM est une technique innovante utilisée pour récupérer les composés volatils. Dans ce procédé, la matière végétale et l'eau sont placées dans un appareil de type Clevenger, puis chauffées à l'intérieur d'un four à micro-ondes pendant une courte période de temps pour extraire les HEs (Marković et al., 2018).

Il est également possible de réaliser une distillation avec l'eau contenue dans la matière végétale fraîche, on parle dans ce cas d'une hydrodistillation sans solvant assistée par micro-ondes (HDSSAM).

Ce procédé a été utilisé par plusieurs chercheurs afin d'extraire les HEs à partir de fenouil ; (Koşar et al., 2007) ont effectué une HDAM à partir des graines de fenouil en utilisant un appareil de type Clevenger placé dans un four à micro-ondes modifié. Ce dernier a été mis en fonctionnement pendant 10 min à 800 W, puis maintenu à 500 W pendant 50 minutes suivi de 5 minutes de ventilation.

L'HDAM a été également réalisée par Kapás et al. (2011), pour obtenir les HEs à partir des graines de fenouil. Le mélange de la poudre de fenouil et de l'eau a été chauffé à 300 W avec une vitesse de rotation de 50 tr / min, pendant de 200 sec.

**b. Hydrodistillation coaxiale assistée par microonde**

L'hydrodistillation coaxiale assistée par microonde a été réalisé par González-Rivera et al. (2016) afin d'extraire les HEs à partir de fenouil. Ce procédé a été appliqué en utilisant un Clevenger modifié avec une antenne coaxiale. Un agitateur magnétique a été placé à la base avec une vitesse de rotation de 250 tr / min, à une puissance de 500 W pendant 9 min.

**c. Hydrodistillation assistée par micro-ondes à double condensation**

La technique d'hydrodistillation assistée par micro-ondes à double condensation (HDAM-DC) a été appliqué pour l'extraction les HEs à partir des graines de fenouil (Chen et al., 2020). Le four micro-onde a été attaché à un appareil Clevenger modifié (en ajoutant un deuxième condenseur).

**d. Hydro-diffusion par micro-ondes et gravité**

Il s'agit d'un alambic classique placé à l'envers sur un four microonde, c'est un système combinant le chauffage par les microondes et la gravité terrestre à une pression atmosphérique (Vian et al., 2008).

Le principe de la technique d'hydro-diffusion par micro-ondes et gravité (HDMG) consiste à placer un système de refroidissement à la base du four micro-onde où les extraits sont condensés en continu. Le phénomène d'hydro-diffusion physique permet aux extraits de sortir du réacteur micro-onde sous l'effet de la gravité terrestre et de tomber dans le collecteur (Singh Chouhan et al., 2019). L'HDMG a été appliqué pour l'extraction des HEs à partir des graines de fenouil, en utilisant une puissance de 500 W pendant un temps de 9 min avec une vitesse de rotation de 250 tr / min. Une fois l'hydrodistillation commencée, la puissance est réduite à 300 W et le temps d'extraction est de 120 min (Xi et al., 2015).

#### e. Extraction micro-ondes améliorée sans solvant

Le procédé d'extraction par microonde sans solvant (EMSS) conventionnel consiste à utiliser un réacteur à paroi unique. Tandis que, le système d'extraction par microonde sans solvant améliorée (EMSSA) se compose d'un four à micro-ondes, d'un réacteur à double paroi et d'un appareil Clevenger (Li et al., 2013).

L'EMSSA à l'aide d'un réacteur micro-ondes à double paroi a été utilisée pour améliorer et accélérer pour l'extraction des huiles essentielles à partir des graines de *Foeniculum vulgare* à pression atmosphérique sans aucune addition de solvant (Benmoussa et al., 2015; Ait Amer Meziane et al., 2020).

#### II.2.2. Extraction assistée par ultrason

Le premier procédé d'extraction par ultrasons remonte à 1950 qui consiste à l'utilisation du houblon dans le brassage de la bière (Dzah et al., 2020). L'EAU utilise l'énergie des ultrasons et le solvant pour extraire les composés cibles de la matrice végétale.

##### II.2.2.1. Définition

Les ultrasons sont les ondes mécaniques dont la fréquence (> 20 kHz) est supérieure à la gamme de fréquences audibles de l'audition humaine (20 Hz à 20 kHz) (Périno-Issartier et al., 2013). Ces ondes consistent en une série de cycles de compression et de raréfaction qui peuvent se propager à travers un milieu solide, liquide ou gazeux induisant le déplacement des molécules de leurs positions d'origine (Chavan and Singhal, 2013).

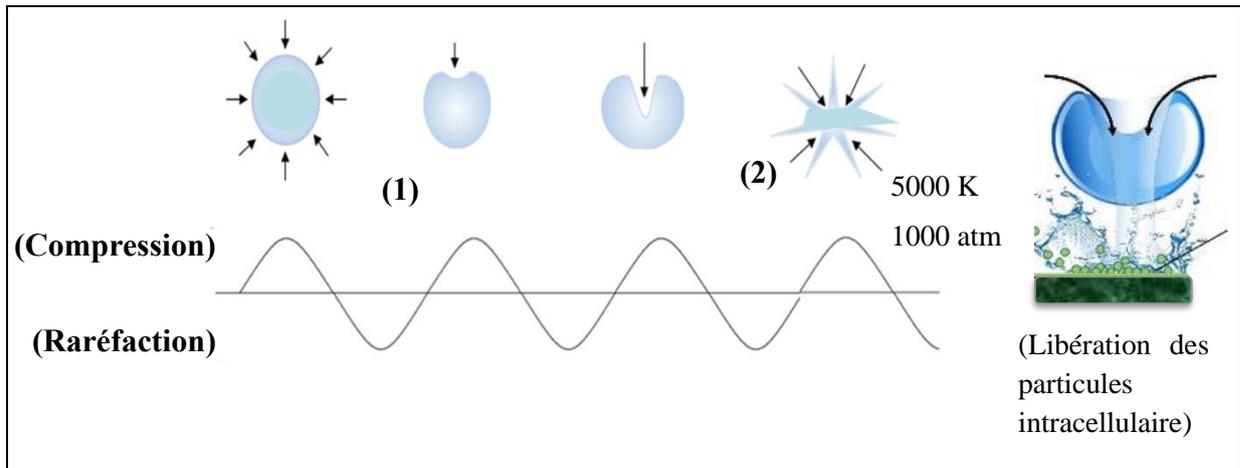
##### II.2.2.2. Mécanismes

L'impact majeur des ultrasons dans un milieu liquide est attribué à la **cavitation** acoustique, conduisant à la rupture cellulaire et l'amélioration du transfert de masse (Adekunte et al., 2010; Md Salehan et al., 2016; Iroka et al., 2016).

À une onde sonore de haute intensité, la pression négative pendant la **raréfaction** dépasse la force d'attraction joignant les molécules (conduisent à des forces de cisaillement) en créant des bulles de cavitation (figure II.5). Ces bulles se développent par coalescence et s'effondrent plus tard pendant la phase de **compression**, créant un point critiques et des conditions locales extrêmes. La température peut atteindre jusqu'à 5000 K et l'augmentation de la pression peut aller jusqu'à 1000 atm. Ces points critiques accélèrent les réactions biochimiques (Kumar et al., 2021).

L'implosion de bulles de cavitation sur la surface d'un produit entraîne un micro-jet qui génère plusieurs effets tels que le pelage de la surface, l'érosion et la dégradation des particules (Chemat et al., 2017).

Chemat et al. (2017) a remarqué que l'EAU n'agit pas avec un seul mécanisme mais à travers différents mécanismes indépendants ou combinés.



**Figure II.5: Représentation schématique du phénomène de cavitation (Higuchi et al., 2019; Khawli et al., 2019).**

(a): formation des bulles de cavitation ; (2) : implosion.

### II.2.2.3. Phénomènes de cavitation

Les bulles de cavitation qui s'effondrent et les ondes sonores peuvent induire un ou une combinaison des phénomènes tels que la fragmentation, l'érosion localisée, la sonoporation (la formation de pores), la force de cisaillement (la dé-texturation), la capillarité (une absorption accrue) et un indice de gonflement accru dans la matrice végétale.

#### a. Fragmentation des structures cellulaires

Les bulles de cavitation qui s'effondrent génèrent des ondes de choc et de collision entre les particules, ce qui provoque la fragmentation des structures cellulaires. La fragmentation rapide conduit à l'augmentation de la surface spécifique en raison de la diminution de la taille des particules et par conséquent améliore le transfert de masse par la solubilisation des composants bioactif dans le solvant (Sarra et al., 2019).

#### b. Erosion

Les ultrasons entraîne des dommages localisés aux tissus végétaux appelés érosions (lésions localisées). Cette destruction peut également être attribuée à l'implosion des bulles de cavitation à la surface des tissus végétaux. La partie érodée facilite le contact du solvant, augmentant le rendement d'extraction (Zhang et al., 2019).

#### c. Capillarité

Les ultrasons augmentent l'absorption de l'eau, améliorant ainsi l'accessibilité de l'eau en tant que solvant aux composés bioactifs à extraire avec une diffusion accrue de ces composés (Dzah et al., 2020).

**d. Dé-texturation**

La génération et l'effondrement de bulles de cavitation induisent une force de cisaillement et une turbulence dans le fluide qui se traduit par la décomposition des parois cellulaires contribuant à la libération du composé bioactif (Kumar et al., 2021).

**e. Sonoporation**

La formation de pores lors de la cavitation, phénomène connu sous le nom de «sonoporation», dans les membranes cellulaires entraîne la libération des composés bioactifs présents dans la cellule (Chemat et al., 2019).

**f. Gonflement de la matrice végétale**

Les ultrasons augmente également l'indice de gonflement de la matrice tissulaire, ce qui contribue à la fois à la désorption et à la diffusion des solutés conduisant à une extraction accrue (Guglielmetti et al., 2017).

De ce fait, le principe de l'EAU ne peut pas être attribué à un seul mécanisme mais à l'effet combiné de tous ces phénomènes.

**II.2.2.4. Système et appareillage**

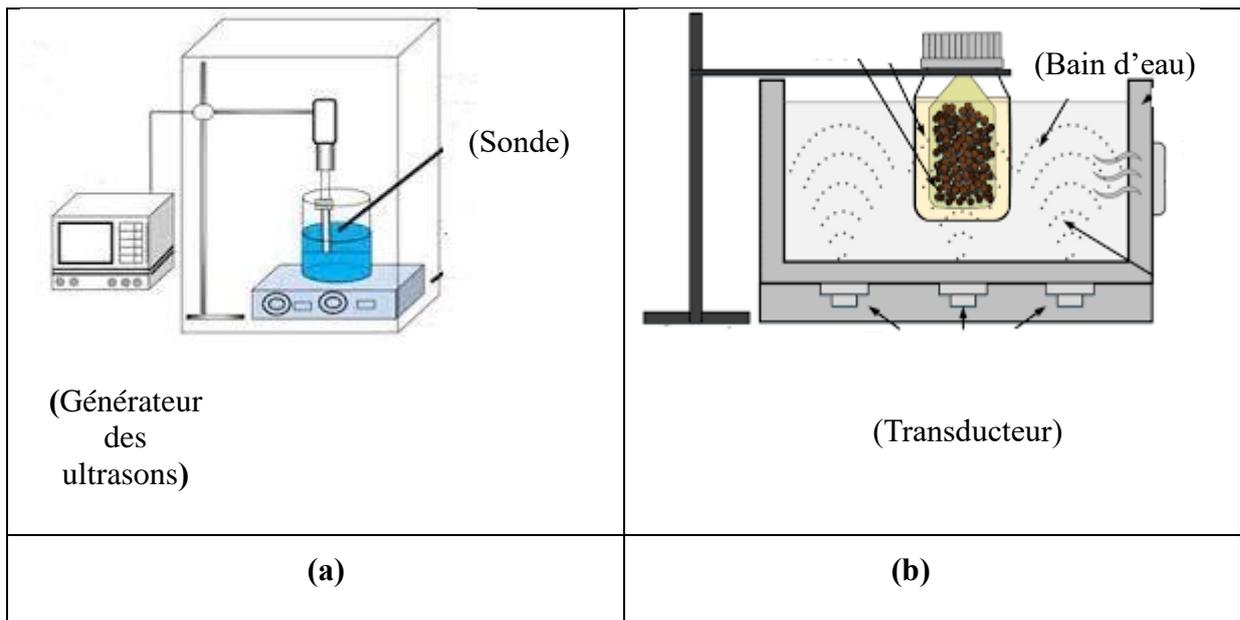
L'extraction par ultrasons peut se faire par un bain à ultrasons ou par une sonde ultrasonique (figure II.6). L'EAU est basée sur un transducteur piézoélectrique comme source d'énergie ultrasonore.

**a. Système de bain à ultrason**

Dans un bain à ultrasons, la matrice solide est dispersée dans le solvant dans un réservoir en acier inoxydable relié au transducteur. Les bains à ultrasons sont plus économiques et faciles à manipuler, mais leur faible reproductibilité limite leur utilisation dans le processus d'extraction. La réduction la puissance et la distribution non uniforme de l'énergie réduisent l'efficacité du système de bain par rapport au système de sonde (Sridhar et al., 2021).

**b. Système à sonde**

La sonde est connectée à un transducteur. Cette sonde ultrasonique est immergée dans le récipient d'extraction et délivre des ultrasons dans le milieu (Chemat et al., 2017). Les systèmes à base de sonde sont généralement préférés par rapport au système de bain en raison de l'intensité ultrasonore plus élevée, l'énergie fournie est concentrée dans une zone d'échantillon spécifique générant un effet de cavitation plus efficace. Ils sont utilisés comme un outil puissant pour l'extraction de composés bioactifs (Kumar et al., 2021).



**Figure II.6: Représentation graphique d'un système d'extraction assistée par ultrason (Salehan et al., 2016).**

(a) : système à sonde et (b) : bain à ultrasons

#### II.2.2.5. Travaux antérieurs

L'EAU à partir de fenouil a été appliquée par Moubarik et al. (2011). Une sonde a été plongée dans le dispositif cylindrique. La puissance de sortie maximale est de 400 W/cm<sup>2</sup> à une fréquence de 24 kHz. La durée de traitement est réglable de 0 à 200 min et le temps de répétition de l'irradiation est de 0,5 sec. La température du milieu d'extraction augmente continuellement, en raison du traitement ultrasonique et afin de la maintenir à 20°C, le dispositif cylindrique a été introduit dans un bain réfrigérant pendant tout le temps d'extraction.

#### II.2.3. Extraction par fluides supercritiques

L'extraction par fluides supercritiques (EFS) est une méthode efficace pour l'extraction de composés thermolabiles à partir d'une matrice solide ou liquide, en utilisant des solvants dits à propriétés critiques comme solvant d'extraction.

Plusieurs solvants peuvent être utilisés dans EFS telles que l'éthanol, l'hexane, le méthanol, le pentane, le butane, l'oxyde nitreux, l'hexafluorure de soufre et les hydrocarbures fluorés. Le CO<sub>2</sub> est utilisé pour plus de 90% de l'extraction SCF des composés bioactifs (Molino et al., 2020).

Le CO<sub>2</sub> a plusieurs caractéristiques et propriétés physico-chimiques uniques, car il est non toxique et inerte avec une pression critique (7,38 MPa) à une température faible (31,1 °C) (Donelian et al., 2009).

L'utilisation de CO<sub>2</sub> supercritique (CO<sub>2</sub>-SC) CO<sub>2</sub>-SC offre de nombreux avantages par rapport aux méthodes conventionnelles ; son éminent coefficient de diffusion et sa plus faible viscosité permettent une pénétration rapide dans les pores des matrices complexes en améliorant ainsi l'efficacité de l'extraction (Molino et al., 2020).

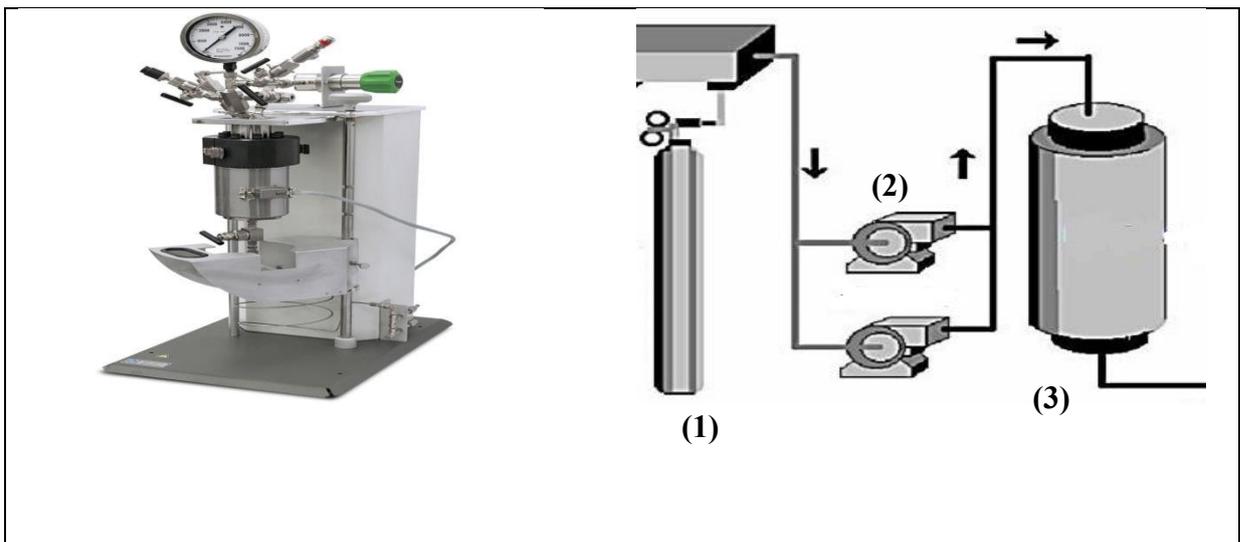
L'EFS se déroule en deux étapes ; la **solubilisation** des composés chimiques présents dans la matrice solide et leurs **séparation du solvant** supercritique.

Le processus de solubilisation se fait en plusieurs étapes ; la matrice végétale absorbe le solvant supercritique, alors sa structure cellulaire se gonfle, ses membranes et les canaux intercellulaires se dilatent, conduisant à une baisse de la résistance au transfert de masse. Les composés solubilisés atteignent la surface externe, qui sont ensuite transportés au solvant supercritique (da Silva et al., 2016).

Ensuite, le solvant sort de l'extracteur transportant les composés solubilisés et par réduction de pression et / ou augmentation de température, l'extrait devient sans solvant (Yousefi et al., 2019). Le système d'extraction par fluides supercritiques est représenté dans la figure II.7.

L'EFS a été réalisé par Simándi et al. (1999) pour l'extraction des HEs à partir des graines de fenouil. A cet effet, l'extracteur à EFS a été soumis à une pression de 200 bars, une température de 313 K et un débit de CO<sub>2</sub> supercritique de  $1,67 \times 10^{-4}$  kg / s pendant 10 min.

Dans des conditions similaires (avec quelques modification qu'ont été apportées), plusieurs chercheurs scientifiques ont réussi à extraire les HEs à partir des graines de fenouil (Damjanović et al., 2005; Moura et al., 2005; Rodríguez-Solana et al., 2014b; Hatami et al., 2017; Mokhtari and Ghoreishi, 2019).



**Figure II.7: Système d'extraction par fluides supercritiques (Sridhar et al., 2021).**

(1) : solvant ; (2) : pompe et (3) : extracteur

#### II.2.4. Extraction par solvant et extraction accélérée par solvant

L'extraction par solvant (ES) est une technique de séparation sélective qui repose simplement sur la solubilité des substances à extraire dans un solvant approprié.

L'ES peut être réalisée par plusieurs processus différents comme la **percolation** qui n'est rien d'autre que le déplacement du solvant à travers le matériel végétal; la **macération** ou bien le trempage de la masse végétale dans le solvant; l'**infusion** (bouillie avec un solvant) et en fin l'**enfleurage** qu'est une extraction avec de la graisse chaude ou froide et qui est principalement utilisée pour obtenir les molécules odorantes des plantes aromatiques (Khawli et al., 2019).

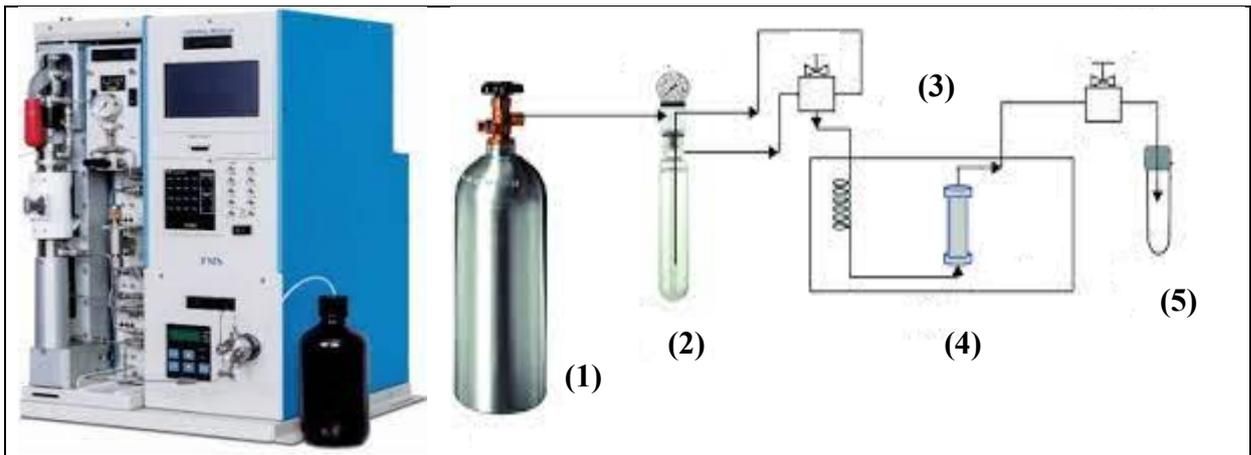
L'ES est une technique largement utilisée pour l'extraction de substances à partir de différentes parties de fenouil ; des colorants à partir des feuilles de fenouil ont été extrait en utilisant de l'eau comme solvant (Haddar et al., 2014). L'éthanol a été utilisé pour préparer l'extrait de fenouil par agitation (Martati and Akmalina, 2018) et par décoction en utilisant plusieurs solvants (Parejo et al., 2004b). La percolation a été réalisée en utilisant le méthanol (Salami et al., 2016) et l'éthanol (Urango et al., 2021) pour l'extraction des polyphénol à partir de fenouil.

L'extraction accélérée par solvant (EAS) n'est rien d'autre qu'une extraction par solvant à haute pression ce qui améliore la perméabilité cellulaire. Elle est appelée également l'extraction liquide sous pression (ELSP).

L'amélioration de la perméabilité cellulaire se traduit par l'amélioration des interactions physiques intermoléculaires en accélérant la pénétration du ou des solvants d'extraction, et en améliorant ainsi le transfert de masse. Les températures élevées aident également à réduire la viscosité des solvants, ce qui facilite la diffusion du solvant dans la matrice végétale (Machado et al., 2015).

Des équipements automatisés sont disponibles, qui permettent un contrôle précis de la température, de la pression et du temps d'extraction, avec des commodités pour l'extraction simultanée d'un grand nombre d'échantillons, à l'abri de la lumière et de l'oxygène (Saini and Keum, 2018). Un système d'EAS est représenté dans la figure II.8.

L'EAS des HEs des graines de fenouil a été réalisée par Rodríguez-Solana et al. (2014a). L'extraction a été effectuée dans une cellule en acier inoxydable en utilisant le méthanol comme solvant. L'EAS a été également utilisé pour l'isolement des phénols et des pigments des graines de fenouil en utilisant l'éthanol comme solvant d'extraction (Repajić et al., 2021).



**Figure II.8: Système d'extraction accélérée par solvant (Fotsing Yannick Stéphane et al., 2021).**

(1) : gaz ; (2) compresseur ; (3): pompe; (4) : chambre d'extraction dans un four et (5) : collecteur des extraits.

### II.2.5. Extraction assistée par champ électrique

L'extraction assistée par champ électrique (EACE) est une méthode non thermique, elle est basée sur l'application de courtes impulsions répétitives à haute tension pendant quelques millisecondes (ms) sur un échantillon placé entre deux électrodes (Saini and Keum, 2018).

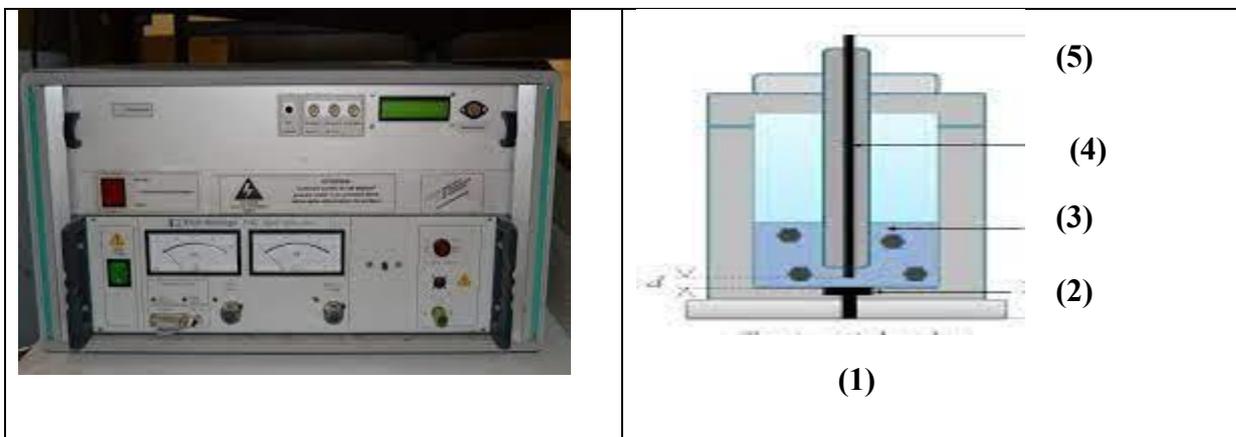
Le champ électrique pulsé (CEP) est utilisé dans l'extraction de composés précieux d'un grand nombre de produits alimentaires comme les jus de fruits. La technologie CEP implique l'application d'impulsions de très courte durée et d'une intensité de champ électrique modérée ou élevée à des produits placés entre deux électrodes à une température ambiante (Giacometti et al., 2018). L'application de CEP augmente la perméabilité des membranes cellulaires par la formation des pores favorisant l'extraction (Saini and Keum, 2018) ; ce phénomène s'appelle l'électroporation.

L'équipement CEP se compose d'un générateur d'impulsions à haute tension, d'une chambre de traitement et des dispositifs de commande nécessaires (figure II.9). La chambre de traitement, dans laquelle le produit est exposé aux impulsions de champ électrique se compose d'au moins deux électrodes, l'une en haute tension et l'autre au potentiel de terre, séparées par un matériau isolant dans différentes configurations géométriques. Le produit subit une force par unité de charge (le champ électrique), responsable de la rupture des membranes cellulaires (Fotsing Yannick Stéphane et al., 2021).

Les extractions aqueuses assistées par le CEP et par une décharge électrique (DE) ont été appliquées par Moubarik et al. (2011) sur des échantillons de fenouil. Les échantillons ont été placés à l'intérieur d'un dispositif cylindrique entre deux électrodes en acier inoxydable reliées à un générateur CEP (intensité : 50–1200 V/cm et nombre d'impulsions : 50–1000).

En revanche pour la technique à DE: l'appareil expérimental consistait en une alimentation haute tension pulsée (tension : 40 kV et nombre de décharges : 10–60). Un échantillon de 200g de fenouil et 400g de l'eau distillée ont été introduits dans la cellule de traitement DE sous agitation à 250 rpm, à température ambiante. Cette cellule est équipée d'une aiguille en acier inoxydable et d'une électrode à plaque inoxydable, reliée au générateur DE (Moubarik et al., 2011).

Une nouvelle méthode d'hydrodistillation assistée par le plasma froid (PF) avec décharge à barrière diélectrique (DBD) a été réalisée récemment par Rezaei et al. (2021). Le PF-DBD a été utilisé comme un prétraitement pour l'extraction des huiles essentielles des graines de fenouil, suivi d'une hydrodistillation. Le rendement en HE a été amélioré par la génération des pores sur l'enveloppe externe de la graine de fenouil.



**Figure II.9: Système d'extraction assistée par champ électrique pulsé (Sridhar et al., 2021).**

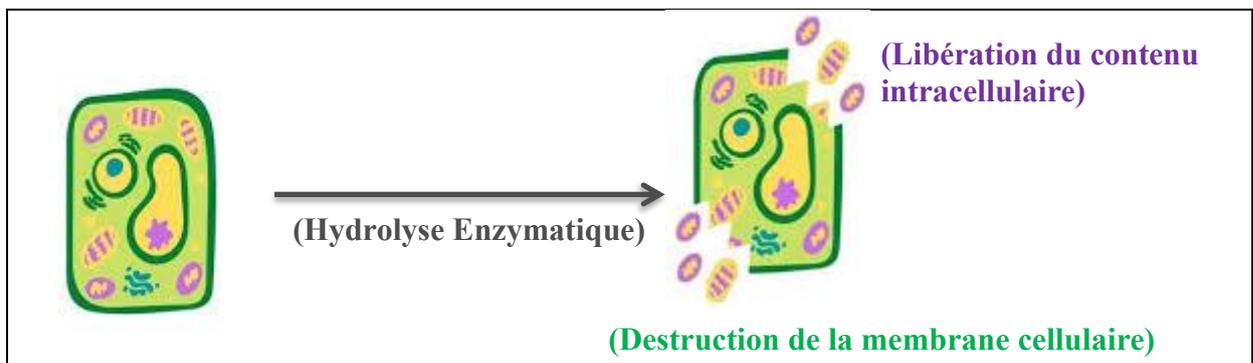
(1) : chambre de traitement ; (3) : échantillon + eau ; (5) : alimentation haute tension pulsée

#### II.2.6. Extraction enzymatique

Les méthodes d'extraction assistée par enzyme (EAE) utilisent des enzymes hydrolytiques pour briser l'intégrité structurale des parois cellulaires afin d'améliorer le rendement d'extraction (XU et al., 2017). Les enzymes les plus couramment utilisées sont les cellulases, les héli-cellulases et les pectinases ou une combinaison de celles-ci. Une représentation schématique de l'EAE est illustrée dans la figure II.10.

L'extraction assistée par les enzymes est une approche récente d'extraction des substances bioactives à partir des matières végétales. Les enzymes sont utilisées dans le prétraitement (avant le traitement conventionnel) pour obtenir un meilleur rendement et une meilleure qualité (Molino et al., 2020).

L'effet du prétraitement enzymatique sur le rendement d'extraction et la qualité de l'huile volatile de les graines de fenouil a été évalué par [Baby and Ranganathan \(2016\)](#) en utilisant diverses enzymes, à savoir des cellulases, des pectinases et des protéases. Les auteurs ont montré que le prétraitement enzymatique entraîne une augmentation du rendement en huile de l'ordre de 11 à 22,5% par rapport à l'échantillon témoin. Révélant ainsi que la composition chimique des huiles obtenues reste inchangée après le prétraitement.



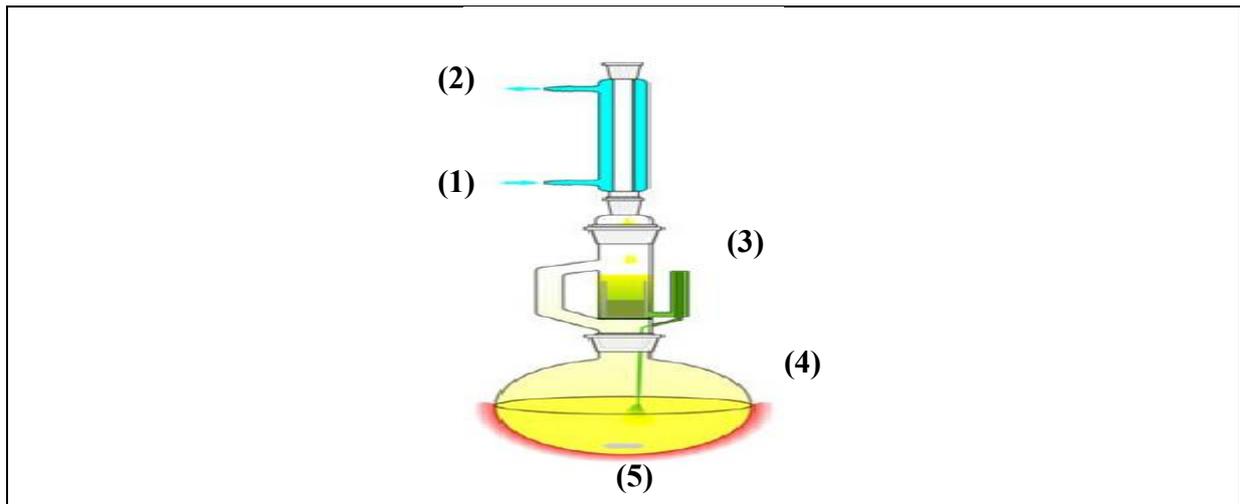
**Figure II.10: Représentation schématique de l'extraction par les enzymes.**  
(Sridhar et al., 2021)

#### II.2.7. Soxhlet

L'extraction à l'appareil Soxhlet est une extraction liquide à la température d'ébullition du solvant utilisé et à la pression atmosphérique. C'est l'une des méthodes les plus courantes de l'extraction par solvant ([Saini and Keum, 2018](#)).

L'échantillon est placé dans une cartouche qui est progressivement rempli par le solvant contenu dans le ballon de distillation. Lorsque le liquide atteint le niveau de trop-plein (figure II.11), le soluté revient dans le ballon de distillation. Cette opération est répétée jusqu'à ce que l'extraction soit terminée ([Luque de Castro and Priego-Capote, 2010](#)).

L'extraction à l'appareil Soxhlet a été effectuée en trois fois avec 200 ml d'éthanol et 2 g de graines de fenouil pendant des périodes de 6, 7 et 8 h. Après l'extraction, le solvant a été évaporé par un évaporateur rotatif sous vide à 30 °C et l'extrait a été séché à 70 °C pour éliminer le solvant résiduel ([Mokhtari and Ghoreishi, 2019](#)).



**Figure II.11: Représentation schématique de l'extraction par l'appareil Soxhlet (Dabbs et al., 2006).**

(1) : entrée d'eau froide ; (2) : sortie d'eau ; (3) : cartouche contenue l'échantillon ; (4) : ballon contenu le solvant et (5) : source de chaleur

### II.2.8. Hydrodistillation

La distillation implique une vaporisation en chauffant un mélange dans un ballon qui est suivie de la condensation de la vapeur. L'HD est un système de distillation standard pour l'extraction des HEs (Chemat and Boutekdjiret, 2015).

Il est généralement équipé d'un appareil de type Clevenger pour des études à l'échelle laboratoire (figure II.12). Dans le procédé HD, la matière végétale immergée dans l'eau est chauffée dans un ballon. Par conséquent, les HEs contenues dans la matrice végétale s'évaporent, elles seront alors entraînées vers le condenseur (Gavahian and Farahnaky, 2018).

L'HD par un appareil de type Clevenger a été réalisée par Koşar et al. (2007) pour l'extraction des HEs à partir des graines de fenouil; 100 g de matière végétale et 1000 ml d'eau distillée ont été placés dans un ballon à fond rond de 2000 ml pendant une durée de 3 h.

Burkhardt et al. (2015) ont également utilisé l'hydrodistillation par un appareil de type Clevenger pour l'extraction des HEs de graines de fenouil originaire d'Egypte. Un échantillon de 200 g a été mélangé avec 1500 ml d'eau distillée pendant un temps de 195 minutes.

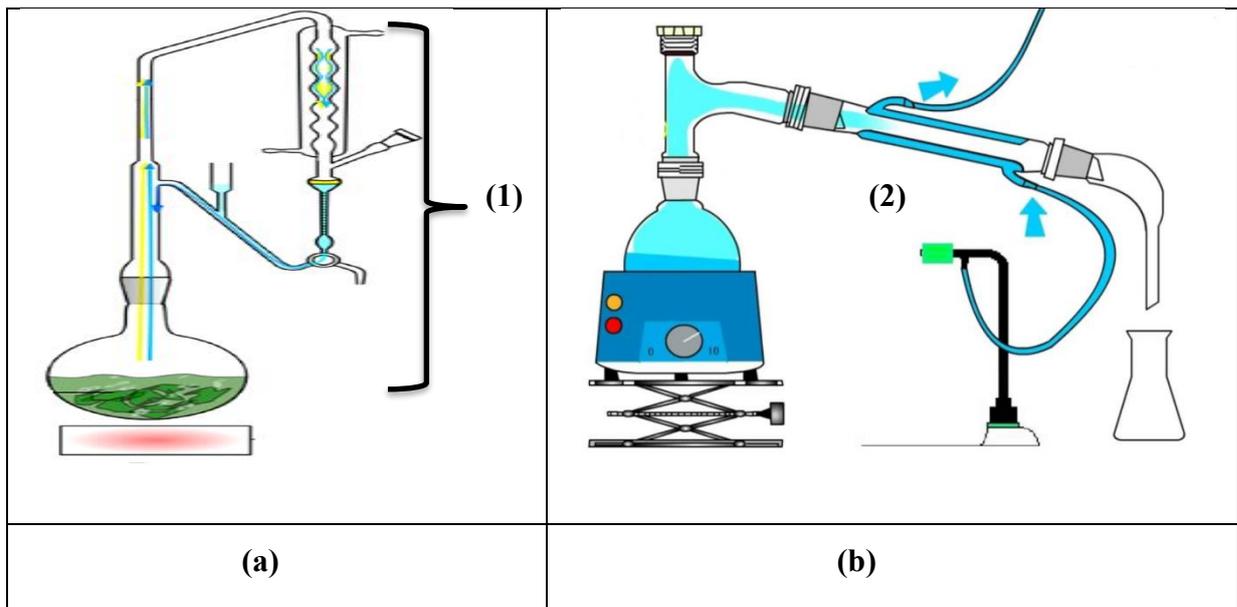


Figure II.12: Représentation schématique de l'hydrodistillation (Silori et al., 2019).

(a) : Hydrodistillation appareil type Clevenger et (b) : Hydrodistillation montage simple  
(1) : système de cohobage ; (2) : Réfrigérant.

### II.3. Plans d'expérience

Il existe de nombreux types de plans, ils peuvent être distingués par le **modèle** (linéaire ou quadratique, avec ou sans interactions), les contraintes sur les **niveaux** de facteurs, et l'**objectif** de l'étude (criblage, optimisation).

#### II.3.1. Généralités et définitions

##### II.3.1.1. Facteur

Un facteur (grandeur d'entrée) est un paramètre ou une variable dont la variation est susceptible de modifier la réponse (Pratama et al., 2020). Les variables sont symbolisées par «  $x_i$  ».

##### II.3.1.2. Réponse

La réponse (grandeur de sortie) est le critère correspond au paramètre mesuré ou observé pour connaître l'effet des facteurs étudiés sur le système (Hibbert, 2012). La réponse est symbolisée par «  $y$  ».

##### II.3.1.3. Niveau

Les niveaux du facteur correspondent aux différentes valeurs que l'expérimentateur décide de choisir dans son étude (Sharif et al., 2014). Les niveaux inférieurs (-1) et les supérieurs des facteurs étudiés délimitent ce qui s'appelle le domaine d'étude (domaine expérimental).

#### II.3.1.4. Isoréponse

Les isoréponses ne sont que des représentations géométriques en trois dimensions du modèle sous forme des hyperboles dans le cas où le modèle est du second degré. Ces isoréponses permettent de visualiser la région du domaine d'étude qui inclut la réponse optimale (Sharif et al., 2014).

#### II.3.1.5. Modèle

La fonction  $f(x)$  qui relie la ou les réponses ( $y$ ) et les facteurs ( $x_i$ ) est représentée par une équation polynomiale. Le modèle linéaire est le plus simple ; il ne décrit que les relations linéaires entre les facteurs et les réponses. Pour déterminer la valeur optimale, des termes quadratiques doivent être introduits dans le modèle. Il aide à identifier les relations non linéaires entre les facteurs et les réponses (Hibbert, 2012).

#### II.3.2. Etapes de l'optimisation

Le processus d'optimisation par plans d'expérience se fait en quatre principales étapes : la phase de **planification** qui comprend l'identification de problème, la sélection des réponses et la sélection des paramètres. Suivie par la phase de la **conception** de plans (plans de criblage et plans d'optimisation) (Narendran et al., 2019). La phase d'**application** du plan est la phase de la réalisation des expériences planifiées et l'obtention des résultats. Ensuite, la phase d'**analyse** et enfin la phase de la **validation** et de l'**interprétation** des résultats pour sortir des conclusions (Pratama et al., 2020).

#### II.3.3. Travaux antérieurs

Une optimisation globale de processus d'extraction se fait en deux types de plans à savoir le criblage et l'optimisation. Le criblage a pour but d'identifier les variables les plus significatifs avec un petit nombre d'expériences ; comme le plan factoriel complet, le plan factoriel fractionnaire et le plan Plackett-Burman. Les plans Composite Central, Box-Behnken et Taguchi sont des approches secondaires pour l'optimisation qui consiste à trouver d'une manière fiable la relation entre les facteurs et les réponses choisis avec un minimum d'essais. La modélisation mathématique de cette relation consiste à prédire numériquement la réponse en fonction des facteurs.

L'optimisation de l'extraction à partir de fenouil a fait l'objet de plusieurs auteurs, allant de simples approches (Damjanović et al., 2005), le screening par le plan Plackett-Burman et l'optimisation par la méthodologie de surface de réponse (Akhtar et al., 2019) ou d'autres plans tel que l'algorithme génétique (Mokhtari and Ghoreishi, 2019) . Ces différents travaux sont détaillés ci-dessous :

### II.3.3.1. Facteur par facteur

Cette approche consiste à varier une seule variable en gardant tous les autres facteurs constants pendant l'expérience. Elle nécessite de lourds investissements financiers pour obtenir des informations limitées sur la réponse et elle ne prend pas en compte d'éventuelles interactions entre les facteurs.

Une optimisation en facteur par facteur a été réalisée par [Damjanović et al. \(2005\)](#) dans le but de déterminer conditions d'extraction des HEs des graines de fenouil obtenus par le SC-CO<sub>2</sub>. Le rendement le plus élevé en trans- anéthol a été obtenu à une pression de 100 bars, une température de 40 ° C et un temps d'extraction de 120 min.

[Angelov \(2016\)](#) a également étudié l'effet de variables (composition du solvant, ratio solide/ liquide, la température et le temps) sur l'extraction des polyphénols et des flavonoïdes à partir de graines de fenouil.

### II.3.3.2. Méthodologie de surface de réponses MSR

La méthodologie de surface de réponses (MSR) à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions ; une dimension pour la réponse et deux dimensions pour les facteurs. La surface de réponses est donc, l'ensemble de réponses dans le domaine d'étude ([Narendran et al., 2019](#)).

La MSR se base sur un modèle polynomial complet de deuxième degré qui contient en plus des effets linéaires, des effets d'interactions et des effets quadratiques ([Damjanović et al., 2005](#)).

La MSR a été appliquée dans l'optimisation des substances bioactives à partir de fenouil en utilisant le plan Composite Centré (CCD) et le plan Box-Behnken (PBB) :

#### a. Plan Composite Centré CCD

Le plan Composite Centré (CCD) a été introduit par Box et Wilson puis Box et Hunter. Il consiste à réutiliser les plans factoriels (complets ou fractionnaires) déjà mis en œuvre. Cependant, les plans à deux niveaux ne peuvent conduire qu'à des modèles de réponses linéaires ([Sharif et al., 2014](#)).

De plus, l'inconvénient des plans factoriels complets à des niveaux supérieurs à deux est le grand nombre d'expériences à réaliser ([Narendran et al., 2019](#)).

En effet, le CCD combine le plan factoriel à deux niveaux avec le plan en étoile et des points centraux. L'avantage de ce plan par rapport au plan factoriel est de donner des résultats similaires tout en réduisant le nombre d'expériences.

Une solution consiste donc à rajouter un petit nombre de points (la partie dite "axiale"). Ceci conduit aux plans d'expérience dits composites centrés très utilisés en pratique (Hibbert, 2012). Un plan d'expérience composite centré pour  $m$  facteurs est constitué par :

- ✚ la partie factorielle contenant tous les sommets du cube  $[-1, 1]$  ;
- ✚ la partie axiale contenant tous les points situés sur les axes du repère à une même distance  $\alpha$  du centre du domaine expérimental ;
- ✚ la partie centrale contenant les répliques du centre de domaine expérimental.

Le CCD a été utilisée par Akhtar et al. (2019) pour optimiser l'extraction assistée par micro-ondes des composés phénoliques à partir des graines de *F. vulgare*. Les conditions optimales étaient : une puissance de micro-ondes de 600 W pendant un temps d'irradiation de 3 min et en utilisant une poudre de 80  $\mu$ m.

Des travaux plus récents sur l'application de CCD dans l'extraction des HEs de fenouil (Rezaei et al., 2021), par la méthode d'hydrodistillation assistée par décharge à barrière diélectrique (HADBD). Le rendement optimal (1,83 %) a été obtenu à un temps d'exposition de 10 min et à une tension appliquée de 19 kV.

#### **b. Box – Behnken**

Le plan Box-Behnken (PBB) a été développé par Box et Behnken. Il comporte trois niveaux. Il peut être appliqué avec trois facteurs ou plus (Nei et al., 2007).

Le PBB a été utilisé pour optimiser les conditions d'extraction des HEs de fenouil par deux méthodes à savoir l'extraction accélérée par solvant et la technique par le système Soxhlet. La quantité maximale d'estragole a été obtenue à une température de 125 ° C, pendant un temps de 7 min en utilisant la méthode d'extraction accélérée par solvant à 3 cycles. Le méthanol a été trouvé comme le meilleur solvant en utilisant la technique de Soxhlet pendant 4 h de temps d'extraction (Rodríguez-Solana et al., 2014a).

Le PBB a également été utilisé pour optimiser l'extraction par fluide supercritique des HEs à partir de graines de fenouil (Rodríguez-Solana et al., 2014b). Les conditions optimales ont été obtenues à 24 MPa de pression, 333,15 K de température, pendant un temps d'extraction de 3,41 h et un pourcentage de méthanol de 3%. La valeur optimale est de 1320  $\pm$  260 mg d'estragole / kg de matière sèche.

Mokhtari and Ghoreishi (2019) ont également appliqué la MSR pour optimiser l'extraction du trans-anéthol en utilisant la méthode du CO<sub>2</sub> supercritique à partir de graines de fenouil.

Le rendement maximal en trans-anéthol a été obtenu à une pression de 21,3 MPa, une température de 60,2 ° C, pendant un temps d'extraction de 103 min et un débit de CO<sub>2</sub> de 1,74 ml / min.

Des travaux encore plus récents sur l'application de la MSR dans l'extraction des HEs de fenouil ont été réalisés par [Chen et al. \(2020\)](#), en utilisant la méthode d'HDAM à double condensation.

**c. Algorithme génétique**

L'algorithme génétique (AG) est une méthode d'optimisation globale des processus non-linéaires qui fait appel à des algorithmes ([Selvaraj et al., 2019](#)).

L'extraction du trans-anéthol par SFE à partir de graines de fenouil a été optimisé par la méthode de l'algorithme génétique ([Mokhtari and Ghoreishi, 2019](#)). Le rendement maximal en trans-anéthol (55,50%) a été obtenu à une pression de 21,55 MPa, une température de 55,59 ° C et un débit de 1,49 ml / min de CO<sub>2</sub> pendant 96,38 min d'extraction.

***Partie 2 : Etude  
Expérimentale***

***Chapitre III :***  
***Séchage et***  
***Caractérisation des***  
***poudres***

### **Chapitre III. Séchage et caractérisation des poudres**

#### **III.1. Introduction**

La partie expérimentale est consacrée à la présentation des techniques utilisées et l'interprétation des résultats obtenus. Cette partie comprend deux chapitres dont le premier traite les résultats de séchage et de la caractérisation des poudres de *F. vulgare* (racines, bulbes, tiges feuilles et graines) et le deuxième chapitre est consacré aux résultats de l'extraction et la caractérisation des extraits obtenus.

Dans le chapitre « séchage et caractérisation des poudres », deux axes sont envisagés :

- ✚ Détermination de la composition en métabolites primaires des différentes parties de *F. vulgare* et la caractérisation des poudres par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier à réflexion totale atténuée ( FTIR-ATR).
- ✚ Cinétique de séchage par quatre méthodes distinctes pour les différentes parties de *F. vulgare* et étude des corrélations permettant de comprendre l'effet des méthodes de séchage sur les poudres obtenues.

Dans le chapitre « extraction et caractérisation des extraits », deux grands axes sont également envisagés:

- ✚ Optimisation par plan d'expérience de l'extraction des CPT en utilisant l'EAU et caractérisation des extraits par la méthode chromatographique à haute performance (HPLC).
- ✚ Optimisation par plan d'expérience de l'extraction des HEs en utilisant l'HDAM et caractérisation des extraits par les méthodes FTIR-ATR et la chromatographie en phase gazeuse (CPG).

#### **III.2. Matériel et méthodes**

##### **III.2.1. Choix de la matière végétale**

Le fenouil est la matrice végétale sélectionnée pour cette étude en raison de plusieurs critères économiques et écologiques. On se basant sur des données scientifiques, le fenouil est une plante aux multiples vertus et usages ; Elle est riche en substances bioactives (CPT et HEs) et en nutriments (fibres, minéraux et vitamines).

Les travaux antérieurs sur cette plante dans plusieurs régions au monde ont marqué des différences en rendement d'extraction (Rdt) et en composition chimique en utilisant différentes techniques d'extraction ([Križman et al., 2007](#); [Roby et al., 2013](#); [Hughes et al., 2015](#)).

C'est dans ce sens, que s'est tracé le but de cette étude qui est d'optimiser les conditions d'extraction et de caractériser la variété locale de fenouil.

Selon les données de l'institut technique des cultures maraichères et industrielles en Algérie, le fenouil doux ou *F. vulgare var dulce* est la variété locale la plus cultivée et la plus consommée en Algérie.

En Algérie, le semis des graines se fait en mois de Juin à Septembre et la récolte de légume se fait généralement 3 à 4 mois après le semis. Ce légume est disponible sur le marché pratiquement durant toute l'année. En plus, la culture de fenouil est facilement abordable économiquement et techniquement.

### III.2.2. Traitements du matériel végétal

La plante entière de fenouil a été récoltée manuellement à El ASNAM dans la région de Bouira. Les caractéristiques géographiques et bioclimatiques de la région de récolte sont représentées dans le suivant :

**Tableau III.1 : Caractéristiques géographiques et climatiques de la région de récolte**

Longitude (Est)	Latitude (Nord)	Altitude (m)	Etage bioclimatique
4° 00' 50"	36° 19' 16"	425 m	Semi-aride : chaud et sec (été) Froid et pluvieux (hiver)

Les feuilles, les tiges, le bulbe et les racines ont été séparés manuellement, puis lavés sous l'eau courante, ensuite avec de l'eau distillée afin d'éliminer toutes les impuretés. Les graines sèches ont été également triées en éliminant tous ce qui est débris ou graines étrangères.

Une fois séchée, la matière végétale est broyée à l'aide d'un broyeur électrique. Les poudres obtenues après broyage ont été tamisées avec un tamiseur électrique, afin d'obtenir une poudre fine et homogène de granulométrie inférieure à 125 µm.

Enfin, les poudres obtenues sont conservées dans des bocaux en verre hermétiquement fermés et stockés à l'abri de la lumière.

Les différentes étapes du traitement de la matière végétale sont résumées dans la figure III.2.



(1) : Plante entière après la récolte et Séparation des différentes parties après lavage



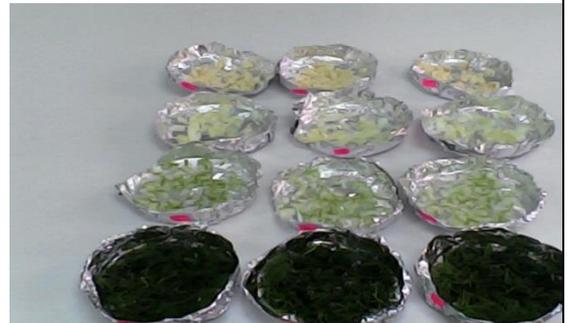
(2) : Feuilles et Tiges



(3) : Bulbes



(4) : Racines



(5) : Séchage des différentes parties



(6) : Broyage et tamisage



(7) : Conservation des poudres

Figure III.1: Photographie des étapes du prétraitement de la matière végétale

### III.2.3. Composition chimique

#### III.2.3.1. Détermination du taux d'humidité

Le principe de la détermination de taux d'humidité (TH) consiste à prendre une masse de l'échantillon et l'apporter à une température de 103°C à l'étuve jusqu'à ce que la masse devienne constante.

Le TH est calculé selon la formule suivante :

$$TH(\%) = \frac{M1-M2}{M1} \times 100 \dots (\text{Équation III.1})$$

D'où:

TH(%): Taux d'humidité en pourcentage.

M1 : Masse de l'échantillon avant séchage.

M2 : Masse de l'échantillon après séchage.

#### III.2.3.2. Détermination de taux de matière sèche

Le taux de matière sèche (TMS) a été déterminé par l'équation ci-dessous :

$$TMS (\%) = 100 - TH(\%) \dots (\text{Équation III.2})$$

D'où:

TMS (%): Taux de matière sèche en pourcentage.

TH (%): Taux d'humidité en pourcentage.

#### III.2.3.3. Détermination de la teneur en cendres

La détermination de la teneur en cendres (TC) est basée sur la destruction de la matière organique dans un four à moufle; à une température de 500° C pendant 5 à 6 heures (Udo et al., 2018). 1g de matière sèche a été pesé dans un creuset et placé dans le four. Après refroidissement le creuset a été retiré et pesé à nouveau.

La TC est calculée selon la formule suivante :

$$TC (\%) = \frac{M1 - M2}{M1} \times 100 \dots (\text{Équation III. 3})$$

D'où:

TC (%) : Taux en cendres en pourcentage.

M1 : Masse de l'échantillon avant l'incinération (masse sèche).

M2 : Masse de l'échantillon après l'incinération.

#### III.2.3.4. Détermination de la teneur en matière grasse

Un système conventionnel de Soxhlet a été utilisé pour la détermination de la teneur en matière grasse (TMG) dans les échantillons de fenouil. Une quantité de 25g de la matière végétale sèche a été placés dans la cartouche d'extraction, selon la méthode décrite par Vonapartis et al. (2015).

Un volume de 200 ml d'hexane a été mis dans le ballon puis porté à ébullition et les vapeurs se condensent dans le réfrigérant. Après 5 heures d'extraction, un évaporateur rotatif a été utilisé pour l'élimination de l'hexane.

L'appareil est mené d'une pompe à vide permettant une évaporation sous vide. Pendant l'évaporation le ballon est chauffé et mis en rotation. L'appareil est muni d'un réfrigérant avec un ballon-collecteur du condensat (figure III.3).

La TMG est calculée selon la formule suivante :

$$TMG(\%) = \frac{M1-M2}{MS} \times 100 \dots (\text{Équation III.4})$$

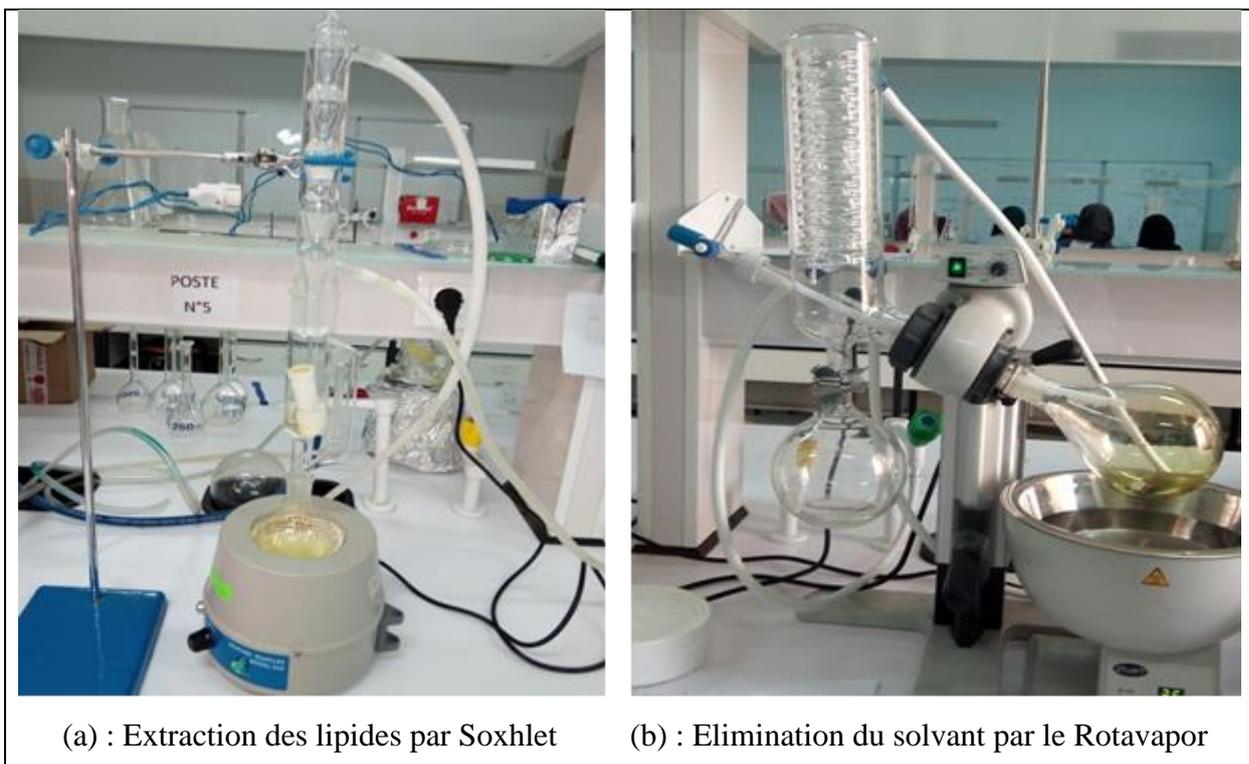
D'où:

TMG (%): Teneur en matière grasse en pourcentage;

M1 : Masse de l'extrait avant évaporation de l'hexane;

M2 : Masse de l'extrait après évaporation de l'hexane;

MS : Masse de l'échantillon en poudre (matière sèche).



**Figure III.2: Détermination de la teneur en matière grasse**

#### III.2.3.5. Détermination de la teneur en protéines

La méthode de kjeldahl a été utilisée pour la détermination de l'azote organique qui est la méthode de référence pour déterminer la teneur en protéines (Embaby and Rayan, 2016). Une prise d'essai de 0,5 g de poudre de chaque partie de la plante a été traitée selon les étapes suivantes :

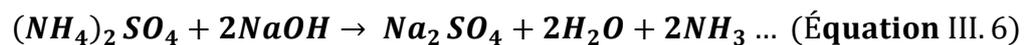
**a. Minéralisation**

La prise d'essai a été ajoutée dans le tube de minéralisation avec 2 comprimés kjeltabs et 15 ml d'acide sulfurique. Le mélange a été laissé au repos pendant 10 minutes. La minéralisation a été réalisée pendant une heure et 30 minutes à 400° C. Après le refroidissement la couleur verte des tubes devient blanche (figure III.4 (a)). La réaction entre la fraction protéique et l'acide sulfurique produit essentiellement du sulfate d'ammonium selon l'équation suivante :

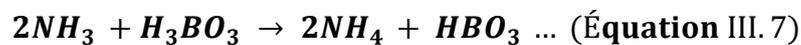


**b. Distillation**

Passant du minéralisateur au distillateur, 80 ml d'eau distillée ont été ajoutés aux tubes contenant le minéralisât. Après l'alcalinisation des tubes en introduisant automatique 70 ml de soude à 40%, la couleur rose d'acide borique devient verte (figure III.4 (b)). L'addition de la soude produit l'ammonium selon l'équation:



L'ammoniac est entraîné avec la vapeur d'eau, condensé et incorporé dans une solution d'acide borique contenant un indicateur coloré, il se forme du borate d'ammonium donnant une couleur verte à la solution basique :



**c. Titration**

Le contenu de l'erenmeyer a été titré avec de l'acide chlorhydrique à 0.1N. La quantité de sel formé est proportionnelle aux protéines de départ (figure III.4 (c)). La quantité de l'azote contenue dans les échantillons est calculée par la formule suivante :

$$\text{Taux d'Azote (\%)} = \frac{(\text{Te}-\text{Tb}) \cdot \text{Normalité de l'HCl} \cdot 14}{\text{PE}} \dots \text{(Équation III. 8)}$$

D'où:

$T_e$  : Titre de l'échantillon ;  $T_b$  : Titre du blanc.

PE : Masse de la prise d'essai.

La teneur en protéines déterminée par la méthode de de kjeldahl est calculée par la formule suivante :

$$\text{TP (\%)} = \text{Taux d'Azote (\%)} * 5,70 \dots \text{(Équation III. 9)}$$

D'où:

TP (%) : La teneur en protéine exprimée en pourcentage; facteur d'azote = 5,70.

Partie 2 : Etude expérimentale  
Chapitre III: Séchage et caractérisation des poudres



Figure III.3: Détermination de la teneur en protéines

### III.2.3.6. Détermination des fibres totales

La teneur en fibres totales (TFT) est déterminée selon la méthode décrite par [D'Heer et al. \(2000\)](#). Un volume de 100 ml d'acide sulfurique à 1, 25% a été ajouté à 1g de l'échantillon. Après 30 min d'ébullition, un lavage en triple a été effectué avec 30 ml d'eau distillée chaude. 100 ml de NaOH (0,313N) ont été ajoutés et le mélange est de nouveau porté à ébullition pendant 30 min puis filtré et lavé en triple avec 30 ml d'eau distillée chaude et en fin un dernier lavage à l'eau distillée froide. Après un séchage à 105 ° C jusqu'au poids constant, le poids des résidus filtrés et séchés a été mesuré. Puis les creusets ont été placés dans un four à moufle à 550 ° C pendant cinq heures et repesé après refroidissement (poids de cendres dans les résidus). La TFT est calculée par la formule suivante :

$$TFT(\%) = (M_R - M_C) * 100 \dots (\text{Équation III. 10})$$

D'où :

TFT (%) : La teneur en fibres totales exprimée en pourcentage ;

$M_R$ : Le poids des résidus filtrés et séchés ;

$M_C$ : Le poids des cendres.

### III.2.3.7. Détermination de la teneur en glucides

La teneur en glucides (TG) a été estimée par différence des teneurs en eau, cendres, protéines et lipides ([Danhassan et al., 2018](#)). Elle est calculée par la formule suivante :

$$TG (\%) = 100 - (TH + TC + TP + TMG) \dots (\text{Équation III. 11})$$

D'où :

TG (%) : Teneur en glucides;

TH: Taux d'humidité;

TC: Taux de cendres ;

TP : Teneur en protéines ;

TMG : Teneur en matière grasse.

### III.2.3.8. Calcul de la valeur énergétique

La valeur énergétique de chaque partie de fenouil est calculée par la multiplication des teneurs en (protéines, carbohydrates et lipides) en g par leurs valeurs caloriques respectives. La valeur énergétique est calculée par l'équation III.12. Elle est donnée en kcal/100 g MF ([Caleja et al., 2015](#)).

$$\text{Valeur énergétique} = (4 * TP) + (4 * TG) + (9 * TMG) \dots (\text{Équation III. 12})$$

D'où : TP : Teneur en protéines ; TG : Teneur en glucides et TMG : Teneur en matière grasse.

### III.2.4. Caractérisation des poudres par spectroscopie infrarouge

L'objectif de l'application de la spectroscopie infrarouge (IR) dans cette partie est de comparer la structure ainsi que la composition chimique des différentes parties de fenouil. Les spectres d'absorption permettent de caractériser les liaisons entre les atomes et leur mode de vibration dans le but de caractériser la molécule par la détermination de l'ensemble des groupements fonctionnelles qui la constituent.

Le domaine IR (400 et 4000  $\text{cm}^{-1}$ ) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules. La matière à analyser absorbe le rayonnement IR et enregistre alors une diminution de l'intensité réfléchié ou transmise lorsque la longueur d'onde apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule ce qui permet d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques dans le matériau via la détection des vibrations (Selvaraj et al., 2019).

La figure III.5 représente le matériel utilisé dans la caractérisation des poudres par la méthode FTIR- ATR. L'utilisation d'un accessoire à réflectance totale atténuée (ATR) est plus adaptée pour l'analyse de la composition et de la structure des constituants phytochimiques des poudres. Les poudres à analyser ont été mises en contact avec le cristal (figure (a)). Chaque échantillon a été scanné dans une plage de nombres d'ondes de 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$  avec une résolution de 2  $\text{cm}^{-1}$ . Les spectres ont été traités par un logiciel intégré (OMNIC).



**Figure III.4: Spectroscopie infrarouge.**

### III.2.5. Cinétique de séchage

Une étude comparative entre quatre méthodes de séchage des différentes parties de la plante a été réalisée en termes de cinétique de séchage, rendement d'extraction, teneurs en polyphénols et flavonoïdes totaux et d'activité antioxydante.

Trié, nettoyé et coupé en morceau, des quantités de 5g de matériel végétal frais ont été placés dans des boîtes de pétri ou des coupelles en Aluminium. Ces échantillons ont été séchés par quatre méthodes à savoir le séchage à l'air libre, à l'étuve, par microonde et la lyophilisation.

La cinétique de séchage a été réalisée par la prise du poids de l'échantillon séché dans un intervalle du temps jusqu'au poids constant. Puis elle est présentée en traçant l'évolution de la perte en masse en fonction de temps de séchage.

#### III.2.5.1. Séchage à l'air libre

Les échantillons ont été étalés dans des coupelles en Aluminium, puis laissés à l'air libre (AL) dans une salle aérée et partiellement à l'abri de la lumière. La pesée a été faite chaque 24 heures jusqu'au poids constant.

#### III.2.5.2. Séchage à l'étuve

Les échantillons coupés en petit morceaux ont été placés à l'étuve dans des boîtes de pétri à différentes températures (40, 60, 80, 100 et 120 °C).

#### III.2.5.3. Séchage au micro-onde

Les différentes parties de fenouil ont été découpées en fines tranches de diamètre homogène, étalées sur une boîte de pétri puis mises sur l'assiette tournante du micro-onde à différentes puissances (100,300, 500, 700 et 900W). La cinétique de séchage a été réalisée en suivant la teneur en eau (la perte de masse) en fonction du temps.

#### III.2.5.4. Séchage par lyophilisateur

Chaque partie de la plante a été coupée en petites morceaux de taille homogène puis mise dans le congélateur dans des sacs de congélation bien fermés pendant 24 heures. Les échantillons congelés ont été étalés sur des boîtes de pétri dans un lyophilisateur (LY) jusqu'au point constant à -50°C et à 0.01 bar.

### III.2.6. Effets des méthodes de séchage

Afin de mieux comprendre l'effet des différentes méthodes de séchage sur l'extraction des CPT, différents paramètres ont été analysés. Des études statistiques ont été menées dans le but de déterminer les corrélations possibles entre les différentes familles des composés dosés et entre ces composés et l'activité antioxydante testée.

Après une extraction, les paramètres analysés sont : le rendement d'extraction (Rdt), l'indice des polyphénols (IP), les teneurs en CPT, flavonoïdes totaux (FT) et les tanins totaux (TT) ainsi que la capacité de piégeage du radical DPPH.

#### III.2.6.1. Extraction des composés phénoliques totaux

Une extraction des CPT dans un bain à ultrason a été réalisée pendant 30 min en utilisant l'éthanol 50% ; pour les poudres obtenues dans les différentes conditions de séchage ainsi que pour les échantillons frais (EF).

Les extraits ont été centrifugés à une vitesse de 3000 tr/min et le surnageant a été filtré. Le filtrat a été ensuite conservé au réfrigérateur pour les dosages ultérieurs (Sarraf et al., 2019).

#### III.2.6.2. Rendement d'extraction

Les extraits de fenouil ont été pesés avant et après élimination du solvant d'extraction selon la méthode décrite par Hosseini et al. (2016a). Le rendement d'extraction est calculé par la formule suivante:

$$Rdt (\%) = \frac{M1}{M2} \times 100 \dots (\text{Équation III.13})$$

D'où:

- Rdt (%): Rendement d'extraction en pourcentage ;
- M1 : Masse de l'extrait sec ;
- M2 : Masse de la matière végétale sèche.

#### III.2.6.3. Indice des polyphénols

L'IP a été déterminé par une mesure spectrophotométrique. Les extraits de fenouil ont été dilués d'une façon adaptée et les absorbances ont été mesurées à 280nm (Dua et al., 2013). L'indice de polyphénol est calculé par la formule ci-dessous :

$$IP = A_{280} * FD \dots (\text{Équation III.14})$$

D'où:

- IP : Indice des polyphénols ;
- A<sub>280</sub> : Absorbance de l'extrait à 280nm ;
- FD : Facteur de dilution.

#### III.2.6.4. Dosage des composés phénoliques totaux

La teneur en composés phénoliques totaux (CPT) a été déterminée par la méthode décrite par Abaza et al. (2011). Un volume de 500 µl d'extrait a été additionné de 2,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu dilué à (1/10). Après 2 mn d'incubation à l'obscurité, 2 ml de carbonate de sodium (7,5%) sont ajoutés.

L'absorbance a été mesurée au spectrophotomètre à 760 nm après 15 minutes d'incubation au bain marie à 50°C et un refroidissement direct dans un bain de glace. La concentration des polyphénols totaux a été calculée à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage établie avec le standard étalon d'acide gallique (annexe I) et exprimée en milligrammes équivalents d'acide gallique par gramme de la matière sèche (mg EAG/g).

#### III.2.6.5. Dosage des flavonoïdes

Selon la méthode de [Proestos et al. \(2006\)](#), la teneur en flavonoïdes totaux (FT) a été déterminée par la complexation de ces derniers en présence de chlorure d'Aluminium. La teneur en FT contenue dans l'extrait a été calculée par référence à une courbe d'étalonnage établie avec le standard Rutine (annexe I) et exprimée en milligrammes d'équivalents de Rutine par gramme de la matière sèche (mg ER/g).

#### III.2.6.6. Dosage des tanins

La teneur en tanins (TT) a été mesurée par la méthode colorimétrique de [Bhuyan et al. \(2015\)](#). Cette méthode est basée sur la capacité de la vanilline à réagir avec les unités de tanins en présence d'acide pour produire un complexe coloré mesuré à 500 nm. Une quantité de 200 µL d'extraits a été ajoutée à la solution vanilline à 4 % dans du méthanol acidifié par le HCl à 37 %. Les absorbances des extraits ont été mesurées après incubation pendant 20 minutes dans l'obscurité. Les teneurs en TT ont été calculées par référence à une courbe d'étalonnage établie avec le standard Catéchine (annexe I).

Les résultats ont été exprimés en milligrammes d'équivalents de catéchine en par gramme de la matière sèche (mg EC/g).

#### III.2.6.7. Capacité de piégeage du radical DPPH°

Le pouvoir antioxydant des extraits de fenouil a été déterminé par la méthode du piégeage du radical libre DPPH° ([De Marino et al., 2007b](#)). Pour 100 µl d'extrait, 3ml de la solution de DPPH° (60 µM) ont été ajoutées. Après une incubation de 20 mn à obscurité, l'absorbance a été mesurée à 515nm. Le pouvoir antiradicalaire de l'extrait est exprimé en pourcentage d'inhibition du radical DPPH° par la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition de DPPH} = [A_{(c)} - A_{(e)}] / A_{(c)} \times 100 \dots \text{(Équation III. 15)}$$

A(c) est l'absorbance de la solution de DPPH et le solvant d'extraction ;

A(E) est l'absorbance de l'extrait.

#### III.2.7. Analyses statistiques

Les différentes analyses ont été effectuées en triplicata et les résultats obtenus sont exprimés en moyenne ± écart-type.

L'analyse de la variance à une seule voie (ANOVA) a été appliquée pour la comparaison des moyennes des différents paramètres analysés, la différence est significative à  $p < 0,05$ .

La comparaison multiple (MANOVA) a été appliquée pour l'étude de l'effet des méthodes de séchage sur les différents paramètres de toutes les parties de la plante. Le test de comparaison multiple de Tukey au seuil de 5% a été appliqué.

L'analyse en composante principale (ACP) a été effectuée par une analyse des corrélations linéaires entre les variables dans un nouvel espace en utilisant une nouvelle matrice. Les visualisations graphiques des distances entre les individus ont été interprétées en se basant sur les corrélations et les coordonnées des paramètres dans deux dimensions qui ont été déterminés par le calcul des valeurs propres et des variances.

La classification hiérarchique a été effectuée en se basant sur les résultats de l'ACP afin de montrer le degré de similarité entre les variables.

### III.3. Résultats et discussion

#### III.3.1. Composition chimique

Les résultats de la composition chimique des différentes parties de fenouil sont représentés dans le tableau III.2 (les valeurs sont exprimées en g/100 g de MF). La composition chimique des racines, bulbes, tiges, feuilles et graines concerne les teneurs en : eau, matière sèche, cendres, matière grasse, protéines, fibres et en glucides.

**Tableau III.2: Composition chimique et valeur énergétique des parties de *Foeniculum vulgare***

	Racines	Bulbe	Tige	Feuilles	Graines
<b>TH (%)</b>	82,310±0,649 <sup>c</sup>	93,268±0,061 <sup>a</sup>	89,933±0,115 <sup>b</sup>	82,382±0,728 <sup>c</sup>	7,772±0,051 <sup>d</sup>
<b>MS (%)</b>	17,690±0,649 <sup>b</sup>	6,732±0,182 <sup>d</sup>	10,067±0,115 <sup>c</sup>	17,618±0,727 <sup>b</sup>	92,228±0,104 <sup>a</sup>
<b>TC (%)</b>	1,144±0,076 <sup>c</sup>	0,800±0,092 <sup>d</sup>	1,352±0,072 <sup>c</sup>	2,640±0,038 <sup>b</sup>	7,920±0,204 <sup>a</sup>
<b>TMO (%)</b>	98,856±0,076 <sup>b</sup>	99,200±0,092 <sup>a</sup>	98,648±0,072 <sup>c</sup>	97,360±0,038 <sup>d</sup>	92,080±0,204 <sup>e</sup>
<b>TMG (%)</b>	0,179±0,001 <sup>b</sup>	0,061±0,001 <sup>b</sup>	0,121±0,001 <sup>b</sup>	0,213±0,051 <sup>b</sup>	1,863±0,002 <sup>a</sup>
<b>TP (%)</b>	1,069±0,012 <sup>c</sup>	0,761±0,025 <sup>d</sup>	0,571±0,010 <sup>e</sup>	3,845±0,042 <sup>b</sup>	15,848±0,006 <sup>a</sup>
<b>TFT (%)</b>	3,609±0,300 <sup>b</sup>	1,075±0,053 <sup>e</sup>	1,819±0,053 <sup>d</sup>	2,644±0,058 <sup>c</sup>	20,567±0,265 <sup>a</sup>
<b>TG (%)</b>	15,298±0,030 <sup>b</sup>	5,111±0,015 <sup>e</sup>	8,023±0,038 <sup>d</sup>	10,920±0,011 <sup>c</sup>	66,598±0,027 <sup>a</sup>
<b>Valeur énergétique Kcal/100g MF</b>	67,077±0,25 <sup>b</sup>	24,032±0,12 <sup>e</sup>	35,463±0,15 <sup>d</sup>	60,976±0,15 <sup>c</sup>	346,549±0,25 <sup>a</sup>

#### III.3.1.1. Taux d'humidité et de matière sèche

Le bulbe est la partie de la plante qui contient plus d'eau ( $93,268 \pm 0,061$  %) et effectivement moins de matière sèche, suivi par les tiges puis par les feuilles et les racines (sans différence significative entre feuilles et racines ( $p > 0,05$ )) et en fin les graines qui montrent la plus faible valeur ( $7,772 \pm 0,051$  %).

[Barros et al. \(2010\)](#) ont montré que les parties feuilles et tiges révèlent les teneurs en humidité les plus élevées (76,36 et 77,46% respectivement), tandis que les inflorescences ont montré la teneur la plus faible (71,31 %). La teneur en eau des feuilles de deux variétés de fenouil analysée par [Senatore et al. \(2013\)](#), varie entre 83 et 86%. Les graines quant à elles montrent des valeurs faibles en humidité, qui sont de 8,39 % ([Kaur and Arora, 2010](#)), 6,24 % ([Bukhari et al., 2014](#)) et de 6,3 % d'après [Fahim et al. \(2021\)](#).

#### III.3.1.2. Taux de cendres et de matière organique

Les graines sont les plus riches en cendres ( $7,920 \pm 0,204$ %) et les bulbes sont les plus faibles ( $0,800 \pm 0,092$ %), sans différence significative entre les racines et les tiges ( $p > 0,05$ ). Inversement, la matière organique est plus abondante dans les bulbes.

Les résultats trouvés par [Barros et al. \(2010\)](#) ont démontré que la teneur en cendres la plus élevée a été trouvée dans les feuilles tandis que la valeur la plus basse a été trouvée dans les tiges. Des teneurs en cendre de 12,97 % (g/100g MF) ([Bukhari et al., 2014](#)) et de 9,8 % (g/100g MS) ont été trouvées dans les graines ([Kaur and Arora, 2010](#)).

#### III.3.1.3. Teneur en matière grasse

La matière grasse présente en quantité plus importante dans les graines ( $1,863 \pm 0,002$ ) et plus faible dans les autres parties. Les teneurs en matière grasse dans les racines, bulbes, tiges et les feuilles ne diffèrent pas significativement ( $p > 0,05$ ). Il ressort également à travers l'observation de ces résultats que les lipides sont les macronutriments les moins abondants dans toutes les parties de fenouil.

Les inflorescences ont révélé la teneur en matières grasses la plus élevée (1,28 %) parmi toutes les parties ([Barros et al., 2010](#)). Selon une autre étude, les graines de fenouil contiennent jusqu'à 9,76 % de matière grasse ([Bukhari et al., 2014](#)).

#### III.3.1.4. Teneur en protéines

Les parties les plus riches en protéines sont les graines avec une valeur de  $15,848 \pm 0,006$  %, suivie par les feuilles, racines, bulbes et en fin les tiges ; qui donnent des teneurs estimées respectivement à  $3,845 \pm 0,042$  %,  $1,069 \pm 0,012$  %,  $0,761 \pm 0,025$  % et  $0,571 \pm 0,010$  %.

Les travaux menés par [Barros et al. \(2010\)](#) montrent que les teneurs en protéines sont plus élevées dans les inflorescences et les racines (1,37 et 1,33%, respectivement), puis dans les feuilles et les tiges (1,16 et 1,08%, respectivement). Selon [Malhotra \(2012\)](#), le bulbe de fenouil cru contient 1,24 % de protéine, tandis que les graines contiennent 15,8%.

Les résultats obtenus par [Bukhari et al. \(2014\)](#) montrent que les graines de fenouil contiennent une teneur en protéines de 9,38 %. En revanche, selon [Ibrahim and El-Khateeb \(2013\)](#) et [Kaur and Arora \(2010\)](#), les graines contiennent , respectivement des teneurs en protéines de 23,19% et de 15,68% dans la matière sèche. Le résidu de distillation séché des graines de fenouil contient 14 à 22 % de protéines ([Malhotra, 2012](#)).

La variation de la teneur en protéines est nettement visible entre les résultats des différents travaux. Cela peut être dû à la méthode analytique utilisée et à l'expression des résultats obtenus.

#### **III.3.1.5. Teneur en fibres totales**

Les graines sont les plus riches en fibres avec une valeur estimée à  $20,567 \pm 0,265$  %, suivies par les racines, feuilles, tiges et en fin les bulbes; qui enregistrent des valeurs plus faibles. Les résultats obtenus des teneurs en fibres dans les graines sont supérieurs à ceux trouvés par [Kaur and Arora \(2010\)](#), [Ibrahim and El-Khateeb \(2013\)](#) et [Bukhari et al. \(2014\)](#) et qui sont respectivement de (14,80, 17,51 et 18,21 %). Selon [Malhotra \(2012\)](#), les graines contiennent 15,7 % de fibres par MF. Tandis que, le bulbe cru contient 3,1%.

#### **III.3.1.6. Teneur en glucides**

Les résultats obtenus montrent que les glucides se trouvent en abondance dans les graines ( $66,598 \pm 0,027$  %). Ces résultats rejoignent ceux trouvés par [Omer et al. \(2013\)](#) qui constatent que les graines de fenouil sont riches en glucides totaux (61,0 %) et faibles en sucres solubles totaux (7,6 %). [Barros et al. \(2010\)](#) ont également constaté que les sucres simples se présentent en plus petites concentrations dans les feuilles. Par ailleurs, les carbohydrates sont les macronutriments les plus abondants dans le fenouil notamment l'amidon et la cellulose.

#### **III.3.1.7. Valeur énergétique**

Les résultats obtenus par 100g de matière fraîche montrent que les graines sont les plus énergétiques ( $346,549 \pm 0,25$  Kcal/100g) et les bulbes sont les moins énergétiques de toutes les parties ( $24,032 \pm 0,12$  Kcal/100g).

Une moyenne de 94 Kcal a été calculée pour un échantillon de 100 g de MS contenant toutes les parties de fenouil (Pousses, feuilles, tiges et inflorescences).

Les valeurs les plus élevées ont été obtenues pour les inflorescences, tandis que les feuilles et les tiges ont donné la plus faible contribution énergétique (Azeez, 2008).

Selon Malhotra (2012), Une quantité de 100 g de graines de fenouil présente une valeur énergétique d'environ 1440 kJ (344.1683 kcal). La valeur nutritionnelle pour 100 g de bulbe de fenouil cru est de 130 kJ (31kcal).

Au vu de ces résultats, il est à retenir que les teneurs les plus élevées en matière sèche sont observées dans les graines ; en enregistrant les meilleures valeurs en protéines, glucides et lipides. En effet, la valeur énergétique la plus élevée est donnée par les graines.

Les protéines, lipides et les glucides contribuent à la teneur énergétique totale tandis que, l'eau et les cendres contribuent au poids total ; comme c'est le cas des bulbes, qui malgré sa richesse en éléments nutritifs, donnent la plus faible valeur énergétique.

Les carbohydrates représentent les macronutriments les plus abondants dans la plante. Les glucides sont importants en tant que composés de stockage d'énergie et également en tant que composés structuraux majeurs dans les parois cellulaires ; l'amidon est une forme de stockage de l'énergie et la cellulose est un polysaccharide structurel qui constitue le composant majeur des parois cellulaires.

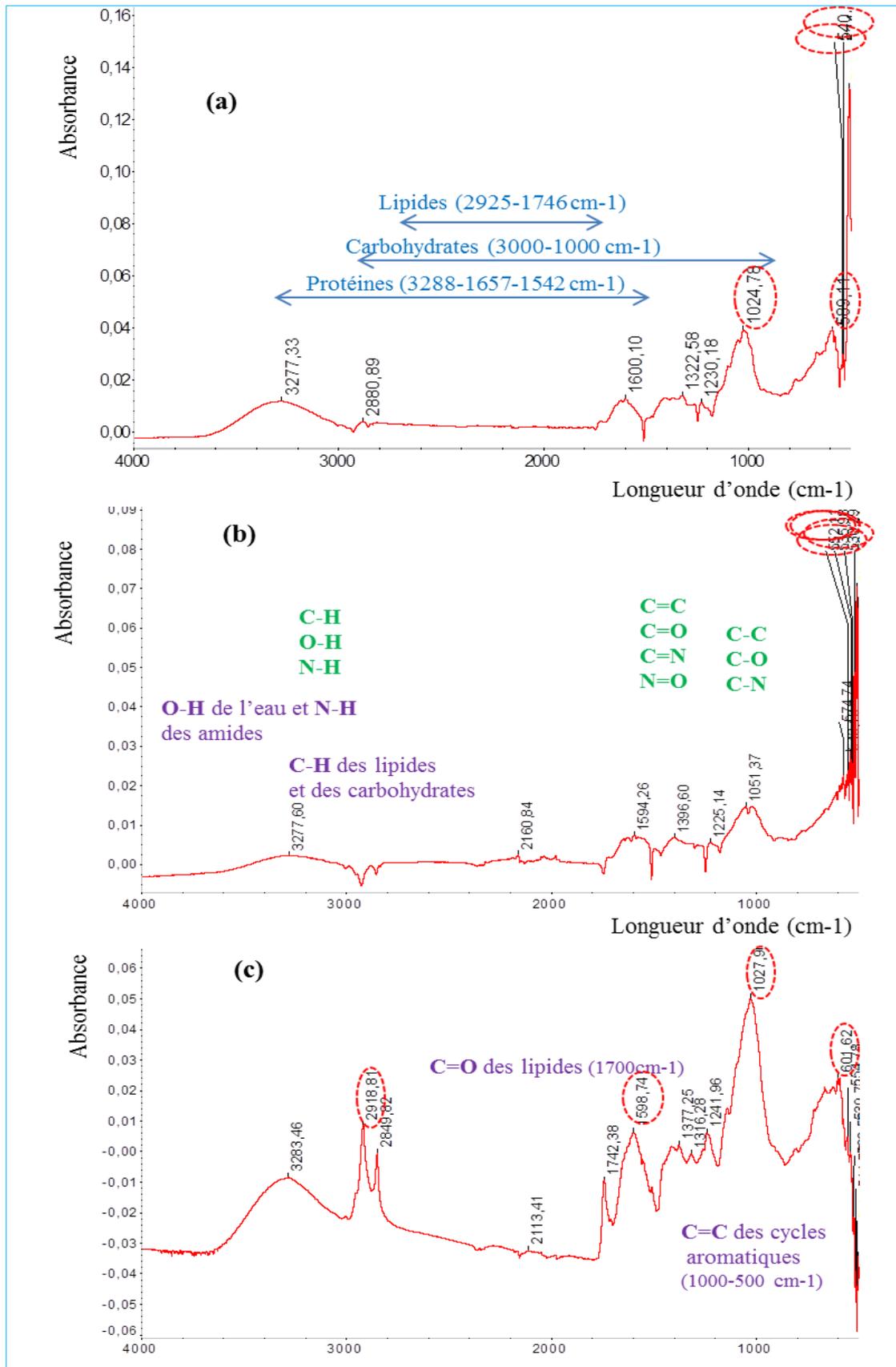
Les résultats révèlent également que les sous-produits de fenouil, généralement non comestibles, renferment des quantités importantes de composés nutritifs susceptibles d'être valorisés et exploités à plusieurs échelles.

### III.3.2. Caractérisation des poudres par FTIR-ATR

La figure III.6 représente les spectres IR des poudres des tiges (a), des graines (b) et des feuilles (c). Les spectres permettent de déterminer les différents groupes chimiques présents dans les poudres analysées par attribution des longueurs d'onde d'absorption aux groupements chimiques caractéristiques, par référence aux tables intégrées et aux données trouvées dans la littérature.

L'intensité de l'absorption à la longueur d'onde caractéristique permet également de faire une quantification relative dans l'ensemble de l'échantillon. Alors que, la superposition des trois spectres permet de voir la différence dans la composition des différentes parties (apparition ou disparition de quelques spectres).

Les bandes d'absorption les plus intenses des poudres sont comparées aux données de la littérature dans le but d'identification des composants majoritaires de chaque partie (Guiliano et al., 2006; Cebi et al., 2017; Akwu et al., 2019; Durak and Depciuch, 2020).



**Figure III.5: Spectres IR des poudres de *Foeniculum vulgare***  
 (a) : Tiges (b) : graines et (c) : Feuilles.

### III.3.2.1. Bandes d'absorption IR et composition chimique des tiges

Le spectre (a) présente d'intenses bandes vibratoires à  $508,48\text{ cm}^{-1}$ ,  $589,11\text{ cm}^{-1}$ ,  $12024,78\text{ cm}^{-1}$  et à  $540,57\text{ cm}^{-1}$ . Ces bandes intenses sont attribuées aux principaux constituants dans les tiges.

Les bandes d'absorption à  $600\text{-}500\text{ cm}^{-1}$  correspondent à la déformation des liaisons C-H dans les constituants phénoliques. Tandis que, le pic à  $1200\text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations d'étirement (C-O) des carbohydrates (C-O de l'acide carboxylique dans l'hémicellulose).

### III.3.2.2. Bandes d'absorption IR et composition chimique des graines

Les pics les plus intenses pour les graines (b) sont observés à  $1027,90\text{ cm}^{-1}$ ,  $601,62\text{ cm}^{-1}$ ,  $2918,81\text{ cm}^{-1}$  et à  $1598,81\text{ cm}^{-1}$ . En plus des liaisons C-H dans les constituants phénoliques (à  $600\text{ cm}^{-1}$ ), le pic intense à  $1598\text{ cm}^{-1}$  correspond aux vibrations des liaisons C=C dans les composés aromatiques. Le pic intense à  $1027\text{ cm}^{-1}$  correspond à l'étirement C-O dans la cellulose. Tandis que, le pic à  $2918\text{ cm}^{-1}$  est caractéristique des vibrations d'étirement asymétrique (C-H) du groupe méthylène des composés aliphatiques dans les lipides.

### III.3.2.3. Bandes d'absorption IR et composition chimique des feuilles

Le spectre des feuilles (c) montre des pics intenses à  $509,98\text{ cm}^{-1}$ ,  $504,58\text{ cm}^{-1}$ ,  $521,41\text{ cm}^{-1}$  et  $543,13\text{ cm}^{-1}$ . Ces pics intenses sont attribués à la déformation des liaisons C-H dans les constituants ayant des anneaux benzéniques. Ces bandes sont associées aux groupements chimiques des principaux constituants phénoliques dans les feuilles.

En effet, les spectres des trois parties ont tous un profil relativement proche avec des intensités d'absorption différentes. Néanmoins, certaines différences peuvent être observées :

Des pics à  $2113\text{ cm}^{-1}$  et à  $1742\text{ cm}^{-1}$  sont observés uniquement dans les graines (pics moins intenses). Le pic à  $1742\text{ cm}^{-1}$  est caractéristique des liaisons C=C des groupements carbonyles dans les esters.

La présence de la bande  $2880\text{-}2849\text{ cm}^{-1}$  dans les tiges et les feuilles seulement et son absence dans les graines (très faible intensité). Cette bande correspond à la déformation des liaisons C-H des chaînes aliphatiques des carbohydrates.

La présence d'un pic à  $2918\text{ cm}^{-1}$  seulement dans les graines. Ce pic est attribué aux vibrations d'étirement asymétriques et symétriques des groupes fonctionnels CH<sub>3</sub>, CH<sub>2</sub> et CH dans les lipides.

La présence des bandes à  $600-500\text{ cm}^{-1}$  dans les trois parties qui est prédominante et plus intenses dans les feuilles. Cette bande représente les constituants phénoliques.

On peut donc conclure que les poudres des différentes parties de fenouil sont des mélanges complexes de composés organiques et inorganiques qui présentent des caractéristiques spectrales distinctives dans le domaine infrarouge.

Des techniques d'analyses élémentaires et complémentaires à l'IR seront donc envisageables pour l'identification chimique.

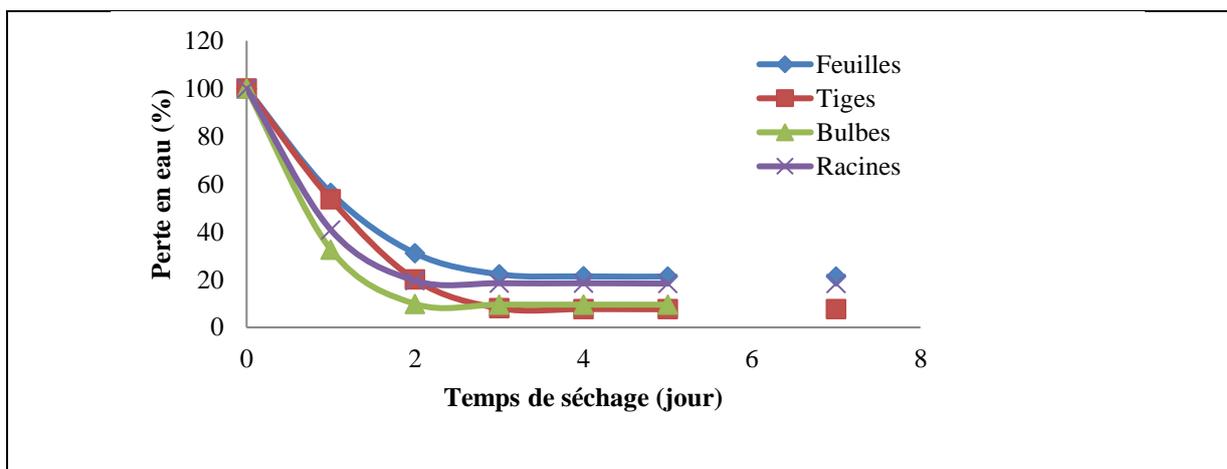
### III.3.3. Cinétique de séchage

L'étude de la cinétique de séchage a pour but de déterminer l'influence des conditions de la méthode de séchage sur l'efficacité et la durée de séchage.

#### III.3.3.1. Cinétique de séchage à l'air libre

Les résultats de la cinétique de séchage à l'AL sont donnés dans la figure III.7, qui représente les variations de la perte en eau en fonction de temps pour chaque partie de fenouil.

Le tableau III.3 inclut les teneurs de perte en eau finale et la durée de séchage obtenus pour chaque partie de fenouil.



**Figure III.6: Evolution de la perte en eau en fonction de temps de séchage à l'air libre**

**Tableau III.3 : Résultats de la perte en eau finale et la durée de séchage à l'air libre des différentes parties de *Foeniculum vulgare***

Parties	Perte en eau finale (%)	Durée de séchage (jours)
Racines	$18,511 \pm 0,356^b$	3
Bulbes	$7,698 \pm 0,104^d$	3
Tiges	$9,557 \pm 0,734^c$	4
Feuilles	$21,378 \pm 1,781^a$	4

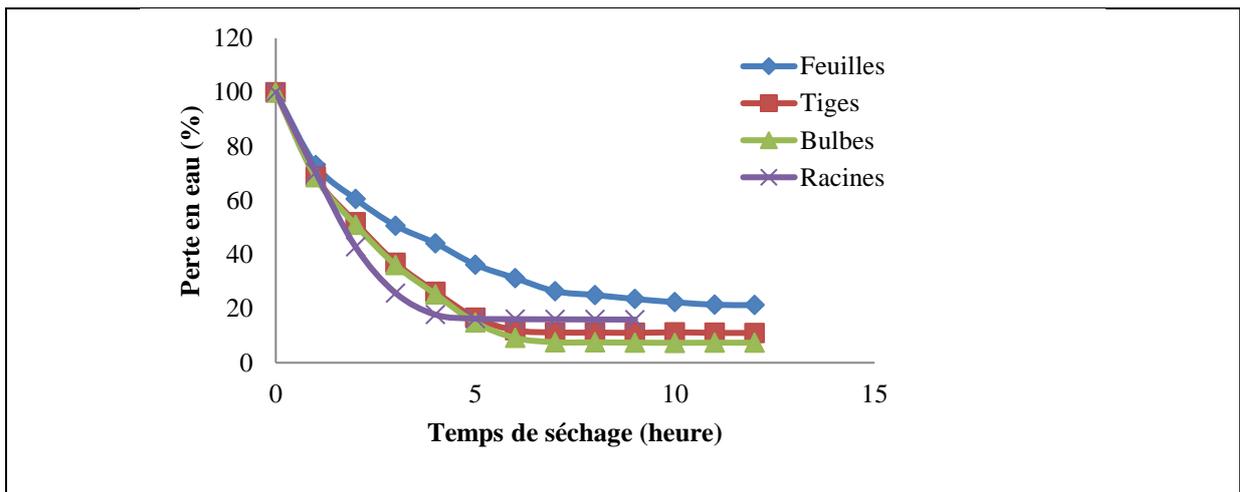
Les résultats de la figure III.7 permettent de constater que la cinétique de séchage de fenouil à l'AL dépend de la partie étudiée. L'effet de séchage à l'AL est plus important sur les bulbes (la perte en eau finale est de  $7,698 \pm 0,104$  %), suivi par les tiges, racine et en fin les feuilles ( $9,557 \pm 0,734$ ,  $18,511 \pm 0,356$  et  $21,378 \pm 1,781$ %, respectivement).

En termes de temps de séchage, les résultats démontrent que les bulbes et les racines se séchent en un temps plus court (03 jours), Tandis que, les tiges et les feuilles atteignent leurs poids constants au quatrième jour de séchage.

Le processus de séchage à l'AL est caractérisé par une diminution progressive de la teneur en eau avec le temps, suivi par la suite d'une stabilisation, pour atteindre une valeur constante.

### III.3.3.2. Cinétique de séchage par lyophilisateur

La variation de la perte en eau en fonction du temps de lyophilisation pour les différentes parties de fenouil est représentée dans la figure III.8. La perte en eau finale et la durée de séchage sont donnés dans le tableau III.4.



**Figure III.7 : Evolution de la perte en eau en fonction de temps de séchage par lyophilisation**

**Tableau III.4: Résultats de la perte en eau finale et la durée de la lyophilisation des différentes parties de *Foeniculum vulgare***

Partie	Perte en eau finale (%)	Durée de séchage (heurs)
<b>Racine</b>	$15,97 \pm 1,527^b$	8
<b>Bulbe</b>	$7,375 \pm 1,512^d$	7
<b>Tige</b>	$11,051 \pm 0,356^c$	7
<b>Feuilles</b>	$21,392 \pm 0,470^a$	11

L'étude de la variation de la perte en eau en fonction du temps permet de comprendre le comportement de séchage par le lyophilisateur de chaque une des parties de fenouil. Plusieurs auteurs ont également étudié la cinétique de la lyophilisation et son effet sur les poudres des matières végétales obtenues (Samuelsson et al., 2006; Valadez-Carmona et al., 2017).

Les résultats obtenus permettent de constater que le temps mis pour la stabilisation du poids de l'échantillon séché est en fonction de la partie de la plante; les bulbes et les tiges se sèchent plus efficacement.

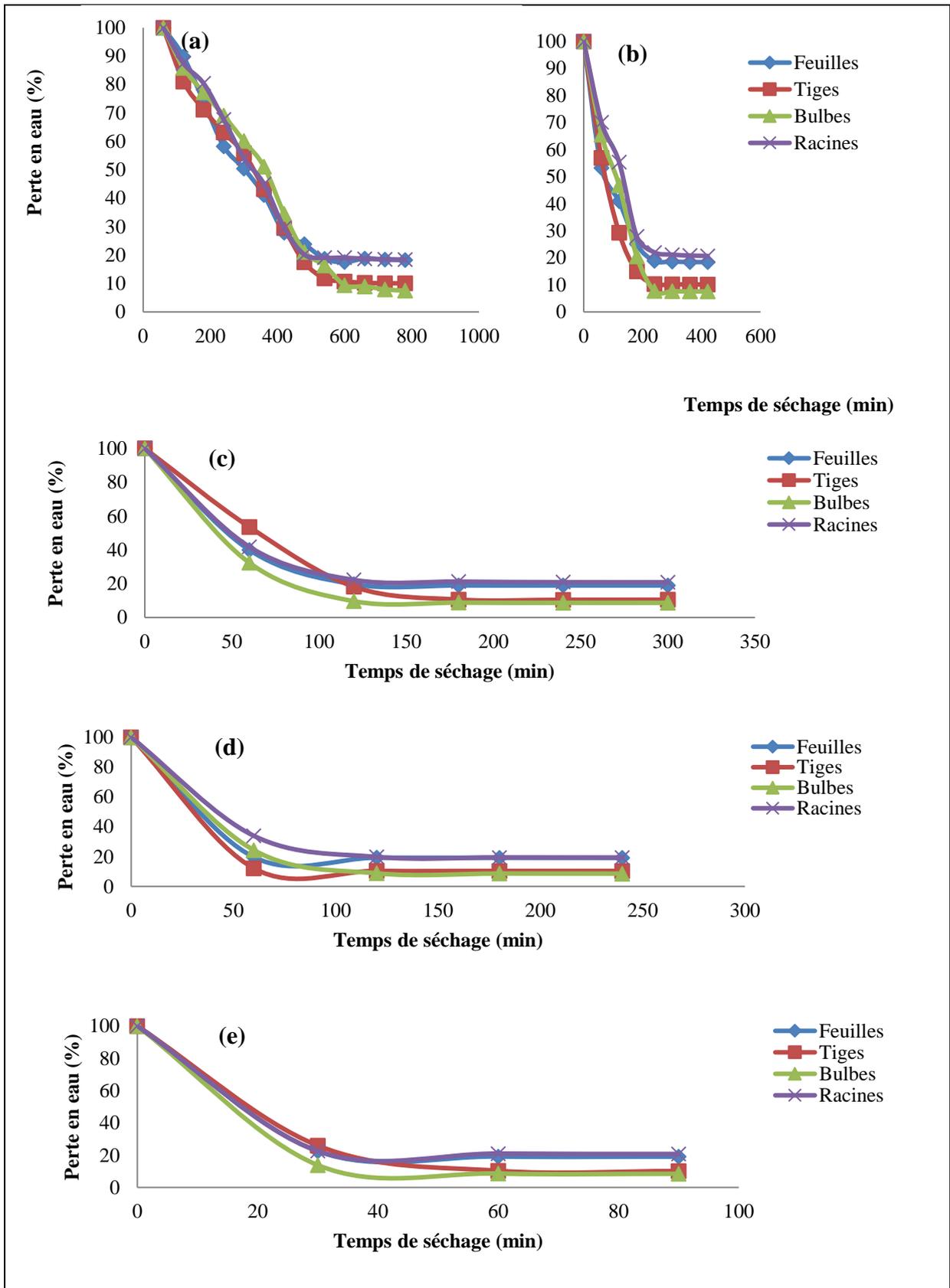
De plus, les bulbes et les tiges ont des teneurs en eau plus élevées au départ et se sèchent plus rapidement que les feuilles et les racines. Cette différence résulte dans les liaisons qui se forment avec l'eau dans le l'échantillon et l'accessibilité de celle-ci.

Ces courbes à allure décroissante sont caractérisées par une diminution rapide de la teneur en eau au début de séchage. Il s'agit de l'élimination de la majeure quantité d'eau, suivie par un ralentissement de la perte en eau. La partie linéaire de la courbe représente la stabilité du poids. Cela peut être expliqué par le fait qu'il n'y ait plus d'eau libre dans le produit, ce qui signifie que le séchage est terminé.

#### III.3.3.3. Cinétique de séchage à l'étuve

Les résultats de la cinétique de séchage à l'étuve sous différentes températures (40, 60, 80, 100 et 120°C) sont représentés dans la figure III.9. Les courbes de perte de la teneur en eau en fonction de temps et l'influence de la température sur chaque partie de la plante sont étudiées.

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre III: Séchage et caractérisation des poudres**



**Figure III.8: Evolution de la perte en eau en fonction de temps de séchage à l'étuve**

(a) : à 40°C, (b) : à 60°C, (c) : à 80°C, (d) : à 100°C et (e): à 120°C.

**Tableau III.5: Résultats de la perte en eau finale et la durée de séchage à l'étuve des différentes parties de *Foeniculum vulgare***

Partie	Température (°C)	Perte en eau finale (%)	Durée de séchage (h)
<b>Racines</b>	40	8,691±0,081 <sup>a</sup>	12,667±0,017 <sup>a</sup>
	60	8,586±0,147 <sup>b</sup>	6,000±0,033 <sup>b</sup>
	80	8,466±0,172 <sup>ab</sup>	4,333±0,008 <sup>c</sup>
	100	7,563±0,043 <sup>c</sup>	4,000±0,025 <sup>d</sup>
	120	7,470±0,114 <sup>d</sup>	1,333±0,025 <sup>e</sup>
<b>Bulbes</b>	40	10,091±0,030 <sup>c</sup>	12,000±0,033 <sup>a</sup>
	60	10,536±0,091 <sup>a</sup>	5,667±0,008 <sup>b</sup>
	80	10,365±0,086 <sup>ab</sup>	5,000±0,017 <sup>c</sup>
	100	10,182±0,034 <sup>b</sup>	3,000±0,025 <sup>d</sup>
	120	10,160±0,063 <sup>c</sup>	1,333±0,008 <sup>e</sup>
<b>Tiges</b>	40	19,205±0,065 <sup>a</sup>	9,000±0,017 <sup>a</sup>
	60	18,958±0,036 <sup>b</sup>	5,333±0,017 <sup>b</sup>
	80	18,457±0,060 <sup>c</sup>	3,000±0,017 <sup>c</sup>
	100	18,705±0,091 <sup>c</sup>	2,500±0,050 <sup>d</sup>
	120	19,114±0,018 <sup>c</sup>	1,167±0,033 <sup>e</sup>
<b>Feuilles</b>	40	8,586±0,055 <sup>a</sup>	12,667±0,050 <sup>a</sup>
	60	8,691±0,042 <sup>b</sup>	6,000±0,017 <sup>b</sup>
	80	8,466±0,114 <sup>ab</sup>	5,333±0,025 <sup>c</sup>
	100	7,470±0,005 <sup>c</sup>	4,000±0,033 <sup>d</sup>
	120	7,563±0,043 <sup>d</sup>	1,333±0,008 <sup>e</sup>

Les résultats obtenus permettent de constater que l'allure de la cinétique de séchage par l'étuve et le temps de séchage sont en fonction de la température ainsi que la partie de la plante utilisée.

En effet, plus la température augmente plus la vitesse d'évaporation est élevée, et plus le temps est court. Cependant, dans le cas des bulbes séchés à 40°C, la teneur en eau finale est statistiquement supérieure à celles obtenues à 100°C. Ce qui est expliqué, par l'effet la résistance interne à la migration de l'eau lorsque les températures sont trop élevées. Des résultats similaires ont été également constatés par [Kolla et al. \(2021\)](#), qui ont étudié les propriétés physiques du tissu végétal comme la teneur en humidité initiale et la structure de la matière séchée.

Au début de l'opération de séchage, l'eau libre de la plante s'évapore rapidement. Ensuite, vers la fin de séchage, la vitesse de séchage diminue, il s'agit de l'évaporation de l'eau liée à la structure de la plante.

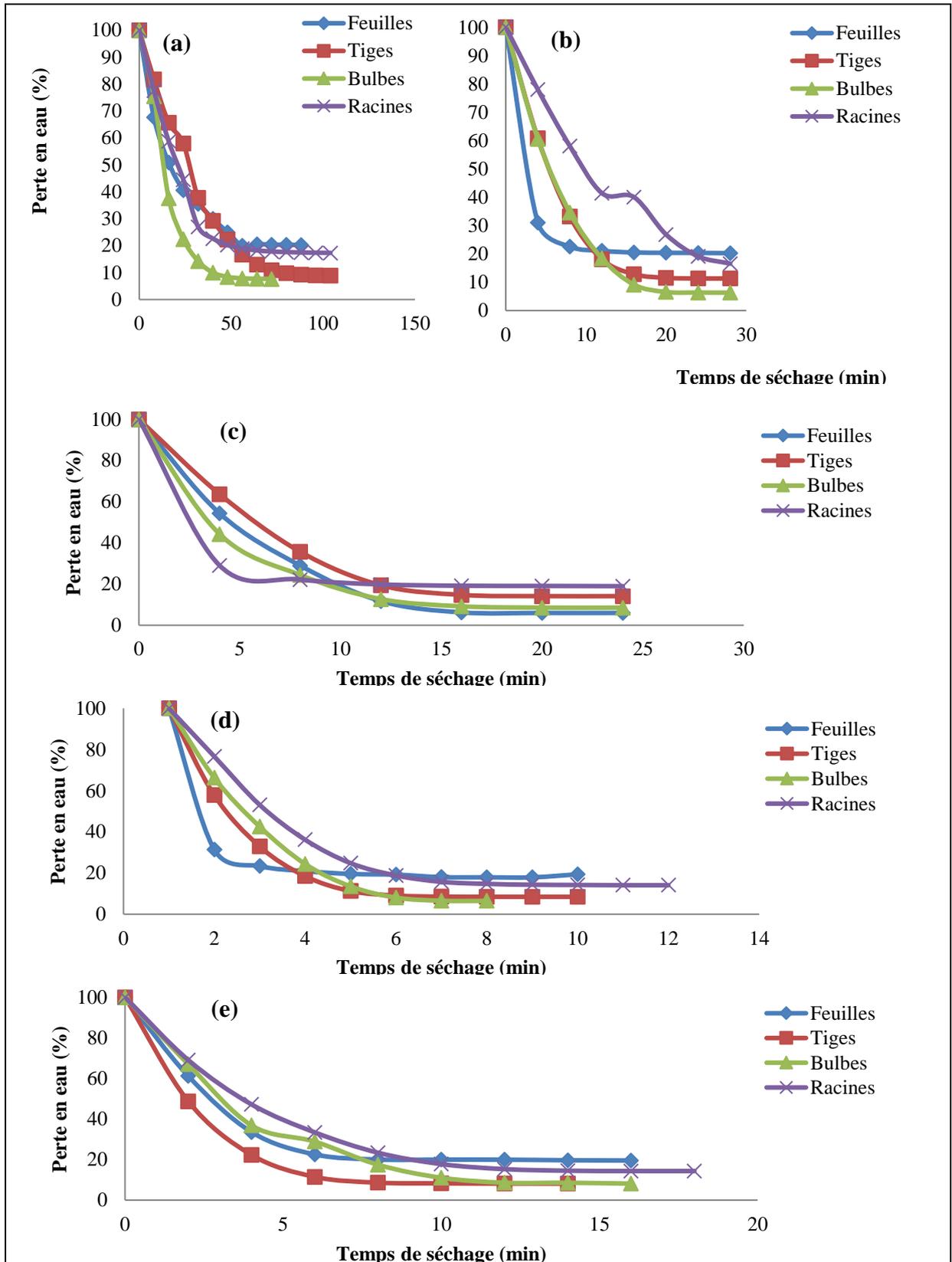
L'élévation de la température entraîne une augmentation de l'intensité du transfert de chaleur, qui amplifie le déficit de pression de la vapeur d'eau. Cela est l'une des forces motrices pour le processus de diffusion de l'eau vers l'extérieur.

#### III.3.3.4. Cinétique de séchage au micro-onde

Le tableau III.6 et la figure III.10 illustrent les résultats de la cinétique de séchage par micro-onde des différentes parties de fenouil sous différentes puissances.

**Tableau III.6: Résultats de la perte en eau finale et la durée de séchage au micro-onde des différentes parties de *Foeniculum vulgare***

Partie	Puissance (W)	Perte en eau finale (%)	Durée de séchage (min)
<b>Racines</b>	100	17,320±0,180 <sup>a</sup>	106,00±1,000 <sup>a</sup>
	300	16,560±0,060 <sup>b</sup>	44,30±0,833 <sup>b</sup>
	500	14,137±0,113 <sup>c</sup>	20,00±0,500 <sup>c</sup>
	700	14,080±0,030 <sup>c</sup>	10,00±0,333 <sup>d</sup>
	900	14,334±0,166 <sup>c</sup>	08,00±0,167 <sup>e</sup>
<b>Bulbes</b>	100	09,420±0,160 <sup>a</sup>	72,50±0,500 <sup>a</sup>
	300	09,129±0,151 <sup>a</sup>	28,30±0,833 <sup>b</sup>
	500	06,220±0,130 <sup>c</sup>	20,30±0,333 <sup>c</sup>
	700	06,452±0,248 <sup>c</sup>	14,00±0,167 <sup>d</sup>
	900	08,113±0,187 <sup>b</sup>	08,00±0,333 <sup>e</sup>
<b>Tiges</b>	100	11,326±0,074 <sup>a</sup>	104,00±1,000 <sup>a</sup>
	300	10,530±0,270 <sup>b</sup>	28,30±0,500 <sup>b</sup>
	500	08,550±0,300 <sup>c</sup>	24,00±0,833 <sup>c</sup>
	700	08,438±0,082 <sup>c</sup>	09,00±0,333 <sup>d</sup>
	900	08,098±0,098 <sup>c</sup>	07,00±0,500 <sup>e</sup>
<b>Feuilles</b>	100	22,000±0,500 <sup>a</sup>	88,30±1,000 <sup>a</sup>
	300	20,263±0,037 <sup>b</sup>	28,00±0,333 <sup>b</sup>
	500	19,960±0,040 <sup>bc</sup>	24,00±0,667 <sup>c</sup>
	700	19,530±0,050 <sup>cd</sup>	16,00±0,167 <sup>d</sup>
	900	19,192±0,158 <sup>d</sup>	08,00±0,833 <sup>e</sup>



**Figure III.9: Evolution de la perte en eau en fonction de temps de séchage au micro-onde.**

(a) : à 100W, (b) : à 300W, (c) : à 500W, (d) : à 700W et (e) : à 900W.

Les résultats révèlent que la perte en eau dans chaque partie et le temps de séchage sont liés à la puissance des micro-ondes appliquées. L'augmentation de la puissance micro-ondes diminue considérablement le temps de séchage et accélère la vitesse de séchage. Des résultats similaires ont été trouvés par [Valadez-Carmona et al. \(2017\)](#); au début de l'expérience, la vitesse de séchage est très importante, puis elle diminue au fur et à mesure que la teneur en eau diminue.

Les temps de séchage les plus long sont attribués aux puissances de microonde les plus faibles avec une vitesse très lente. Par contre les durées de séchage les plus courtes sont obtenues à 700 W et à 900 W. En effet, plus la puissance du micro-onde est importante, plus l'excitation des molécules polaires et donc l'échauffement de la matière végétale sont importants.

Néanmoins, dans le cas des bulbes séchés à 900W, la teneur en eau finale est statistiquement supérieure à celles obtenues à 700 et 500W. Cela peut être expliqué par le fait que les puissances les plus élevées sont un facteur limitant pour la partie bulbe à cause des brûleurs de la matrice. Ce qui nous oblige à arrêter le séchage à des TH% un peu plus élevées.

En effet, la cinétique de séchage dépend également des propriétés physiques et chimiques de la matrice végétale notamment teneur en humidité initiale. De plus certains tissus végétaux présentent une grande résistance interne à la migration de l'eau.

Au vue de l'ensemble des résultats obtenus, les cinétiques de séchage différent selon la méthode, les conditions de séchage ainsi que la partie de la plante utilisée. En effet certaines parties se sèchent plus facilement que d'autres. Ce qui influe sur les temps de séchage et la teneur en eau finale des poudres obtenues.

Il a été conclu que :

A l'air libre, les bulbes et les tiges se sèchent plus efficacement (% de perte en eau finale plus faible) par rapport aux racines et aux feuilles. De plus, les bulbes se sèchent plus rapidement, mais sans différence significative entre les bulbes et les racines.

De même pour la méthode de séchage par lyophilisation, les teneurs de perte en eau les plus faibles sont attribuées aux bulbes et aux tiges. Tandis que, les temps de séchage les plus courts sont enregistrés avec les bulbes et les racines.

Concernant le séchage au micro-onde, l'efficacité de séchage dépend de la puissance du micro-onde ; plus la puissance est élevée, le séchage est plus efficace (% de perte en eau finale plus faible).

A l'exception de séchage des bulbes à 900 W, où la perte en eau est moyennement élevée. Les résultats montrent également, que les temps de séchage sont inversement proportionnels aux puissances appliquées.

Dans le cas de séchage à l'étuve, les résultats montrent que les températures les plus élevées sont les plus efficaces. Cependant, pour les bulbes et les racines, les températures les plus faibles (40 et 60 °C) s'avèrent plus performantes. Dans tous les cas, les temps de séchage sont inversement proportionnels aux températures appliquées.

#### III.3.4. Etude des corrélations

L'étude des corrélations a été effectuée à un niveau de signification de  $p < 0,05$ . L'objectif de cette étude est de déterminer les corrélations possibles entre les différentes familles des composés dosés et entre ces composés et l'activité antioxydante testée. Les facteurs étudiés sont : l'indice de polyphénols, le rendement d'extraction, les teneurs en composés phénoliques totaux, flavonoïdes totaux et les tanins ainsi que la capacité de piégeage de radical DPPH. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant:

**Tableau III.7 : Corrélations de Pearson**

	<b>CPT</b>	<b>IP</b>	<b>FT</b>	<b>TT</b>	<b>% DPPH</b>	<b>Rdt</b>
<b>CPT</b>	1	0,529	0,436	0,463	0,578	0,131
<b>IP</b>		1	0,840	0,715	0,906	0,336
<b>FT</b>			1	0,446	0,909	0,469
<b>TT</b>				1	0,640	0,124
<b>% DPPH</b>					1	0,434
<b>Rdt</b>						1

Les résultats illustrés sur le tableau III.7 montrent des corrélations significatives et positives entre les facteurs étudiés ; La plus forte corrélation significative a été enregistrée entre la teneur en flavonoïdes et la capacité de piégeage de radical DPPH ( $r = 0,909$ ). Egalement, cette activité antioxydante est fortement corrélée avec l'indice de polyphénols ( $r = 0,906$ ). Une forte corrélation positive a été également enregistrée entre la teneur en flavonoïdes et l'indice de polyphénols ( $r = 0,840$ ).

Cette forte corrélation significative entre l'indice de polyphénols et la capacité de piégeage de radical DPPH peut être expliquée par la contribution de ces composés polyphénoliques dans la manifestation de cette activité antioxydante.

De même, les flavonoïdes sont des principaux composés phénoliques des extraits de fenouil qui sont de puissants antioxydants capables de prévenir et d'interrompre les procédés d'oxydation en neutralisant les radicaux libres.

Les corrélations faibles entre l'activité antiradicalaire DPPH et les CPT pourraient être dues aux différences dans le mécanisme des réactifs utilisés pour le dosage. Le mécanisme d'action du réactif DPPH est basé sur le transfert de protons. Tandis que le Ciocalteu utilise un mécanisme basé sur le transfert d'électrons (Falleh et al., 2008). De plus, la méthode de Folin-Ciocalteu détecte non seulement les composés phénoliques, mais également d'autres composés biologiques ayant un pouvoir réducteur. Il s'agit par exemple de l'acide ascorbique, des acides aminés et des glucides ou des composés de la réaction de Maillard (Ajatta et al., 2021).

Il est également important de préciser que les conditions de séchage à des températures élevées sont favorables à la création de produits de réaction de Maillard. Ces composés cycliques bruns peuvent être issus de la transformation des composés phénoliques (ce qui justifie également la diminution des CPT). Néanmoins, ces composés formés peuvent contribuer à la forte activité antioxydante.

#### III.3.5. Effet de la méthode de séchage

Les données relatives aux six facteurs étudiés en utilisant quatre parties de la plante fraîches et séchées en appliquant quatre méthodes de séchage sont statistiquement étudiées dans le but d'approfondir la compréhension de la cinétique de séchage de fenouil et de déterminer l'effet de diverses conditions de séchage sur les composés bioactifs dosés et la propriété antiradicalaire de DPPH.

Les facteurs étudiés sont : l'indice de polyphénols, le rendement d'extraction, les teneurs en composés phénoliques totaux, flavonoïdes totaux et les tanins ainsi que la capacité de piégeage de radical DPPH.

Les parties de fenouil utilisées sont : les racines, bulbes, tiges et les feuilles. Les méthodes de séchage appliquées sont : le séchage à l'air libre, la lyophilisation, séchage à l'étuve sous différentes températures et le séchage par microonde à différents niveaux de puissance. Les résultats de cette étude statistique sont rassemblés dans la figure III.11 et la figure III.12.

Ces résultats montrent que les meilleures valeurs en CPT (dans la partie tige) sont attribuées à la méthode de séchage par étuve à 40°C.

Par contre pour les parties feuilles et bulbes, les meilleures valeurs en CPT sont enregistrées par la méthode de séchage par microondes à 700W et à 900W. Les meilleures valeurs en CPT dans les racines sont enregistrées dans les échantillons à l'état frais et ceux séchés à 900W.

Les résultats marquent une diversification remarquable (selon la partie de fenouil) pour les six paramètres en fonction des méthodes de séchage.

Par exemple, il est important de sécher les feuilles de fenouil au micro-onde à 700W pour l'extraction des composés phénoliques totaux dotés d'une puissante activité antioxydante, ou utiliser les feuilles fraîches si une extraction des tanins est choisie, ou bien un séchage à 40°C dans l'étuve pour une extraction des flavonoïdes.

Ces résultats permettent aux chercheurs de mieux choisir la méthode de séchage appropriée en fonction de l'objectif visé de l'étude pour cette espèce. L'ensemble des résultats obtenus permettent de conclure que:

- ✚ L'effet de la méthode de séchage varie d'une partie de la plante à une autre. Cet effet dépend également des conditions de séchage (température et puissance), les composés dosés et l'activité antioxydante recherchés.
- ✚ Les méthodes de séchage par microondes à des puissances élevées (900 et 700W) semblent être les plus performantes pour les parties bulbes, racines et les feuilles. Tandis que le séchage par l'étuve (à des températures faibles et moyennes) est plus efficace pour les tiges.
- ✚ La lyophilisation est plus convenable pour les racines et les tiges en termes de rendement d'extraction. Elle est également efficace pour les CPT et les FT dans le cas des feuilles et des tiges, respectivement.
- ✚ Le séchage à l'air libre se prête mieux aux bulbes (FT et rendement d'extraction) et aux feuilles (CPT et activité antiradicalaire).
- ✚ L'état frais de plante est plus efficace pour l'extraction des CPT dans le cas des racines, FT pour les tiges et les tanins dans les feuilles.

La performance de séchage au microonde peut être due à la rupture des parois cellulaires sous l'effet des radiations microondes. Ce qui rend les composés phytochimiques liés de la matrice plus accessibles lors de l'extraction. Les radiations microondes peuvent également dissocier certains composés phénoliques, modifiant ainsi leurs structures chimiques et transformant les composés phénoliques insolubles aux formes plus solubles et plus disponibles pour la quantification.

Le séchage au microonde se fait par la formation des couches sèches de l'intérieur vers l'extérieur du matériau; La présence de gradients de pression provoque la formation d'une couche sèche, d'abord à l'intérieur de l'échantillon puis s'étendant progressivement à travers la surface, empêchant ainsi la formation d'une couche dure (Angiolillo et al., 2015).

Par contre, dans le cas de séchage dans l'étuve, l'eau est d'abord éliminée de la surface, ce qui entraîne un durcissement des cellules, réduisant ainsi la libération de composés phénoliques liés.

Des résultats similaires ont été observé par Hayat et al. (2019), les quantités de CPT, FT et l'activité antioxydante des graines de fenouil ont été augmentées en augmentant la puissance de micro-onde jusqu'à 500W. Ces valeurs sont significativement plus élevées à celle enregistrées par les échantillons chauffés à 125 °C à l'étuve.

Contrairement aux travaux de Valadez-Carmona et al. (2017), les auteurs ont constaté une dégradation des CPT lorsque des températures supérieures à 110 °C sont appliquées.

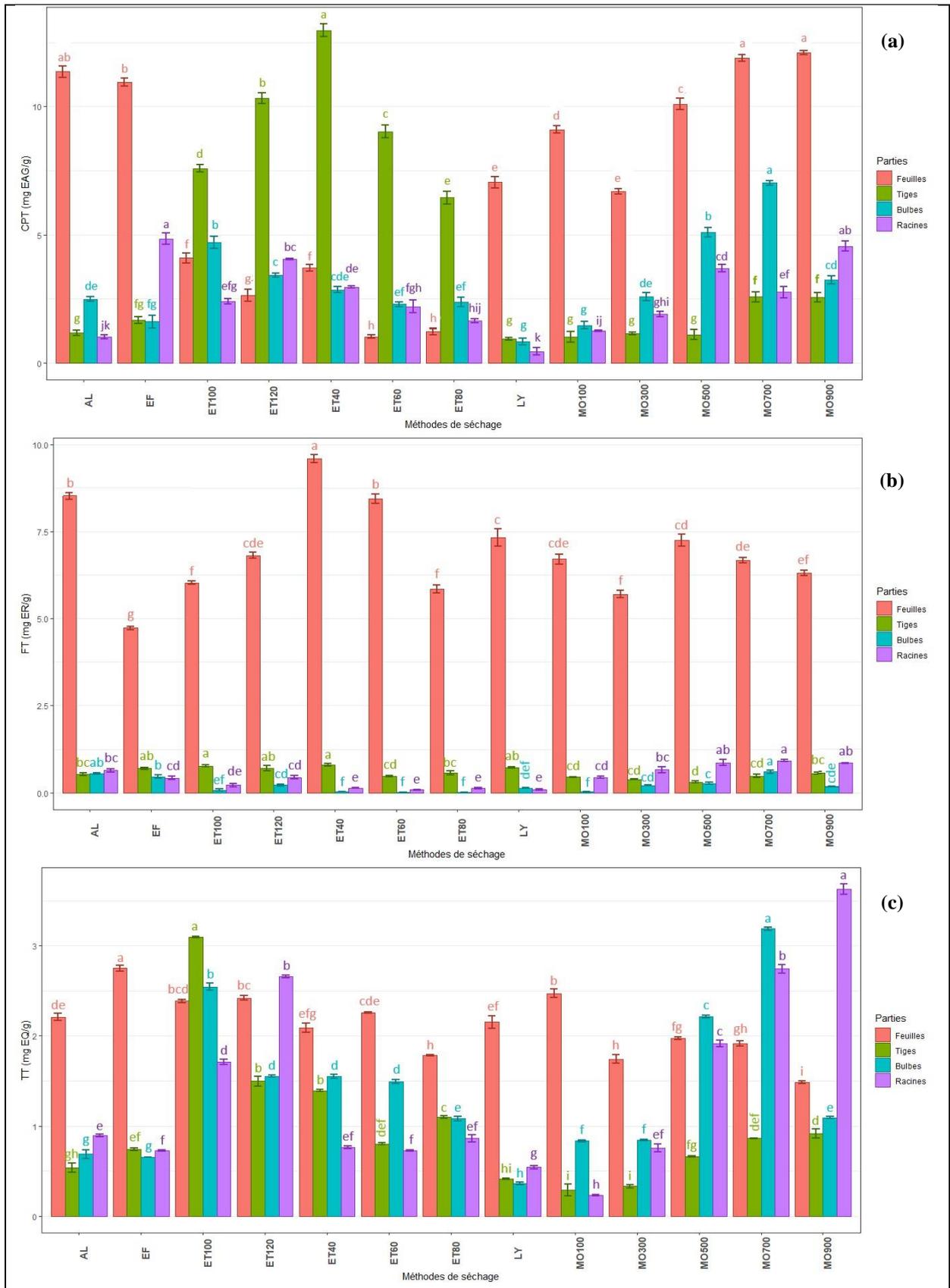
La diminution des teneurs en composés phénoliques dans les échantillons séchés à l'air libre pourrait être due à la photo-oxydation de certains polyphénols due à la présence d'oxygène lors du séchage à l'air. La dégradation enzymatique des polyphénols peut également se produire.

L'activité antioxydante est plus élevée dans les échantillons séchés que dans les échantillons frais. Cela pourrait être dû à la libération des polyphénols liés, qui sont hautement actifs, ainsi qu'à la formation de produits de réaction de Maillard, qui sont également des constituants ayant des capacités antioxydantes (Kolla et al., 2021).

La teneur en tanins dans les feuilles de fenouil est plus élevée à l'état frais. Cela peut être expliqué par le fait que la plante synthétise des tanins suite à une agression (récolte) pour assurer sa défense. En effet, Dabire et al. (2011) ont montré qu'après une agression (coupe), la synthèse de composés polyphénoliques est augmentée au niveau de la plante pour réparer les parties affectées et que l'activité antioxydante de ces extraits augmente après la récolte jusqu'à un maximum qui est atteint après 15 jours de séchage.

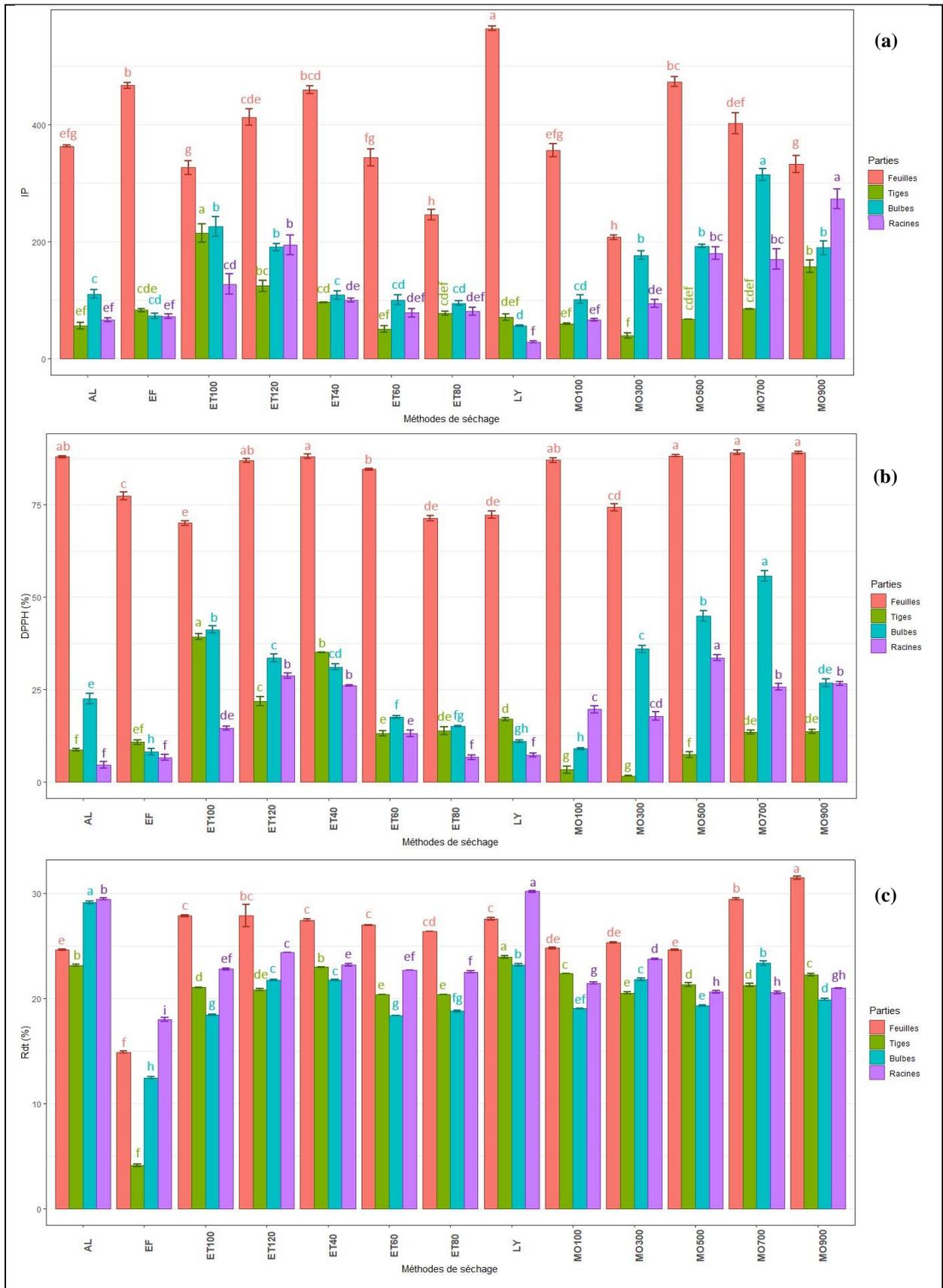
La lyophilisation a montré une augmentation des teneurs en CPT, FT et en rendement d'extraction. Étant donné que les composés phénoliques sont principalement présents sous forme liée, la déshydratation non thermique peut également contribuer à la libération de ces composés. Valadez-Carmona et al. (2017) ont suggéré que les cristaux de glace qui se forment par la congélation pourraient comprimer les structures cellulaires pour développer une structure spongieuse et poreuse, empêchant ainsi le durcissement des parois cellulaires.

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre III: Séchage et caractérisation des poudres**



**Figure III.10: Effet des méthodes de séchage sur les teneurs en composés phénoliques totaux (a), flavonoides (b) et en tanins (c) des différentes parties de *Foeniculum vulgare*.**

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre III: Séchage et caractérisation des poudres**



**Figure III.11: Effet des méthodes de séchage sur les valeurs des indices de polyphénols (a), % d'inhibition de DPPH (b) et des rendements d'extraction (c) des différentes parties de *Foeniculum vulgare*.**

### III.3.6. Analyse en composante principales

L'ACP a été effectuée en utilisant le CPT, Rdt, FT, DPPH, IP et TT comme variables actives. La méthode de séchage et la partie de la plante sont utilisées comme variables qualitatives supplémentaires.

L'ACP consiste à transformer les six variables en nouvelles variables nommées composantes principales. Elle permet de résumer l'information dans deux axes principaux ou deux dimensions expliquant au mieux la variabilité des données. Cette application est très utile lorsque l'on est en présence d'une somme importante de données quantitatives à traiter et interpréter.

Les composantes principales sont les vecteurs propres de la nouvelle matrice, classés par ordre décroissant de valeurs propres correspondante (tableau III.8).

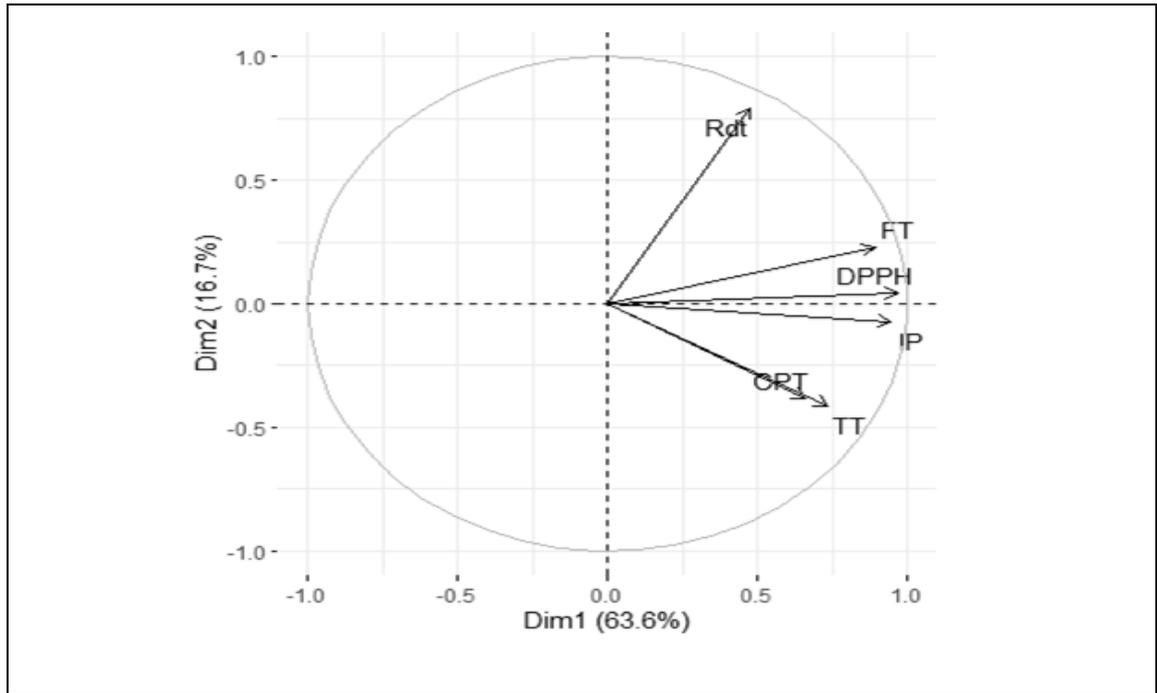
**Tableau III.8 : Valeurs propres, variance et variance cumulées des six composantes principales**

	Valeur propres	Variance (%)	Variance cumulées (%)
<b>Composante 1</b>	3,81	63,56	63,56
<b>Composante 2</b>	1,00	16,68	80,24
<b>Composante 3</b>	0,58	9,63	89,86
<b>Composante 4</b>	0,46	7,71	97,57
<b>Composante 5</b>	0,09	1,54	99,11
<b>Composante 6</b>	0,05	0,89	100,00

Les deux premières composantes représentent 80,24 % de la variance totale. Ces deux composantes représentent les deux dimensions (axes) de l'ACP. La dimension 01 (63,56%) est présentée par l'axe horizontal et la dimension 02 (16,68) est présentée par l'axe vertical.

#### III.3.6.1. Corrélations et cordonnés

L'ACP permet de calculer des matrices pour projeter les six variables dans un nouvel espace en utilisant une nouvelle matrice. Le cercle de corrélation est représenté dans la figure III.13. Les corrélations des paramètres avec la dimension 01 et 02 sont représentées dans les tableaux III.9 et III.10, respectivement. Les cordonnées des catégories liées significativement à la dimension 01 et 02 sont donnés dans les tableaux III.11 et III.12, respectivement.



**Figure III.12 : Cercle de corrélation**

La figure III.13 montre que toutes les variables ont une bonne qualité de représentation, les CPT et les TT sont fortement corrélés. Les IP, DPPH et FT sont corrélés entre eux et fortement corrélés avec la dimension 01 (tableau III.9). Le Rdt présente une faible corrélation avec les autres variables mais une forte corrélation avec la dimension 02 ( $r=0,97$  et  $p<0,001$ ) (tableau III.10).

**Tableau III.9 : Corrélation des paramètres avec la dimension 01**

	<b>Corrélation</b>	<b>P</b>
<b>DPPH</b>	0,97	<0,001
<b>IP</b>	0,94	<0,001
<b>FT</b>	0,89	<0,001
<b>TT</b>	0,73	<0,001
<b>CPT</b>	0,66	<0,001
<b>Rdt</b>	0,47	<0,001

**Tableau III.10 : Corrélation des paramètres avec la dimension 02**

	<b>Corrélation</b>	<b>P</b>
<b>Rdt</b>	0,79	<0,001
<b>FT</b>	0,23	0,004
<b>CPT</b>	-0,38	<0,001
<b>TT</b>	-0,41	<0,001

Concernant les paramètres qualitatifs, les résultats présentés dans les (tableaux III.11 et III.12) montrent que les méthodes de séchage ne sont pas liées significativement à la dimension 01. La partie feuille est la plus liée positivement à la dimension 01.

Tandis que, la partie tige est la plus liée négativement. La dimension 02 est beaucoup plus liée positivement à la méthode de séchage par LY et à AL, mais négativement à l'EF (tableau III.12).

**Tableau III.11: Cordonnées des catégories liées significativement à la dimension 01**

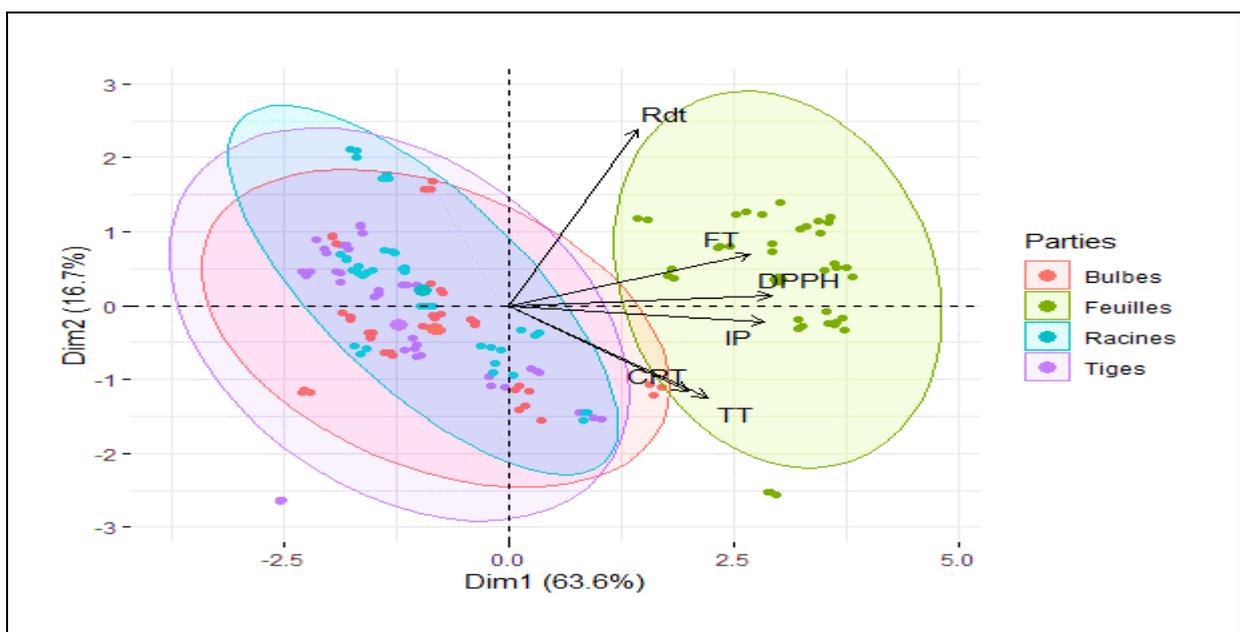
	Cordonnée	P
<b>Partie : Feuilles</b>	2,99	<0,001
<b>Partie : Bulbes</b>	-0,82	0,002
<b>Partie : Racines</b>	-0,96	<0,001
<b>Partie: Tiges</b>	-1,22	<0,001

**Tableau III.12 : Cordonnées des catégories liées significativement à la dimension 02**

	Cordonnée	P
<b>Méthode de séchage : LY</b>	1,14	<0,001
<b>Méthode de séchage : AL</b>	0,97	<0,001
<b>Partie : Feuilles</b>	0,35	0,011
<b>Partie: Bulbes</b>	-0,31	0,027
<b>Méthode de séchage : EF</b>	-1,73	<0,001

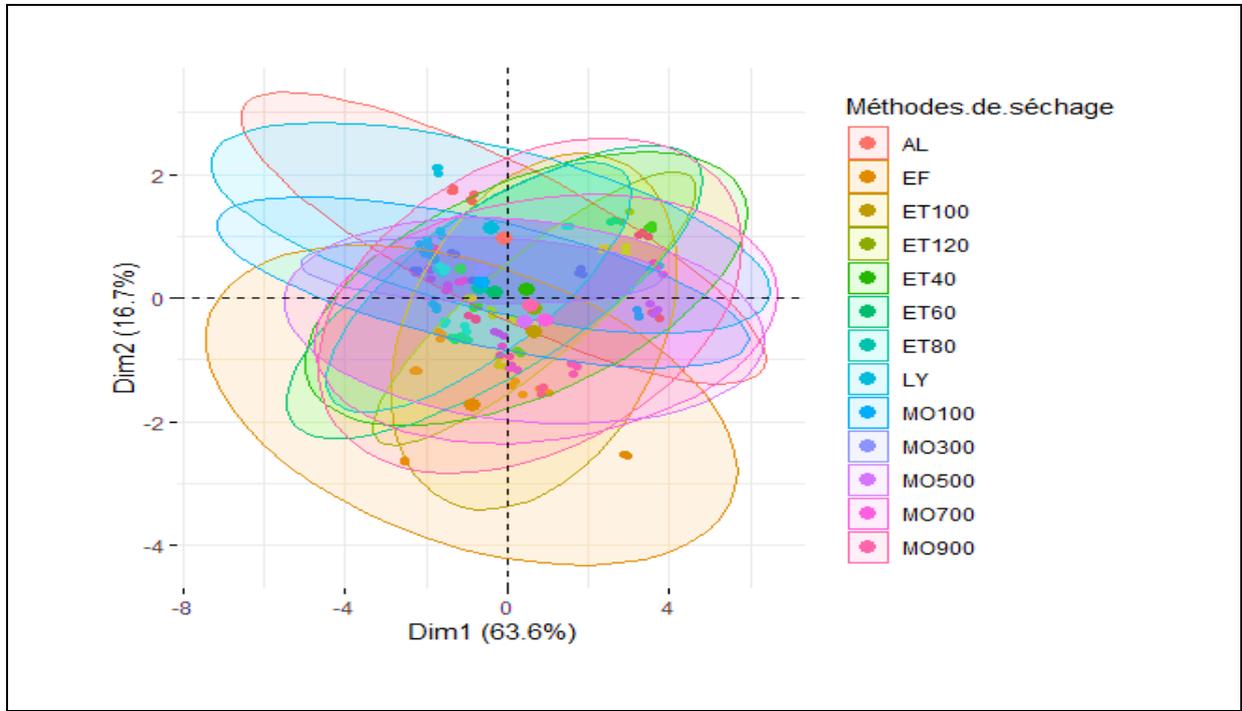
### III.3.6.2. Détermination des groupes des individus en fonction des parties et des méthodes de séchage

L'objectif de l'application de l'ACP est de résumer les données obtenues dans les différentes conditions expérimentales par une analyse des corrélations linéaires entre les variables et une visualisation graphique des distances entre les individus selon les parties (figure III.14) et selon les méthodes de séchage (figure III.15). Elle permet de dégager les liaisons entre les variables et les ressemblances entre les individus.



**Figure III.13 : Biplot de l'ACP en fonction des parties de *Foeniculum vulgare***

Le groupe des feuilles est bien distinct des autres groupes, ce groupe est caractérisé par des taux élevés en FT, DPPH et IP et des taux moyennement élevée en CPT, TT et Rdt. Les groupes Bulbes, Racines et tiges sont chevauchés et présentent des taux faibles dans tous les paramètres (Figure III.15, Tableaux III.11 et III.12).

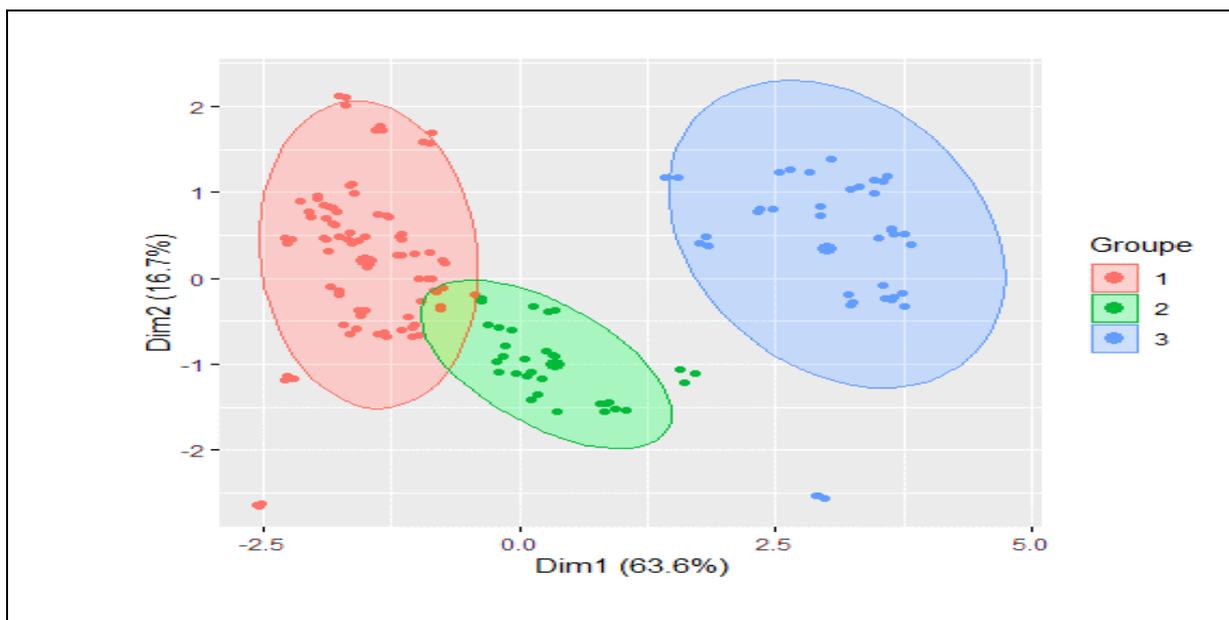


**Figure III.14 : Graphique des individus en fonction des méthodes de séchage**

Tous les groupes sont chevauchés, cependant on peut remarquer que le groupe EF est un peu éloigné des autres groupes où il est caractérisé par un taux faible en Rdt (tableau 10). Les méthodes de séchage LY et AL sont caractérisées par des taux moyennement élevés en Rdt (tableaux III.11 et III.12).

### III.3.7. Classification hiérarchique sur les résultats de l'ACP

La classification hiérarchique a été effectuée en se basant sur les résultats de l'ACP afin de montrer le degré de similarité entre les variables. Cette analyse a permis de caractériser trois groupes (figure III.16)



**Figure III.15 : Classification hiérarchique à partir des résultats de l'ACP**

### III.3.7.1. Groupe 01

Ce groupe est caractérisé par des taux faibles de tous les paramètres ; en particulier les teneurs en FT, IP et DPPH (tableau III.13). Cependant, la méthode de séchage n'est pas significativement liée à ce groupe. Concernant les parties de fenouil, seules les parties tiges (35,29%), bulbes (32,94%) et racines (31,76%) qui caractérisent ce groupe (Tableau III.14).

**Tableau III.13 : Description du groupe 01 par les paramètres quantitatifs**

	Moyenne ± Ecart-type (Groupe)	Moyenne ± Ecart-type (Global)	p
<b>Rdt</b>	21,36 ± 4,78	22,52 ± 4,57	0,001
<b>CPT</b>	2,37 ± 1,79	4,31 ± 3,50	<0,001
<b>FT</b>	0,34 ± 0,23	2,04 ± 2,90	<0,001
<b>IP</b>	89,17 ± 39,56	184,54 ± 136,17	<0,001
<b>DPPH</b>	14,35 ± 8,49	35,54 ± 29,28	<0,001
<b>TT</b>	0,81 ± 0,36	1,47 ± 0,86	<0,001

**Tableau III.14 : Description du groupe 01 par les paramètres qualitatifs**

	Cla/Mod (%)	Mod/Cla (%)	Global (%)	p
<b>Parties : Tiges</b>	76,92	35,29	25,00	0,001
<b>Parties : Bulbes</b>	71,79	32,94	25,00	0,013
<b>Parties : Racines</b>	69,23	31,76	25,00	0,034

Cla/Mod : Pourcentage de la modalité présente dans le groupe par rapport à l'échantillon global ; Mod/Cla : pourcentage de la modalité dans le groupe.

### III.3.7.2. Groupe 02

Ce groupe est caractérisé seulement par trois paramètres quantitatifs (TT, CPT et FT); avec des taux moyennement élevés en CPT et en TT (Tableau III.15).

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre III: Séchage et caractérisation des poudres**

Les paramètres qualitatifs caractérisant ce groupe sont les méthodes de séchage ET120, MO700, MO500 et ET100 (Tableau III.16).

**Tableau III.15 : Description du groupe 02 par les paramètres quantitatifs**

	Moyenne ± Ecart-type (Groupe)	Moyenne ± Ecart-type (Global)	p
<b>TT</b>	2,43 ± 0,71	1,47 ± 0,86	<0,001
<b>CPT</b>	6,1 ± 3,06	4,31 ± 3,5	0,001
<b>FT</b>	0,6 ± 0,28	2,04 ± 2,9	0,002

**Tableau III.16 : Description du groupe 02 par les paramètres qualitatifs**

	Cla/Mod (%)	Mod/Cla (%)	Global (%)	p
<b>Méthodes de séchage : ET120</b>	66,67	25,00	7,69	<0,001
<b>Méthodes de séchage : MO700</b>	50,00	18,75	7,69	0,021
<b>Méthodes de séchage : MO500</b>	50,00	18,75	7,69	0,021
<b>Méthodes de séchage : ET100</b>	50,00	18,75	7,69	0,021

**Cla/Mod** : Pourcentage de la modalité présente dans le groupe par rapport à l'échantillon global ; **Mod/Cla** : pourcentage de la modalité dans le groupe.

### III.3.7.3. Groupe 03

Ce groupe est caractérisé par des taux élevés en IP, DPPH et FT et des taux moyennement élevés en TT, Rdt et CPT (Tableau III.17). Le groupe 03 n'est pas caractérisé par les méthodes de séchage. Cependant, la partie feuille est la seule modalité caractérisant ce groupe (Tableau III.18).

**Tableau III.17 : Description du groupe 03 par les paramètres quantitatifs**

	Moyenne ± Ecart-type (Groupe)	Moyenne ± Ecart-type (Global)	P
<b>FT</b>	6,92 ± 1,28	2,04 ± 2,90	<0,001
<b>DPPH</b>	82,06 ± 7,41	35,54 ± 29,28	<0,001
<b>IP</b>	381,27 ± 94,59	184,54 ± 136,17	<0,001
<b>CPT</b>	7,07 ± 3,99	4,31 ± 3,50	<0,001
<b>Rdt</b>	26,09 ± 3,78	22,52 ± 4,57	<0,001
<b>TT</b>	2,13 ± 0,34	1,47 ± 0,86	<0,001

**Tableau III.18 : Description du groupe 03 par les paramètres qualitatifs**

	Cla/Mod (%)	Mod/Cla (%)	Global (%)	p
<b>Parties : Feuilles</b>	100,00	100,00	25,00	<0,001

**Cla/Mod** : Pourcentage de la modalité présente dans le groupe par rapport à l'échantillon global ; **Mod/Cla** : pourcentage de la modalité dans le groupe.

### III.4. Conclusion partielle

L'objectif de l'étude expérimentale est l'optimisation de deux méthodes d'extraction par l'application des plans d'expérience. Ces méthodes innovantes à optimiser sont l'EAU et l'HDAM.

Avant de procéder à l'optimisation de ces deux méthodes d'extraction, une étude préalable sur la matière végétale a été réalisée. Cela a fait l'objet du chapitre III.

Dans ce chapitre, deux axes ont été enchaînés ; premièrement, une caractérisation chimique a été faite pour les différentes parties de la plante (racines, bulbes, tiges, feuilles et les graines) portant sur la composition en métabolites primaires (teneurs en eau, matière sèche, cendres, protéines, carbohydrates, matière grasse et fibres).

Par la suite, la cinétique et l'effet de séchage sur les composés phénolique (CPT, FT et les TT) ainsi que sur l'activité antioxydante évaluée par le piégeage de radical DPPH et le rendement d'extraction.

Quatre parties de la plante ont été séchées en utilisant différentes méthodes de séchage (MO100, MO300, MO500, MO700, MO900W, ET40, ET60, ET80, ET100, ET120, LY et AL) et les résultats ont été comparés à l'EF.

La composition chimique en métabolites primaires a été déterminée pour toutes les parties de la plante et les résultats obtenus ont montré une grande richesse et une valeur nutritionnelle de ce légume et des parties non-comestibles.

Les résultats obtenus ont montré également, que les feuilles et les graines sont les parties qui présentent les valeurs les plus élevées en métabolites secondaires. Ces mêmes parties présentent également les plus fortes activités antioxydantes.

La technique IR contribue à mieux cerner la composition chimique de chaque partie de la plante pour mieux comprendre les variabilités observées dans la cinétique de séchage. Elle renseigne sur des différences ou des similitudes dans la composition chimique des différentes parties de la plante.

L'effet et les conditions de séchage montrent une variabilité remarquable pour le choix de la meilleure méthode de séchage et qui dépend fortement de l'objectif visé (teneur en composés phénoliques, activité antioxydante ou encore le rendement d'extraction).

Egalement, cette variabilité dépend de la partie de plante (hétérogénéité structurelle et chimique).

Dans ce chapitre, nous avons déterminé la composition chimique en métabolites primaires des différentes parties de fenouil, la cinétique de séchage par différentes techniques et enfin l'effet de séchage sur la composition en métabolites secondaires et sur l'activité antioxydante.

*Chapitre IV :*  
*Extraction et*  
*caractérisation des*  
*extraits*

## **Chapitre IV. Extraction et caractérisation des extraits**

### **IV.1. Introduction**

L'objectif de ce chapitre est l'optimisation de l'extraction des CPT par la méthode d'EAU et des HEs par l'HDAM à partir des graines de *F. vulgare* en utilisant les plans d'expérience.

Des études préliminaires ont été d'abord, effectuées afin de déterminer les paramètres susceptibles d'influencer significativement les procédures d'extraction et des plans d'optimisation ont été, en suite appliqués à fin de déterminer les conditions optimales.

Dans ce chapitre, nous détaillerons d'abord, les techniques expérimentales utilisées pour l'optimisation et la caractérisation des extraits obtenus et nous passerons à la présentation et à la discussion des résultats.

### **IV.2. Matériel et Méthodes**

#### **IV.2.1. Procédure de l'extraction des composés phénoliques par ultrason**

Les composés phénoliques des graines de fenouil ont été extraits, en utilisant un bain à ultrason (figure IV.1). 1g d'échantillon a été mélangé avec le solvant dans un flacon placé directement dans le bain à ultrason. La température au cours de l'extraction a été mesurée et les extraits obtenus ont été filtrés par un papier filtre (4 µm de diamètre) puis conservés à 4°C pour les analyses ultérieures.



**Figure IV.1: Dispositif utilisé dans l'extraction assisté par ultrason.**

#### **IV.2.2. Procédure de l'extraction des composés phénoliques par agitation magnétique**

L'extraction des composés phénoliques à partir des graines de fenouil a été également réalisée par une méthode classique en utilisant une agitation magnétique (figure IV.2). Un baron magnétique a été mis dans un flacon qui contient l'échantillon et le solvant.

Le flacon est ensuite, placé sur une plaque agitatrice pendant une durée de 48h. Les extraits obtenus ont été filtrés, puis conservés à 4°C.



**Figure IV.2: Dispositif utilisé dans l'extraction des composés phénoliques par agitation magnétique**

#### IV.2.3. Procédure de l'hydrodistillation assistée par micro-onde

L'extraction des huiles essentielles a été réalisée par un système « Clevenger » conçu selon la troisième édition de la Pharmacopée Européenne. Ce système permet la séparation de la phase aqueuse du distillat à travers un système de cohobation. Les graduations permettent de mesurer le volume des huiles essentielles qui flottent sur l'eau odorante (par différences de densité) avant même de procéder à séparation des deux phases.

Le Clevenger a été installé dans le trou précédemment conçu sur le toit du micro-onde dont les caractéristiques sont les suivantes: une fréquence de 2450kHz, une puissance de sortie maximale de 1000W avec une incrémentation de 100W et les dimensions de la cavité de chauffage sont de (22.5 cm × 37.5 cm × 38.6 cm). Un ballon à fond plat contenant l'échantillon et l'eau distillée a été placé dans la cavité du four microonde (figure IV.3).

Le rendement en huile essentielle a été estimé en calculant la masse de l'huile essentielle extraite et la masse de la matière végétale sèche. Le rendement en huile essentielle est exprimé en pourcentage et calculé selon la formule suivante :

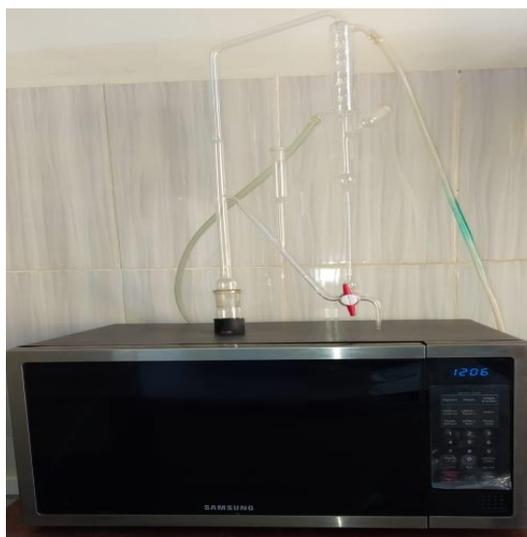
$$Rdt (\%) = \frac{M1}{M2} \times 100 \dots \text{(Équation IV. 1)}$$

D'où:

Rdt (%): Rendement en huile essentielle en pourcentage.

M1 : Masse de l'huile essentielle extraite.

M2 : Masse de la matière végétale sèche.



**Figure IV.3: Dispositif d'hydrodistillation assistée par microonde utilisé pour l'extraction des huiles essentielles.**

#### IV.2.4. Procédure de l'hydrodistillation conventionnelle

L'hydrodistillation traditionnelle (HD) a été également réalisée par le système Clevenger. Pour ce dispositif, un ballon à fond rond contenant l'échantillon et l'eau distillée a été placé dans le chauffe ballon (figure IV.4).



**Figure IV.4 : Dispositif d'hydrodistillation conventionnelle utilisé pour l'extraction des huiles essentielles.**

#### IV.2.5. Etude préliminaire et effet des facteurs sur l'extraction par ultrason

Une étude préliminaire a été effectuée pour évaluer l'effet des paramètres expérimentaux sur l'EAU. Les variables étudiées dans l'extraction des CPT sont la nature et la concentration de solvant ainsi que son volume, son pH et le temps de l'extraction.

Les niveaux bas et hauts de chaque paramètre ont été choisis sur la base des résultats de la teneur en polyphénols totaux (exprimée en mg EAG/g de MS).

#### **IV.2.6. Etude préliminaire sur l'hydrodistillation assistée par micro-onde et application du plan Plackett-Burman**

Dans le cas de l'extraction des HEs, les facteurs étudiés sont les suivants: la taille des particules, le temps d'irradiation, la puissance des micro-ondes, le rapport solide-liquide, le taux d'humidité et le pH de l'eau.

Le plan Plackett-Burman (PPB) a été utilisé pour sélectionner les variables qui influencent significativement l'HDAM. L'objectif de l'application de PPB est l'amélioration de rendement en HEs extraites des graines de *F. vulgare* ainsi que la diminution de temps de chauffage et de la consommation de l'énergie.

Un PBB est un plan de criblage, développé par R.L. Plackett et J.P. Burman en 1946. Il est utilisé pour étudier plusieurs facteurs (7 et plus) à deux niveaux ; désignés par «+» et «-», où le signe «+» désigne le facteur dans son niveau élevé et le signe «-» désigne le facteur dans son niveau bas (Vanaja and Rani, 2016).

Selon les valeurs de P de chaque paramètre, les variables ayant un effet significatif sur le rendement ( $P < 0,05$ ) ont été sélectionnés pour les prochaines expériences d'optimisation en utilisant la méthodologie de surface de réponse. Cependant, les facteurs sans effet significatif ont été exclus.

Le PPB a été appliqué, après la détermination des niveaux bas et hauts de chaque paramètre. Les effets des facteurs sur le rendement en HE (Y1), le temps d'ébullition (Y2) et la consommation d'énergie (Y3) ont été étudiés en utilisant un modèle du premier ordre qui est décrit par l'équation :

$$Y = \beta_0 + \sum \beta_i X_i \dots \text{(Équation IV.2)}$$

Où, Y est la réponse,  $\beta_0$  est un coefficient constant propre au modèle,  $\beta_i$  est le coefficient la régression et  $X_i$  est un paramètre indépendant.

#### **IV.2.7. Application des plans d'optimisation**

L'optimisation de l'EAU et l'HDAM a été réalisée en employant le plan de Box-Behnken de trois niveaux, pour évaluer l'effet combiné des facteurs sélectionnés sur les réponses investiguées dans chacune des méthodes d'extraction.

Dans le cas de l'EAU, les quatre variables indépendantes sont: % solvant, le temps, le pH et le ratio solide -liquide qui sont désignés par X1, X2, X3 et X4 respectivement.

Ces paramètres ont été étudiés de manière à optimiser trois réponses : le taux des polyphénols totaux, les flavonoïdes et l'activité antioxydante par le test d'inhibition du radical DPPH.

En revanche dans l'HDAM, les variables codées (X1, X2, X3 et X4) représentent, respectivement : la taille des particules, le temps de l'irradiation, la puissance des micro-ondes et le rapport solide-liquide. Y1 est la réponse du rendement en HE, Y2 est le temps initial et Y3 est la consommation de l'énergie.

La méthodologie des surfaces de réponses permet de modéliser les réponses étudiées sous forme d'une équation polynomiale du second degré présentée ci-dessous :

$$y = B_0 + \sum_{i=1}^k B_i x_i + \sum_{i=1}^k B_{ii} x_i^2 + \sum_{i>j}^k B_{ij} x_i x_j + E \dots \text{ (Équation IV.3)}$$

Où :

$Y$  représente la réponse étudiée;  $B_0$  est un coefficient constant;  $B_i$ ,  $B_{ii}$  et  $B_{ij}$  sont des coefficients des effets linéaires, quadratiques et interactives, respectivement, et le  $x_i$  et  $x_j$  représentent les variables indépendantes codées et  $E$  représente l'erreur expérimentale.

#### IV.2.8. Détermination du profil phénolique par la chromatographie haute performance

La chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) a été utilisée pour déterminer le profil phénolique des extraits de fenouil obtenus par les méthodes EAU et EC.

Les analyses ont été réalisées avec un équipement de marque Agilent (YL 9100 HPLC), doté d'un détecteur UV-vis. Les analyses ont été effectuées à 254 nm et les chromatogrammes obtenus ont été analysés à l'aide du logiciel Agilent YL-CLARITY.

Une colonne (C18) de longueur de 150 mm et de diamètre de 4,6 mm a été utilisée. Le débit de la phase mobile était de 1,3 ml/min.

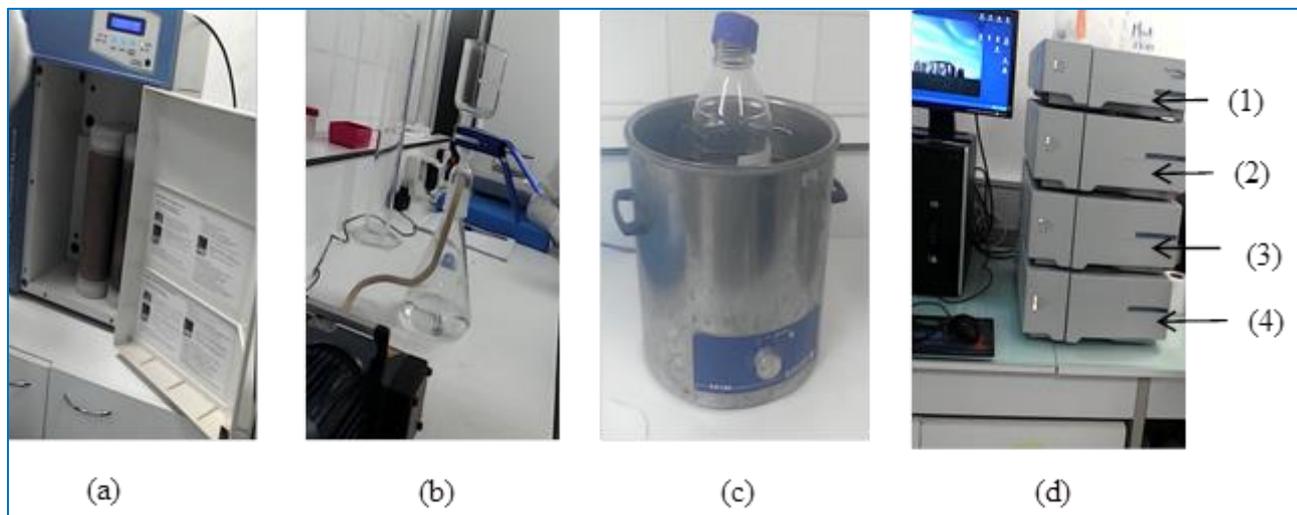
La phase mobile est constituée de deux solvants (A) et (B). **Le solvant (A)** : l'eau ultra-pure avec une conductivité de 0,06 et un pH compris entre 6,4 et 6,8. L'eau a été ensuite acidifiée avec une solution d'acide acétique à 1 %, puis dégazifiée dans un bain ultrason pendant 30 min. **Le solvant (B)** : méthanol grade HPLC (99,99 % Sigma Aldrich).

Le programme de gradient de températures a été effectué : à 0 min, le A:B : était de 95 :5 ; à 55 min, 5:95 et à 60 min, 95:5.

Une quantité de 20  $\mu$ l de l'échantillon préalablement filtré (0.45 $\mu$ m) a été injectée par la boucle d'injection.

L'identification la plus probable des composés phénoliques a été réalisée en comparant les temps de rétention et les spectres HPLC de chaque pic dans l'échantillon à ceux des standards de composés phénoliques respectifs.

La figure ci-dessous représente les étapes et l'équipement de l'HPLC utilisés.



**Figure IV.5 : Détermination du profil phénolique par la chromatographie haute performance.**

(a) : Ultra-purification, (b) : Filtration sous vide, (c) : Dégazage de la phase mobile dans un bain ultrason et (d) : Différents compartiment de l'HPLC. (1) : Phase mobile, (2) : Dégazeur, (3) : Pompe et (4) : Détecteur.

#### IV.2.9. Détermination de la composition chimique des huiles essentielles par la spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge (IR) a été utilisée dans la caractérisation des HEs obtenues par l'HDAM et par l'HD dans le but de déterminer de l'effet de la méthode d'extraction sur la composition chimique des huiles obtenues.

Les spectres obtenus permettent de caractériser les composants des deux huiles par la détermination des groupements fonctionnelles qui les constituent. Le principe de cette technique ainsi que le matériel utilisé sont détaillés dans le chapitre III (sections III.2.4).

La caractérisation des huiles a été réalisée par une spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier à réflexion totale atténuée (FTIR- ATR). Les HEs ont été mises en contact avec le cristal de l'ATR et scannées dans le domaine de l'IR.

#### IV.2.10. Détermination de la composition chimique des huiles essentielles par la chromatographie gazeuse

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) a été utilisée pour la détermination de la composition chimique des huiles essentielles obtenues par l'HDAM et par l'HD.

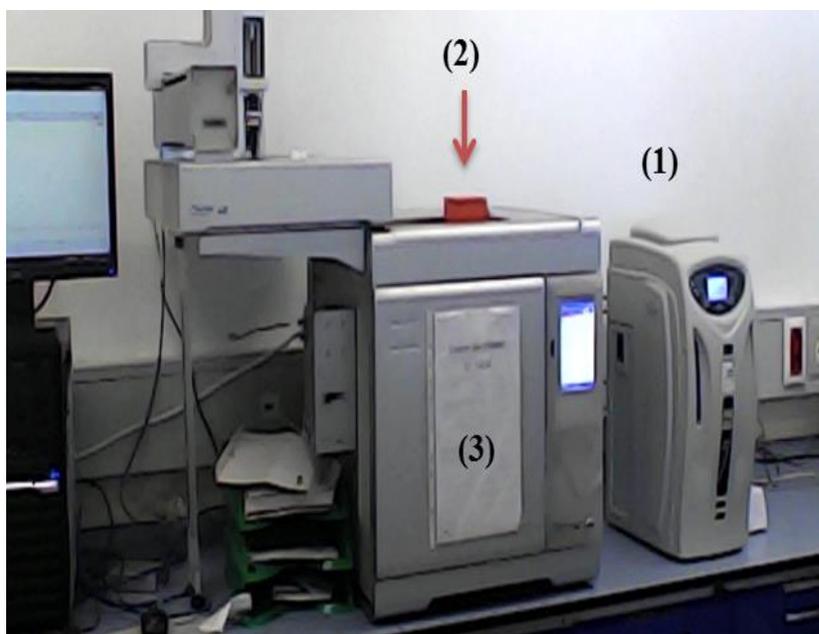
Le système de CPG (figure IV.6) est équipé d'un détecteur à ionisation de flamme. La colonne utilisée est une colonne capillaire apolaire (HP5%) de 30 m de long, 0,25 mm de diamètre interne et 0,25  $\mu\text{m}$  d'épaisseur (le film de la phase stationnaire). Le gaz vecteur ( $\text{N}_2$ ) est à un débit constant (0,5 ml/min) ; la température d'injection était de 250 ; la température de détection était de 280°C. Le volume injecté était de 0,4  $\mu\text{L}$  (avec une microseringue de capacité max de 10  $\mu\text{l}$ ) avec un split ratio ajusté à 50:1.

La programmation de la température du four était de 60 °C pendant 8 min, puis suivant un gradient de 2 °C/min jusqu'à 240 °C ; cette température finale a été maintenue constante pendant 5 min. le temps total était de 103min.

Une série de n-alcane allant de C5 à C28 a été injectée dans les mêmes conditions analytiques que les échantillons. L'identification des composés a été réalisée en calculant leurs indices de rétention (indices de Kovats), selon l'équation :

$$KI = 100 * \left[ n + \frac{tr_{\text{inconnu}} - tr_n}{tr_N - tr_n} \right] \dots \text{ (Équation IV. 4)}$$

Avec,  $KI$  est l'indice de Kovats,  $n$  est le nombre d'atomes de carbone dans le plus petit n-alcane,  $N$  est le nombre d'atomes de carbone dans le plus grand n-alcane et  $tr$  est le temps de rétention.



**Figure IV.6 : Détermination de la composition chimique des huiles essentielles par la chromatographie gazeuse.**

(1) : Générateur de gaz (2) : Injecteur et (3) : Four.

### IV.3. Résultats et discussion

#### IV.3.1. Extraction des composés phénoliques

##### IV.3.1.1. Effet de la nature de solvant

L'effet de la nature de solvant sur l'EAU des CPT des graines de fenouil a été étudié en utilisant le méthanol 50%, l'éthanol 50%, l'acétone 50% et l'acétonitrile 50% (V/V).

Les résultats illustrés par la figure IV.7(a) montrent que les valeurs les plus élevées en CPT sont attribuées aux extraits éthanoliques et acétoniques et la plus faible valeur est enregistrée avec l'extrait méthanolique. Les résultats obtenus peuvent être expliqués par les propriétés physiques et chimiques des solvants utilisés.

Les propriétés de solvant telles que la viscosité, la tension de vapeur et la tension de surface affectent directement la propagation des ondes ultrasonores dans le milieu réactionnel.

Une tension de vapeur élevée facilite l'apparition de la cavitation. Contrairement à la tension de surface et la viscosité ; plus elles sont élevées, plus la cohésion du fluide est forte et donc la cavitation sera plus difficile à obtenir (Chen et al., 2007).

En plus des propriétés de solvant, l'extraction par les ultrasons dépend de l'affinité moléculaire entre le solvant et le soluté (son point d'ébullition, densité, polarité...etc.). La sélection d'un solvant approprié pour l'EAU est donc une étape primordiale.

Les valeurs élevées en CPT enregistrées par les extraits acétoniques peuvent être expliquées par le fait que l'acétone présente une valeur de pression de vapeur la plus élevée, ce qui facilite l'apparition de la cavitation.

De même, l'éthanol présente les plus faibles valeurs en tension de surface (tableau IV.1), ce qui facilite également la cavitation. D'après ces résultats, le solvant sélectionné est l'éthanol.

**Tableau IV.1: Quelques propriétés physiques et chimiques des solvants utilisés dans l'extraction assistée par ultrason**

	Acétone	Acétonitrile	Méthanol	Ethanol
<b>Pression de vapeur (kPa à 20°C)</b>	24,7	9,7	13,02	5,95
<b>Tension superficielle <math>\gamma</math> (mN/m à 20°C)</b>	24	29,0	22,6	22
<b>Viscosité (mPa s (20 °C à 25°C))</b>	0,32	0,345	0,551	1,20

#### IV.3.1.2. Effet de la concentration de solvant

Les résultats illustrés par la figure IV.7(b) montrent que l'éthanol à 50% a permis d'avoir une teneur plus élevée en CPT. Cette valeur semble être la concentration optimale permettant l'extraction des CPT solubles dans l'eau et dans l'éthanol. Cependant, la plus faible valeur est obtenue en utilisant l'éthanol à 100%.

D'après ces résultats, le solvant sélectionné est l'éthanol aqueux à 50%. L'intervalle [30-70%] a été choisi pour l'application du plan d'expérience.

Cela peut être expliqué par l'affinité des différents types de polyphénols présents dans les graines de fenouil, puisque l'eau modifie les propriétés physicochimiques de l'éthanol. Lorsque la concentration de l'éthanol augmente, sa polarité change, ce qui extrait plus d'impureté résultant ainsi une diminution dans le rendement d'extraction des CPT.

D'autre part, la présence appropriée d'eau dans le solvant facilite l'extraction et améliore le gonflement de la matière végétale, favorisant la surface de contact entre la matrice végétale et le solvant. L'eau diminue également la viscosité de l'éthanol, ce qui facilite ainsi l'apparition de la cavitation.

Des résultats similaires ont été rapportés par [Angelov \(2016\)](#) qui a montré que l'extraction maximale des polyphénols et des flavonoïdes de fenouil a été obtenue en utilisant l'éthanol à 50 %. [Chen et al. \(2007\)](#) a également montré que la concentration 50% permet d'extraire la majorité des composés solubles dans l'eau et la majorité des composés soluble dans l'éthanol. La concentration de solvant est un facteur clé dans l'EAU qui dépend de l'affinité des composés cibles pour le mélange (solvant/eau) et des propriétés physicochimiques de ce dernier.

#### IV.3.1.3. Effet du ratio solide-liquide

Les teneurs les plus élevées en CPT sont attribuées aux niveaux les plus hauts en solvant. L'intervalle [20-40] est, choisi pour l'application de plans d'expérience.

Le résultat obtenu peut être expliqué par l'amélioration du transfert de masse en présence d'une quantité suffisante de solvant. L'augmentation de volume du solvant permis une immersion totale de la poudre de fenouil, ce qui a permis d'avoir un plus grand gradient de concentration en augmentant, le transfert de masse. De plus, un volume approprié en liquide est nécessaire pour l'apparition de la cavitation. L'augmentation de volume du solvant rend le processus plus difficile, entraînant également des pertes inutiles de solvant. Cependant, des volumes de solvant réduits peuvent rendre l'extraction incomplète ([Xinran et al., 2016](#)).

#### IV.3.1.4. Effet du pH

L'effet du pH sur l'extraction des composés phénoliques a été testé en acidifiant le solvant d'extraction avec une solution de HCl (0,1N) jusqu'à l'obtention du pH désiré (pH=5, pH=4, pH=3, pH=2 et pH=1). Une solution contrôle (sans acidification avec un pH= 6,5) a été également testée (figure IV.7 (d)). L'extraction a été réalisée dans un bain ultrason en mettant 1g de poudre dans 10ml de solvant pendant 20 min.

La teneur la plus élevée en CPT a été obtenue à une valeur de pH égale à 3 et les plus faibles teneurs en CPT ont été enregistrées à des pH très acides (pH= 2 et pH= 1). L'intervalle [pH=2-4] est sélectionné pour l'application du plans d'expérience.

Dans certaines études, les solvants d'extraction ont été acidifiés pour préserver les polyphénols sensibles de la dégradation oxydative. Vu que les acides produisent des ions hydrogène (H<sup>+</sup>) qui stabilisent les radicaux libres qui peuvent être produits lors de la sonification. Le solvant d'extraction à forte acidité avait la capacité de se mélanger à les composés phénoliques insoluble et de favoriser l'hydrolyse des constituants de la pectine insoluble en pectine soluble, augmentant ainsi l'extraction de la pectine des matières végétales (Hosseini et al., 2016b). De même pour les CPT, l'acidification du solvant permet une hydrolyse des composés liés.

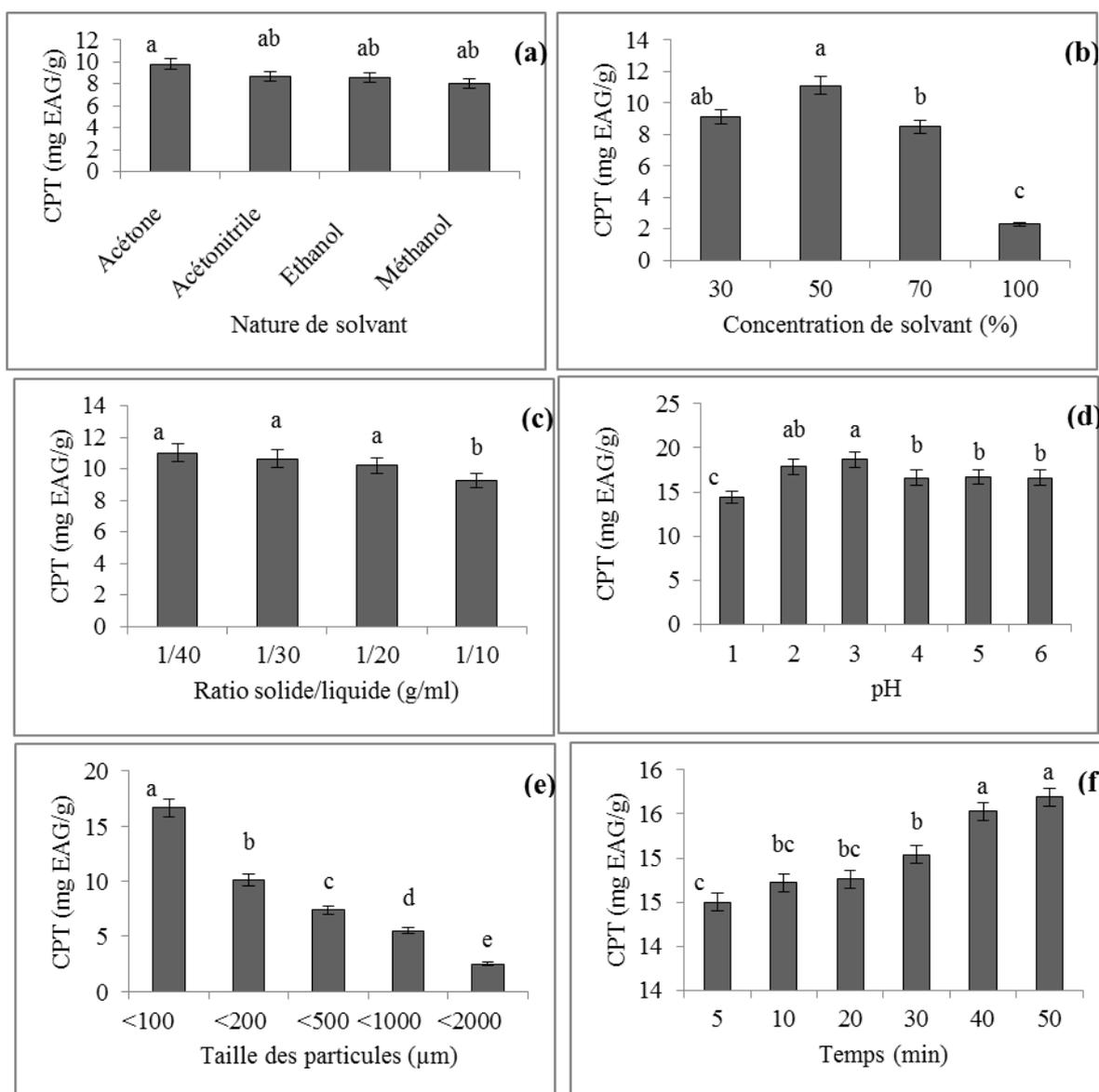
#### IV.3.1.5. Effet de la taille des particules

La figure IV.7. (e) montre un effet hautement significatif de la taille des particules sur la teneur en CPT. Plus la taille des particules est réduite, plus la teneur en CPT est significativement élevée. Le diamètre de la poudre utilisée pour les études expérimentales suivantes est inférieur à 200µm.

Cette amélioration dans la teneur en CPT est due aux effets simultanés mécaniques et thermiques résultant du broyage des graines et de phénomène de la cavitation. Ces effets conduisent à la rupture des parois cellulaires par une amélioration de transfert de masse à travers la membrane cellulaire (Boukroufa et al., 2015).

Akhtar et al. (2019) ont montré que la taille des particules était le paramètre le plus significatif sur le rendement en composés phénoliques de la poudre de graines de fenouil.

La poudre fine peut améliorer l'extraction en offrant une plus grande surface. Ce qui permet un meilleur contact entre la poudre de fenouil et le solvant, les particules plus fines facilitent également la propagation des ondes ultra sonores.



**Figure IV.7: Résultats de l'effet des variables sur la teneur en composés phénoliques totaux extraits par ultrasons.**

(a) : nature de solvant, (b) : concentration de solvant, (c) : ratio solide/liquide, (d) : pH, (e) : taille des particules et (f) : temps d'irradiation.

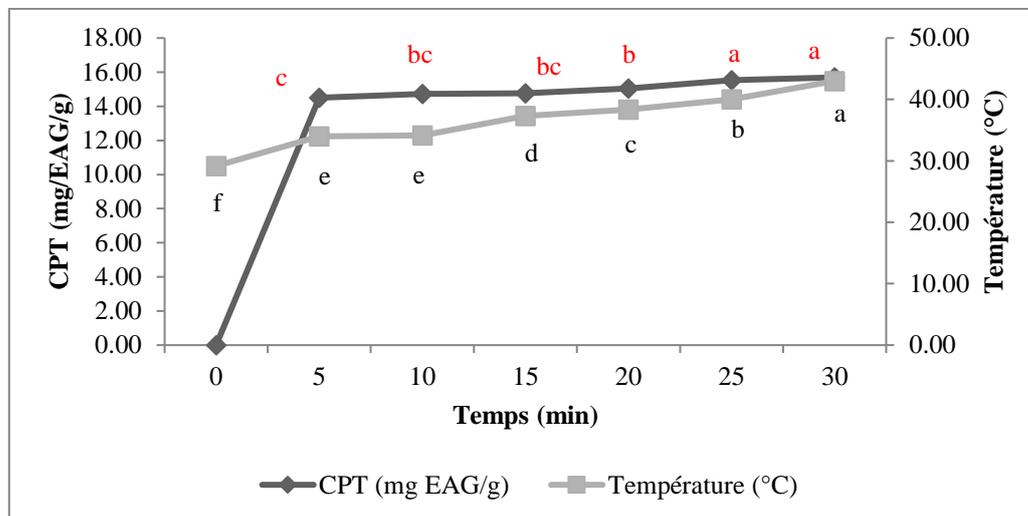
#### IV.3.1.6. Effet du temps de sonification et cinétique de l'extraction assistée par ultrason

L'impact du temps d'extraction à 5, 10, 20, 30, 40 et 50 minutes a été également étudié en fixant les valeurs des autres variables.

La figure IV.7 (f) montre une augmentation de la teneur en CPT en fonction de temps d'extraction. Cependant, après 40 min d'extraction; l'augmentation supplémentaire du temps ne donne aucun effet significatif sur la teneur en CPT.

La figure IV.8 présente également la cinétique de l'extraction des CPT par les ultrasons ainsi que l'évolution de la température au cours de l'extraction.

Cette figure montre une augmentation puis une stabilisation de la teneur en CPT au fil du temps. Les températures augmentent lentement pour atteindre 43°C au bout de 30 min de sonification. L'intervalle du temps 30 à 40 min a été choisi pour les études expérimentales suivantes.



**Figure IV.8 : Cinétique de l'extraction des composés phénoliques par les ultrasons.**

L'augmentation simultanée de la teneur en CPT et la température est due aux bulles de cavitation qui s'effondrent à la surface des membranes végétales. Ce qui cause des micropores qui augmentent la diffusion intermoléculaire et légèrement la température du solvant.

Les deux courbes présentent la même allure. Ce qui explique que l'augmentation graduelle de la température favorise l'extraction des CPT, car l'augmentation de la température d'extraction augmente le transfert de masse dans la poudre de fenouil.

Des résultats similaires ont montré que le rendement en CPT augmente en raison de la porosité accrue du matériau, de la solvation et du transfert de masse plus élevés lorsque la température d'extraction augmente (Dzah et al., 2020). L'augmentation de la température réduit également la tension superficielle et la viscosité des extraits, ce qui améliore également le rendement d'extraction.

Néanmoins, d'autres études montrent que l'augmentation de la température diminue l'efficacité des ultrasons (Vuong et al., 2014; Salehan et al., 2016); l'augmentation de la température produit moins d'énergie de cavitation due à l'augmentation de la pression de vapeur et à la diminution de la solubilité des gaz dans les liquides. De nombreux composés phénoliques sont alors facilement hydrolysés et oxydés à des températures plus élevées, en particulier lorsqu'elles sont extraites sur de longues périodes.

La figure IV.8 explique également les étapes du processus d'extraction des CPT par les ultrasons ; la première étape est représentée par une augmentation rapide de la teneur en CPT qui caractérise les composés situés à la surface des particules de la poudre de fenouil, suivie d'une deuxième ligne croissante qui correspond à la diffusion interne des composés du centre des particules vers le milieu extérieur impliqué par l'effet simultané des porosités et de l'élévation des températures. La fin du processus d'extraction (marquée par une ligne horizontale) correspond à l'étape d'équilibre.

Des études similaires expliquent les étapes de l'évolution de la teneur en CPT en fonction de temps de sonification ; la période initiale correspond au transfert de masse rapide qui convient à la dissolution de substances facilement disponibles situées à la surface des particules (Boukroufa et al., 2015). La période de ralentissement du transfert de masse reflète la dissolution simultanée des substances extractibles résiduelles de la surface et de l'intérieur des particules. La dernière partie qui s'accroît lentement correspond au transfert de masse des pores internes (Angelov, 2016).

#### IV.3.1.7. Méthodologie de surface de réponse et validation des modèles

Les études préliminaires ont permis de déterminer les niveaux bas et haut des variables influençant d'une manière significative l'extraction des composés phénoliques à partir des graines de fenouil. Les résultats de l'application du plan d'optimisation sont illustrés dans les tableaux (IV.2) et (IV.3).

Les valeurs de P des modèles sont significatives pour toutes les réponses. De plus, les valeurs de P de manque d'ajustement sont insignifiantes (tableau IV.3). Cela indique que les modèles appliqués sont adéquats pour l'optimisation de l'EAU des composés phénoliques à partir des graines de fenouil. Les valeurs élevées des  $R^2$ ,  $R^2_{adj}$  et de F des modèles pour les trois réponses indiquent également que les modèles sont adéquats.

Les équations de régression sont exprimées comme suit :

$$Y_1 = 14,42 - 4,41X_1 - 0,76X_2 - 3,91X_1^2 + 0,23X_2^2 - 3,70X_2X_4 - 2,43X_3X_4 \dots \text{(Équation IV.5)}$$

$$Y_2 = 5,01 + 0,88X_1 - 0,30X_2 + 0,22X_3 + 0,26X_4 - 3,91X_1^2 - 1,23X_2^2 - 0,60X_3^2 - 2,18X_4^2 + 0,19X_3X_4 + 0,68X_1X_4 - 2,43X_3X_4 \dots \text{(Équation IV.6)}$$

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre IV: Extraction et caractérisation des extraits**

$$Y_3 = 79,20 - 2,86X_1 - 1,71X_2 - 5,99X_3 - 1,71X_4 - 1,99X_1^2 - 8,82X_1^2 + 3,05X_2^2 - 10,03X_3^2 - 1,61X_4^2 - 0,11X_1X_2 - 0,3X_2X_3 + 0,28X_1X_4 + 0,61X_3X_4 \dots \text{(Équation IV.7)}$$

Où X1, X2, X3 et X4 sont les variables codées de la concentration de solvant, le pH, le ratio solide-liquide et le temps d'irradiation, respectivement ; Y1 est la teneur en CPT, Y2 est la teneur en FT et Y3 est le pourcentage d'inhibition de DPPH.

**Tableau IV.2 : Plan Box–Behnken appliqué pour l'extraction des composés phénolique par les ultrasons**

N°	Concentration de solvant (%)	pH	Ratio solide-liquide (g/ml)	Temps d'irradiation (min)	CPT	Flavonoïdes	Inhibition de DPPH (%)
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
1	50	3	0,02	30	8,860	3,310	75,99
2	50	2	0,03	30	8,400	2,750	76,97
3	30	3	0,03	30	13,740	1,240	75,95
4	70	3	0,03	30	4,270	2,510	61,28
5	50	4	0,03	30	14,130	2,710	78,26
6	50	3	0,05	30	14,040	2,370	50,11
7	50	2	0,02	40	13,950	3,890	74,69
8	30	3	0,02	40	13,870	2,460	64,2
9	70	3	0,02	40	4,990	4,090	68,43
10	50	4	0,02	40	11,620	3,870	81,75
11	30	2	0,03	40	14,030	2,870	68,25
12	70	2	0,03	40	5,570	4,730	80,47
13	50	3	0,03	40	14,800	5,160	78,01
14	50	3	0,03	40	14,370	5,000	79,65
15	50	3	0,03	40	14,080	4,880	79,95
16	30	4	0,03	40	13,940	2,370	70,95
17	70	4	0,03	40	3,770	3,810	72,15
18	50	2	0,05	40	13,910	4,830	76,92
19	30	3	0,05	40	14,130	2,960	50,68
20	70	3	0,05	40	4,930	4,920	53,92
21	50	4	0,05	40	12,320	3,630	61,63
22	50	3	0,02	50	14,190	2,350	62,03
23	50	2	0,03	50	14,450	4,000	76,43
24	30	3	0,03	50	11,750	1,210	49,88
25	70	3	0,03	50	5,000	3,590	75,86
26	50	4	0,03	50	5,370	3,050	68,46
27	50	3	0,05	50	9,670	3,850	

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre IV: Extraction et caractérisation des extraits**

**Tableau IV.3: Analyse de la variance pour le plan Box–Behnken appliqué dans l'extraction des composés phénoliques par les ultrasons**

	Valeurs estimée			Valeurs de <i>F</i>			Valeurs de <i>P</i>		
	CPT	Flavonoï des	Inhibition de DPPH (%)	CPT	Flavonoï des	Inhibition de DPPH (%)	CPT	Flavonoïdes	Inhibition de DPPH (%)
	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
Modèle	14,42	5,01	79,20	60,596	43,896	62,046	<0,0001	<0,0001	<0,0001
X <sub>1</sub>	-4,41	0,88	2,68	478,07	183,67	492,51	<0,0001	<0,0001	0,0017
X <sub>2</sub>	-0,76	-0,30	-1,71	14,32	21,79	14,72	0,0026	0,0005	0,0251
X <sub>3</sub>	0,13	0,22	-5,99	0,39	11,09	0,41	0,5418	0,006	<0,0001
X <sub>4</sub>	-0,25	0,26	-1,99	1,55	16,51	1,59	0,2375	0,0016	0,0115
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub>	-0,43	-0,11	-2,76	1,50	0,87	1,53	0,2446	0,368	0,0348*
X <sub>1</sub> *X <sub>3</sub>	-0,08	0,08	-0,25	0,05	0,54	0,06	0,8228	0,4765	0,8344
X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub>	0,19	-0,30	-5,59	0,28	6,91	0,29	0,6061	0,0221*	0,0004*
X <sub>1</sub> *X <sub>4</sub>	0,68	0,28	10,16	3,79	6,11	3,89	0,0754	0,0294*	<0,0001*
X <sub>2</sub> *X <sub>4</sub>	-3,70	-0,23	-2,32	112,28	4,11	115,65	<0,0001*	0,0655	0,0688
X <sub>3</sub> *X <sub>4</sub>	-2,43	0,61	6,47	48,17	29,53	49,65	<0,0001*	0,0002*	0,0001*
X <sub>1</sub> *X <sub>1</sub>	-3,91	-1,14	-8,82	167,28	136,41	167,14	<0,0001	<0,0001	<0,0001
X <sub>2</sub> *X <sub>2</sub>	-1,23	-0,42	3,05	16,52	18,37	15,46	0,0016	0,0011	0,0103
X <sub>3</sub> *X <sub>3</sub>	-0,60	-0,41	-10,03	3,96	18,15	3,35	0,0697	0,0011	<0,0001
X <sub>4</sub> *X <sub>4</sub>	-2,18	-1,61	-6,17	51,84	275,27	50,59	<0,0001	<0,0001	<0,0001
Manque d'ajustement				4.265	2.865	14.854	0,204	0,286	0,158
R <sup>2</sup>							0,98	0,97	0,98
R <sup>2</sup> <sub>adj</sub>							0,95	0,92	0,96

\*  $p < 0,05$  significatif. X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub> et X<sub>4</sub> sont les variables codées de la concentration de solvant, le pH, le ratio solide-liquide et le temps d'irradiation, respectivement ; Y<sub>1</sub> est la teneur en CPT, Y<sub>2</sub> est la teneur en FT et Y<sub>3</sub> est le pourcentage d'inhibition de DPPH.

L'analyse de la variance pour le PBB (tableau IV.3) montre que la concentration de l'éthanol et le pH sont les effets linéaires les plus significatifs sur les trois réponses. Le ratio solide/liquide et le temps d'extraction présentent des effets significatifs uniquement sur la teneur en flavonoïdes et le pourcentage d'inhibition de DPPH.

Şahin and Şamli (2013) ont également montré que la concentration de solvant a un effet dominant sur l'extraction des FT de *F. vulgare* et que les termes linéaires et quadratiques de la concentration de l'éthanol ont un impact très significatif et positif sur la teneur en FT.

#### IV.3.1.8. Conditions optimales

L'optimisation par PBB a donné des teneurs optimales en CPT de 15, 721 mg EAG/g, à une concentration de solvant de 40 %, un pH de 3, un ratio solide-liquide de 0,03 et un temps d'irradiation de 40 min.

Une teneur optimale en flavonoïdes de 5,494 mg ER/g a été obtenu à une concentration de solvant de 60%, un pH de 2, un ratio solide-liquide de 0,02 et un temps d'irradiation de 43 min.

Le pourcentage optimal d'inhibition du radical DPPH est de 90%. Cette valeur a été obtenue à une concentration de solvant de 38%, un pH de 2,5, un ratio solide-liquide de 0,03 et un temps d'irradiation de 40 min.

Les conditions optimales dérivées de la maximisation de la désirabilité sont : une concentration de solvant de 50%, un pH de 3,5, un ratio solide-liquide de 0,03g/ml et un temps d'irradiation de 50 min.

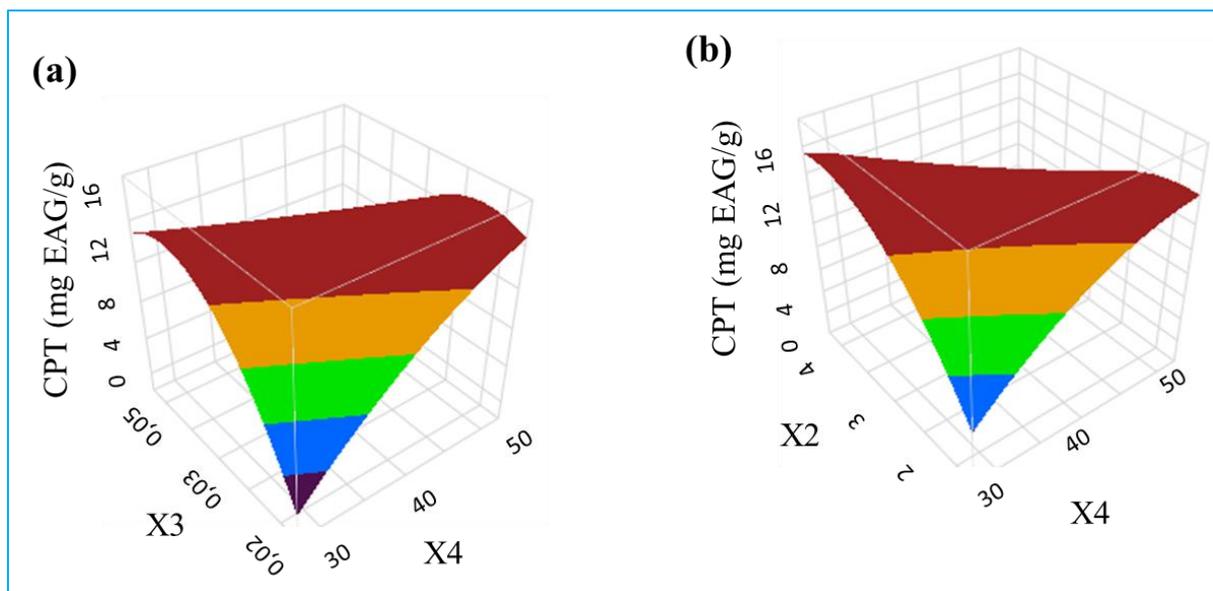
Dans ces conditions, les teneurs en CPT et en FT sont de 13,170 mg EAG/g et de 3,265, respectivement et le pourcentage d'inhibition est de DPPH est de 60%.

#### IV.3.1.9. Analyse des surfaces de réponse

Les interactions significatives des facteurs affectants les teneurs en CPT et en FT ainsi que l'activité antioxydante sont analysées et interprétées ci-dessous pour chacune des réponses étudiées.

##### **a. Effet sur la teneur en composés phénoliques totaux**

La figure IV.9 représente les interactions significatives des facteurs affectants la teneur en CPT.



**Figure IV.9: Surface de réponse des interactions significatives sur la teneur en composés phénoliques totaux.**

(a) : Interaction du ratio solide/liquide et du temps de sonification et (b) : Interaction du pH et du temps.

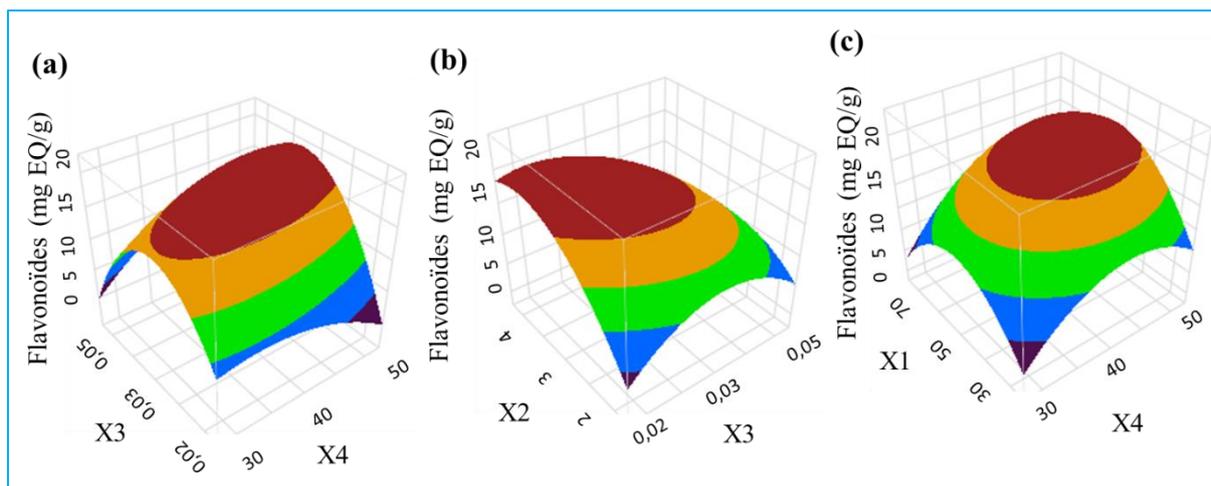
La figure IV.9 montre que la teneur en CPT augmente avec l'augmentation du ratio solide-liquide et le temps de sonification (la figure IV.9a), puis la teneur diminue légèrement lorsque le ratio solide-liquide est supérieur à 0,045g/ml. La teneur en CPT augmente également avec l'augmentation du pH et de temps de sonification (la figure IV.3b).

Cela pourrait être expliqué par le fait que les composé phénoliques sont facilement décomposés et hydrolysés ; si le milieu réactionnel est maintenu à un pH élevé pendant une longue durée. Ainsi la désorption de ces composés des sites actifs dans la matrice augmente en raison de l'augmentation de la diffusivité du solvant dans les parties internes de la matrice à des valeurs de pH élevées.

De plus, le volume de solvant doit être suffisant pour garantir que le tout l'échantillon est immergé. Cependant, un volume extrêmement élevé de solvant peut affecter négativement l'extraction des CPT par les ultrasons et c'est probablement dû à une sonification insuffisante du solvant. Une dégradation ou une conversion des composés phénolique peut avoir lieu, lorsque les ondes ultrasonores sont appliquées à des volumes de solvant plus importants pendant un temps d'extraction long (Carrera et al., 2012).

#### **b. Effet sur la teneur en flavonoïdes Totaux**

Les interactions significatives des facteurs affectants la teneur en FT sont représentées dans la figure IV.10.



**Figure IV.10: Surface de réponse des interactions significatives sur la teneur en Flavonoïdes.**

(a) : Interaction du ratio solide/liquide et du temps de sonification, (b) : Interaction du pH et du ratio solide/liquide et (c) : Interaction de la concentration de l'éthanol et du temps.

La teneur en FT augmente avec l'augmentation du ratio solide/liquide et du temps, puis elle diminue lorsque le ratio est supérieure à 0,045g/ml et le temps dépasse 47min (figure IV.10 a). La teneur en FT est également affectée par l'effet simultané du pH et de ratio solide/liquide (figure IV.10 b) ; la teneur maximale est observée à des valeurs élevées de pH en présence d'une quantité suffisante en eau. Cependant, le ratio solide/liquide présente un effet négatif sur la teneur en FT à des valeurs supérieures à 0,045g/ml. De même, la teneur en FT augmente avec l'augmentation de la concentration et le volume de solvant (figure IV.8 c) et diminue lorsque ces deux facteurs atteignent les valeurs maximales.

Ces effets interactifs entre le temps d'extraction et les propriétés du solvant d'extraction (son volume, son acidité et sa concentration) peuvent être expliqué par différents phénomènes :

D'abord, l'augmentation du temps de contact du solvant avec la poudre de fenouil peut améliorer la diffusion des flavonoïdes. Les micropores induits par la cavitation ultrasonore sur les parois cellulaires des graines de fenouil permettent un meilleur contact du solvant avec les flavonoïdes.

De même, un rapport approprié entre la poudre de fenouil et le volume du solvant améliore la diffusion du solvant provoquant une meilleure destruction de la matrice végétale et une libération des flavonoïdes liés.

Egalement, l'augmentation de la concentration de l'éthanol peut accélérer le transfert de masse entre le liquide et le solide et améliorer la solubilité des flavonoïdes.

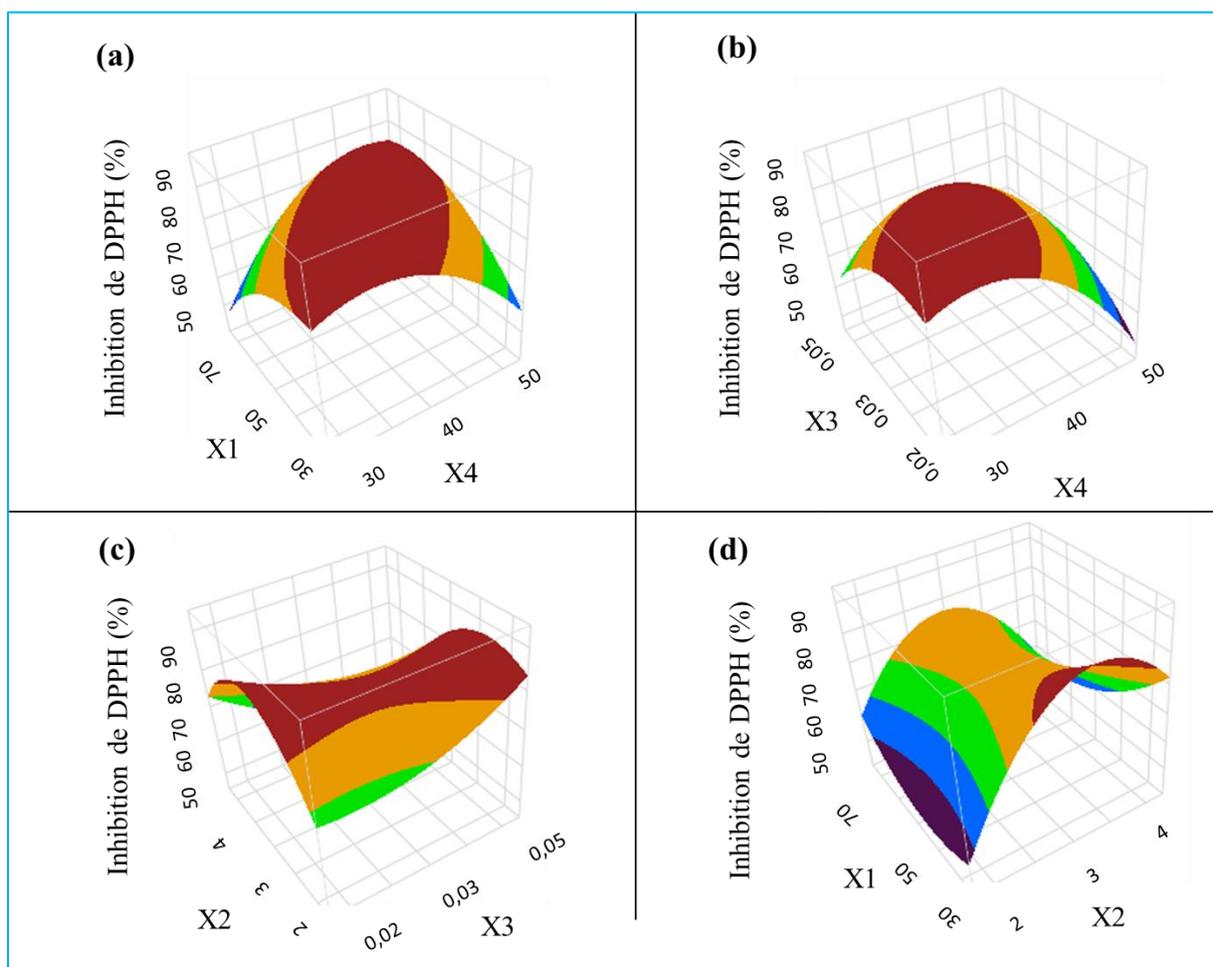
Plusieurs études antérieures ont rapporté des résultats similaires ; [Sarra et al. \(2019\)](#) ont étudié l'effet de l'éthanol sur l'extraction des flavonoïdes. A une concentration supérieure à 70 %, ils ont observé que le rendement a diminué significativement.

De plus, Il a été rapporté que la fraction eau est utile pour améliorer le gonflement du matériel végétal, tandis que l'éthanol est censé perturber la liaison entre le soluté et la matrice végétale ([Şahin and Şamli, 2013](#); [Rezaie et al., 2015](#)).

L'extraction des flavonoïdes par les ultrasons est affectée par les caractéristiques du solvant extracteur affectant le transfert de masse ([Giacometti et al., 2018](#); [Kumar et al., 2021](#)).

**c. Effet sur l'inhibition de DPPH**

La figure IV.11 représente les interactions significatives des facteurs affectants l'activité antioxydante des extraits de fenouil, exprimée par le pourcentage d'inhibition de DPPH.



**Figure IV.11: Surface de réponse des interactions significatives sur le pourcentage d'inhibition de DPPH.**

(a) : Interaction de la concentration de l'éthanol et de temps de sonification, (b) : Interaction du ratio solide/liquide et du temps (c) : Interaction du pH et du ratio solide/liquide (d) : Interaction de la concentration de l'éthanol et du pH.

L'activité antioxydante augmente avec l'augmentation simultanée de la concentration de l'éthanol, du ratio solide/liquide et du temps de sonification (figure IV.11 a et b), puis l'activité diminue en allant vers les niveaux extrêmement élevés de ces trois facteurs.

Cependant, le pH semble avoir un effet positif en présence d'un ratio solide/liquide adéquat (figure IV.11 c) et une concentration appropriée du solvant (figure IV.11 c).

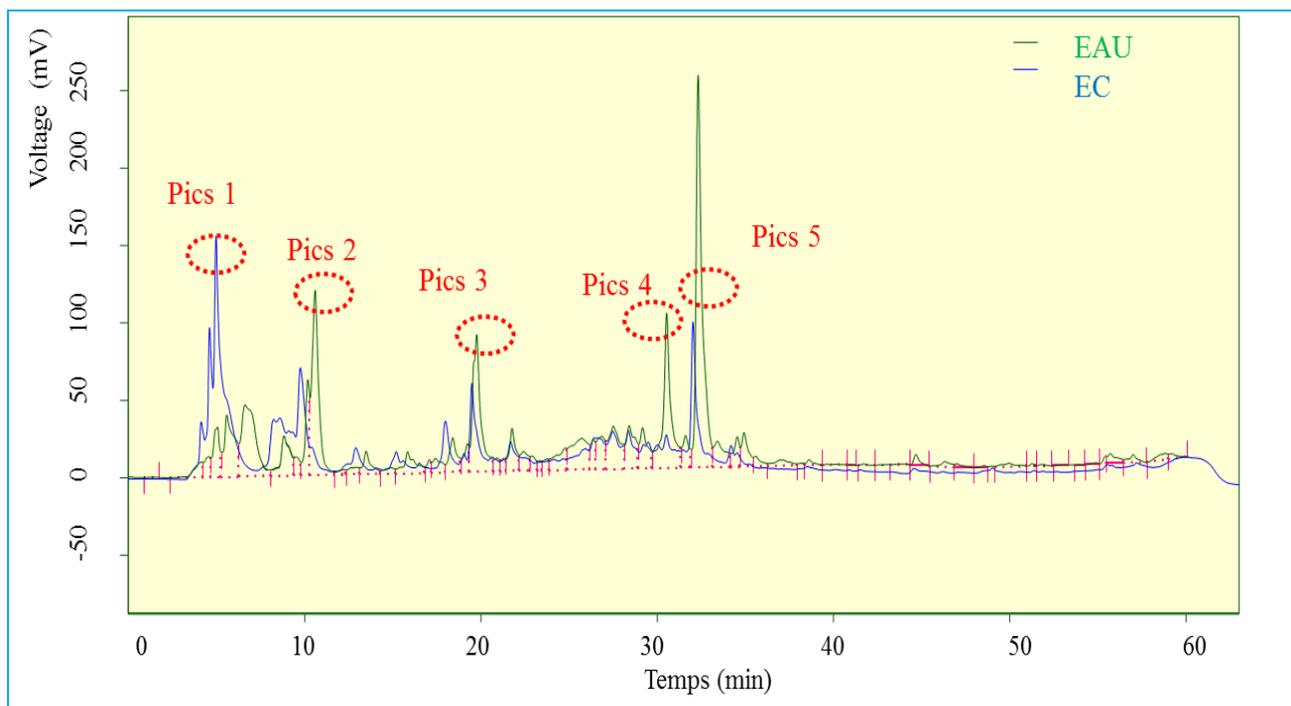
Les propriétés du solvant d'extraction ont montré une influence importante sur l'activité antioxydante en termes linéaires, quadratiques et interactifs. Cet effet peut être attribué au changement des propriétés du solvant qui affectent directement la propagation des ondes ultrasonores dans le milieu réactionnel (Rezaie et al., 2015).

L'ensemble de ces résultats montre que, l'extraction des CPT est favorisée à des niveaux hauts ou modérés de ratio solide/liquide, de pH et de temps. Cependant, la teneur maximale en FT est obtenue dans des conditions modérées de la concentration de solvant, de ratio solide/liquide, de pH et de temps de sonification. Tandis que l'activité antioxydante est favorisée à des niveaux modérés de ratio solide/liquide, de la concentration de solvant et de temps. Cependant, les valeurs extrêmement élevées ainsi que les valeurs les plus faibles influencent négativement sur l'activité antioxydante.

#### **IV.3.1.10. Détermination du profil phénolique**

Le profil phénolique des extraits des graines de fenouil obtenus par l'EAU et l'EC a été déterminé par une HPLC dans le but d'identifier la composition chimique et de déterminer l'effet de la méthode d'extraction sur la composition en polyphénols.

Les résultats de cette analyse sont représentés dans la figure IV.12 et le tableau IV.4.



**Figure IV.12 : Profil phénolique des graines de *Foeniculum vulgare* obtenu par HPLC**

Les profils phénoliques des extraits des graines obtenus par les deux méthodes d'extraction montrent une similitude dans la composition chimique (les deux chromatogrammes sont superposés) avec des différences dans les concentrations de ces composés (les surfaces des pics).

**Tableau IV.4: Pics majoritaires obtenus par HPLC des extraits de *Foeniculum vulgare***

Pics	Composés phénoliques	Temps de rétention (min)		%	
		EAU	EC	EAU	EC
Pic (1)	Acide 3-caféoylquinique	4,143±0,293	4,130±0,28	9,823±0,007 <sup>a</sup>	10,9±1,07 <sup>a</sup>
Pic (2)	Acide chlorogénique	10,581±0,001	9,760±0,28	8,1±0,03 <sup>a</sup>	5,4±0,15 <sup>b</sup>
Pic (3)	Quercétine 3-glucoronide	19,753±0,003	19,490±0,26	7,3±0,2 <sup>a</sup>	3,6±0,1 <sup>b</sup>
Pic (4)	Kaempférol 3-glucuronide	30,520±0,07	30,517±0,01	7,8±0,01 <sup>a</sup>	2,6±0,3 <sup>b</sup>
Pic (5)	Acide rosmarinique	32,303±0,003	32,030±0,01	16,0±0,2 <sup>a</sup>	6,8±0,3 <sup>b</sup>

Les résultats représentés dans le tableau IV.4 montrent que la composition chimique des deux extraits est identique. Cependant, les pourcentages en composés phénoliques obtenus par les deux méthodes d'extraction montrent des différences significatives.

Les pourcentages en composés phénoliques (pics 2, 3, 4 et 5) sont significativement plus élevés dans les extraits obtenus par l'EAU. Cela est attribué aux effets des micropores induits par les phénomènes liés à la cavitation acoustique.

Les essais d'identification des pics majoritaires par une analyse de quelques composés phénoliques standards (annexe 2) ont permis d'identifier les composés phénoliques prédominant dans les graines : l'acide 3-caféoylquinique, l'acide chlorogénique, la quercétine 3-glucuronide, le kaempférol 3-glucuronide et l'acide rosmarinique.

Des études antérieures sur la phytochimie des graines de fenouil démontrent la présence de ces cinq composants phénoliques (Parejo et al., 2004a; Parejo et al., 2004b; Križman et al., 2007; Salami et al., 2016).

#### IV.3.2. Extraction des huiles essentielles

Après les travaux menés sur l'extraction des CPT, une deuxième partie a été entamée sur l'extraction des HEs des graines de *F. vulgare* par la méthode d'HDAM. L'objectif était d'améliorer le rendement en HEs et de minimiser le temps de chauffage et la consommation de l'énergie. Dans le but de déterminer les conditions optimales de l'HDAM, deux plans d'expérience ont été utilisés ; un plan de criblage qui est le PPB et un plan d'optimisation (le PBB). Les HEs obtenues ont été caractérisées par deux méthodes à savoir la spectroscopie IR et la CPG.

##### IV.3.2.1. Rendement et temps d'extraction

Le rendement d'extraction obtenu par HDAM est de  $0,89 \pm 0,02$  % pendant 20 min et celui obtenu par HD est de  $0,77 \pm 0,02$  % pendant 3 h. Le rendement obtenu par HDAM est significativement supérieur à celui obtenu par HD. Ces résultats montrent que la procédure HDAM est rapide et efficace.

Des études antérieures réalisées dans différentes conditions d'extraction avec différentes variétés et origines géographiques ont rapporté des résultats différents. Zoubiri et al. (2014) ont indiqué qu'un rendement maximal en HE des graines de fenouil de ( $0,93 \pm 0,07$  %) a été atteint après 2h de temps par la méthode d'HD. Les données rapportées par Saxena et al. (2018) ont également montré un rendement maximal de 2 % a été obtenu après 3 h par la technique d'HD.

Une autre étude a rapporté que les rendements en HE des graines de fenouil sont de 0,83 % et 1,10 %, obtenus par la méthode d'HDAM pendant 120 min et par une HD pendant 360 min, respectivement ([González-Rivera et al., 2016](#)).

#### IV.3.2.2. Effet de la teneur en eau

La teneur en eau initiale des graines est de 9%. Des teneurs en humidité allant de 0 % (lyophilisées jusqu'au poids constant) à 9 % (sans séchage) ont été testés pour trouver la teneur en humidité optimale permettant d'avoir un maximum de rendement en HE.

La figure IV.13a résume les résultats obtenus ; le rendement en HE des graines de fenouil augmente avec l'augmentation de la teneur en eau. Le rendement maximal a été enregistré en utilisant les graines non séchées. Par conséquent, la teneur en eau initiale (9 %) a été considérée comme la valeur optimale pour les prochaines expériences.

Lorsque l'eau est plus élevée, le taux de chauffage diélectrique augmente, améliorant la libération des HEs dans le solvant d'extraction. Dans les extractions par micro-ondes, la teneur en eau est une valeur clé qui détermine la constante diélectrique du matériel végétal soumis aux micro-ondes ([Navarrete et al., 2012](#)). Cela signifie que l'eau résiduelle contenue dans les graines de fenouil s'évapore rapidement et l'HE peut être extrait plus rapidement.

#### IV.3.2.3. Effet de la taille des particules

En utilisant le taux d'humidité optimal, l'influence de la taille des particules a été étudiée en utilisant les graines intactes et les graines broyées à différentes tailles (<5000, <2000, <1000, <500 et <200  $\mu\text{m}$ ).

La figure IV.13b indique que le rendement en HE augmente significativement et continuellement en diminuant la taille des particules. La poudre dont la taille des particules est inférieure à 200  $\mu\text{m}$  a été sélectionnée pour les expériences ultérieures.

L'augmentation du rendement en HE peut être expliquée par l'effet mécanique du broyage, qui expose les canaux sécréteurs des HEs. [Moser et al. \(2014\)](#) ont décrit que les HEs de fenouil se localisent principalement dans le péricarpe et qui sont sécrétés dans des canaux sécréteurs. De plus, [Koşar et al. \(2007\)](#) ont rapporté que le rendement en huile augmente dans les échantillons de fenouil broyés par rapport aux graines entières. Par conséquent, la libération des HEs peut être améliorée en diminuant la taille des particules par l'augmentation de la surface de contact.

#### IV.3.2.4. Effet de la puissance du micro-onde

L'influence de la puissance de micro-onde sur le rendement en HE a été étudiée et les niveaux de puissance de 100, 300, 500, 700 et 900 W ont été testés.

Les résultats (Figure. IV.13c) montrent que le rendement diminue à mesure que la puissance de micro-onde augmente (sans marquer de différence significative entre 500 et 700 W). Le rendement le plus faible a été obtenu à 900 W. En effet, la puissance de micro-onde a été fixée à 300 W pour les expérimentations ultérieures.

Les molécules polaires contenues dans les graines de fenouil, telles que l'eau résiduelle, sont soumises à la conduction ionique et à la rotation dipolaire. Par conséquent, l'énergie thermique est produite, ce qui conduit à la rupture des membranes cellulaires, libérant ainsi les HEs dans le solvant (Hu et al., 2008).

Cependant, l'augmentation excessive de la puissance des micro-ondes affecte négativement le rendement en HE de la poudre de fenouil; par l'effet de la dégradation thermique (Kusuma and Mahfud, 2017). Par conséquent, un niveau approprié des micro-ondes est requis pour obtenir un rendement maximal en HE.

#### IV.3.2.5. Effet du ratio solide/liquide

La variation du rapport matière végétale/eau a été étudiée en utilisant des ratios solide/liquide de 1/20, 1/10, 1/5, 1/3 et 1/2 g/ml. Selon les résultats de la Figure IV.13d, le rendement en HE augmente avec l'augmentation du ratio solide/liquide jusqu'à 1/5 g/ml. Puis, le rendement diminue. Par conséquent, les ratios compris entre 1/20 et 1/3 ont été choisis pour l'optimisation ultérieure.

En effet, le chauffage diélectrique de solvant améliore le rendement en HE et l'utilisation d'un grand volume d'eau peut rendre le processus plus long et plus difficile générant ainsi des déchets inutiles (Xinran et al., 2016). Par contre, l'utilisation des petits volumes d'eau peut provoquer la combustion de la poudre des graines et rendre l'extraction incomplète.

#### IV.3.2.6. Effet du pH

L'effet du pH sur le rendement en HE a été également évalué en utilisant l'eau distillée comme solvant sans acidification (pH = 6). Ensuite, l'eau a été acidifiée à un pH de 3 puis ajustée à 1.

La figure IV.13e résume les résultats obtenus. La diminution de pH de 6 à 3 n'affecte pas significativement le rendement d'extraction ( $p < 0,05$ ). Cependant, le rendement diminue significativement lorsque le pH est réduit jusqu'à 1. Dans ce cas, le pH sélectionné est le pH=6.

Un pH acide peut augmenter le rendement en HE, en améliorant le contact direct et facilitant la libération des HEs à partir des graines.

Dans les travaux ultérieurs sur l'hydrodistillation par micro-ondes, rares sont les données expérimentales qui étudient l'effet du pH. La forte concentration des ions d'hydrogène stimule l'hydrolyse et la destruction de la structure cellulaire. Ensuite, ces ions contribuent avec l'irradiation micro-ondes à la surchauffe à l'intérieur de ces cellules, ce qui conduit à la libération des HEs. Une constatation similaire a été signalée par [Qu et al. \(2013\)](#).

Cependant, le rendement en HE diminue en diminuant encore le pH, ce qui peut être expliqué par la formation d'une solution colloïdale de la poudre des graines dans l'eau très acide et cela peut éviter et retarder la libération des HEs.

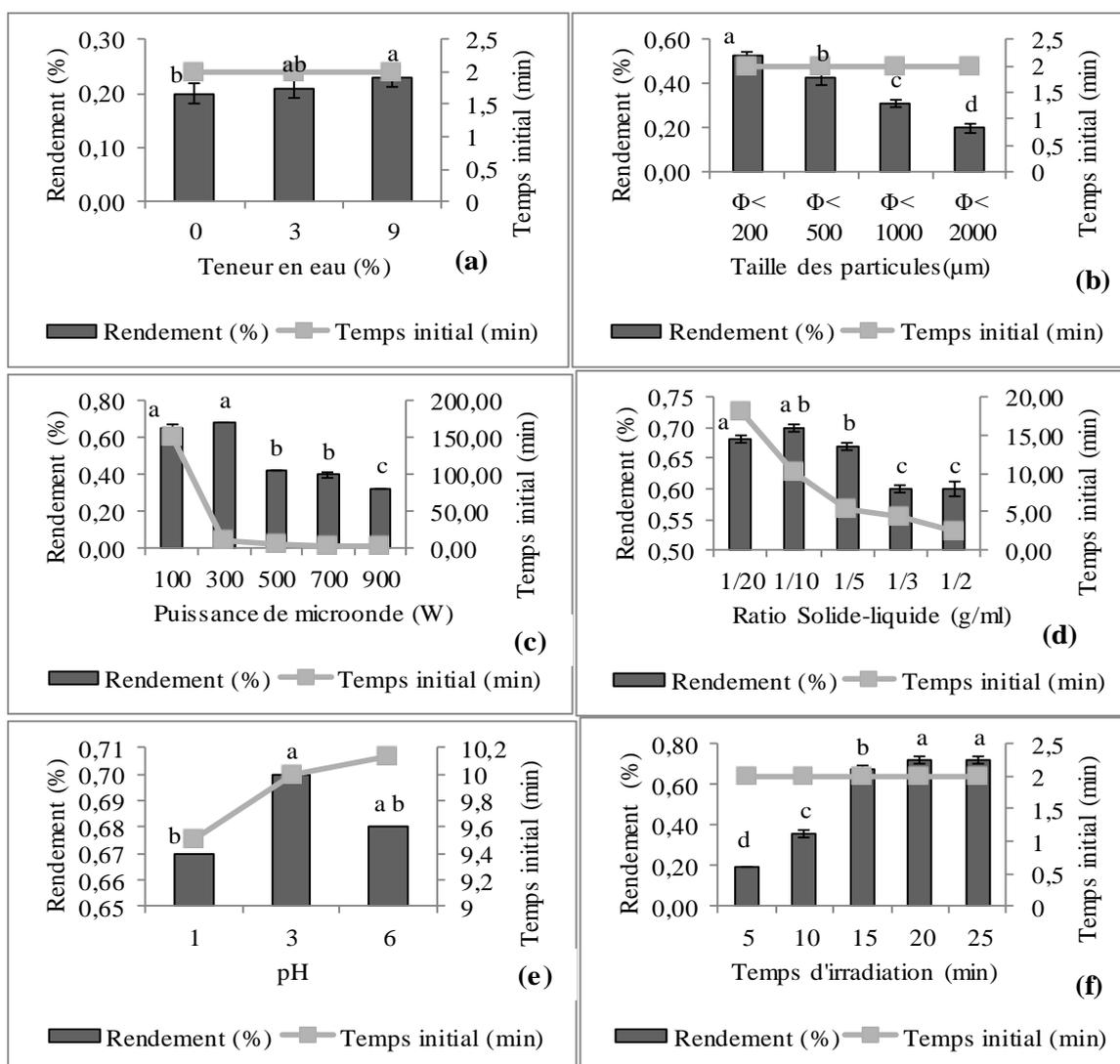
#### **IV.3.2.7. Effet de temps d'irradiation**

Des durées d'irradiation de 5 min à 40 min ont été comparées en utilisant la poudre de fenouil sans séchage préalable avec une granulométrie inférieure à 200  $\mu\text{m}$ . Cette poudre a été mélangée avec 300 ml de l'eau distillée, puis irradiée à 300 W.

Le rendement en HE augmente rapidement à mesure que le temps d'irradiation augmente de 5 à 10 min jusqu'à l'obtention d'un maximum à 20 min (Figure IV.13f). Un temps d'irradiation de 40 min est nécessaire pour atteindre la phase d'équilibre. L'intervalle de temps allant de 20 à 40 min a été donc choisi pour l'optimisation suivante.

Premièrement, les irradiations par micro-ondes interagissent avec les molécules diélectriques intracellulaires, provoquant une pression puis une rupture de la paroi cellulaire. Par conséquent, les composants des HEs sont libérés dans le solvant puis évaporés selon leurs masses et leurs moments dipolaires. Ces phénomènes nécessitent alors suffisamment de temps pour terminer l'extraction de chaque composant. Des résultats similaires ont été trouvés par [Mollaei et al. \(2019\)](#); les auteurs ont ajouté qu'une augmentation excessive du temps d'irradiation réduit le rendement en HE.

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre IV : Extraction et caractérisation des extraits**



**Figure IV.13 : Résultats de l'effet des variables sur le rendement d'extraction des huiles essentielles.**

(a) : teneur en eau, (b) : taille des particules, (c) : puissance de micro-onde, (d) : ratio solide/liquide, (e) : pH et (f) : temps d'irradiation.

**IV.3.2.8. Plan de Plackett-Burman et validation des modèles**

Le PPB a été utilisé pour sélectionner les variables qui influencent significativement la technique d'HDAM. Le tableau IV.5 indique les données expérimentales obtenues avec les six variables et les trois réponses étudiés. Les résultats de l'analyse de la variance sont représentés dans le tableau IV.6.

**a. Analyse de la variance**

Selon les valeurs de P de chaque paramètre, les variables ayant un effet significatif ( $P < 0,05$ ) sur le rendement ont été sélectionnés pour les prochaines expériences d'optimisation en utilisant la méthodologie de surface de réponse. Cependant, les facteurs sans effet significatif ont été exclus. Les modèles mathématiques sont exprimés comme suit :

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre IV: Extraction et caractérisation des extraits**

$$Y_1 = 0.4063 - 0.0908X_1 - 0.0736X_2 + 0.0695X_3 - 0.0516X_4 \dots \text{(Équation IV.8)}$$

$$Y_2 = 8.6191 - 4.3591X_3 + 2.0075X_4 \dots \text{(Équation IV.9)}$$

$$Y_3 = 0.1784 + 0.1085X_2 + 0.1219X_3 \dots \text{(Équation IV.10)}$$

Où X1, X2, X3 et X4 sont les variables codées de la taille des particules, le temps de l'irradiation, la puissance de micro-onde et le rapport solide/liquide, respectivement ; Y1 est le rendement en HE, Y2 est le temps initial de chauffage et Y3 est la consommation de l'énergie.

**Tableau IV.5: Résultats de l'application du plan Plackett–Burman**

	Taille des particules (µm)	Temps d'irradiation (min)	Puissance des microondes (W)	Ratio solide-liquide (g/ml)	Taux d'humidité (%)	pH	Rendement (%)	Temps initial (min)	Consommation d'énergie (kWh)
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	X <sub>5</sub>	X <sub>6</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
1	2000	45	700	0,05	0	3	0,335	01,54	0,507
2	200	15	200	0,33	0	3	0,450	14,30	0,002
3	200	45	700	0,33	0	3	0,470	06,30	0,452
4	2000	15	200	0,05	9	3	0,350	08,50	0,022
5	200	45	200	0,05	9	3	0,310	10,08	0,116
6	2000	15	700	0,33	9	3	0,355	02,06	0,151
7	2000	45	200	0,05	0	6	0,313	10,39	0,115
8	200	15	700	0,05	0	6	0,730	07,10	0,092
9	2000	15	200	0,33	0	6	0,285	14,60	0,001
10	200	15	700	0,05	9	6	0,710	02,06	0,151
11	200	45	200	0,33	9	6	0,313	20,00	0,083
12	2000	45	700	0,33	9	6	0,255	06,50	0,449

**Tableau IV.6: Analyse de la variance du plan Plackett–Burman**

	Valeurs de F			Valeurs de P		
	Rendement (%)	Temps initial (min)	Consommation d'énergie (kWh)	Rendement (%)	Temps initial (min)	Consommation d'énergie (kWh)
	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
Modèle	29,6088	13,1826	12,2007	<0,0001*	<0,0001*	0,0003*
X <sub>1</sub>	65,0144	5,2694	2,1506	0,0005*	0,0702	0,2024
X <sub>2</sub>	42,7623	0,7646	29,9783	0,0013*	0,4219	0,0028*
X <sub>3</sub>	38,0618	54,6040	37,7926	0,0016*	0,0007*	0,0017*
X <sub>4</sub>	21,0349	11,5805	0,3218	0,0059*	0,0192*	0,5950
X <sub>5</sub>	4,6021	0,5049	0,6853	0,0848	0,5091	0,4455
X <sub>6</sub>	6,1778	6,3724	2,2757	0,0555	0,0529	0,1918
R <sup>2</sup>				0,9726	0,9405	0,9361
R <sub>adj</sub> <sup>2</sup>				0,9398	0,8692	0,8593

\* p< 0,05 significatif.

**b. Validation des modèles**

Les valeurs de F des modèles sont de 55,3486, 958,1095 et 112,7530 et les coefficients de détermination ( $R^2$ ) sont de 0,9726, 0,9405 et 0,9361 pour le rendement en HE, le temps initial et la consommation de l'énergie, respectivement. De plus, les valeurs de P des modèles sont hautement significatives (Tableau IV.6), par conséquent, les modèles proposés sont adéquats pour l'expression des trois réponses étudiées.

**c. Sélection de paramètres significatifs**

La valeur de P de la taille des particules ( $P = 0,0005$ ) indique qu'il s'agit du facteur le plus significatif, suivi du temps d'irradiation ( $P = 0,0013$ ) avec des effets négatifs sur le rendement, puis par la puissance de micro-onde ( $P = 0,0016$ ) qui a un effet positif. Le rapport solide/liquide ( $P = 0,0059$ ) est le facteur le moins significatif sur le rendement. Par conséquent, ces variables ont été choisies pour les prochaines expériences d'optimisation. Cependant, pour la teneur en eau et le pH avec des valeurs P de 0,0848 et de 0,0555 respectivement, les effets ne sont pas significatifs et ces variables ne seront pas ultérieurement inclus.

Cette étude préliminaire a permis donc de mieux cerner le domaine d'étude et de déterminer les niveaux hauts et bas pour l'optimisation ultérieure. Les résultats obtenus permettent de conclure qu'un temps d'irradiation court à une puissance moyenne, en utilisant un minimum de quantité d'eau avec une poudre de granulométrie la plus petite sont nécessaires pour une extraction efficace des HEs. Dans ces conditions, le temps de chauffage initial et la consommation d'énergie ont été également minimisés.

**IV.3.2.9. Plan de Box Behnken et validation des modèles de prédiction**

Le tableau IV.7 présente les données expérimentales du PBB obtenu sous différentes combinaisons des conditions d'extraction et le tableau IV.8 résume les résultats de l'ANOVA. Les équations de la régression sont exprimées comme suit :

$$Y_1 = 0,8659 + 0,1151X_1 - 0,0486X_2 + 0,0401X_3 + 0,0195X_4 - 0,07X_1^2 + 0,0262X_3^2 - 0,1515X_4^2 + 0,0283X_1X_3 - 0,0555X_2X_3 + 0,0583X_1X_4 - 0,038X_2X_4 + 0,0813X_3X_4 \dots \text{(Équation IV. 11)}$$

$$Y_2 = 23,46 + 10,0408X_2 + 4,9583X_3 - 2,1392X_4 - 2,2104X_1^2 - 2,2067X_2^2 - 4,9054X_3^2 - 2,9517X_4^2 + 1,1275X_3X_4 \dots \text{(Équation IV. 12)}$$

$$Y_3 = 0,0327 - 0,0017X_3 + 0,01X_4 + 0,0112X_1^2 + 0,0112X_2^2 + 0,0144X_4^2 + 0,0164X_2X_3 \dots \text{(Équation IV. 13)}$$

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre IV: Extraction et caractérisation des extraits**

Où X1, X2, X3 et X4 sont les variables codées de la taille des particules, le temps de l'irradiation, la puissance de micro-onde et le rapport solide/liquide, respectivement ; Y1 est le rendement en HE, Y2 est le temps initial et Y3 est la consommation de l'énergie.

**Tableau IV.7: Résultats de l'application du plan Box–Behnken**

	Taille des particules ( $\mu\text{m}$ )	Temps d'irradiation (min)	Puissance des microondes (W)	Ratio solide- liquide (g/ml)	Rendement (%)	Temps initial (min)	Consommation d'énergie (kWh)
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>	X <sub>4</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
1	300	30	200	0,10	0,781	14,31	0,052
2	300	20	300	0,10	0,707	10,20	0,049
3	200	30	300	0,10	0,579	20,20	0,049
4	400	30	300	0,10	0,675	20,18	0,049
5	300	40	300	0,10	0,701	30,18	0,049
6	300	30	400	0,10	0,656	22,17	0,052
7	300	20	200	0,15	0,859	01,22	0,063
8	200	30	200	0,15	0,668	11,22	0,063
9	400	30	200	0,15	0,870	11,50	0,062
10	300	40	200	0,15	0,855	21,50	0,062
11	200	20	300	0,15	0,723	09,20	0,054
12	400	20	300	0,15	0,971	09,18	0,054
13	300	30	300	0,15	0,880	24,00	0,030
14	300	30	300	0,15	0,859	23,20	0,034
15	300	30	300	0,15	0,859	23,18	0,034
16	200	40	300	0,15	0,656	29,20	0,054
17	400	40	300	0,15	0,848	29,21	0,054
18	300	20	400	0,15	1,050	11,18	0,059
19	200	30	400	0,15	0,735	21,19	0,059
20	400	30	400	0,15	1,050	21,15	0,059
21	300	40	400	0,15	0,824	31,19	0,059
22	300	30	200	0,20	0,653	07,09	0,076
23	300	20	300	0,20	0,838	06,16	0,069
24	200	30	300	0,20	0,490	16,35	0,068
25	400	30	300	0,20	0,819	16,16	0,069
26	300	40	300	0,20	0,680	26,35	0,068
27	300	30	400	0,20	0,853	19,46	0,070

**Partie 2 : Etude expérimentale**  
**Chapitre IV: Extraction et caractérisation des extraits**

**Tableau IV.8: Analyse de la variance du plan Box–Behnken appliqué pour l’optimisation de l’hydrodistillation assistée par micro-onde**

	Valeurs estimée			Valeurs de F			Valeurs de P		
	Rendement (%)	Temps initial (min)	Consommation d'énergie (kWh)	Rendement (%)	Temps initial (min)	Consommation d'énergie (kWh)	Rendement (%)	Temps initial (min)	Consommation d'énergie (kWh)
	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>	Y <sub>1</sub>	Y <sub>2</sub>	Y <sub>3</sub>
Model	0,8660	23,4600	0,0327	55,3485	958,1094	112,7530	<0,0001*	<0,0001*	<0,0001*
X <sub>1</sub>	0,1152	0,0017	0,0000	270,4572	0,0003	0,0001	<0,0001*	0,9873	1,0000
X <sub>2</sub>	-0,0487	10,0408	-0,0002	48,2957	9521,924	0,1600	<0,0001*	<0,0001*	0,6962
X <sub>3</sub>	0,0402	4,9583	-0,0017	32,8985	2321,970	16,0000	0,0001*	<0,0001*	0,0018*
X <sub>4</sub>	0,0195	-2,1392	0,0100	7,7538	432,897	576,0000	0,0165	<0,0001*	<0,0001*
X <sub>1</sub> *X <sub>1</sub>	-0,0700	-2,2104	0,0112	44,4606	205,0931	319,2177	<0,0001*	<0,0001*	<0,0001*
X <sub>2</sub> *X <sub>2</sub>	0,0085	-2,2067	0,0112	0,6484	204,3978	319,2177	0,4364	<0,0001*	<0,0001*
X <sub>3</sub> *X <sub>3</sub>	0,0262	-4,9054	0,0003	6,2250	1010,077	689,9377	0,0282*	<0,0001*	0,7350
X <sub>4</sub> *X <sub>4</sub>	-0,1515	-2,9517	0,0144	208,1261	365,7104	532,0711	<0,0001*	<0,0001*	<0,0001*
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub>	-0,0140	0,0075	0,0000	1,3322	0,0018	0,0001	0,2709	0,9671	1,0000
X <sub>1</sub> *X <sub>3</sub>	0,0283	-0,0800	0,0003	5,4245	0,2015	0,1200	0,0381*	0,6615	0,7350
X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub>	-0,0555	-0,0675	0,0164	20,9368	0,1434	0,1200	0,0006*	0,7115	<0,0001*
X <sub>1</sub> *X <sub>4</sub>	0,0583	-0,0425	0,0003	23,0630	0,0569	0,1200	0,0004*	0,8155	0,7350
X <sub>2</sub> *X <sub>4</sub>	-0,0380	0,0525	-0,0003	9,8150	0,0868	0,1200	0,0086*	0,7734	0,7350
X <sub>3</sub> *X <sub>4</sub>	0,0813	1,1275	-0,0015	44,8715	40,0218	4,3200	<0,0001*	<0,0001*	0,0598
Manque d'ajustement	.	.	.	4,6039	0,4968	0,2687	0,1915	0,8157	0,9381
R <sup>2</sup>							0,9847	0,9991	0,9925
R <sup>2</sup> <sub>adj</sub>							0,9670	0,9981	0,9837

\* p < 0,05 significatif.

**a. Analyse de la variance**

Les résultats de l'analyse de la variance montrent que les coefficients linéaires des quatre variables étudiées ont tous des effets significatifs sur le rendement en HE à P < 0,05. Les coefficients linéaires du facteur granulométrie (X<sub>1</sub>), de temps d'irradiation (X<sub>2</sub>) et de la puissance de micro-onde (X<sub>3</sub>) sont fortement significatifs à (P < 0,0001). Le coefficient du rapport solide/liquide (X<sub>4</sub>) est également significatif à (P < 0,0165).

Les coefficients d'interaction des deux variables puissance et ratio solide/liquide (X<sub>3</sub>\*X<sub>4</sub>) sont hautement significatifs à (P < 0,0001). Les coefficients d'interaction de (X<sub>1</sub>\*X<sub>4</sub>), (X<sub>2</sub>\*X<sub>3</sub>), (X<sub>2</sub>\*X<sub>4</sub>) et (X<sub>1</sub>\*X<sub>3</sub>) sont significatifs à (P < 0,0004), (P < 0,0006), (P < 0,0086) et (P < 0,0381), respectivement.

Pour l'HDAM, de nombreuses études antérieures utilisant la MSR ont rapporté que la taille des particules, le temps d'irradiation, la puissance de micro-onde et le ratio solide/liquide sont statistiquement les paramètres significatifs affectant le rendement d'extraction des HEs à partir de plusieurs matières végétales (Chen et al., 2017; Liu et al., 2018).

**b. Validation des modèles de prédiction**

Les coefficients de détermination ( $R^2$ ) sont de 0,9847, 0,9991 et 0,9925 pour le rendement, le temps initial et la consommation de l'énergie, respectivement. Cela signifie que les valeurs calculées par le modèle et les valeurs réelles sont fortement corrélées, indiquant que les modèles ont une grande précision. Les valeurs élevées de  $R^2_{adj}$  (0,9670, 0,9981 et 0,9837) indiquent également que les modèles sont adéquats.

Les valeurs F du modèle sont de 55,3485, 958,1094 et 112,7530 et les valeurs P sont inférieures à 0,0001 pour toutes les réponses. De plus, les valeurs de p de manque d'ajustement sont insignifiants au-dessus de 0,05, indiquant que la dispersion des résultats expérimentaux est acceptable et que les modèles sont significatifs.

Ces résultats permettent de valider les modèles développés qui sont appropriés pour prédire les réponses étudiées.

**IV.3.2.10. Conditions optimales**

La fonction de désirabilité permet d'optimiser les trois réponses et de trouver les conditions opératoires qui fournissent les valeurs de réponses les plus souhaitables. En effet, la fonction de désirabilité a été utilisée pour atteindre l'objectif de cette étude qui est basé sur la maximisation du rendement en HE et la minimisation du temps et de l'énergie.

Les conditions optimales dérivées de la maximisation de la désirabilité sont : une taille des particules de 300 $\mu$ m, un temps d'irradiation de 20 min, une puissance de micro-onde de 300W et un rapport solide/liquide de 0,15 g/ml.

Dans ces conditions, le rendement prédit en HE est de  $0,9608 \pm 0,02$  % en seulement  $11 \pm 0,41$  min de temps initial d'ébullition, tout en consommant  $0,04 \pm 0,001$  kWh d'énergie électrique.

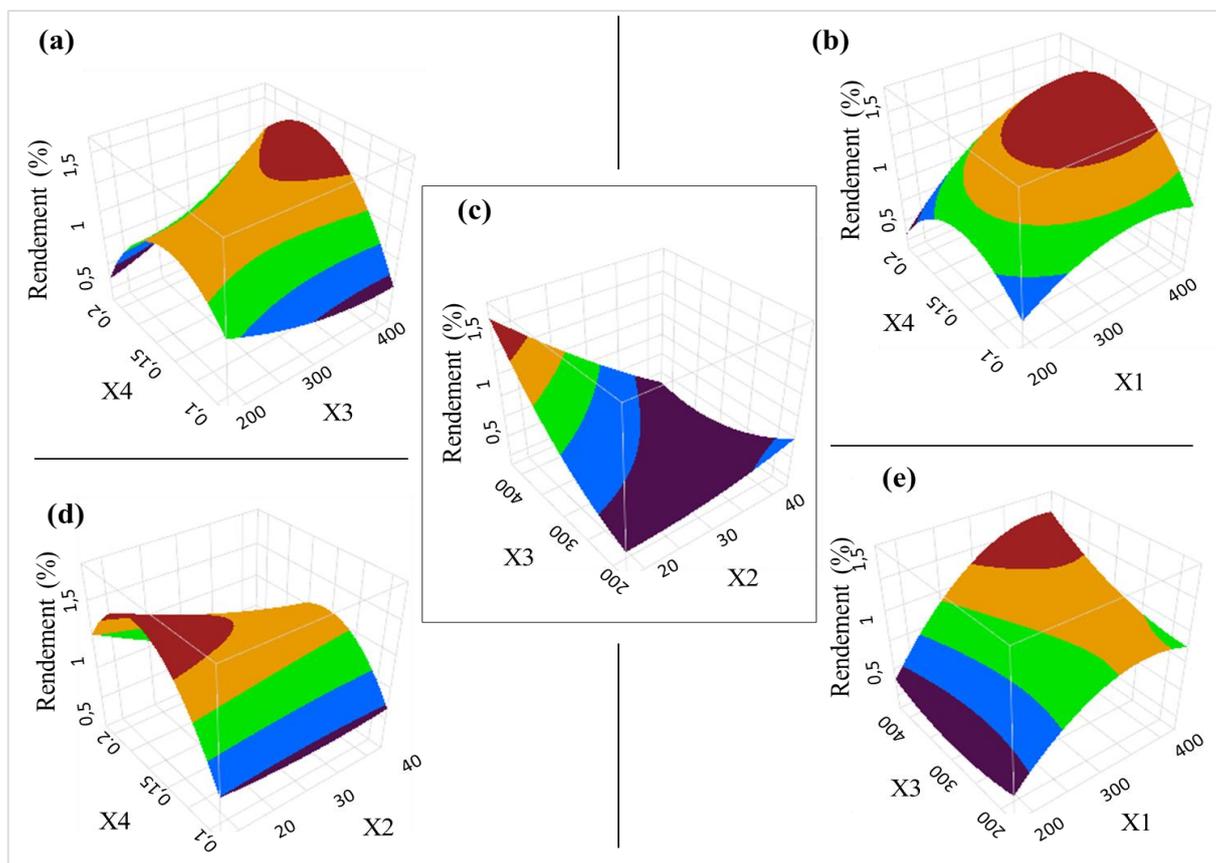
Ces conditions sélectionnées montrent une amélioration significative en comparaison avec les travaux de Chen et al. (2020), notamment en faveur de la consommation de l'énergie, le temps d'irradiation et la puissance de micro-onde.

Des tests au laboratoire ont été réalisés dans les conditions optimales pour valider la fiabilité du PBB. Le rendement réel en HE est de  $0,8999 \pm 0,02$  %.

Par conséquent, le modèle appliqué dans ce travail est adéquat pour prédire la valeur de rendement en HE en faisant varier les facteurs expérimentaux.

#### IV.3.2.11. Analyse des surfaces de réponse

La figure IV.14 représente les interactions significatives des facteurs affectants le rendement d'extraction des HEs de fenouil.



**Figure IV.14 : Surface de réponse des interactions significatives sur le rendement en huiles essentielles.**

La figure IV.14a illustrant l'interaction entre la puissance et le ratio solide/liquide montre qu'à des niveaux bas de ratio solide/liquide, le rendement en HE diminue légèrement en augmentant la puissance des micro-ondes. En revanche, à des niveaux plus hauts du ratio solide/liquide, la puissance de micro-onde présente un effet positif sur l'extraction des HEs.

En effet, le rendement maximal en HE est observé à des niveaux de puissance élevés en présence d'une quantité suffisante en eau qui absorbe les irradiations micro-ondes. Ce qui est favorable au transfert d'énergie et à la destruction de la paroi cellulaire. Par conséquent les HEs sont mieux hydrolysées, conduisant ainsi à une plus grande efficacité. Cependant, la diminution de rendement est peut être due au phénomène de la décomposition ou de la combustion des HEs. Des résultats similaires ont été trouvés par [Chen et al. \(2018\)](#).

La figure IV.14b montre la relation entre la taille des particules et le ratio solide/liquide. Initialement, le rendement en HE augmente avec l'augmentation de la taille des particules et le ratio solide/liquide, puis le rendement diminue lorsque la taille des particules est supérieure à 360  $\mu\text{m}$  et le rapport solide/liquide dépasse 0,15 g/ml.

Cette augmentation peut être expliquée par l'amélioration de la surface de contact en diminuant la taille de particules. Les résultats obtenus sont en accord avec ceux rapportés par [Hatami et al. \(2017\)](#). Cependant, la diminution de la taille des particules, c'est-à-dire l'augmentation du temps de broyage, peut mener à l'évaporation des HEs sous l'effet de l'élévation des températures pendant le broyage, ce qui réduit le rendement.

Selon la figure IV.14c, le rendement augmente légèrement avec l'augmentation du temps d'irradiation à des puissances de micro-onde faibles. Cependant, le temps d'irradiation présente un effet négatif sur l'extraction à des puissances plus élevées. De plus, le rendement maximal est observé à des niveaux de puissance élevés durant des temps d'extraction courts

Le chauffage instantanés et homogènes par les microondes augmente la pression à l'intérieur des cellules et détruit les parois cellulaires ([Chen et al., 2015a](#)). En conséquence, les HEs diffusent rapidement dans la solution aqueuse à haute température, ce qui augmente le rendement d'extraction et réduit le temps.

La figure IV.14d indique que le temps d'irradiation n'a pas d'influence significative sur le rendement en HE lorsque le ratio de solide/liquide est faible. Par contre, une amélioration du rendement, suivie par une diminution, est observée lorsque le ratio solide/liquide est élevé.

un ratio solide/liquide faible est favorable à la perméabilité de l'eau et à l'extraction des HEs en raison de la plus grande différence de concentration des HEs à l'intérieur et à l'extérieur de la cellule ([Chen et al., 2015b](#)). De plus, un temps suffisant est nécessaire pour compléter l'extraction. La diminution légère en rendement est causée par la dissolution des HEs lorsque le ratio solide/liquide est très faible.

La figure IV.14e représente l'interaction entre la taille des particules et la puissance des micro-ondes. Le rendement augmente avec l'augmentation de la taille des particules et la puissance des irradiations. Le rendement le plus élevé est obtenu à des niveaux les plus élevés de puissance des microondes et de la taille des particules. L'augmentation du rendement avec l'augmentation des particules la taille est due à la réduction de la surface du matériau; lorsque la surface est plus grande, le matériau absorbe les ondes et la perte de chaleur dans ce cas est réduite induisant à l'accumulation de chaleur et par conséquent, le rendement est plus important ([Song et al., 2018](#)).

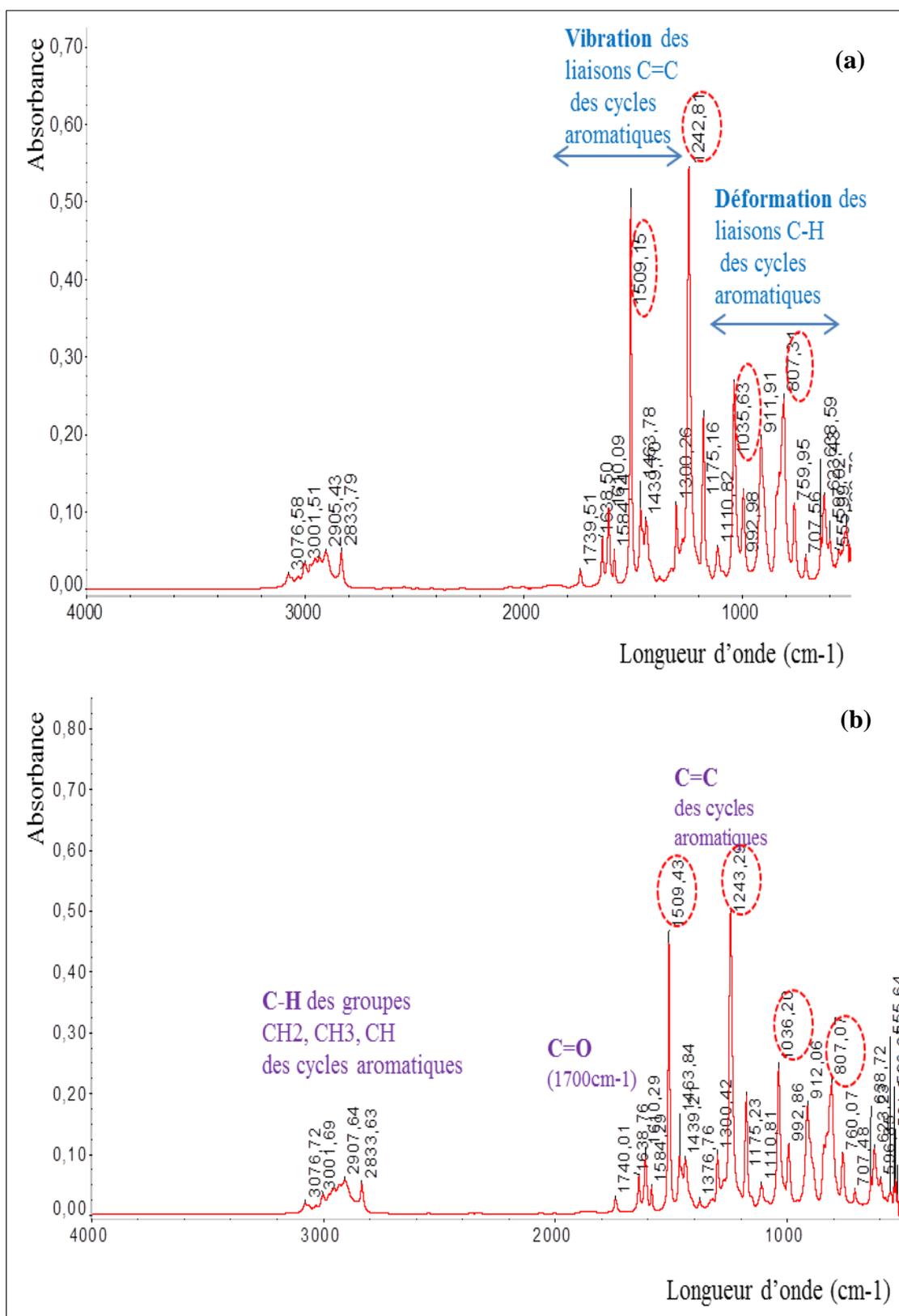
Cependant, le rendement diminue légèrement avec l'augmentation supplémentaire de la taille des particules. Cette diminution peut également être observée en diminuant excessivement la taille des particules et cela est probablement dû au fait que la poudre très fine de fenouil est plus compact. Par conséquent, la diffusion des irradiations micro-ondes à l'intérieur du matériau est réduite et le rendement diminue.

#### **IV.3.2.12. Caractérisation chimique des huiles essentielles par la spectroscopie infrarouge**

Les spectres IR sont représentés dans la figure IV.15; (a) est le spectre des HEs obtenues par HDAM et (b) est celui des HEs obtenues par HD.

L'intensité des pics majoritaires dans les spectres des HEs obtenues par HDAM et par HD sont représentées dans le tableau IV.

En se référant aux données trouvées dans la littérature ([Rao et al., 2010](#); [Kumar et al., 2020](#); [Moreira Gonçalves et al., 2020](#)), ces spectres permettent de déterminer les groupements chimiques présents dans les huiles analysées. Cette technique permet également la détermination et la quantification (relative) des composés majoritaires, ce qui permet de comparer la composition chimique des deux huiles (superposition des deux spectres).



**Figure IV.15: Spectres IR des huiles essentielles de *Foeniculum vulgare*.**  
 (a) : spectre des HEs obtenues par HDAM et (b) : spectre des HEs obtenues par HD.

**Tableau IV.9 : Intensités des pics majoritaires obtenus par IR des huiles essentielles de *Foeniculum vulgare*.**

Pics majeurs	Intensité du pic	
	HEs obtenues par HDAM	HEs obtenues par HD
<b>Pic à 1242 cm<sup>-1</sup></b>	71,423±0,077 <sup>a</sup>	68,258±0,142 <sup>b</sup>
<b>Pic à 1509 cm<sup>-1</sup></b>	67,837±0,163 <sup>a</sup>	64,304±0,104 <sup>b</sup>
<b>Pic à 1036 cm<sup>-1</sup></b>	45,946±0,054 <sup>a</sup>	42,494±0,506 <sup>b</sup>
<b>Pic à 807 cm<sup>-1</sup></b>	43,246±0,254 <sup>a</sup>	39,344±0,656 <sup>b</sup>

Les spectres (figure IV.15) présentent des pics intenses à 1242 cm<sup>-1</sup> (liaison C-O des alcools, éthers, acides carboxyliques et des esters), 1509 cm<sup>-1</sup>, 1036 cm<sup>-1</sup> et à 807 cm<sup>-1</sup> (C-H des alcanes). Ces pics sont attribués aux principaux constituants dans les HEs de fenouil.

La bande d'absorption à 1700-1200 cm<sup>-1</sup> correspond aux vibrations des liaisons C=C dans les cycles aromatiques. Tandis que, la bande à 800-700 cm<sup>-1</sup> correspond à la déformation des liaisons C-H dans les cycles aromatiques.

Les profils des deux spectres sont très proches et les pics majoritaires sont les mêmes pour les deux huiles avec une différence significative dans l'intensité d'absorption de chaque pic.

Ces résultats montrent que les HEs obtenues par les deux méthodes ont la même composition chimique avec une des différences dans les concentrations de chaque composé.

La superposition des spectres permet de déterminer des modifications éventuelles dans la composition chimiques au cours de la procédure de l'extraction. Ce qui permettra de déterminer l'effet de la méthode d'extraction.

L'ensemble de ces résultats permettent de conclure que l'effet des micro-ondes sur la composition des HEs n'est pas destructurant (il n'y a pas de nouveaux pics apparents ou la disparition des pics existants). L'effet est probablement sur la concentration de chaque composé (intensité d'absorption). La spectroscopie IR s'avère utile pour déterminer l'effet des méthodes d'extraction sur les huiles obtenues.

Dans ce cas la caractérisation des HEs (qualitativement et quantitativement) reste relative. La technique IR n'était pas un moyen d'identification de la composition chimique des HEs, mais pouvait contribuer à la détermination des caractéristiques de ses composants majoritaires. Ce qui permettra également de choisir éventuellement les méthodes et les conditions d'analyses des HEs obtenues.

L'analyse FTIR des graines de *F. vulgare* réalisée par Hussein et al. (2016) a prouvé la présence de plusieurs composés comme les alcènes, les composés fluorés aliphatiques, des alcools, éthers, acides carboxyliques, esters, composés nitrogènes, alcanes, alcools à liaison hydrogène et des phénols qui montre des pics majeurs à des longueurs d'ondes similaires à celles trouvées par la présente étude.

La spectroscopie IR est une méthode rapide, directe et non destructive pour la caractérisation chimique des HEs de fenouil, qui pourrait être compléter par des techniques d'analyses complémentaires.

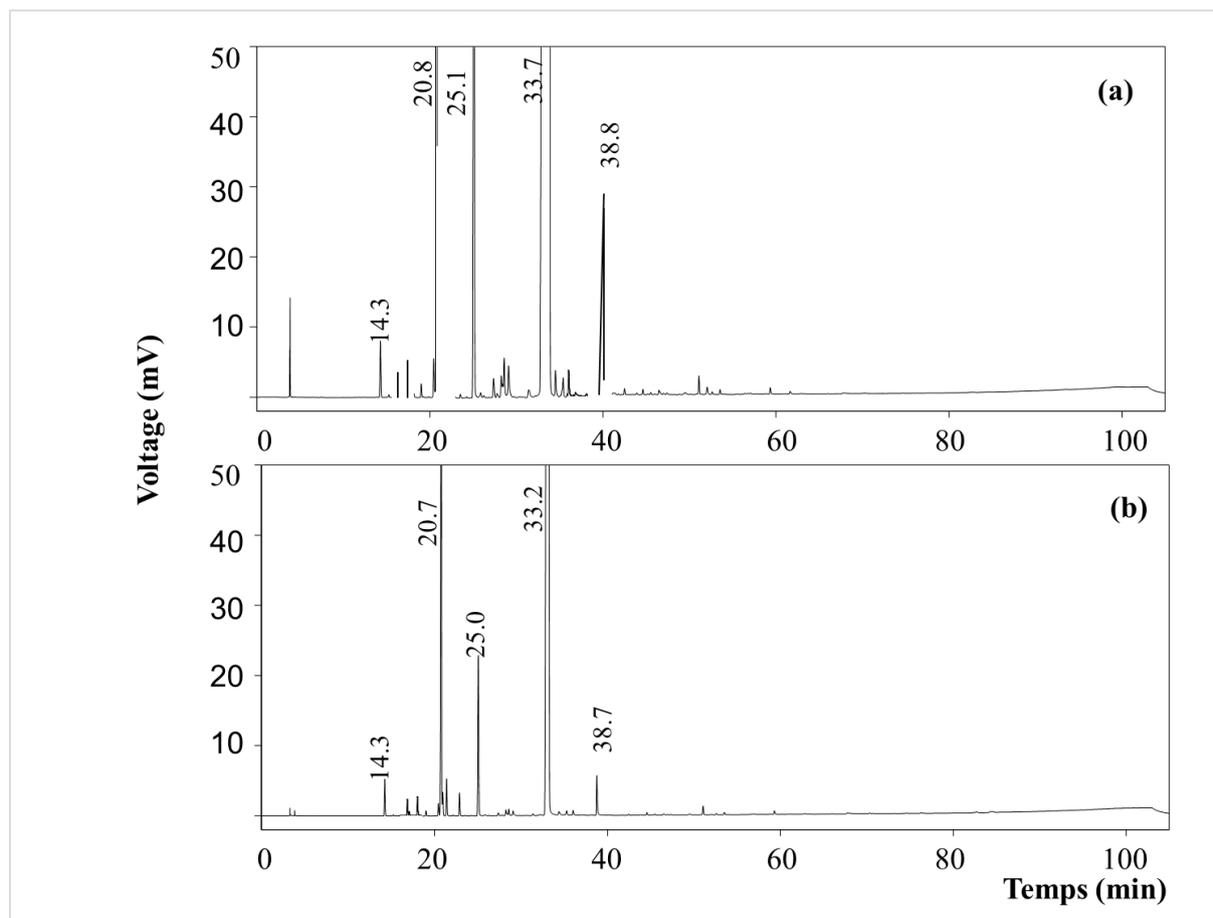
#### IV.3.2.13. Caractérisation chimique des huiles essentielles par la chromatographie en phase gazeuse

Le tableau IV.10 et la figure IV.16 regroupent les résultats de la CPG utilisée pour la détermination de la composition chimique des HEs de fenouil obtenues par l'HDAM et l'HD conventionnelle.

**Tableau IV.10: Composition chimique des huiles essentielles de *Foeniculum vulgare* obtenues par l'hydrodistillation assistée par microonde et l'hydrodistillation conventionnelle.**

N°	composants	RI	HDAM	HD
			(surfaces des pics %)	(surfaces des pics %)
	<i>Monoterpènes hydrocarbonés</i>			
1	Limonène	1031	0,20±0,01 <sup>b</sup>	0,40±0,02 <sup>a</sup>
2	γ-Terpinène	1072	0,20±0,01 <sup>a</sup>	0,20±0,01 <sup>a</sup>
	<i>Monoterpènes Oxygénés</i>			
3	Fenchone	1087	0,20±0,01 <sup>a</sup>	0,20±0,01 <sup>a</sup>
4	Linalool	1105	0,10±0,01 <sup>a</sup>	0,10±0,01 <sup>a</sup>
5	Acétate Norbornenyle	1124	0,20±0,01 <sup>a</sup>	0,20±0,02 <sup>a</sup>
6	Camphre	1133	4,10±0,03 <sup>b</sup>	7,70±0,02 <sup>a</sup>
7	Oxyde de limonène	1132	0,40±0,02 <sup>a</sup>	0,30±0,00 <sup>b</sup>
8	Aldéhyde cuminique	1139	0,30±0,03 <sup>b</sup>	0,40±0,02 <sup>a</sup>
9	Carvone	1159	0,30±0,03 <sup>a</sup>	0,30±0,01 <sup>a</sup>
	<i>Phénylpropanoïdes</i>			
10	Estragole	1194	2,90±0,03 <sup>a</sup>	2,10±0,02 <sup>b</sup>
11	Fenchyl acétate	1233	0,20±0,00 <sup>a</sup>	0±0,00 <sup>b</sup>
12	Cis-Anethole	1250	0,30±0,02 <sup>a</sup>	0,10±0,01 <sup>b</sup>
13	Trans-anethole	1301	88,70±0,02 <sup>a</sup>	86,50±0,01 <sup>b</sup>
	<i>Sesquiterpènes</i>			
14	p-Anis-aldéhyde	1322	0,20±0,01 <sup>a</sup>	0,10±0,02 <sup>b</sup>
15	α-Copaène	1336	0,20±0,01 <sup>a</sup>	0,10±0,01 <sup>b</sup>
16	γ-Cadinène	1347	0,20±0,02 <sup>a</sup>	0,10±0,02 <sup>b</sup>
	<i>Sesquiterpènes Oxygénés</i>			
17	Anis-cétone	1387	0,60±0,02 <sup>a</sup>	0,60±0,03 <sup>a</sup>
18	Oxyde de Caryophyllène	1584	0,20±0,00 <sup>a</sup>	0,10±0,01 <sup>b</sup>
19	Palustrol	1731	0,10±0,04 <sup>a</sup>	0,10±0,04 <sup>a</sup>
	Temps d'extraction		20 min	3 h
	Rendement %		0,89 ±0,02 <sup>a</sup>	0,77 ±0,02 <sup>b</sup>

Les résultats sont présentés en moyenne ± écart-type (n=3), les moyennes avec des lettres différentes sont significativement différentes à (p < 0,05).



**Figure IV.16: Chromatogrammes obtenus par l'analyse chromatographique en phase gazeuse des huiles essentielles de *Foeniculum vulgare*.**

(a) : chromatogramme des HEs obtenues par HDAM et (b) : chromatogramme des HEs obtenues par HD.

La détermination des indices de rétention a permis l'identification de 19 composés dans les deux huiles. L'ensemble des résultats montrent que la composition des HEs obtenues par les deux méthodes d'extraction est similaire et que les principaux composés sont le trans-anéthol, le camphre, l'estragole et l'anis-cétone.

Le trans-anéthol est le composant principal des huiles obtenues par l'HDAM et l'HD avec des taux de  $88,7 \% \pm 0,02 \%$  et de  $86,5 \% \pm 0,01 \%$ , respectivement. Des résultats similaires ont été rapportés par plusieurs auteurs ; l'anéthol est le composé principal identifié dans les HEs des graines de *F. vulgare* obtenues par la méthode d'HDAM (Koşar et al., 2007) et par la méthode coaxial assisté par micro-ondes (González-Rivera et al., 2016). Benmoussa et al. (2018) constatent également que la quantité de l'anéthol augmente en utilisant l'énergie des micro-ondes par rapport à HD conventionnelle.

Le trans-anéthol est suivi par camphre ( $4,1 \pm 0,03$  ;  $7,7 \pm 0,02 \%$ ) et l'estragole ( $2,9 \pm 0,03$  ;  $2,1 \pm 0,02 \%$ ) obtenue par MAHD et HD.

L'anis-cétone ( $0,6 \pm 0,02$  ;  $0,6 \pm 0,03$  %), le Limonène ( $0,4 \pm 0,01$  ;  $0,2 \pm 0,02$  %) et le Fenchone ( $0,2 \pm 0,01$  ;  $0,2 \pm 0,01$  %) sont d'autres composants identifiés. De nombreux constituants mineurs ont été également détectés dans l'HE obtenue par l'HDAM (Figure IV.16).

Les HEs extraites par les deux méthodes ont une composition similaire; cependant, concernant le pourcentage de certains composés, certaines différences peuvent être statistiquement observées à  $p < 0,05$ .

Seulement trois composés sont supposés être statistiquement plus abondants dans l'huile obtenue par HD. Ces composés sont le limonène, le camphre et l'aldéhyde cuminique (le tableau IV.10).

La méthode d'HDAM favorise l'extraction de tous les autres composés, en particulier les phénylpropanoïdes, l'anéthol, qui est le principal composé, et estragole. Par conséquent, la méthode d'HDAM a donné un rendement plus élevé;  $0,89 \pm 0,02$  % contre  $0,77 \pm 0,02$  % pour l'HD.

L'anéthol et l'estragole sont des composés oxygénés avec un moment dipolaire élevé; par conséquent, ils ont été facilement extraits par micro-ondes. Mais le limonène, qui est un hydrocarbure mono-terpénique à faible moment dipolaire, est favorisé par la méthode d'HD conventionnelle.

Des résultats similaires ont été rapportés par [Koşar et al. \(2007\)](#) et [Benmoussa et al. \(2018\)](#). En raison des différences existantes dans le mécanisme de chauffage entre les micro-ondes et la méthode traditionnelle, une légère différence dans les concentrations de certains composants a été observée dans les HEs obtenus par ces deux méthodes.

#### **IV.4. Conclusion partielle**

Le but de ce chapitre est de déterminer les conditions optimales pour l'extraction des CPT et des HEs à partir des graines de *F. vulgare*; tout en étudiant l'effet des différents paramètres qui influencent les extractions assistées par microondes et par ultrasons.

Dans ce chapitre, deux axes ont été détaillés. D'abord, l'optimisation de l'EAU des CPT. Ensuite, l'optimisation de l'HDAM des HEs.

Des études préliminaires ont été effectuées pour évaluer l'effet des paramètres expérimentaux sur l'EAU et sur l'HDAM. Le plan PB a été également utilisé pour sélectionner les variables qui influencent significativement la méthode d'HDAM.

Les variables étudiées dans l'extraction des CPT sont la nature et la concentration de solvant ainsi que son volume et son pH et le temps de l'extraction.

Dans le cas de l'extraction des HEs, les facteurs étudiés sont les suivants: la taille des particules, le temps d'irradiation, la puissance des micro-ondes, le rapport solide-liquide, le taux d'humidité et le pH de l'eau.

Ces études préliminaires ont permis de déterminer les paramètres qui influencent l'extraction d'une manière significative et de déterminer les niveaux bas et les niveaux hauts pour l'application des plans d'optimisation.

Les facteurs significatifs pour les extraits phénoliques obtenus par les ultrasons sont la concentration de solvant, le pH, le ratio solide/liquide et le temps d'irradiation. Par contre, la taille des particules, le temps de l'irradiation, la puissance des micro-ondes et le rapport solide/liquide sont les facteurs significatifs qui influencent l'extraction des HEs par MAHD.

La MSR a été appliquée pour l'optimisation de l'extraction des CPT par les ultrasons et également pour l'extraction des HEs par la méthode d'HDAM à partir des graines de *F. vulgare*. Les réponses étudiées dans le cas de l'EAU sont les teneurs en CPT et en FT et la capacité de piégeage de DPPH. Dans le cas de l'HDAM, les réponses étudiées sont le rendement d'extraction, le temps d'ébullition et la consommation d'énergie.

L'application des plans d'expérience montre que, la concentration du solvant est le paramètre le plus significatif sur la teneur en CPT, FT et l'activité antioxydante. Pour les HEs, la puissance du micro-onde s'avère le paramètre le plus significatif sur le Rdt, le temps d'ébullition et la consommation de l'énergie. Cependant, les interactions entre les paramètres varient d'une réponse à une autre.

L'HPLC a permis d'identifier les composés phénoliques prédominants dans les graines qui sont: l'acide 3-caféoylquinique, l'acide chlorogénique, la quercétine 3-glucuronide, le kaempférol 3-glucuronide et l'acide rosmarinique.

La CPG a permis l'identification de 19 composés et les résultats montrent que la composition des HEs obtenues par les deux méthodes d'extraction est similaire et que les principaux composés sont le trans-anéthol, le camphre, l'estragole et l'Anis-cétone.

# Conclusion

### Conclusion générale et perspectives

L'objectif de l'étude est l'optimisation des méthodes d'extraction des CPT et des HEs de *F. vulgare*. Ces méthodes innovantes à optimiser en utilisant les plans d'expérience sont l'HDAM et l'EAU.

En premier lieu, la composition chimique en métabolites primaires a été déterminée pour toutes les parties de *F. vulgare* et les résultats obtenus montrent une grande richesse et une valeur nutritionnelle importante de ce légume et de ses parties non-comestibles.

De plus, l'effet et les conditions de séchage ont montré une variabilité remarquable pour le choix de la meilleure méthode de séchage qui dépend fortement de la substance à extraire et de la partie de plante.

Ensuite, l'application des plans d'expérience ont permis de déterminer les conditions optimales d'extraction. En ce qui concerne l'EAU, les valeurs maximales de CPT sont attribuées aux valeurs extrêmement élevées de ratio solide/liquide et du pH. Cependant, les flavonoïdes sont extraits plus efficacement dans des conditions modérées de ratio solide/liquide, de temps d'irradiation et de la concentration de solvant ; à l'exception de la valeur du pH qui devrait être extrêmement élevée. Tandis que l'activité antioxydante est favorisée à des niveaux modérés de ratio solide/liquide, de la concentration de solvant et de temps.

Les conditions optimales obtenues dans le cas de l'extraction des CPT par la méthode d'EAU sont : une concentration de solvant de 50%, un pH de 3,5, un ratio solide-liquide de 0,03g/ml et un temps d'irradiation de 50 min. Ces conditions permettent d'obtenir des teneurs en CPT et en FT de 13,170 mg EAG/g de MS et de 3,265 mg ER/g de MS, respectivement et un pourcentage d'inhibition de DPPH est de 60%.

Dans le cas de l'HDAM, les conditions optimales sont : une taille des particules de 300 $\mu$ m, un temps d'irradiation de 20 min, une puissance de micro-onde de 300W et un rapport solide/liquide de 0,15 g/ml. Dans ces conditions, le rendement prédit en HE est de 0,9608  $\pm$  0,02 % à seulement 11,33  $\pm$  0,41 min de temps initial d'ébullition, tout en consommant 0,04  $\pm$  0,001 kWh d'énergie électrique.

Les extraits hydro-alcooliques obtenus dans les conditions optimales par la méthode d'EAU ont été comparés à ceux obtenus par la méthode traditionnelle par agitation magnétique. Une HPLC a été donc utilisée pour la détermination du profil phénolique des extraits et les résultats ont permis d'identifier les composés phénoliques prédominants dans les graines qui sont: l'acide 3-caféoylquinique, l'acide chlorogénique, la quercétine 3-

## *Conclusion générale et perspectives*

---

glucuronide, le kaempférol 3-glucuronide et l'acide rosmarinique. Les profils phénoliques des extraits des graines obtenus par les deux méthodes d'extraction montrent une similitude dans la composition chimique avec une légère différence dans les concentrations.

Les HEs obtenues par la méthode d'HDAM optimisée et ceux obtenus par une HD conventionnelle ont été analysés par une CPG pour la détermination des composés volatiles. L'analyse a permis l'identification de 19 composés et les résultats montrent que la composition des HEs obtenues par les deux méthodes d'extraction est similaire et que les principaux composés sont le trans-anéthol, le camphre, l'estragole et l'Anis-cétone.

Ce travail s'inscrit dans le cadre de développement et d'optimisation des méthodes « vertes » d'obtention des substances bioactives (extraction et séchage) permettant leur exploitation dans les meilleures conditions possibles dans divers domaines.

L'extraction de ces substances passe par une étape primordiale qui est le séchage de la matrice végétale. En effet, le séchage et la caractérisation des poudres obtenues ont permis d'avoir des données pertinentes sur l'extraction et la caractérisation des extraits obtenus.

L'ensemble des résultats obtenus ont montré une très grande variabilité dans l'effet de séchage et nette amélioration dans l'efficacité de l'extraction.

Il serait intéressant d'envisager comme perspectives d'avenir :

La purification et le fractionnement des extraits de fenouil en utilisant les méthodes analytiques les plus récentes et les plus performantes. Il est également souhaitable d'appliquer ces substances d'intérêt dans le domaine industriel à des fins technologiques ou pharmaceutiques, dans la perspective de contribuer à la valorisation et le développement de l'économie locale.

**Références**

**bibliographiques**

# Références bibliographiques

## Références bibliographiques

- Abaza, L., Ben Youssef, N., Manai, H., Mahjoub Haddada, F., Methenni, K., Zarrouk, M., 2011. Chétoui olive leaf extracts: Influence of the solvent type on phenolics and antioxidant activities. *Grasas y Aceites* 62, 96–104. <https://doi.org/10.3989/gya.044710>
- Abbasi-Maleki, S., Maleki, S.G., 2021. Antidepressant-like effects of *Foeniculum vulgare* essential oil and potential involvement of dopaminergic and serotonergic systems on mice in the forced swim test. *PharmaNutrition* 15, 100241. <https://doi.org/10.1016/j.phanu.2020.100241>
- Abdellaoui, M., Bouhlali, E. dine T., Derouich, M., El-Rhaffari, L., 2020. Essential oil and chemical composition of wild and cultivated fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.): A comparative study. *South African Journal of Botany* 135, 93–100. <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2020.09.004>
- Abdellaoui, M., Bouhlali, E. dine T., Kasrati, A., El Rhaffari, L., 2017. The effect of domestication on seed yield, essential oil yield and antioxidant activities of fennel seed (*Foeniculum vulgare* Mill) grown in Moroccan oasis. *Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences* 24, 107–114. <https://doi.org/10.1016/j.jaubas.2017.06.005>
- Adekunte, A.O., Tiwari, B.K., Cullen, P.J., Scannell, A.G.M., O'Donnell, C.P., 2010. Effect of sonication on colour, ascorbic acid and yeast inactivation in tomato juice. *Food Chemistry* 122, 500–507. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.01.026>
- Ahmed, A.F., Shi, M., Liu, C., Kang, W., 2019. Comparative analysis of antioxidant activities of essential oils and extracts of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seeds from Egypt and China. *Food Science and Human Wellness* 8, 67–72. <https://doi.org/10.1016/j.fshw.2019.03.004>
- Ait Amer Meziane, I., Maizi, N., Abatzoglou, N., Benyoussef, E.H., 2020. Modelling and optimization of energy consumption in essential oil extraction processes. *Food and Bioproducts Processing* 119, 373–389. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2019.11.018>
- Ajatta, M.A., Akinola, S.A., Osundahunsi, O.F., Omoba, O.S., 2021. Effect of roasting on the chemical composition, functional characterisation and antioxidant activities of three varieties of marble vine (*Dioclea reflexa*): An underutilised plant. *Heliyon* 7, e07107. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e07107>
- Akhtar, I., Javad, S., Ansari, M., Ghaffar, N., Tariq, A., 2019. Process optimization for microwave assisted extraction of *Foeniculum vulgare* Mill using response surface methodology. *Journal of King Saud University - Science* 0–7. <https://doi.org/10.1016/j.jksus.2019.11.041>
- Akwu, N.A., Naidoo, Y., Singh, M., 2019. A comparative study of the proximate, FTIR analysis and mineral elements of the leaves and stem bark of *Grewia lasiocarpa* E. Mey. ex Harv.: An indigenous southern African plant. *South African Journal of Botany* 123, 9–19. <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2019.01.028>
- Al-Amoudi, W.M., 2017. Protective effects of fennel oil extract against sodium valproate-induced hepatorenal damage in albino rats. *Saudi Journal of Biological Sciences* 24, 915–924. <https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2016.10.021>
- Alazadeh, M., Azadbakht, M., Niksolat, F., Asgarirad, H., 2020. Complementary Therapies in Clinical Practice Effect of sweet fennel seed extract capsule on knee pain in women with knee osteoarthritis. *Complementary Therapies in Clinical Practice* 40, 101219. <https://doi.org/10.1016/j.ctcp.2020.101219>
- Angelov, G., 2016. Extraction of Fennel (*Foeniculum vulgare*) Seeds: Process Optimization and Antioxidant Capacity of the Extracts. *Chemical and Biochemical Engineering Quarterly* 30, 245–253. <https://doi.org/10.15255/cabeq.2015.2281>

## Références bibliographiques

- Angiolillo, L., Del Nobile, M.A., Conte, A., 2015. The extraction of bioactive compounds from food residues using microwaves. *Current Opinion in Food Science* 5, 93–98. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2015.10.001>
- Anwar, F., Ali, M., Hussain, A.I., Shahid, M., 2009. Antioxidant and antimicrobial activities of essential oil and extracts of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seeds from Pakistan. *Flavour and Fragrance Journal* 24, 170–176. <https://doi.org/10.1002/ffj.1929>
- Azeez, S., 2008. Fennel. *Chemistry of spices*, 227–241. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-102659-5.00019-7241>
- Baby, K.C., Ranganathan, T.V., 2016. Effect of enzyme pre-treatment on extraction yield and quality of fennel (*Foeniculum vulgare*) volatile oil. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology* 8, 248–256. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2016.10.001>
- Bakry, S., 2015. Anti carcinogenic activity of Methanolic Extract of Fennel Seeds (*Foeniculum vulgare*) against breast, colon, and liver cancer cells. *International Journal of Advanced Research* 3, 1525–1537. <https://www.researchgate.net/publication/278027448>
- Barros, L., Carvalho, A.M., Ferreira, I.C.F.R., 2010. The nutritional composition of fennel (*Foeniculum vulgare*): Shoots, leaves, stems and inflorescences. *LWT - Food Science and Technology* 43, 814–818. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2010.01.010>
- Barros, L., Heleno, S.A., Carvalho, A.M., Ferreira, I.C.F.R., 2009. Systematic evaluation of the antioxidant potential of different parts of *Foeniculum vulgare* Mill. from Portugal. *Food and Chemical Toxicology* 47, 2458–2464. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2009.07.003>
- Bassyouni, R.H., Wali, I.E., Kamel, Z., Kassim, M.F., 2019. Fennel oil: A promising antifungal agent against biofilm forming fluconazole resistant *Candida albicans* causing vulvovaginal candidiasis. *Journal of Herbal Medicine* 15. <https://doi.org/10.1016/j.hermed.2018.08.002>
- Bedini, S., Bougherra, H.H., Flamini, G., Cosci, F., Belhamel, K., Ascricchi, R., Conti, B., 2016. Repellency of anethole- and estragole-type fennel essential oils against stored grain pests: The different twins. *Bulletin of Insectology* 69, 149–157.
- Benmoussa, H., Elfalleh, W., He, S., Romdhane, M., Benhamou, A., Chawech, R., 2018. Microwave hydrodiffusion and gravity for rapid extraction of essential oil from Tunisian cumin (*Cuminum cyminum* L.) seeds: Optimization by response surface methodology. *Industrial Crops and Products* 124, 633–642. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.08.036>
- Benmoussa, H., Farhat, A., Romdhane, M., Bouajila, J., 2015. Enhanced solvent-free microwave extraction of *Foeniculum vulgare* Mill. essential oil seeds using double walled reactor. *Arabian Journal of Chemistry*. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2016.02.010>
- Bhuyan, D.J., Van Vuong, Q., Chalmers, A.C., van Altena, I.A., Bowyer, M.C., Scarlett, C.J., 2015. Microwave-assisted extraction of *Eucalyptus robusta* leaf for the optimal yield of total phenolic compounds. *Industrial Crops and Products* 69, 290–299. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.02.044>
- Boukroufa, M., Boutekedjiret, C., Petigny, L., Rakotomanomana, N., Chemat, F., 2015. Bio-refinery of orange peels waste: A new concept based on integrated green and solvent free extraction processes using ultrasound and microwave techniques to obtain essential oil, polyphenols and pectin. *Ultrasonics Sonochemistry* 24, 72–79. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2014.11.015>
- Bukhari, H., Shehzad, A., Saeed, K., Butt, M.S., Tanveer, S., Iftikhar, T., Shujah, U., Din, U., 2014. Compositional profiling of fennel seed. *Pakistan Journal of Food Sciences* 24, 132–136. <https://www.researchgate.net/publication/328052250>

## Références bibliographiques

- Burkhardt, A., Sintim, H.Y., Gawde, A., Cantrell, C.L., Astatkie, T., Zheljzkov, V.D., Schlegel, V., 2015. Method for attaining fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seed oil fractions with different composition and antioxidant capacity. *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants* 2, 87–91. <https://doi.org/10.1016/j.jarmap.2015.04.003>
- Caleja, C., Barros, L., Antonio, A.L., Ciric, A., Soković, M., Oliveira, M.B.P.P., Santos-Buelga, C., Ferreira, I.C.F.R., 2015. *Foeniculum vulgare* Mill. As natural conservation enhancer and health promoter by incorporation in cottage cheese. *Journal of Functional Foods* 12, 428–438. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2014.12.016>
- Carrera, C., Ruiz-Rodríguez, A., Palma, M., Barroso, C.G., 2012. Ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from grapes. *Analytica Chimica Acta* 732, 100–104. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2011.11.032>
- Cássia, R. De, Andrade, L.N., Sousa, D.P. De, 2013. A Review on Anti-Inflammatory Activity of Monoterpenes 1227–1254. <https://doi.org/10.3390/molecules18011227>
- Cebi, N., Yilmaz, M.T., Sagdic, O., 2017. A rapid ATR-FTIR spectroscopic method for detection of sibutramine adulteration in tea and coffee based on hierarchical cluster and principal component analyses. *Food Chemistry* 229, 517–526. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.02.072>
- Çeti, B., Özer, H., Cakir, A., Polat, T., Dursun, A., Mete, E., Öztürk, E., Ekinci, M., 2010. Antimicrobial activities of essential oil and hexane extract of Florence fennel [*Foeniculum vulgare* var. *azoricum* (Mill.) Thell.] against foodborne microorganisms. *Journal of Medicinal Food* 13, 196–204. <https://doi.org/10.1089/jmf.2008.0327>
- Chan, C.H., Yusoff, R., Ngoh, G.C., Kung, F.W.L., 2011. Microwave-assisted extractions of active ingredients from plants. *Journal of Chromatography A* 1218, 6213–6225. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2011.07.040>
- Chavan, Y., Singhal, R.S., 2013. Ultrasound-assisted extraction (UAE) of bioactives from arecanut (*Areca catechu* L.) and optimization study using response surface methodology. *Innovative Food Science and Emerging Technologies* 17, 106–113. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2012.10.001>
- Chemat, F., Abert-Vian, M., Fabiano-Tixier, A.S., Strube, J., Uhlenbrock, L., Gunjevic, V., Cravotto, G., 2019. Green extraction of natural products. Origins, current status, and future challenges. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry* 118, 248–263. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2019.05.037>
- Chemat, F., Boutekedjiret, C., 2015. Extraction Steam Distillation, Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering. Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-409547-2.11557-4>
- Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A.G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A.S., Abert-Vian, M., 2017. Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics Sonochemistry* 34, 540–560. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2016.06.035>
- Chen, F., Du, X., Zu, Y., Yang, L., 2015a. A new approach for preparation of essential oil, followed by chlorogenic acid and hyperoside with microwave-assisted simultaneous distillation and dual extraction (MSDDE) from *Vaccinium uliginosum* leaves. *Industrial Crops and Products* 77, 809–826. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.09.058>
- Chen, F., Guo, Y., Kang, J., Yang, X., Zhao, Z., Liu, S., Ma, Y., Gao, W., Luo, D., 2020. Insight into the essential oil isolation from *Foeniculum vulgare* Mill. fruits using double-condensed microwave-assisted hydrodistillation and evaluation of its antioxidant, antifungal and cytotoxic activity. *Industrial Crops and Products* 144, 112052. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.112052>

## Références bibliographiques

- Chen, F., Jia, J., Zhang, Q., Gu, H., Yang, L., 2017. A modified approach for isolation of essential oil from fruit of *Amorpha fruticosa* Linn using microwave-assisted hydrodistillation concatenated liquid-liquid extraction. *Journal of Chromatography A* 1524, 254–265. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2017.10.008>
- Chen, F., Xu, M., Yang, X., Liu, J., Xiao, Y., Yang, L., 2018. An improved approach for the isolation of essential oil from the leaves of *Cinnamomum longepaniculatum* using microwave-assisted hydrodistillation concatenated double-column liquid-liquid extraction. *Separation and Purification Technology* 195, 110–120. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2017.12.013>
- Chen, F., Zu, Y., Yang, L., 2015b. A novel approach for isolation of essential oil from fresh leaves of *Magnolia sieboldii* using microwave-assisted simultaneous distillation and extraction. *Separation and Purification Technology* 154, 271–280. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2015.09.066>
- Chen, Y., Xie, M.Y., Gong, X.F., 2007. Microwave-assisted extraction used for the isolation of total triterpenoid saponins from *Ganoderma atrum*. *Journal of Food Engineering* 81, 162–170. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.10.018>
- Cherng, J.M., Chiang, W., Chiang, L.C., 2008. Immunomodulatory activities of common vegetables and spices of Umbelliferae and its related coumarins and flavonoids. *Food Chemistry* 106, 944–950. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.07.005>
- Choi, E.M., Hwang, J.K., 2004. Antiinflammatory, analgesic and antioxidant activities of the fruit of *Foeniculum vulgare*. *Fitoterapia* 75, 557–565. <https://doi.org/10.1016/j.fitote.2004.05.00549>
- Cragg, G.M., 2012. *Natural Product Communications: Preface*. *Natural Product Communications* 7.
- D'Antuono, L.F., Ferioli, F., Oliveri, S., 2017. Wild fennel (*Foeniculum vulgare* Mill., subsp. *piperitum* (Ucria) Cout.) culinary uses: An overview preliminary on-field documentation and analytical perspectives. *Acta Horticulturae* 1153, 21–28. <https://doi.org/10.17660/ActaHortic.2017.1153.4>
- D'Heer, B.G., De Boever, J.L., Vanacker, J.M., Boucqué, C. V., 2000. The filter bag versus the conventional filtration technique for the determination of crude fibre and Van Soest cell wall constituents. *Journal of Animal and Feed Sciences* 9, 513–526. <https://doi.org/10.22358/jafs/68072/2000>
- Da Silva, R.P.F.F., Rocha-Santos, T.A.P., Duarte, A.C., 2016. Supercritical fluid extraction of bioactive compounds. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry* 76, 40–51. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2015.11.013>
- Dabbs, D.M., Mulders, N., Aksay, I.A., 2006. Solvothermal removal of the organic template from L 3 (“sponge”) templated silica monoliths. *Journal of Nanoparticle Research* 8, 603–614. <https://doi.org/10.1007/s11051-005-9063-4>
- Dabire, C., Nebie, R., Belanger, A., Nacro, M., Sib, F., 2011. Effet du séchage de la matière végétale sur la composition chimique de l'huile essentielle et l'activité antioxydante d'extraits de *Ocimum basilicum* L. *International Journal of Biological and Chemical Sciences* 5, 1082–1095. <https://doi.org/10.4314/ijbcs.v5i3.72218>
- Damjanović, B., Lepojević, Ž., Živković, V., Tolić, A., 2005. Extraction of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seeds with supercritical CO<sub>2</sub>: Comparison with hydrodistillation. *Food Chemistry* 92, 143–149. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.07.019>
- Danhassan, M.S., Salihu, A., Inuwa, H.M., 2018. Effect of boiling on protein, mineral, dietary fibre and antinutrient compositions of *Nymphaea lotus* (Linn) seeds. *Journal of Food Composition and Analysis* 67, 184–190. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2017.12.024>

## Références bibliographiques

- De Marino, S., Gala, F., Borbone, N., Zollo, F., Vitalini, S., Visioli, F., Iorizzi, M., 2007a. Phenolic glycosides from *Foeniculum vulgare* fruit and evaluation of antioxidative activity. *Phytochemistry* 68, 1805–1812. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2007.03.029>
- De Marino, S., Gala, F., Borbone, N., Zollo, F., Vitalini, S., Visioli, F., Iorizzi, M., 2007b. Phenolic glycosides from *Foeniculum vulgare* fruit and evaluation of antioxidative activity. *Phytochemistry* 68, 1805–1812. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2007.03.029>
- Destandau, E., Michel, T., Elfakir, C., 2013. Microwave-assisted extraction, RSC Green Chemistry. <https://doi.org/10.1039/9781849737579-00113>
- Diao, W.R., Hu, Q.P., Zhang, H., Xu, J.G., 2014. Chemical composition, antibacterial activity and mechanism of action of essential oil from seeds of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.). *Food Control* 35, 109–116. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2013.06.056>
- Donelian, A., Carlson, L.H.C., Lopes, T.J., Machado, R.A.F., 2009. Comparison of extraction of patchouli (*Pogostemon cablin*) essential oil with supercritical CO<sub>2</sub> and by steam distillation. *Journal of Supercritical Fluids* 48, 15–20. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2008.09.020>
- Dua, A., Garg, G., Mahajan, R., 2013. Polyphenols, flavonoids and antimicrobial properties of methanolic extract of fennel (*Foeniculum vulgare* Miller). *European Journal of Experimental Biology* 3, 203–208.
- Durak, T., Depciuch, J., 2020. Effect of plant sample preparation and measuring methods on ATR-FTIR spectra results. *Environmental and Experimental Botany* 169, 103915. <https://doi.org/10.1016/j.envexpbot.2019.103915>
- Dzah, C.S., Duan, Y., Zhang, H., Wen, C., Zhang, J., Chen, G., Ma, H., 2020. The effects of ultrasound assisted extraction on yield, antioxidant, anticancer and antimicrobial activity of polyphenol extracts: A review. *Food Bioscience* 35, 100547. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2020.100547>
- Embaby, H.E., Rayan, A.M., 2016. Chemical composition and nutritional evaluation of the seeds of *Acacia tortilis* (Forssk.) Hayne ssp. raddiana. *Food Chemistry* 200, 62–68. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.01.019>
- Ennadir, J., Hassikou, R., Bouazza, F., Arahou, M., Al Askari, G., Khedid, K., 2014. Évaluation in vitro de l'activité antibactérienne des extraits aqueux et organiques des graines de *Nigella sativa* L. et de *Foeniculum vulgare* Mill. *Phytothérapie* 12, 302–308. <https://doi.org/10.1007/s10298-014-0885-z>
- Fahim, N.H., Kholif, A.E., Azzaz, H.H., 2021. Fennel and ginger improved nutrient digestibility and milk yield and quality in early lactating Egyptian buffaloes. *Annals of Animal Science* 22, 255–270. <https://doi.org/10.2478/aoas-2021-0008>
- Falleh, H., Ksouri, R., Chaieb, K., Karray-Bouraoui, N., Trabelsi, N., Boulaaba, M., Abdelly, C., 2008. Phenolic composition of *Cynara cardunculus* L. organs, and their biological activities. *Comptes Rendus - Biologies* 331, 372–379. <https://doi.org/10.1016/j.crv.2008.02.008>
- Farhat, A., Ginies, C., Romdhane, M., Chemat, F., 2009. Eco-friendly and cleaner process for isolation of essential oil using microwave energy. Experimental and theoretical study. *Journal of Chromatography A* 1216, 5077–5085. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2009.04.084>
- Farid, A., Kamel, D., Montaser, S.A., Ahmed, M., Amir, M. El, Amir, A. El, 2020. Synergetic role of senna and fennel extracts as antioxidant, anti-inflammatory and anti-mutagenic agents in irradiated human blood lymphocyte cultures. *Journal of Radiation Research and Applied Sciences* 13, 191–199. <https://doi.org/10.1080/16878507.2020.1723948>

## Références bibliographiques

- Fazlali, A., Moradi, S., Hamed, H., 2015. Studying of optimization condition of rosemary essence extraction with microwave assisted hydro-distillation method. *American Journal of Essential Oils and Natural Products* 46, 46–50.
- Fotsing Yannick Stéphane, F., Kezetas Jean Jules, B., El-Saber Batiha, G., Ali, I., Ndjakou Bruno, L., 2021. Extraction of Bioactive Compounds from Medicinal Plants and Herbs. *Pharmacognosy - Medicinal Plants*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.98602>
- Gavahian, M., Farahnaky, A., 2018. Ohmic-assisted hydrodistillation technology: A review. *Trends in Food Science and Technology* 72, 153–161. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2017.12.014>
- Ghodsi, Z., Asltoghiri, M., 2019. The Effect of Fennel on Pain Quality , Symptoms , and Menstrual Duration in Primary Dysmenorrhea Original Study The Effect of Fennel on Pain Quality , Symptoms , and Menstrual Duration in Primary Dysmenorrhea. *Journal of Pediatric and Adolescent Gynecology* 27, 283–286. <https://doi.org/10.1016/j.jpag.2013.12.003>
- Ghodsi, Z., Asltoghiri, M., 2014. The effect of fennel on pain quality, symptoms, and menstrual duration in primary dysmenorrhea. *Journal of Pediatric and Adolescent Gynecology* 27, 283–286. <https://doi.org/10.1016/j.jpag.2013.12.003>
- Giacometti, J., Bursac Kovačević, D., Putnik, P., Gabrić, D., Bilušić, T., Krešić, G., Stulić, V., Barba, F.J., Chemat, F., Barbosa-Cánovas, G., Režek Jambrak, A., 2018. Extraction of bioactive compounds and essential oils from mediterranean herbs by conventional and green innovative techniques: A review. *Food Research International* 113, 245–262. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.06.036>
- González-Rivera, J., Duce, C., Falconieri, D., Ferrari, C., Ghezzi, L., Piras, A., Tine, M.R., 2016. Coaxial microwave assisted hydrodistillation of essential oils from five different herbs (lavender, rosemary, sage, fennel seeds and clove buds): Chemical composition and thermal analysis. *Innovative Food Science and Emerging Technologies* 33, 308–318. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2015.12.011>
- Gori, L., Gallo, E., Mascherini, V., Mugelli, A., Vannacci, A., Firenzuoli, F., 2012. Can Estragole in Fennel Seed Decoctions Really Be Considered a Danger for Human Health? A Fennel Safety Update 2012. <https://doi.org/10.1155/2012/860542>
- Guglielmetti, A., Ghirardello, D., Belviso, S., Zeppa, G., 2017. Optimisation of ultrasound and microwave-assisted extraction of caffeoylquinic acids and caffeine from coffee silverskin using response 29, 409–423.
- Guiliano, M., Mille, G., Onoratini, G., Simon, P., 2006. Présence d’ambre dans le Crétacé supérieur (Santonien) de La Mède à Martigues (Sud-Est de la France). *Caractérisation IRTF. Comptes Rendus - Palevol* 5, 851–858. <https://doi.org/10.1016/j.crpv.2006.05.005>
- Habauzit, V., Horcajada, M.N., 2008. Phenolic phytochemicals and bone. *Phytochemistry Reviews* 7, 313–344. <https://doi.org/10.1007/s11101-007-9078-9>
- Haddar, W., Elksibi, I., Meksi, N., Mhenni, M.F., 2014. Valorization of the leaves of fennel (*Foeniculum vulgare*) as natural dyes fixed on modified cotton: A dyeing process optimization based on a response surface methodology. *Industrial Crops and Products* 52, 588–596. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.11.019>
- Hajalizadeh, Z., Dayani, O., Khezri, A., Tahmasbi, R., Mohammadabadi, M.R., 2019. The effect of adding fennel (*Foeniculum vulgare*) seed powder to the diet of fattening lambs on performance, carcass characteristics and liver enzymes. *Small Ruminant Research* 175, 72–77. <https://doi.org/10.1016/j.smallrumres.2019.04.011>
- Hatami, T., Cezar, J., Johner, F., Meireles, M.A.A., 2018. Industrial Crops & Products Extraction and fractionation of fennel using supercritical fluid extraction assisted by cold pressing. *Industrial Crops & Products* 123, 661–666.

## Références bibliographiques

- <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.07.041>
- Hatami, T., Johner, J.C.F., Meireles, M.A.A., 2017. Investigating the effects of grinding time and grinding load on content of terpenes in extract from fennel obtained by supercritical fluid extraction. *Industrial Crops and Products* 109, 85–91. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.08.010>
- Hayat, K., Abbas, S., Hussain, S., Shahzad, S.A., Tahir, M.U., 2019. Effect of microwave and conventional oven heating on phenolic constituents, fatty acids, minerals and antioxidant potential of fennel seed. *Industrial Crops and Products* 140, 111610. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111610>
- He, W., Huang, B., 2011. A review of chemistry and bioactivities of a medicinal spice: *Foeniculum vulgare*. *Journal of Medicinal Plants Research* 5, 3595–3600.
- Hibbert, D.B., 2012. Experimental design in chromatography: A tutorial review. *Journal of Chromatography B: Analytical Technologies in the Biomedical and Life Sciences* 910, 2–13. <https://doi.org/10.1016/j.jchromb.2012.01.020>
- Higuchi, J., Fortunato, G., Woźniak, B., Chodara, A., Domaschke, S., Męczyńska-Wielgosz, S., Kruszewski, M., Dommann, A., Łojkowski, W., 2019. Polymer membranes sonocoated and electrosprayed with nano-hydroxyapatite for periodontal tissues regeneration. *Nanomaterials* 9. <https://doi.org/10.3390/nano9111625>
- Hinneburg, I., Damien Dorman, H.J., Hiltunen, R., 2006. Antioxidant activities of extracts from selected culinary herbs and spices. *Food Chemistry* 97, 122–129. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.03.028>
- Hosseini, S.S., Khodaiyan, F., Yarmand, M.S., 2016a. Aqueous extraction of pectin from sour orange peel and its preliminary physicochemical properties. *International Journal of Biological Macromolecules* 82, 920–926. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2015.11.007>
- Hosseini, S.S., Khodaiyan, F., Yarmand, M.S., 2016b. Optimization of microwave assisted extraction of pectin from sour orange peel and its physicochemical properties. *Carbohydrate Polymers* 140, 59–65. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.12.051>
- Hu, Z., Cai, M., Liang, H.H., 2008. Desirability function approach for the optimization of microwave-assisted extraction of saikosaponins from *Radix Bupleuri*. *Separation and Purification Technology* 61, 266–275. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2007.10.016>
- Hughes, R., Adekunle, A.O., Tiwari, B.K., Cullen, P.J., 2015. New knowledge for yield, composition and insecticidal activity of essential oils obtained from the aerial parts or seeds of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.). *Industrial Crops and Products* 60, 186–192. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.12.012>
- Hussein, H.J., Hadi, M.Y., Hameed, I.H., 2016. Study of chemical composition of *Foeniculum vulgare* using Fourier transform infrared spectrophotometer and gas chromatography - mass spectrometry. *Journal of Pharmacognosy and Phytotherapy* 8, 60–89. <https://doi.org/10.5897/JPP2015.0372>
- Ibrahim, F.Y., El-Khateeb, A.Y., 2013. Effect of herbal beverages of *Foeniculum vulgare* and *Cymbopogon proximus* on inhibition of calcium oxalate renal crystals formation in rats. *Annals of Agricultural Sciences* 58, 221–229. <https://doi.org/10.1016/j.aos.2013.07.006>
- Ili, P., Stanojevi, L.P., Troter, D.Z., Stanojevi, J.S., Danilovi, B.R., Nikoli, V.D., Nikoli, B., 2019. Industrial Crops & Products Improvement of the yield and antimicrobial activity of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) essential oil by fruit milling 142. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111854>
- Iroka, C., Akachukwu, E., Adimonyemma, R., Okereke, N., Nwogiji, C., 2016. Effects of Induced Ripening on the Proximate, Biochemical and Mineral Compositions of *Carica papaya* (Pawpaw Fruit). *European Journal of Medicinal Plants* 15, 1–10. <https://doi.org/10.9734/ejmp/2016/26260>

## Références bibliographiques

- Kapás, Á., András, C.D., Dobre, T.G., Vass, E., Székely, G., Stroescu, M., Lányi, S., Ábrahám, B., 2011. The kinetic of essential oil separation from fennel by microwave assisted hydrodistillation (MWHd). *UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science* 73, 113–120.
- Kaur, G.J., Arora, D.S., 2010. Bioactive potential of *Anethum graveolens*, *Foeniculum vulgare* and *Trachyspermum ammi* belonging to the family Umbelliferae - Current status. *Journal of Medicinal Plants Research* 4, 087–094. <https://doi.org/10.5897/JMPR09.018>
- Khawli, F. Al, Pateiro, M., Domínguez, R., Lorenzo, J.M., Gullón, P., Kousoulaki, K., Ferrer, E., Berrada, H., Barba, F.J., 2019. Innovative green technologies of intensification for valorization of seafood and their by-products. *Marine Drugs* 17. <https://doi.org/10.3390/md17120689>
- Kolla, M.C., Laya, A., Bayang, J.P., Koubala, B.B., 2021. Effect of different drying methods and storage conditions on physical, nutritional, bioactive compounds and antioxidant properties of doum (*Hyphaene thebaica*) fruits. *Heliyon* 7, e06678. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e06678>
- Kontogiorgis, C., Deligiannidou, G.E., Hadjipavlou-Litina, D., Lazari, D., Papadopoulos, A., 2016. Antioxidant protection: The contribution of proper preparation of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) beverage. *Industrial Crops and Products* 79, 57–62. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.10.020>
- Kooti, W., Moradi, M., Ali-Akbari, S., Sharafi-Ahvazi, N., Asadi-Samani, M., Ashtary-Larky, D., 2015. Therapeutic and pharmacological potential of *Foeniculum vulgare* Mill: A review. *Journal of HerbMed Pharmacology* 4, 1–9.
- Koşar, M., Özek, T., Kürçüoğlu, M., Başer, K.H.C., 2007. Comparison of microwave-assisted hydrodistillation and hydrodistillation methods for the fruit essential oils of *Foeniculum vulgare*. *Journal of Essential Oil Research* 19, 426–429. <https://doi.org/10.1080/10412905.2007.9699943>
- Križman, M., Baričević, D., Prošek, M., 2007. Determination of phenolic compounds in fennel by HPLC and HPLC-MS using a monolithic reversed-phase column. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* 43, 481–485. <https://doi.org/10.1016/j.jpba.2006.07.029>
- Kumar, A., Pratap Singh, P., Prakash, B., 2020. Unravelling the antifungal and anti-aflatoxin B1 mechanism of chitosan nanocomposite incorporated with *Foeniculum vulgare* essential oil. *Carbohydrate Polymers* 236, 116050. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116050>
- Kumar, K., Srivastav, S., Sharanagat, V.S., 2021. Ultrasound assisted extraction (UAE) of bioactive compounds from fruit and vegetable processing by-products: A review. *Ultrasonics Sonochemistry* 70, 105–325. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2020.105325>
- Kusuma, H.S., Altway, A., Mahfud, M., 2018. Solvent-free microwave extraction of essential oil from dried patchouli (*Pogostemon cablin* Benth) leaves. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 58, 343–348. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2017.09.047>
- Kusuma, H.S., Mahfud, M., 2017. Microwave hydrodistillation for extraction of essential oil from *Pogostemon cablin* Benth: Analysis and modelling of extraction kinetics. *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants* 4, 46–54. <https://doi.org/10.1016/j.jarmap.2016.08.001>
- Lazouni, H. A., Benmansour, A., Sari, D. C., Smahi, M. E. 2006. Valeurs nutritives et toxicité du foeniculum vulgare miller. *Afrique Science: Revue Internationale des Sciences et Technologie* 02, 94–101.
- Levorato, S., Dominici, L., Fatigoni, C., Zadra, C., Pagiotti, R., Moretti, M., Villarini, M., 2018. In vitro toxicity evaluation of estragole-containing preparations derived from

## Références bibliographiques

- Foeniculum vulgare* Mill. (fennel) on HepG2 cells. Food and Chemical Toxicology 111, 616–622. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2017.12.014>
- Li, H., Zhao, Z., Xiouras, C., Stefanidis, G.D., Li, X., Gao, X., 2019. Fundamentals and applications of microwave heating to chemicals separation processes. Renewable and Sustainable Energy Reviews 114, 109316. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2019.109316>
- Li, Y., Fabiano-Tixier, A.S., Vian, M.A., Chemat, F., 2013. Solvent-free microwave extraction of bioactive compounds provides a tool for green analytical chemistry. TrAC - Trends in Analytical Chemistry 47, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2013.02.007>
- Liu, Z., Deng, B., Li, S., Zou, Z., 2018. Optimization of solvent-free microwave assisted extraction of essential oil from *Cinnamomum camphora* leaves. Industrial Crops and Products 124, 353–362. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.08.016>
- Lubomirova Christova-Bagdassarian, V., Bagdassarian, K.S., Atanassova, M.S., Ahmad, M.A., 2014. Comparative Analysis of Total Phenolic and Total Flavonoid Contents, Rutin, Tannins and Antioxidant Capacity in Apiaceae and Lamiaceae families. Indian Horticulture Journal 4, 131–140.
- Luque de Castro, M.D., Priego-Capote, F., 2010. Soxhlet extraction: Past and present panacea. Journal of Chromatography A 1217, 2383–2389. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2009.11.027>
- Machado, A.P.D.F., Pasquel-Reátegui, J.L., Barbero, G.F., Martínez, J., 2015. Pressurized liquid extraction of bioactive compounds from blackberry (*Rubus fruticosus* L.) residues: A comparison with conventional methods. Food Research International 77, 675–683. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2014.12.042>
- Malhotra, S.K., 2012. Fennel and fennel seed, Second Edi. ed, Handbook of Herbs and Spices: Second Edition. Woodhead Publishing Limited. <https://doi.org/10.1533/9780857095688.275>
- Mallik, S., Sharangi, A.B., Sarkar, T., 2020. Phytochemicals of Coriander, Cumin, Fenugreek, Fennel and Black Cumin: A Preliminary Study. National Academy Science Letters 43, 477–480. <https://doi.org/10.1007/s40009-020-00884-5>
- Malo, C., Gil, L., Cano, R., González, N., Luño, V., 2012. Fennel (*Foeniculum vulgare*) provides antioxidant protection for boar semen cryopreservation. Andrologia 44, 710–715. <https://doi.org/10.1111/j.1439-0272.2011.01254.x>
- Marić, M., Grassino, A.N., Zhu, Z., Barba, F.J., Brnčić, M., Rimac Brnčić, S., 2018. An overview of the traditional and innovative approaches for pectin extraction from plant food wastes and by-products: Ultrasound-, microwaves-, and enzyme-assisted extraction. Trends in Food Science and Technology 76, 28–37. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2018.03.022>
- Marković, M.S., Radosavljević, D.B., Pavićević, V.P., Ristić, M.S., Milojević, S., Bošković-Vragolović, N.M., Veljković, V.B., 2018. Influence of common juniper berries pretreatment on the essential oil yield, chemical composition and extraction kinetics of classical and microwave-assisted hydrodistillation. Industrial Crops and Products 122, 402–413. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2018.06.018>
- Martati, E., Akmalina, M.A., 2018. Antioxidant activity and estragole content of ethanolic and methanolic extract of fennel (*Foeniculum vulgare* mill.) and its risk assessment using Margin of Exposure (MOE). International Food Research Journal 25, S43–S49.
- Masoudzadeh, S.H., Mohammadabadi, M., Khezri, A., Stavetska, R.V., Oleshko, V.P., Babenko, O.I., Yemets, Z., Kalashnik, O.M., 2020. Effects of diets with different levels of fennel (*Foeniculum vulgare*) seed powder on DLK1 gene expression in brain, adipose tissue, femur muscle and rumen of Kermani lambs. Small Ruminant Research 193, 106276. <https://doi.org/10.1016/j.smallrumres.2020.106276>

## Références bibliographiques

- Mata, A.T., Proença, C., Ferreira, A.R., Serralheiro, M.L.M., Nogueira, J.M.F., Araújo, M.E.M., 2007. Antioxidant and antiacetylcholinesterase activities of five plants used as Portuguese food spices. *Food Chemistry* 103, 778–786. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.09.017>
- Md Salehan, N.A., Sulaiman, A.Z., Ajit, A., 2016. Effect of temperature and sonication on the extraction of gallic acid from *Labisia Pumila* (Kacip Fatimah). *ARPN Journal of Engineering and Applied Sciences* 11, 2193–2198.
- Méabed, E.M.H., El- Sayed, N.M., Abou-Sreea, A.I.B., Roby, M.H.H., 2018. Chemical analysis of aqueous extracts of *Origanum majorana* and *Foeniculum vulgare* and their efficacy on *Blastocystis* spp. cysts. *Phytomedicine* 43, 158–163. <https://doi.org/10.1016/j.phymed.2018.04.017>
- Memarzadeh, S.M., Ghasemi Pirbalouti, A., AdibNejad, M., 2015. Chemical composition and yield of essential oils from Bakhtiari savory (*Satureja bachtiarica* Bunge.) under different extraction methods. *Industrial Crops and Products* 76, 809–816. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.07.068>
- Mohamad, R.H., El-bastawesy, A.M., Abdel-monem, M.G., Noor, A.M., Al-mehdar, H.A.R., 2011. Antioxidant and Anticarcinogenic Effects of Methanolic Extract and Volatile Oil of Fennel Seeds (*Foeniculum vulgare*) 1 14, 986–1001. <https://doi.org/10.1089/jmf.2008.0255>
- Mokhtari, L., Ghoreishi, S.M., 2019. Supercritical carbon dioxide extraction of trans-anethole from *Foeniculum vulgare* (fennel) seeds: Optimization of operating conditions through response surface methodology and genetic algorithm. *Journal of CO2 Utilization* 30, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2018.12.018>
- Molino, A., Mehariya, S., Di Sanzo, G., Larocca, V., Martino, M., Leone, G.P., Marino, T., Chianese, S., Balducci, R., Musmarra, D., 2020. Recent developments in supercritical fluid extraction of bioactive compounds from microalgae: Role of key parameters, technological achievements and challenges. *Journal of CO2 Utilization* 36, 196–209. <https://doi.org/10.1016/j.jcou.2019.11.014>
- Mollaei, S., Sedighi, F., Habibi, B., Hazrati, S., Asgharian, P., 2019. Extraction of essential oils of *Ferulago angulata* with microwave-assisted hydrodistillation. *Industrial Crops and Products* 137, 43–51. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.05.015>
- Moreira Gonçalves, S., Gomes Motta, J.F., Ribeiro-Santos, R., Hidalgo Chávez, D.W., Ramos de Melo, N., 2020. Functional and antimicrobial properties of cellulose acetate films incorporated with sweet fennel essential oil and plasticizers. *Current Research in Food Science* 3, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.crfs.2020.01.001>
- Moser, B.R., Zheljzkov, V.D., Bakota, E.L., Evangelista, R.L., Gawde, A., Cantrell, C.L., Winkler-Moser, J.K., Hristov, A.N., Astatkie, T., Jeliakova, E., 2014. Method for obtaining three products with different properties from fennel (*Foeniculum vulgare*) seed. *Industrial Crops and Products* 60, 335–342. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.06.017>
- Moslemi, L., Bekhradi, R., T, G.M., M, G.T., 2012. Comparative effect of fennel extract on the intensity of primary dysmenorrhea 6, 1770–1773. <https://doi.org/10.5897/AJPP12.356>
- Moubarik, A., El-Belghiti, K., Vorobiev, E., 2011. Kinetic model of solute aqueous extraction from Fennel (*Foeniculum vulgare*) treated by pulsed electric field, electrical discharges and ultrasonic irradiations. *Food and Bioproducts Processing* 89, 356–361. <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2010.09.002>
- Moura, L.S., Carvalho, R.N., Stefanini, M.B., Ming, L.C., Meireles, M.A.A., 2005. Supercritical fluid extraction from fennel (*Foeniculum vulgare*): Global yield,

## Références bibliographiques

- composition and kinetic data. *Journal of Supercritical Fluids* 35, 212–219. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2005.01.006>
- Nadjarzadeh, A., Ghadiri-anari, A., Ramezani-jolfaie, N., 2021. Effect of hypocaloric high-protein , low-carbohydrate diet supplemented with fennel on androgenic and anthropometric indices in overweight and obese women with polycystic ovary syndrome: A randomized. *Complementary Therapies in Medicine* 56, 102633. <https://doi.org/10.1016/j.ctim.2020.102633>
- Narendran, S.T., Meyyanathan, S.N., Karri, V.V.S.R., 2019. Experimental design in pesticide extraction methods: A review. *Food Chemistry* 289, 384–395. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.03.045>
- Navarrete, A., Mato, R.B., Cocero, M.J., 2012. A predictive approach in modeling and simulation of heat and mass transfer during microwave heating. Application to SFME of essential oil of Lavandin Super. *Chemical Engineering Science* 68, 192–201. <https://doi.org/10.1016/j.ces.2011.09.026>
- Nei, W., Santos, L., Matos, G., Ferreira, S., Adam, I., n.d. Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2007.07.011>
- Oktaç, M., Gülçin, I., Küfrevioğlu, Ö.I., 2003. Determination of in vitro antioxidant activity of fennel (*Foeniculum vulgare*) seed extracts. *LWT - Food Science and Technology* 36, 263–271. [https://doi.org/10.1016/S0023-6438\(02\)00226-8](https://doi.org/10.1016/S0023-6438(02)00226-8)
- Omer, H.A.A., EL-Nameary, Y.A.A., EL-Kady, R.I., Badr, A.M.M., Ali, F.A.F., Ahmed, S.M., EL-Allawy, H.M.H., Ibrahim, S.A.M., 2013. Improving the utilization of rabbit diets containing vegetable oil by using fennel (*Foeniculum vulgare*) and oregano (*Origanum vulgare L*) as feed additives. *Life Science Journal* 10, 2625–2636.
- Osman, Y., 2006. Effect of Laser Radiation Treatments on Growth , Yield and Chemical Constituents of Fennel and Coriander Plants. *Journal of Applied Sciences Research* 3, 244-257.
- Özbek, H., Uğraş, S., Dülger, H., Bayram, I., Tuncer, I., Öztürk, G., Öztürk, A., 2003. Hepatoprotective effect of *Foeniculum vulgare* essential oil. *Fitoterapia* 74, 317–319. [https://doi.org/10.1016/S0367-326X\(03\)00028-5](https://doi.org/10.1016/S0367-326X(03)00028-5)
- Özcan, M.M., Chalchat, J.C., Arslan, D., Ateş, A., Ünver, A., 2006. Comparative essential oil composition and antifungal effect of bitter fennel (*Foeniculum vulgare ssp. piperitum*) fruit oils obtained during different vegetation. *Journal of Medicinal Food* 9, 552–561. <https://doi.org/10.1089/jmf.2006.9.552>
- Pacifico, S., Galasso, S., Piccolella, S., Kretschmer, N., Pan, S.P., Nocera, P., Lettieri, A., Bauer, R., Monaco, P., 2018. Winter wild fennel leaves as a source of anti-inflammatory and antioxidant polyphenols. *Arabian Journal of Chemistry* 11, 513–524. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2015.06.026>
- Parejo, I., Viladomat, F., Bastida, J., Codina, C., 2004a. Development and validation of a high-performance liquid chromatographic method for the analysis of antioxidative phenolic compounds in fennel using a narrow bore reversed phase C18 column. *Analytica Chimica Acta* 512, 271–280. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2004.02.053>
- Parejo, I., Viladomat, F., Bastida, J., Schmeda-Hirschmann, G., Burillo, J., Codina, C., 2004b. Bioguided Isolation and Identification of the Nonvolatile Antioxidant Compounds from Fennel (*Foeniculum vulgare Mill.*) Waste. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 52, 1890–1897. <https://doi.org/10.1021/jf030717g>
- Pavela, R., Žabka, M., Bednář, J., Tříška, J., Vrchotová, N., 2016. New knowledge for yield, composition and insecticidal activity of essential oils obtained from the aerial parts or seeds of fennel (*Foeniculum vulgare Mill.*). *Industrial Crops and Products* 83, 275–282.

## Références bibliographiques

- <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.11.090>
- Périno-Issartier, S., Ginies, C., Cravotto, G., Chemat, F., 2013. A comparison of essential oils obtained from lavandin via different extraction processes: Ultrasound, microwave, turbohydrodistillation, steam and hydrodistillation. *Journal of Chromatography A* 1305, 41–47. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2013.07.024>
- Pourjafari, F., Haghpanah, T., Shari, F., Nematollahi-mahani, S.N., Afgar, A., Asadi, G., Ezzatabadipour, M., 2019. Heliyon Protective effects of hydro-alcoholic extract of *Foeniculum vulgare* and *Linum usitatissimum* on ovarian follicle reserve in the first-generation mouse pups 5. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02540>
- Pratama, H.B., Supijo, M.C., Sutopo, 2020. Experimental design and response surface method in geothermal energy: A comprehensive study in probabilistic resource assessment. *Geothermics* 87, 101869. <https://doi.org/10.1016/j.geothermics.2020.101869>
- Proestos, C., Boziaris, I.S., Nychas, G.J.E., Komaitis, M., 2006. Analysis of flavonoids and phenolic acids in Greek aromatic plants: Investigation of their antioxidant capacity and antimicrobial activity. *Food Chemistry* 95, 664–671. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.01.049>
- Purkayastha, S., Narain, R., Dahiya, P., 2012. Evaluation of antimicrobial and phytochemical screening of Fennel, Juniper and Kalonji essential oils against multi drug resistant clinical isolates. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine* 2, 3–8. [https://doi.org/10.1016/S2221-1691\(12\)60465-1](https://doi.org/10.1016/S2221-1691(12)60465-1)
- Qu, X.J., Fu, Y.J., Luo, M., Zhao, C.J., Zu, Y.G., Li, C.Y., Wang, W., Li, J., Wei, Z.F., 2013. Acidic pH based microwave-assisted aqueous extraction of seed oil from yellow horn (*Xanthoceras sorbifolia* Bunge.). *Industrial Crops and Products* 43, 420–426. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.07.055>
- Rabeh, N.M., Aboraya, A.O., 2014. Hepatoprotective effect of dill (*Anethum graveolens* L.) and Fennel (*Foeniculum vulgare*) oil on hepatotoxic rats. *Pakistan Journal of Nutrition* 13, 303–309. <https://doi.org/10.3923/pjn.2014.303.309>
- Rao, R.A.K., Khan, M.A., Rehman, F., 2010. Utilization of Fennel biomass (*Foeniculum vulgare*) a medicinal herb for the biosorption of Cd(II) from aqueous phase. *Chemical Engineering Journal* 156, 106–113. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2009.10.005>
- Rather, M.A., Dar, B.A., Sofi, S.N., Bhat, B.A., Qurishi, M.A., 2016. *Foeniculum vulgare*: A comprehensive review of its traditional use, phytochemistry, pharmacology, and safety. *Arabian Journal of Chemistry* 9, S1574–S1583. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2012.04.011>
- Rawson, A., Hossain, M.B., Patras, A., Tuohy, M., Brunton, N., 2013. Effect of boiling and roasting on the polyacetylene and polyphenol content of fennel (*Foeniculum vulgare*) bulb. *Food Research International* 50, 513–518. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2011.01.009>
- Repajić, M., Ekić, S., Kruk, V., Dragović Uzelac, V., 2021. Effect of accelerated solvent extraction conditions on the isolation of bioactive compounds from fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seeds. *Hrvatski časopis za prehrambenu tehnologiju, biotehnologiju i nutricionizam* 15, 102–106. <https://doi.org/10.31895/hcptbn.15.3-4.7>
- Rezaei, S., Ebadi, M.T., Ghobadian, B., Ghomi, H., 2021. Optimization of DBD-Plasma assisted hydro-distillation for essential oil extraction of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seed and spearmint (*Mentha spicata* L.) leaf. *Journal of Applied Research on Medicinal and Aromatic Plants* 24, 100300. <https://doi.org/10.1016/j.jarmap.2021.100300>
- Rezaie, M., Farhoosh, R., Iranshahi, M., Sharif, A., Golmohamadzadeh, S., 2015. Ultrasonic-assisted extraction of antioxidative compounds from Bene (*Pistacia atlantica* subsp.

## Références bibliographiques

- mutica*) hull using various solvents of different physicochemical properties. Food Chemistry 173, 577–583. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.10.081>
- Roby, M.H.H., Sarhan, M.A., Selim, K.A.H., Khalel, K.I., 2013. Antioxidant and antimicrobial activities of essential oil and extracts of fennel (*Foeniculum vulgare* L.) and chamomile (*Matricaria chamomilla* L.). Industrial Crops and Products 44, 437–445. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.10.012>
- Rodríguez-Solana, R., Salgado, J.M., Domínguez, J.M., Cortés-Diéguez, S., 2014a. Characterization of fennel extracts and quantification of estragole: Optimization and comparison of accelerated solvent extraction and Soxhlet techniques. Industrial Crops and Products 52, 528–536. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.11.028>
- Rodríguez-Solana, R., Salgado, J.M., Domínguez, J.M., Cortés-Diéguez, S., 2014b. Estragole quantity optimization from fennel seeds by supercritical fluid extraction (carbon dioxide-methanol) using a Box-Behnken design. Characterization of fennel extracts. Industrial Crops and Products 60, 186–192. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.05.027>
- Şahin, S., Şamli, R., 2013. Optimization of olive leaf extract obtained by ultrasound-assisted extraction with response surface methodology. Ultrasonics Sonochemistry 20, 595–602. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2012.07.029>
- Saini, R.K., Keum, Y.S., 2018. Carotenoid extraction methods: A review of recent developments. Food Chemistry 240, 90–103. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.07.099>
- Salama, Z.A., El Baz, F.K., Gaafar, A.A., Zaki, M.F., 2015. Antioxidant activities of phenolics, flavonoids and vitamin C in two cultivars of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) in responses to organic and bio-organic fertilizers. Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences 14, 91–99. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2013.10.004>
- Salami, M., Rahimmalek, M., Ehtemam, M.H., 2016. Inhibitory effect of different fennel (*Foeniculum vulgare*) samples and their phenolic compounds on formation of advanced glycation products and comparison of antimicrobial and antioxidant activities. Food Chemistry 213, 196–205. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.06.070>
- Samadi-Noshahr, Z., Hadjzadeh, M.A.R., Moradi-Marjaneh, R., Khajavi-Rad, A., 2021. The hepatoprotective effects of fennel seeds extract and trans-Anethole in streptozotocin-induced liver injury in rats. Food Science and Nutrition 9, 1121–1131. <https://doi.org/10.1002/fsn3.2090>
- Samuelsson, R., Burvall, J., Jirjis, R., 2006. Comparison of different methods for the determination of moisture content in biomass. Biomass and Bioenergy 30, 929–934. <https://doi.org/10.1016/j.biombioe.2006.06.004>
- Sarra, A., Jennan, S., Sfaira, M., 2019. Optimization of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from *Ammi visnaga* using response surface. [https://doi.org/10.13040/IJPSR.0975-8232.10\(6\).2693-99](https://doi.org/10.13040/IJPSR.0975-8232.10(6).2693-99)
- Saxena, S., Agarwal, D., John, S., Dubey, P., Lal, G., 2018. Analysis of fennel (*Foeniculum vulgare*) essential oil extracted from green leaves, seeds and dry straw. International J Seed spices 8, 60–64.
- Seixas, F.L., Fukuda, D.L., Turbiani, F.R.B., Garcia, P.S., Petkowicz, C.L. d. O., Jagadevan, S., Gimenes, M.L., 2014. Extraction of pectin from passion fruit peel (*Passiflora edulis f.flavicarpa*) by microwave-induced heating. Food Hydrocolloids 38, 186–192. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.12.001>
- Selvaraj, R., Moorthy, I.G., Kumar, R.V., Sivasubramanian, V., 2019. Microwave mediated production of FAME from waste cooking oil: Modelling and optimization of process parameters by RSM and ANN approach. Fuel 237, 40–49. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2018.09.147>

## Références bibliographiques

- Senatore, F., Oliviero, F., Scandolera, E., Tagliatalata-Scafati, O., Roscigno, G., Zaccardelli, M., De Falco, E., 2013. Chemical composition, antimicrobial and antioxidant activities of anethole-rich oil from leaves of selected varieties of fennel [*Foeniculum vulgare* Mill. ssp. *vulgare* var. *azoricum* (Mill.) Thell]. *Fitoterapia* 90, 214–219. <https://doi.org/10.1016/j.fitote.2013.07.021>
- Shahat, A., Radwan, H.A., Elkholy, Y., Ghanem, M.M., Mahdy, E.-S., Hassanein, H., 2012. Phenolic compounds from *Foeniculum vulgare* (Subsp. *Piperitum*) (Apiaceae) herb and evaluation of hepatoprotective antioxidant activity. *Pharmacognosy Research* 4, 104. <https://doi.org/10.4103/0974-8490.94735>
- Sharif, K.M., Rahman, M.M., Azmir, J., Mohamed, A., Jahurul, M.H.A., Sahena, F., Zaidul, I.S.M., 2014. Experimental design of supercritical fluid extraction - A review. *Journal of Food Engineering* 124, 105–116. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.10.003>
- Silori, G.K., Kushwaha, N., Kumar, V., 2019. Essential Oil Research. *Essential Oil Research*. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-16546-8>
- Silveira, E.S., Bezerra, S.B., Ávila, K.S., Rocha, T.M., Pinheiro, R.G., de Queiroz, M.G.R., Magalhães, P.J.C., Santos, F.A., Leal, L.K.A.M., 2019. Gastrointestinal effects of standardized Brazilian phytomedicine (Arthur de Carvalho Drops) containing *Matricaria recutita*, *Gentiana lutea* and *Foeniculum vulgare*. *Pathophysiology*. <https://doi.org/10.1016/j.pathophys.2019.09.002>
- Simándi, B., Deák, A., Rónyai, E., Yanxiang, G., Veress, T., Lemberkovics, É., Then, M., Sass-Kiss, Á., Vámos-Falusi, Z., 1999. Supercritical carbon dioxide extraction and fractionation of fennel oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 47, 1635–1640. <https://doi.org/10.1021/jf9809535>
- Singh Chouhan, K.B., Tandey, R., Sen, K.K., Mehta, R., Mandal, V., 2019. Critical analysis of microwave hydrodiffusion and gravity as a green tool for extraction of essential oils: Time to replace traditional distillation. *Trends in Food Science and Technology* 92, 12–21. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.08.006>
- Singh, G., Maurya, S., de Lampasona, M.P., Catalan, C., 2006. Chemical constituents, antifungal and antioxidative potential of *Foeniculum vulgare* volatile oil and its acetone extract. *Food Control* 17, 745–752. <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2005.03.010>
- Smith, R.L., Adams, T.B., Doull, J., Feron, V.J., Goodman, J.I., Marnett, L.J., Portoghese, P.S., Waddell, W.J., Wagner, B.M., Rogers, A.E., Caldwell, J., Sipes, I.G., 2002. Safety assessment of allylalkoxybenzene derivatives used as flavouring substances - Methyl eugenol and estragole. *Food and Chemical Toxicology* 40, 851–870. [https://doi.org/10.1016/S0278-6915\(02\)00012-1](https://doi.org/10.1016/S0278-6915(02)00012-1)
- Song, Z., Liu, L., Yang, Y., Sun, J., Zhao, X., Wang, W., Mao, Y., Yuan, X., Wang, Q., 2018. Characteristics of limonene formation during microwave pyrolysis of scrap tires and quantitative analysis. *Energy* 142, 953–961. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2017.10.101>
- Soto, M.L., Moure, A., Domínguez, H., Parajó, J.C., 2011. Recovery, concentration and purification of phenolic compounds by adsorption: A review. *Journal of Food Engineering* 105, 1–27. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.02.010>
- Sreemoyee Chatterjee, Nandini Goswami, P.B., 2012. Estimation of Phenolic Components and in vitro Antioxidant Activity of Fennel (*Foeniculum vulgare*) and Ajwain (*Trachyspermum ammi*) seeds Sreemoyee. *Advances in Bioresearch* 3, 109–118.
- Sridhar, A., Ponnuchamy, M., Kumar, P.S., Kapoor, A., Vo, D.V.N., Prabhakar, S., 2021. Techniques and modeling of polyphenol extraction from food: a review, *Environmental Chemistry Letters*. Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/s10311-021-01217-8>
- Strehle, M.A., Rösch, P., Baranska, M., Schulz, H., Popp, J., 2005. On the way to a quality

## Références bibliographiques

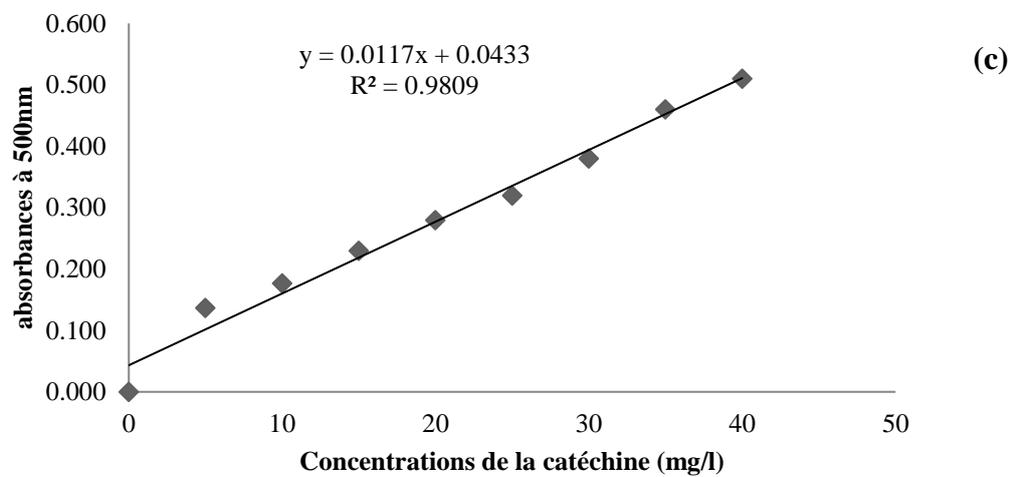
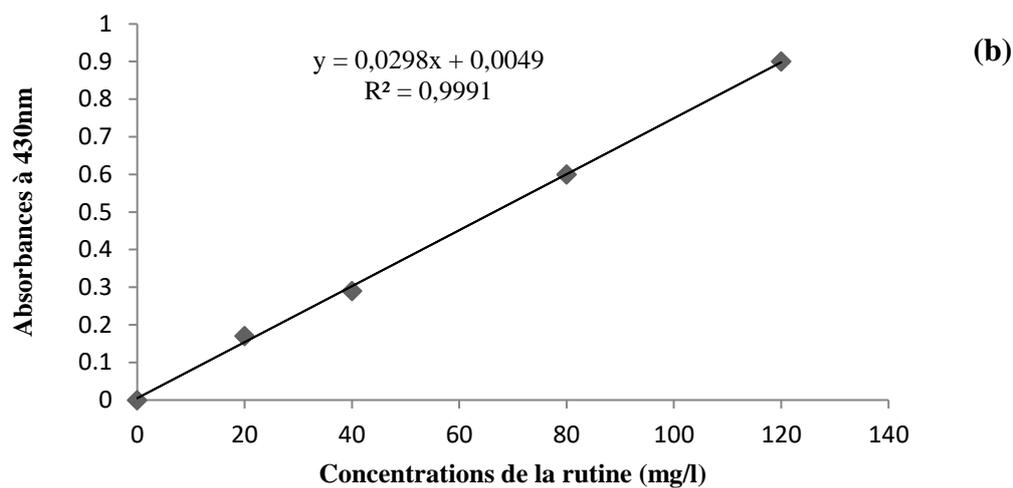
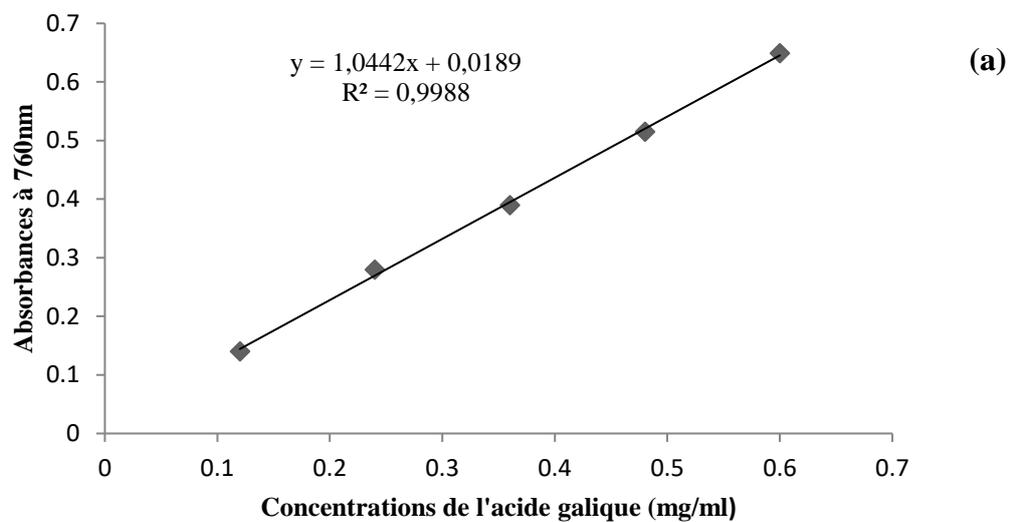
- control of the essential oil of fennel by means of Raman spectroscopy. *Biopolymers* 77, 44–52. <https://doi.org/10.1002/bip.20178>
- Telci, I., Demirtas, I., Sahin, A., 2009. Variation in plant properties and essential oil composition of sweet fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) fruits during stages of maturity. *Industrial Crops and Products* 30, 126–130. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2009.02.010>
- Tognolini, M., Ballabeni, V., Bertoni, S., Bruni, R., Impicciatore, M., Barocelli, E., 2007. Protective effect of *Foeniculum vulgare* essential oil and anethole in an experimental model of thrombosis. *Pharmacological Research* 56, 254–260. <https://doi.org/10.1016/j.phrs.2007.07.002>
- Udo, M.D., Ekpo, U., Ahamefule, F.O., 2018. Effects of processing on the nutrient composition of rubber seed meal. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* 17, 297–301. <https://doi.org/10.1016/j.jssas.2016.06.001>
- Urango, A.C.M., Strieder, M.M., Silva, E.K., Meireles, M.A.A., 2021. Thermosonication process design for recovering bioactive compounds from fennel: A comparative study with conventional extraction techniques. *Applied Sciences (Switzerland)* 11. <https://doi.org/10.3390/app112412104>
- Valadez-Carmona, L., Plazola-Jacinto, C.P., Hernández-Ortega, M., Hernández-Navarro, M.D., Villarreal, F., Necoechea-Mondragón, H., Ortiz-Moreno, A., Ceballos-Reyes, G., 2017. Effects of microwaves, hot air and freeze-drying on the phenolic compounds, antioxidant capacity, enzyme activity and microstructure of cacao pod husks (*Theobroma cacao* L.). *Innovative Food Science and Emerging Technologies* 41, 378–386. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2017.04.012>
- Van den Berg, S.J.P.L., Alhusainy, W., Restani, P., Rietjens, I.M.C.M., 2014. Chemical analysis of estragole in fennel based teas and associated safety assessment using the Margin of Exposure (MOE) approach. *Food and Chemical Toxicology* 65, 147–154. <https://doi.org/10.1016/j.fct.2013.12.035>
- Vanaja, K., Rani, R.H.S., 2016. Design of Experiments : Concept and Applications of Plackett Burman Design 1333. <https://doi.org/10.1080/10601330701220520>
- Vermerris, W., Nicholson, R., 2006. Biosynthesis of phenolic compounds. *Phenolic Compound Biochemistry* 63–149. [https://doi.org/10.1007/978-1-4020-5164-7\\_3](https://doi.org/10.1007/978-1-4020-5164-7_3)
- Vian, M.A., Fernandez, X., Visinoni, F., Chemat, F., 2008. Microwave hydrodiffusion and gravity, a new technique for extraction of essential oils. *Journal of Chromatography A* 1190, 14–17. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2008.02.086>
- Vivekananda, M., Yogesh, M., Hemalatha, S., 2007. Microwave Assisted Extraction - An Innovative and Promising Extraction Tool for Medicinal PHCOG REV. : Review Article Extraction Tool for Medicinal Plant Research. *Pharmacognosy reviews* 1, 1–18.
- Vonapartis, E., Aubin, M.P., Seguin, P., Mustafa, A.F., Charron, J.B., 2015. Seed composition of ten industrial hemp cultivars approved for production in Canada. *Journal of Food Composition and Analysis* 39, 8–12. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2014.11.004>
- Vuong, Q. V., Goldsmith, C.D., Dang, T.T., Nguyen, V.T., Bhuyan, D.J., Sadeqzadeh, E., Scarlett, C.J., Bowyer, M.C., 2014. Optimisation of Ultrasound-Assisted Extraction Conditions for Phenolic Content and Antioxidant Capacity from *Euphorbia tirucalli* Using Response Surface Methodology 604–617. <https://doi.org/10.3390/antiox3030604>
- Waddell, W.J., 2004. Analysis of thresholds for carcinogenicity. *Toxicology Letters* 149, 415–419. <https://doi.org/10.1016/j.toxlet.2003.12.052>
- Xi, J., He, L., Yan, L., 2015. Kinetic modeling of pressure-assisted solvent extraction of polyphenols from green tea in comparison with the conventional extraction. *Food Chemistry* 166, 287–291. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.06.026>

## Références bibliographiques

- Xinran, L., Fengli, C., Shuangyang, L., Jun, J., Huiyan, G., Yang, L., 2016. An efficient homogenate-microwave-assisted extraction of flavonols and anthocyanins from blackcurrant marc: Optimization using combination of Plackett-Burman design and Box-Behnken design. *Industrial Crops and Products* 94, 834–847. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.09.063>
- XU, C.C., WANG, B., PU, Y.Q., TAO, J.S., ZHANG, T., 2017. Advances in extraction and analysis of phenolic compounds from plant materials. *Chinese Journal of Natural Medicines* 15, 721–731. [https://doi.org/10.1016/S1875-5364\(17\)30103-6](https://doi.org/10.1016/S1875-5364(17)30103-6)
- Yaldiz, G., Camlica, M., 2019. Variation in the fruit phytochemical and mineral composition, and phenolic content and antioxidant activity of the fruit extracts of different fennel (*Foeniculum vulgare L.*) genotypes. *Industrial Crops and Products* 142, 111852. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.111852>
- Yousefi, M., Rahimi-Nasrabadi, M., Pourmortazavi, S.M., Wysokowski, M., Jesionowski, T., Ehrlich, H., Mirsadeghi, S., 2019. Supercritical fluid extraction of essential oils. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry* 118, 182–193. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2019.05.038>
- Zhang, H., Lou, Z., Chen, X., Cui, Y., Wang, H., Kou, X., Ma, C., 2019. Effect of simultaneous ultrasonic and microwave assisted hydrodistillation on the yield, composition, antibacterial and antibiofilm activity of essential oils from *Citrus medica L.* var. *sarcodactylis*. *Journal of Food Engineering* 244, 126–135. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.09.014>
- Zhang, H.F., Yang, X.H., Wang, Y., 2011. Microwave assisted extraction of secondary metabolites from plants: Current status and future directions. *Trends in Food Science and Technology* 22, 672–688. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2011.07.003>
- Zoubiri, S., Baaliouamer, A., Seba, N., Chamouni, N., 2014. Chemical composition and larvicidal activity of algerian *foeniculum vulgare* seed essential oil. *Arabian Journal of Chemistry* 7, 480–485. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2010.11.006>

# Annexes

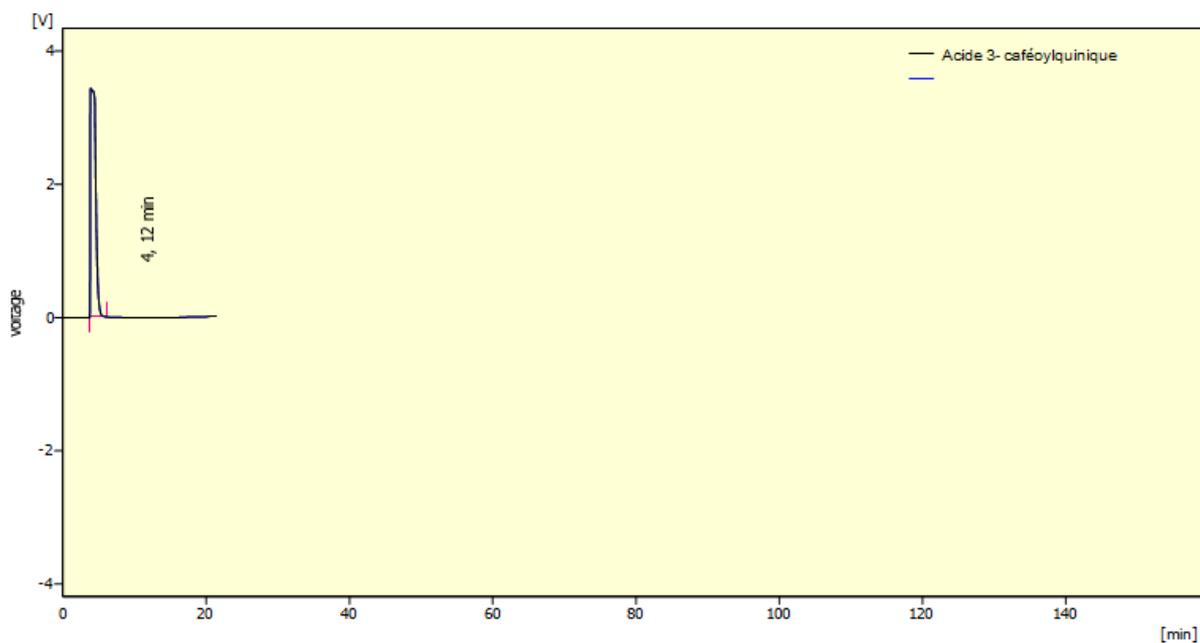
## Annexes Annexes I: Courbes d'étalonnage



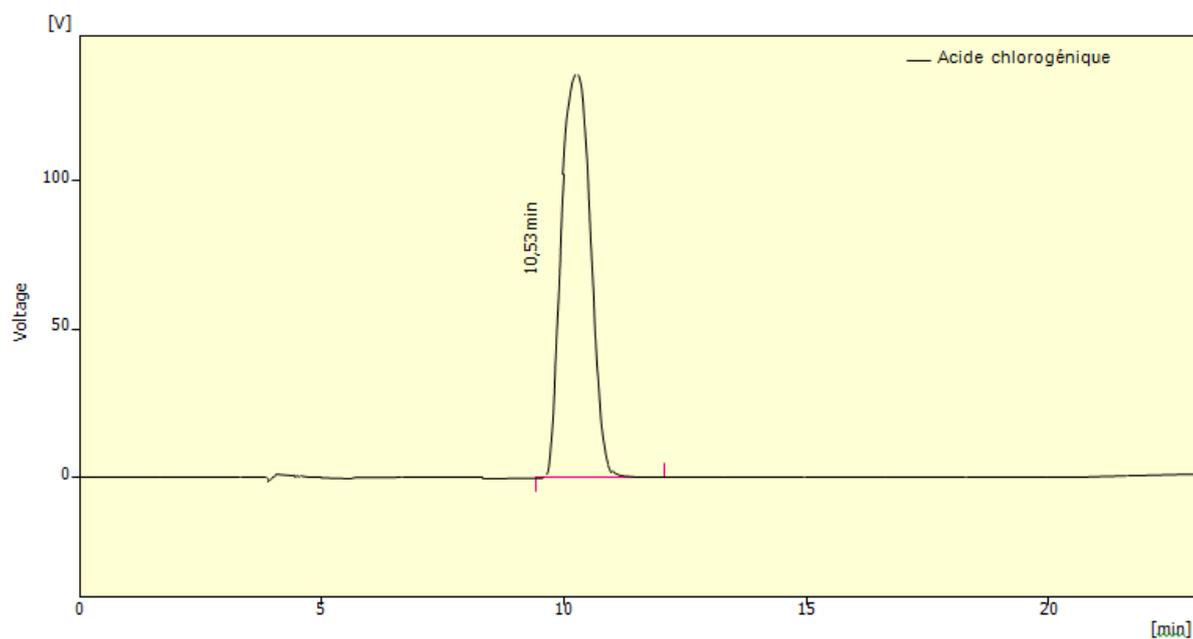
# Annexes

**Figure 1 : Courbes d'étalonnages des composés phénoliques totaux (a), flavonoïdes (b) et tanins (c)**

## Annexes II: Courbes des standards de l'HPLC

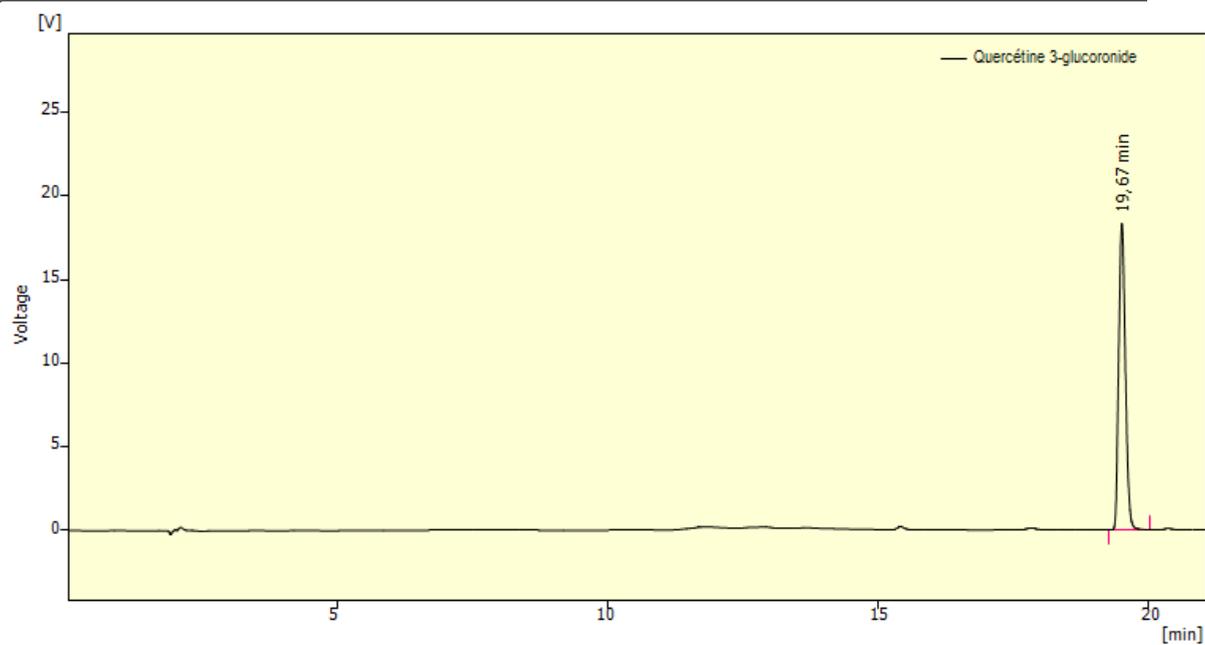


**Figure 2 : Chromatogramme HPLC du standard «acide 3-caféoylquinique»**

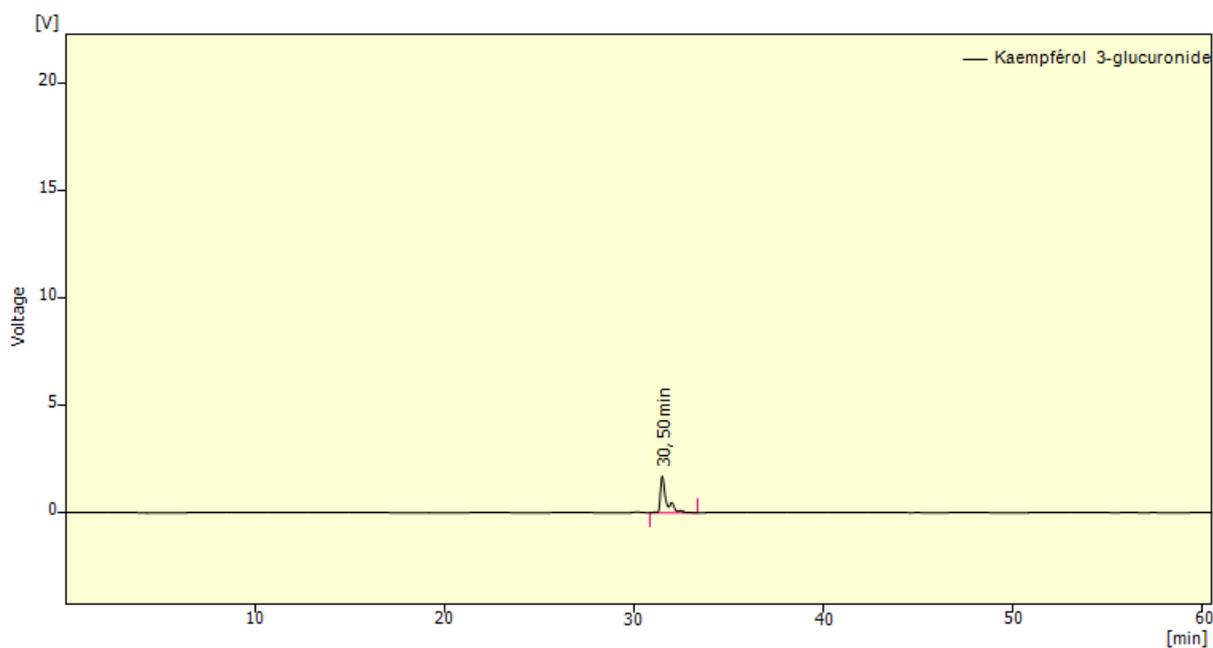


**Figure 3 : Chromatogramme HPLC du standard «acide chlorogénique»**

# Annexes

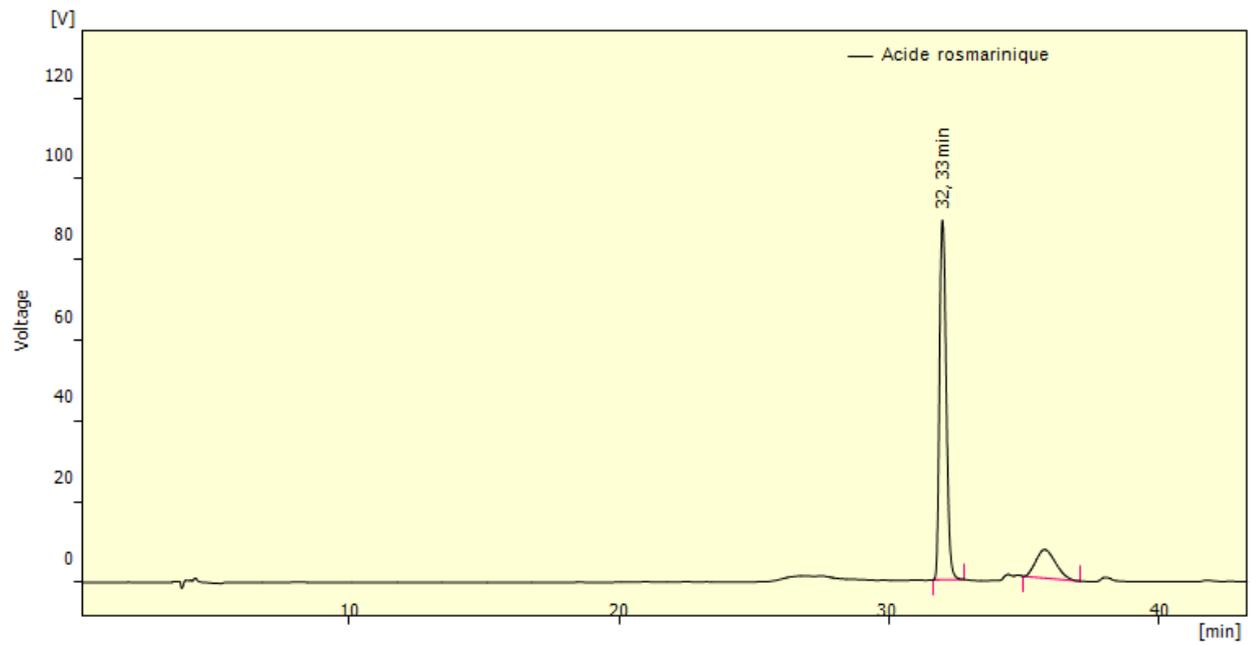


**Figure 4 : Chromatogramme HPLC du standard «quercétine 3-glucuronide»**



**Figure 5 : Chromatogramme HPLC du standard « kaempférol 3-glucuronide »**

# Annexes



**Figure 6 : Chromatogramme HPLC du standard «acide rosmarinique»**

# Résumé

## Résumé

Le but de cette étude est de valoriser une plante aromatique cultivée en Algérie et consommée comme légume et épice. Le fenouil (*Foeniculum vulgare*) a fait l'objet de ce travail par sa valeur nutritionnelle (métabolites primaires) et sa richesse en métabolites secondaires (composés phénolique et huiles essentielles).

Afin d'extraire les substances bioactives de cette plante, des méthodes innovantes à savoir les extractions assistées par micro-onde et par ultrason ont été utilisées et optimisées en utilisant les plans d'expérience.

D'abord, une étude approfondie traitant une étape primordiale et précédant l'extraction (le séchage) a été entamée. Dans cette première partie, la caractérisation des métabolites primaires a été également réalisée.

Finalement, les extraits obtenus dans les conditions optimales ont été caractérisés et les compositions chimiques des composés phénoliques et des huiles essentielles ont été déterminées par des techniques chromatographiques (HPLC et CPG).

## Mots clés

Séchage, extraction, plans d'expérience, *Foeniculum vulgare*, huiles essentielles, composés phénoliques, hydrodistillation assistée par micro-onde, extraction assistée par ultrason.

## Abstract

The aim of this study is to valorize an aromatic plant grown in Algeria and consumed as a vegetable and spice. Fennel (*Foeniculum vulgare*) was the subject of this study by its nutritional value (primary metabolites) and its abundance in secondary metabolites (phenolic compounds and essential oils).

In order to extract the bioactive substances from this plant, innovative methods, namely the microwave and ultrasound assisted extractions, have been used and optimized using the experimental design.

First, a profound study about a step preceding the extraction (drying) was carried out. In this first part, the characterization of the primary metabolites was also carried out.

Finally, the extracts obtained under the optimal conditions were characterized and the chemical compositions of phenolic compounds and the essential oils were determined (by HPLC and GC).

## Keywords

Drying, extraction, experimental design, *Foeniculum vulgare*, essential oils, phenolic compounds, Microwave-assisted hydrodistillation, ultrasound-assisted extraction.

## ملخص

الهدف من هذه الدراسة هو تقيم نبات عطري يزرع في الجزائر ويستهلك كخضر وتابل. كان الشمر موضوع هذا العمل بقيمته الغذائية وثرائه بالمركبات الفينولية والزيوت الأساسية.

من أجل استخراج المواد النشطة بيولوجيًا من هذا النبات، تم استخدام طرق مبتكرة، وهي الاستخلاص بمساعدة الموجات الدقيقة والموجات فوق الصوتية، وتحسينها باستخدام الخطط التجريبية.

أولاً، تم إجراء دراسة معمقة تتناول خطوة أساسية تسبق الاستخلاص (التجفيف). في هذا الجزء الأول، تم أيضًا تحديد خصائص المركبات الأولية وكذلك تحديد خصائص المستخلصات التي تم الحصول عليها في ظل الظروف المثلى وتم تحديد التركيبات الكيميائية للزيوت الأساسية والمركبات الفينولية.

## كلمات مفتاحية

التجفيف، الاستخلاص، الخطط التجريبية، الزيوت الأساسية، المركبات الفينولية، التقطير المائي بمساعدة الميكروويف، الاستخراج بمساعدة الموجات فوق الصوتية.