

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université A. MIRA – BEJAIA  
Faculté de Technologie  
Département de Génie des Procédés



## Mémoire de fin de cycle

Présenté par :

**OUTALEB SOUHILA et BENBAHMED NISSET**

Pour l'obtention du diplôme de

**Master**

**Filière : Génie des Procédés**

**Option : Génie Alimentaire**

**THEME**

**Etude comparative de quelques herbes aromatiques commercialisées en  
Algérie en utilisant des méthodes analytiques et chimiométriques**

Soutenu le 02/07/2018

**Membres de jury :**

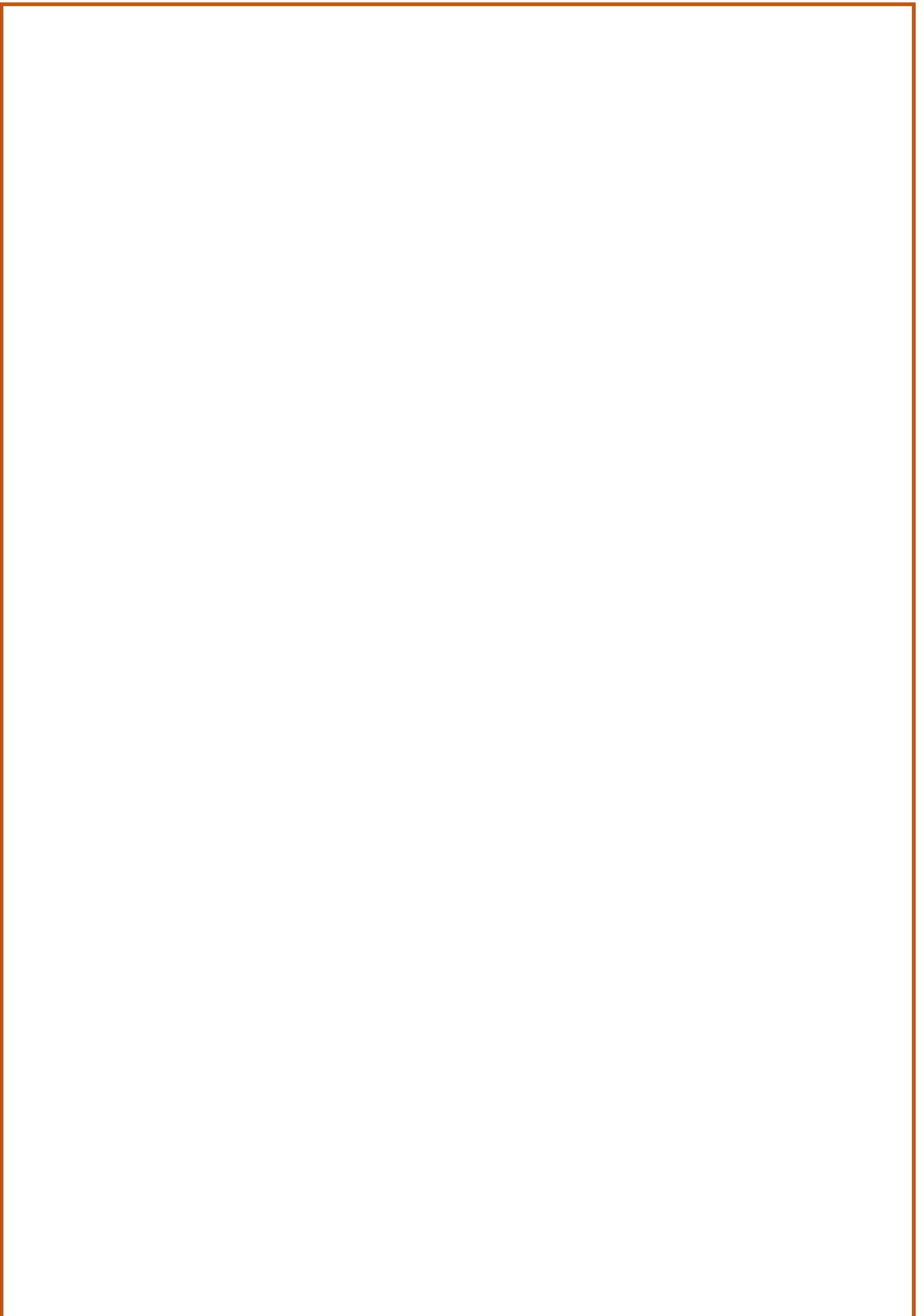
**Président de jury :** Pr. F. REZGUI

**Examineur :** Dr. F. OUGHLIS

**Encadreur :** Dr. A. KACHBI

**Co-encadreur :** Pr. O. SENHADJI.

**Promotion 2017- 2018**



# Remerciements

---

*C'est au bon DIEU tout puissant que nous devons tous nos absolus remerciements pour nous avoir donné de la santé, la force, la volonté et surtout la patience tout au long du chemin de nos études et l'exécution de ce mémoire.*

*Nous avons l'honneur et le plaisir de présenter nos profondes gratitudes et nos sincères remerciements à notre encadreur M.A.KACHBI pour sa précieuse aide, ses orientations et le temps qu'il nous a accordé pour notre encadrement.*

*Nos vifs remerciements vont aussi à notre Co-promotrice M<sup>me</sup>O.SANHADJI qui nous a soutenus par ses précieux conseils et encouragements durant de long mois.*

*Nous remercierons également les membres du jury qui ont bien voulu consacrer un peu de leur précieux temps pour examiner notre travail, qu'il trouve ici le témoignage de notre reconnaissance.*

*Et finalement nous remercions nos parents pour leurs aides morales et financières tout au long de nos études et tous ceux qui ont contribué de prêt ou de loin pour la réalisation de ce mémoire.*

## DEDICACE

*Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut... tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour, le respect et la reconnaissance... c'est tout simplement que*

*Je dédie ce travail...*

*A MA TRÈS CHÈRE MÈRE,*

Autant de phrase aussi expressives soient-elles ne sauraient montrer le degré d'amour et d'affection que j'éprouve pour toi. Tu ma comblée avec ta tendresse et affection tout au long de mon parcours, tu n'as cessé de me soutenir et de m'encourager durant toutes les années de mes études, tu étais toujours présente a mes cotés pour me consoler quand il fallait. En se jour mémorable, pour moi ainsi que pour toi, reçoit ce travail en signe de ma vive reconnaissance et mon profond estime.

*A MON TRÈS CHÈR PÈRE,*

Tu as su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie. Tes conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite. Ta patience sans fin, ta compréhension et ton encouragent sont pour moi le soutien indispensable que tu as toujours su m'apporter. Je te dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je ferai et je ferai toujours de mon mieux pour rester ta fierté et ne jamais te décevoir. Que dieu te préserve et te protège de tout mal.

*A MES TRÈS CHÈRES SŒURS,*

En souvenir d'une enfance dont nous avons partagé les meilleurs et les plus agréables moments. Votre encouragement et votre soutien étaient la bouffée d'oxygène qui me rassurée dans les moments pénibles. Merci d'être toujours a mes cotés.

*A MES CHÈRS PETIT FRÈRES,*

Pour toute l'ambiance que tu ma entourée, pour toute la spontanéité et ton élan chaleureux, je te dédie ce travail.

Que tous tes vœux se réalisent !

*A MES TRÈS CHÈRES AMIES,*

Je ne saurais oublier de vous remercier d'avoir su être là et de m'avoir épaulé et réconforté dans les moments difficiles, une pensée particulière pour vous qui m'ont accompagnée et soutenue à votre façon durant les trois ans de mon parcours.

Je vous remercie profondément

*À MON CHER BINÔME,*

Nous sommes rencontrées sur les bancs de l'institut et avons fait notre parcours ensemble. Tu as toujours su être une amie fidèle et sincère

Avec toute mon amitié

*À tous ceux qui m'ont aidée de près ou de loin dans la réalisation de ce travail qui n'aurait pu voir le jour sans votre soutien*

*NISSET*

## DEDICACE

*Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut... tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour, le respect et la reconnaissance... c'est tout simplement que*

*Je dédie ce travail...*

### *A MA TRÈS CHÈRE MÈRE,*

Autant de phrase aussi expressives soient-elles ne sauraient montrer le degré d'amour et d'affection que j'éprouve pour toi. Tu ma comblée avec ta tendresse et affection tout au long de mon parcours, tu n'as cessé de me soutenir et de m'encourager durant toutes les années de mes études, tu étais toujours présente a mes cotés pour me consoler quand il fallait. En se jour mémorable, pour moi ainsi que pour toi, reçoit ce travail en signe de ma vive reconnaissance et mon profond estime.

### *A MON TRÈS CHER PÈRE,*

Tu as su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie. Tes conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite. Ta patience sans fin, ta compréhension et ton encouragent sont pour moi le soutien indispensable que tu as toujours su m'apporter. Je te dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je ferai et je ferai toujours de mon mieux pour rester ta fierté et ne jamais te décevoir. Que dieu te préserve et te protège de tout mal.

### *A MES TRÈS CHÈRES SŒURS,*

En souvenir d'une enfance dont nous avons partagé les meilleurs et les plus agréables moments. Votre encouragement et votre soutien étaient la bouffée d'oxygène qui me rassurée dans les moments pénibles. Merci d'être toujours a mes cotés.

### *A MES CHERS PETIT FRÈRES,*

Pour toute l'ambiance que tu ma entourée, pour toute la spontanéité et ton élan chaleureux, je te dédie ce travail.

Que tous tes vœux se réalisent !

*A MES TRÈS CHERES AMIES,*

Je ne saurais oublier de vous remercier d'avoir su être là et de m'avoir épaulé et réconforté dans les moments difficiles, une pensée particulière pour vous qui m'ont accompagnée et soutenue à votre façon durant les trois ans de mon parcours.

Je vous remercie profondément

*A MON CHER BINÔME,*

Nous sommes rencontrées sur les bancs de l'institut et avons fait notre parcours ensemble. Tu as toujours su être une amie fidèle et sincère

Avec toute mon amitié

*A tous ceux qui m'ont aidée de près ou de loin dans la réalisation de ce travail qui n'aurait pu voir le jour sans votre soutien*

*SOUHILA*

**ACP** : Analyses en Composants Principales

**DRX** : Difractiion des Rayons X

**FVT** : FlaVonoïde Totaux

**ICP** : Induction à Couplage Inductif

**IR** : Infra Rouge

**JC** : Jésus Chris

**LMR** : Limite Maximale de Résidu

**OMS** : Organisation Mondiale de la Santé

**PT** : Polyphénol Totaux

**UI** : Unité Internationale

**UV** : Ultra Violet

<b>Tableau I.1</b> : Principales classes des flavonoïdes.....	14
<b>Tableau I.2</b> : Macronutriments et micronutriments.....	19
<b>Tableau II.1</b> : Les réactifs utilisés lors des expériences.....	30
<b>Tableau III.1</b> : Les absorbances correspondantes aux étalons d'acide gallique.....	47
<b>Tableaux.III.2.</b> Teneur en polyphénols totaux en mg AG/gMS des extrais des plantes obtenu par décoction.....	49
<b>Tableau III.3</b> : Teneurs en flavonoïdes totaux en (mEQ/gMS) des extrais de plantes obtenus par décoction.....	52
<b>Tableau III.4</b> : Résultats de l'attribution des pics relevés sur les diffractogrammes (DRX) pour l'identification des compositions minérales les significatives des différentes plantes étudiées.....	62
<b>Tableau III.5</b> : Teneur des plantes en métaux ( $\mu\text{g}$ métal/g matière sèche).....	64
<b>Tableau III.6</b> : Coefficients de corrélation entre les métaux.....	65

Liste des figures

<b>Figure I.1 :</b> Basilic <i>Ocimum basilicum L.</i> .....	06
<b>Figure I.2:</b> Fenouil <i>Foeniculum Vulgare Mill.</i> .....	06
<b>Figure I.3:</b> Persil <i>Petroselinum crispum mill.</i> .....	07
<b>Figure I.4:</b> Menthe vert <i>M. spicata L.</i> .....	07
<b>Figure I.5:</b> Thym <i>Thymus vulgari.</i> .....	08
<b>Figure I.6:</b> Origan <i>Origanum vulgari.</i> .....	09
<b>Figure I.7:</b> Laurier <i>L. nobilis.</i> .....	10
<b>Figure I.8:</b> Anis vert <i>Pimpinella anisum.</i> .....	11
<b>Figure I.9:</b> Ciboulette <i>Allium schoenoprasum L.</i> .....	12
<b>Figure I.10:</b> Structure de noyau phénol.....	12
<b>Figure I.11:</b> Squelette de base des flavonoïdes et numérotation adoptée.....	13
<b>Figure I.12:</b> Schéma de principe d'un spectrophotomètre UV-visible.....	22
<b>Figure I.13:</b> Schéma du principe de la diffraction des rayons X par les plans réticulaire.....	26
<b>Figure I.14 :</b> Photographie du diffractomètre X Pert PRO (Université A MIRA.BEJAIA)....	26
<b>Figure II.1:</b> Spectrophotomètre UV-visible.....	36
<b>Figure II.2:</b> Spectroscopie IR.....	37
<b>Figure II.3:</b> Spectrométrie d'émission par plasma à couplage inductif.....	38
<b>Figure III.1 :</b> Spectres d'absorption UV-Visible des extraits du thym de différentes marques sous forme de (a) poudre, broyé (b) feuille.....	39
<b>Figure III.2 :</b> Spectres d'absorption UV-Visible des extraits de l'anis vert de différentes marques sous forme de (a) grain (b) broyé.....	40
<b>Figure III.3 :</b> Spectre d'absorption UV-visible des extraits de basilic de différentes marques sous forme (a) broyé (b) feuille.....	41
<b>Figure III.4 :</b> Spectre d'absorption UV-visible des extraits de persil de différentes marques sous forme (a) feuille (b) broyé.....	42
<b>Figure III.5 :</b> Spectre d'absorption UV-visible des extraits de laurier de différentes marques sous forme de feuille, broyé et poudre.....	43

<b>Figure III.6 :</b> Spectre d'absorption UV-visible des extraits de fenouil de la marque tachefine de différentes formes.....	44
<b>Figure III.7 :</b> Spectre UV- visible des extraits de la menthe de différentes marques et formes (feuille et broyée) de la marque tachefine.....	45
<b>Figure III.8 :</b> Spectre UV- visible des extraits de l'origan de différentes marques et formes (feuille et broyée) de la marque tachefine.....	46
<b>Figure III.9 :</b> Spectre UV- visible des extraits de la ciboulette de différentes formes (feuille et broyée) de la marque tchico.....	46
<b>Figure III.10 :</b> Courbe d'étalonnage des polyphénols totaux.....	48
<b>Figure III.11 :</b> Teneur en polyphénols totaux en mg AG/gMSdes extrais des plantes obtenus par infusion.....	49
<b>Figure III.12 :</b> Courbe d'étalonnage des flavonoïdes totaux.....	51
<b>Figure III.13 :</b> Teneurs en flavonoïdes totaux en (mEQ/gMS) des extraits de plantes obtenus par infusion.....	52
<b>Figure III.14 :</b> Cinétique de la décoction de la menthe.....	53
<b>Figure III.15:</b> Cinétique de la décoction de thym.....	54
<b>Figure III.16 :</b> Teneur en polyphénol des extraits de la menthe obtenus par la cinétique de la décoction.....	55
<b>Figure III.17 :</b> Teneur en polyphénol des extraits de thym obtenu par la cinétique de la décoction.....	56
<b>Figure III.18 :</b> Teneur en flavonoïdes des extraits de la menthe obtenu par la cinétique de la décoction.....	56
<b>Figure III.19:</b> Teneurs en FVT en mg EQ/g MS des liqueurs de thym obtenu par la cinétique de la décoction.....	57
<b>Figure.20 :</b> Spectre IR de la poudre de l'anis vert de différentes marques tachefine ,tchico et délicea.....	58
<b>Figure III.21:</b> Spectre IR de la poudre de thym de différentes marques tachefine ,tchico et délicea.....	58

<b>Figure III.22 :</b> Spectres IR de la poudre de persil de différentes marques (Tchico et Délicea).	59
<b>Figure III.23 :</b> Spectre IR de la poudre des plantes (fenouil, menthe, laurier et origan) de différentes marques Tachefine, et Délicea.....	59
<b>Figure III.24:</b> Diffractogramme DRX des plantes étudiées.....	63
<b>Figure III.25 :</b> Projection des spectres UV- visible des extraits de plantes obtenus par infusion sur le plan PC1.....	67
<b>Figure III.26:</b> Dendrogramme de l'analyse cluster UV-visible.....	68
<b>Figure III.27 :</b> Projection des spectres IR sur le plan PC.....	69
<b>Figure III.28 :</b> Dendrogramme de l'analyse cluster d'IR.....	70

---

## SOMMAIRE

**Liste des abréviations**

**Liste des tableaux**

**Liste des figures**

**Introduction**

### **Chapitre I : Synthèse bibliographique**

I.1. Généralités sur les herbes aromatiques.....	03
I.1.1. Historique.....	03
I.1.2. Herbes aromatiques.....	03
I.1.3. Description des plantes aromatiques étudiées.....	05
I.2. Composés phénoliques.....	12
I.2.2. Principales classes des composés phénoliques.....	13
I.2.3. Rôles et intérêts des composés phénoliques.....	15
I.2.4. Propriétés antioxydantes des polyphénols.....	16
I.3. Méthodes d'extraction.....	17
I.3.1. Extraction solide-liquide.....	17
I.3.2. Méthodes traditionnelles utilisés dans l'extraction solide-liquide.....	17
I.4. Métaux.....	18
I.5. Techniques d'analyses.....	20
I.5.1. Spectrophotométrie UV-Visible.....	20
I.5.2. Spectroscopie Infrarouge (IR).....	23
I.5.3. Spectrophotométrie d'émission par plasma à couplage inductif ICP.....	24
I.5.4. Caractérisation par la diffraction des rayons X (DRX).....	24
I.6. Méthodes Chimiométriques.....	26

---

## Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1. Matériel végétal.....	28
II.1.1. Matériel végétal utilisé.....	28
II.1.2. Matériels et réactifs.....	29
II.1.3. Appareillage et logiciels utilisés.....	29
II.1.4. Réactifs.....	30
II.1.5. Eaux utilisées.....	30
II.1.6. Séchage.....	30
II.1.7. Broyage.....	31
II.1.8. Préparation des solutions.....	31
II.2. Techniques d'extraction.....	32
II.2.1. Liqueurs des substances étudiées.....	32
II.2.2. Cinétique de l'extraction par décoction.....	32
II.3. Dosage des polyphénols totaux et flavonoïdes.....	33
II.3.1. Dosage des polyphénols.....	33
II.3.2. Dosage des flavonoïdes.....	35
II.4. Techniques d'analyse.....	36
II.4.1. Analyse par Spectrophotométrie UV-Visible.....	36
II.4.2. Analyse par la spectroscopie IR.....	37
II.4.3. Analyse spectrométrie d'émission à plasma à couplage inductif.....	37
II.5. Méthodes chimiométriques.....	38
II.5.1. Analyse en composantes principales.....	38
II.5.2. Analyse hiérarchique cluster.....	38

## Chapitre III : Résultats et discussions

III.1 Analyse UV-Visible.....	39
III.1.1 Spectres d'absorption UV-Visible des liqueurs des plantes de différentes marques obtenues par infusion.....	39
III.1.2. Dosage des polyphénols.....	47
III.1.3. Dosage des flavonoïdes totaux.....	50
III.1.4 : Cinétique de l'extraction par décoction.....	52
III.2. Analyse par spectrophotométrie infrarouge (IR).....	57
III.3. Analyse par diffraction par rayons X.....	59
III.4. Analyse par spectrométrie d'émission par plasma à couplage inductif (ICP).....	63
III.5. Méthodes chimiométriques.....	65
III.5.1. Analyse en composantes principales des extraits des spectres UV- visible obtenus par infusion.....	65
III.5.2. Analyse cluster des spectres UV-visible obtenus par infusion.....	66
III.5.3. Analyse en composante principale des spectres infrarouges IR.....	67
III.5.4. Analyse Cluster des spectres infrarouges IR.....	68

### Introduction générale

Les herbes aromatiques sont utilisées pour relever le goût naturel des aliments et des mets cuisinés, stimuler l'appétit, favoriser la digestion, conserver certains produits. Certaines herbes ont des propriétés médicinales connues et utilisées depuis l'antiquité, comme antalgique, anti inflammatoire, stimuler la digestion, lutter contre les signes de dépression légère et traiter d'autres maladies.

Les herbes aromatiques sont commercialisées sous plusieurs formes, grain et poudre (feuille et poudre). Nous avons étudié les herbes aromatiques suivantes : anis vert, basilic, ciboulette, fenouil, menthe, origan, laurier, thym, persil des marques disponibles sur le marché local. Ces marques sont : **TACHFINE, TCHICO, DELICEA.**

Les phénoliques, sont des molécules spécifiques du règne végétal et qui appartiennent à leur métabolisme secondaire. On les trouve dans les plantes, depuis les racines jusqu'aux fruits, cependant ces substances jouent un rôle majeur dans les interactions de la plante avec son environnement, contribuant ainsi à la survie de l'organisme dans son écosystème [1]. Ces substances possèdent un ensemble de propriétés importantes. Leur étude devient de plus en plus un outil dans des recherches de physiologie, de biologie, de botanique et également de technologie alimentaire [2].

L'objectif de notre travail est de comparer entre les différentes herbes aromatiques étudiées, et les différentes formes et marques d'une même herbe aromatique pour éventuellement déterminer la qualité de ces produits et détecter les cas de contamination.

Nous avons utilisé deux types d'extraction avec de l'eau distillée : L'infusion et la décoction. Nous avons tracé les spectres UV- visible des extraits et effectué les dosages des polyphénols totaux et des flavonoïdes. Nous avons utilisé deux méthodes chimométriques : l'analyse en composantes principales (ACP) et l'analyse par regroupement (Cluster) sur les données spectrales pour étudier les similitudes et les différences entre les échantillons étudiés.

Nous avons fait l'analyse IR des herbes étudiées sous forme poudre. Les données spectrales obtenues sont traitées par l'ACP et l'analyse Cluster.

Nous avons aussi fait les analyses DRX et ICP-AES après traitement des échantillons (calcination au four et minéralisation à l'eau régale) pour quantifier les teneurs en éléments métalliques dans ces herbes. Les résultats obtenus sont traités pour déterminer les corrélations entre les teneurs de ces métaux.

Ce manuscrit comporte trois chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique qui comporte des généralités sur les herbes aromatiques: leurs domaines d'utilisations, les composés phénoliques et les métaux. Les méthodes d'extraction, les techniques d'analyse et les méthodes chimiométriques utilisées.
- Le deuxième chapitre concerne le matériel et les méthodes utilisées.
- Le troisième chapitre présente les résultats et leurs interprétations. Nous terminons ce travail par une conclusion générale.

## Chapitre I : synthèse bibliographique

### I.1. Généralités sur les herbes aromatiques

#### I.1.1. Historique

Depuis toujours l'homme utilise des herbes avant même de savoir chasser nos plus lointains ancêtres recouraient à elle pour se nourrir ou se soigner ; elles relevaient la saveur d'une alimentation à base des céréales, puis ont servi à conserver viandes et poissons. Les plantes occupaient une place importante dans les rites religieux et les fêtes, et elles étaient à l'origine de nombre de superstitions.

Le premier témoignage de l'utilisation des herbes figure sur un papyrus égyptien datée d'environ 2000 J.-C., qui mentionne l'existence de docteurs en herbes c'est une caractéristique commune à toutes les anciennes civilisations. Ainsi, en Inde et en Chine la médecine faisait amplement appel aux herbes.

Aujourd'hui, encore guérisseurs et praticiens adeptes d'une médecine holistique prescrivent d'ancienne médication à base de plantes. Les travaux des philosophes et physiciens de la Grèce antique – comme Hippocrate aux III<sup>e</sup> siècles avant J.-C., dans son herbier *De materia medica* et Dioscoride en l'an 60 après J.-C. – analysaient des centaines d'herbes d'un point de vue botanique et médicinal [3].

#### I.1.2. Herbes aromatique

##### I.1.2.1. Définition

Selon le Larousse gastronomique, les herbes sont le « nom générique donné à diverses plantes potagères à feuilles vertes ainsi qu'à des aromates ». Les « herbes d'assaisonnement, appelées aussi fournitures à salade, englobent les fines herbes et les plantes aromatiques herbacées » [4].

##### I.1.2.2. Différents type de plantes

Il est important de différencier l'usage des plantes spontanées et cultivées actuellement, car on observe une certaine confusion. On peut distinguer en particulier : [5].

- Les plantes alimentaires à grandes cultures et spontanées ;
- Les plantes condimentaires (estragon, persil, cerfeuil, ciboulette, ail) ;
- Les plantes à boisson (fenouil, anis vert, badiane, gentiane jaune, myrtille, camomille)
- Les épices ;
- les plantes à parfum (rose de mai, violette, lavande, jasmin, sauge, basilic, thym, romarin, marjolaine, coriandre, origan) ;
- Les plantes médicinales à grandes cultures (pavot œillette, digital laineuse) et spontanées ;
- Les plantes à tisanes et Infusettes: (menthe, camomille, mélisse, sauge, fleur d'oranger) ;
- Les plantes forestières à grandes cultures et spontanées ;
- Les plantes ornementales.

### **I.1.2.3. Domaine d'utilisation des plantes aromatiques**

Les plantes aromatiques connues par leurs propriétés biologiques intéressantes sont utilisées dans divers domaines à savoir [6] :

#### ➤ **Utilisation en alimentation**

Sont utilisées quotidiennement dans les préparations culinaires (ail, laurier, thym), elles sont également très prisées dans la liquoristerie (boissons anisées) et en confiserie (bonbons, chocolats) leur pouvoir antioxydants permet de conservé les aliments en évitant les moisissures.

#### ➤ **Utilisation en pharmacie**

Les essences issus des plantes sont utilisées e grandes partie dans la préparation d'infusion (menthe, verveine, thym...) et sous la forme de préparation galénique .plus de 40% de médicaments sont a base de composants actifs de plantes ;

De même, elles permettent par leurs propretés aromatiques de masquer l'odeur désagréables de médicaments absorbées par vois orale.

#### ➤ **Utilisation en cosmétologie et parfumerie**

Des produits de beauté, parfums et articles de toilette, produits d'hygiène...etc.

➤ **Utilisation en agriculture**

Les huiles de quelques arbres comme l'arbre *azadirachtaindica* ont des utilisations dans l'agriculture dans le contrôle de divers insectes et nématodes [7].

#### I.1.2.4. Différentes sorte de conditionnement de plantes aromatique

- **Plantes aromatiques fraîches:** elles sont utilisées pour la cuisine, à usage thérapeutique ou pour les cosmétiques. Elles conservent toutes leur saveur et leur parfum, on les trouve sur les marchés et les épiceries fines. Pour les fines herbes au niveau culinaire la congélation ne pose pas de problème.
- **Plantes aromatiques séchées:** Elles perdent une partie de leurs huiles essentielles volatiles mais restent utilisables environ un an si elles sont conservées à l'abri de l'humidité, de la lumière et de la chaleur. On les trouve dans les épiceries, les magasins de produits naturels et diététiques, les pharmacies spécialisées.
- **Plantes aromatiques en poudre:** Idéal pour le poivre, piment, gingembre, pour ce qui est culinaire. Quant à un usage thérapeutique elles sont préférées en gélules afin d'éviter l'évaporation des principes aromatiques [8].

### I.1.3. Description des plantes aromatiques étudiées

#### I.1.3.1. Basilic (*Ocimum basilicum L*)

Le basilic (*ocimum basilisium L*) est une plante à haute valeur ajoutée car utilisée en cuisine pour son arôme et en médecine traditionnelle pour ses propriétés digestive, diurétiques, antispasmodiques et antiseptiques. Plante herbacée annuelle regroupées en épis pouvant atteindre 60cm de hauteur, (**figure I.1**) possédant de glandes sous épidermique Aromatique. Les fleurs sont petites et regroupées en épis à l'extrémité des rameaux et à l'aisselle des feuilles. Les différentes variétés de basilic se distinguent par leur couleurs, formes, tailles et leur parfums [9].



**Figure I.1** : basilic *Ocimum basilicum L*

### **I.1.3.2. Fenouil (*Foeniculum Vulgare Mill*)**

. Le fenouil est une plante bisannuelle atteint 2 m de hauteur originaire du bassin méditerranéen. Les feuilles filiformes, divisées en lanières étroites et allongées à goût aromatique, les fleurs sont jaunes réunies en ombelles au bout des tiges, elles donnent des graines vertes allongées (**figure I.2**), très parfumées qui représentent la partie consommée comme épice.

. La composition chimique des graine en g/100g est estimée à 15.80 de protéines, 14.87 de lipides totales, 52.29 de carbohydrates, 39.8 de fibre, 0.001 de Ca<sup>++</sup>, 0.021 de vitamine C, 135 en UI de vitamine A, 0.48 d'acides gras saturés et 11.6 d'acides gras insaturés [10].



**Figure I. 2** : Fenouil (*Foeniculum Vulgare Mill*)

### **I.3.3. Persil (*petroselinum crispum mill.*)**

Le persil est une plante bisannuelle fragile, à racine pivotante. Ses tiges sont cylindrique finement striés dans le sens de la longueur et très divisées. Les inférieurs pétiolés sont bipalmatiséqués, à bords dentelés et entier (**figure I.3**).

Ses fleurs blanches verdâtre sont réunies en ombelles à 2-12 rayons. Son fruit, gris verdâtre à gris brun est un diakène côtelé [11].



**Figure I. 3 :** Persil (*petroselinum crispum mill.*)

#### **I.1.3.4 Menthe verte (*M. spicata* L)**

La menthe verte est une plante aromatique vivace stolonifère. Les feuilles sont d'un vert foncé, les plus jeunes sont d'un vert clair brillant. Elles sont sessiles, ovale (**figure I. 4**).

Les inflorescences sont des épis allongés, de couleur blanche ou pourpre. Les étamines sont plus longues que la corolle et écartées entre elles. La menthe verte est très commune en Afrique du nord [12].



**Figure I 4:** Menthe vert (*M. spicata* L)

#### ➤ **Principales propriétés**

- À la fois rafraîchissante, tonifiante et stimulante, elle est idéale en cas de fatigue ;
- Elle a de puissantes vertus antibactériennes, et des propriétés antidouleur [13].

### I.1.3.5. Thym (*Thymus vulgaris*, Lamiacées)

**Origine du nom :** le nom thym proviendrait aussi bien du latin que du grec *Thymus* : «parfumer» (latin) *Thymus* : «courage» (grec).

*Thymus vulgaris*, est un sous arbrisseau, vivace, touffu et très aromatique de 7-30 cm de hauteur, d'un aspect grisâtre ou vert grisâtre.

Ses tiges ligneuses à la base, herbacées supérieurement sont presque cylindriques, ces tiges ligneuses et très rameuses sont regroupées en touffe ou en buisson très dense. Ses feuilles sont très petites, ovales, à bord roulés en dessous à nervures latérales distinctes, au pétiole extrêmement court et blanchâtres à leur face inférieure. Ses fleurs sont presque roses ou presque blanches, font de 4 à 6 mm de longueur (**figure I. 5**), sont pédicellées et réunies ordinairement au nombre de trois à l'aisselle des feuilles supérieures. Le limbe du calice est bilabié, un peu bossu. La corolle de taille variable, un peu plus longue que le calice mais la partie tubulaire de la corolle ne dépasse pas celle du calice, les étamines sont incluses. La période de la floraison commence en mai-début de juin [14].



**Figure I.5 :** *Thymus vulgaris*

#### ➤ Principales propriétés

- Assaisonnement des aliments et des boissons ;
- Antiseptique, désinfectant dermique et un spasmolytique bronchique dont il est Indiqué pour traiter les infections des voies respiratoires supérieures ;
- Propriétés antioxydantes (le thym est utilisé comme un conservateur afin de prolonger la durée de conservation des poissons durant leur stockage).

➤ **Principaux composés chimique de la plante**

- **Les acides phénoliques** : acide caféïque, acide rosmarinique.
- **Les flavonoïdes** : hespéridine, eriotrécine, narirutine, lutéoline.
- **Les polyphénols** : tanin [14].

### I.1.3.6 Origan « *Origanum vulgare* »

L'origan est une plante herbacée pousse dans un terrain montagneux inaccessible de la région sud-méditerranéenne, mais on la trouve aussi en Asie centrale et Europe.

Plante vivace de 30-80 cm de hauteur (**figure I.6**) poilue, souvent rougeâtre, aromatique. Elle possède une tige dressée, rameuse, avec des feuilles pétiolées, ovales ou elliptiques, vaguement denticulées ou entières. Ses fleurs roses, subsessiles, en épis ovoïdes subtétragones agglomérés au sommet des rameaux et formant une panicule [15].



**Figure I.6 :** *Origanum vulgare*

➤ **Principaux composés chimiques de la plante**

- **Phénols** (60 à 70%), Huile essentielle à carvacrol majoritaire,
- **Mono terpènes** (25 à 30%) (Terpinène), Monoterpénols (5 à 10%), Tanins.
- **Flavonoïdes** : hétérosides de lutéoline, naringénine, Acides phénoliques [15].

### I.1.3.7 Laurier

Le laurier sauce (*L. nobilis*) est un arbre pouvant atteindre 15 m de haut. Son écorce est lisse et noire et son feuillage est persistant (**figure I.7**).

Les feuilles sont alternes, allongées, lancéolées ayant 10 cm de long sur 3 à 5 cm de large. Elles sont courtement pétiolées. Le limbe est coriace, glabre et entier. Les feuilles sont d'un vert foncé et luisant, à leur partie supérieure, et pâles à leur partie inférieure. Les inflorescences sont des ombelles axillaires blanc jaunâtres [12].



**Figure I.7:** Rameaux et feuilles de *L. nobilis*

➤ **Principales propriétés**

- En infusion, il aide à digérer. Mais attention pris en début de repas, il a plutôt tendance à couper l'appétit.
- C'est un excellent antiseptique, antiviral et antibactérien. Utile en cas de rhume, de grippe ou pour toute autre infection.
- Il soulage les rhumatismes et toutes les douleurs articulaires ou musculaires [13].

#### **I.1.3.8 Anis vert : (*pimpinella anisum*)**

L'anis vert est une plante herbacée cultivée comme plante condimentaire pour ses feuilles et ses graines aromatiques, il est originaire du pourtour méditerranéen et d'Afrique du Nord, elle s'est largement répandue par la culture dans les régions tempérées. Cette petite ombellifère annuelle de 30 à 40 cm de hauteur, porte des tiges dressées creuses, et des fleurs jaunes en ombelles (**Figure I.8**) qui donneront ces graines grises vertes et aromatiques représentant la partie utilisée comme épice.

La composition chimique de ces graines en g/100g est estimé à 17.60 de protéines, 15.90 de lipides totales, 50.02 de carbohydrates, 14.60 de fibre, 0.646 de Ca<sup>++</sup>, 0.021 de vitamine C, 311 en IU de vitamine A, 0.586 d'acides gras saturés et 9.99 d'acides gras insaturés [10].



**Figure I.8 :** Pimpinella anisum

### **I.1.3.9. Ciboulette (*Allium schoenoprasum* L)**

Membre de la famille des oignons et cultivée à partir de bulbes, la ciboulette vient du nord de l'Europe ou elle pousse parfois à l'état sauvage on en trouve aussi dans les régions tempérées d'Amérique du Nord.

Elle pousse en bouquets, ses feuilles circulaires et creuses comme de l'herbe peuvent atteindre 23cm. Les tiges sont fermes droites et comme les feuilles d'un vert foncé (**figure I.9**) .les fleurs qui éclosent au mieux de l'été forme des inflorescences rondes d'un mauve profond ou rose et servent souvent en décoration. [3].



**Figure I.9 :** Ciboulette *Allium schoenoprasum* L

## **I.2. Composés phénoliques**

### **I.2.1. Définition et structure**

Les Polyphénols, dénommés aussi composés phénoliques, sont des molécules spécifiques du règne végétal et qui appartiennent à leur métabolisme secondaire. On les trouve dans les plantes, depuis les racines jusqu'aux fruits.

Leurs fonctions ne sont pas strictement indispensables à la vie du végétal, cependant ces substances jouent un rôle majeur dans les interactions de la plante avec son environnement, contribuant ainsi à la survie de l'organisme dans son écosystème. Le terme « phénol » englobe approximativement 10000 composés naturels identifiés.

L'élément structural fondamental qui les caractérise est la présence d'au moins un noyau phénolique à 6 carbones (**Figure I.9**), auquel est directement lié au moins un groupe hydroxyle (OH) libre ou engagé dans une autre fonction : éther, ester ou hétéroside. [1]



**Figure1.10** : structure de noyau phénol

## I.2.2. Principales classes des composés phénoliques

### I.2.2.1 Polyphénols simples

#### a) Acides phénoliques

On distingue deux classes d'acides phénoliques : les dérivés de l'acide benzoïque ou hydroxybenzoïques et dérivés de l'acide cinnamique ou hydroxycinnamique [1].

##### ➤ Acides hydroxybenzoïques [14]

- Ont une structure générale de base de type (C6-C1) ;
- Existent souvent sous forme d'esters ou de glycosides ;
- Les acides hydroxybenzoïques les plus abondants sont : acide vanillique, gallique, syringique, salicylique et gentsique.

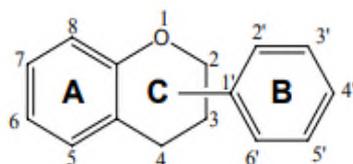
##### ➤ Acide hydroxycinnamique [14]

- Ont une structure générale de base de type (C6-C3) ;
- Existent souvent sous forme combinée avec des molécules organiques ;
- Les principaux acides hydroxycinnamiques sont : Acide sinapique, caféique, férulique.

#### b) Flavonoïdes

##### ➤ Définition et structures

Les flavonoïdes sont des molécules très répandues dans le règne végétal. Ils font partie de la classe des Polyphénols, principaux métabolites secondaires des plantes. Les flavonoïdes ont une origine biosynthétique commune et, de ce fait, présentent le même élément structural de base (sauf exceptions : chalcones, aurones, isoflavones), à savoir quinze atomes de carbone constitués de deux cycles en C6 (A et B) reliés par une chaîne en C3 (noyau 2-phényl-1-benzopyrane) (**figure I.11**) [16].



**Figure I.11** : Squelette de base des flavonoïdes et numérotation adoptée

### ➤ Principales classes

Il existe plusieurs classes de flavonoïdes, dont les principales sont représentées dans (**tableau I.1**) [16].

**Tableau I.1** : Principales classes des flavonoïdes

Famille	Molécules principales	Distribution
Flavone	apigénine, lutéoline, chrysin	herbes aromatiques (persil, romarin, thym) ; pomme, céleri
Flavanone	hespéritine, naringine, taxifoline	citrus et agrumes
Flavonol	quercitrine, et kaempférol	pamplemousse, radi, brocoli, oignon, laitue, vin rouge, raisin, olive, thé noir
flavan-3-ols	(+)-catéchine, (-)-epicatéchine	thé vert et noir, vin rouge
Isoflavones	genisteine et daidzeine	légumineuses (soja, haricots noirs et pois chiches verts) et les graines de tournesol
Anthocyanes	cyanidine, pelargonidine	fruits et légumes rouges et violets

**c) Alcools phénoliques**

Un alcool phénolique est un composé organique possédant au moins un alcool aliphatique et un hydroxyle phénolique. Le tyrosol et hydroxytyrosol sont les principales molécules de cette classe. [1].

**I.2.2.2. Polyphénols complexes (tanins)**

Les tanins représentent une classe très importante de polyphénols localisés dans les vacuoles. Historiquement, le terme « tanin » regroupe des composés polyphénoliques caractérisés par leurs propriétés de combinaison aux protéines, d'où leur capacité à tanner le cuir. Sur le plan structural, les tanins sont divisés en deux groupes, tanins hydrolysables et tanins condensés [1].

**I.2.3. Rôles et intérêts des composés phénoliques**

Les composés phénoliques possèdent un ensemble de propriétés importantes. Leur étude devient de plus en plus un outil dans des recherches de physiologie, de biologie, de botanique et également de technologie alimentaire. [2].

**➤ Chez les végétaux**

Les composés phénolique peuvent intervenir dans:

Les interactions des plantes avec leur environnement biologique et physique (relations avec les bactéries, les champignons, les insectes, résistance aux UV). Soit directement dans la nature soit lors de la conservation après récolte de certains végétaux;

Les critères de qualité (couleur, astringence, amertume, qualités nutritionnelles...) qui orientent le choix de l'homme dans la consommation des organes végétaux (fruits, légumes, tubercules...) et des produits qui en dérivent de leur transformation;

Une des fonctions majeures des flavonoïdes est de contribuer à la couleur des plantes notamment celle des fleurs : comme les anthocyanes qui constituent un groupe de pigments responsables de la couleur rouge, bleue ou violette de très nombreuses fleurs ou feuilles. Or, c'est par la couleur de ses fleurs que la plante exerce un effet attracteur sur les insectes et les oiseaux pollinisateurs, assurant ainsi une étape fondamentale de sa reproduction.

Il est également à noter que les flavonoïdes, en repoussant certains insectes par leur goût désagréable, peuvent jouer un rôle dans la protection des plantes. Certains d'entre eux jouent un rôle de phytoalexines. D'autre part, les composés phénoliques possèdent souvent une activité antimicrobienne.

### ➤ **Chez l'Homme**

Le rôle des composés phénoliques est largement démontré dans la protection contre certaines maladies en raison de leur interaction possible avec de nombreuses enzymes et de leurs propriétés antioxydantes .

Plusieurs propriétés sont attribuées aux : flavonoïdes: veinotonique, antitumorale, antiradicalaire, anti-inflammatoire, analgésique, antiallergique, antispasmodique, antibactérienne et hépatoprotectrice.

Les flavonoïdes favorisent la relaxation vasculaire et empêchent l'agglutinement des plaquettes sanguines. Par conséquent, ils réduisent la coagulation du sang et le rendent plus fluide. Ils limitent l'oxydation des lipides sanguins et contribuent à la lutte contre les plaques d'athérome. Ils sont aussi anxiolytiques et protègent les artères contre l'athérosclérose et réduisent la thrombos.

### ➤ **Dans l'industrie**

Certains composés phénoliques sont impliqués dans les qualités organoleptiques des produits, d'où l'amertume particulièrement forte de certains aliments.

Substances amères, astringentes ou sucrées, les polyphénols sont des aromatisants de choix (tanins, vanilline, anisaldéhyde...). L'astringence et l'amertume des nourritures et des boissons dépendent de la teneur en polyphénols, l'astringence est liée à la polymérisation des tanins puisque la diminution de l'astringence dans les fruits lors de leur maturation est due à une augmentation de la polymérisation des tanins ;

Dans l'industrie des colorants, on trouve le E163 qui représente les anthocyanes, utilisés comme colorant alimentaire, ils apportent des teintes allant du rouge violacé au rouge cerise et sont utilisables dans une gamme de pH allant de 3.5 à 5.5.

## II.2.4. Propriétés antioxydantes des polyphénols

L'intérêt des polyphénols réside dans leurs propriétés antioxydantes, ils sont capables de piéger les radicaux libres générés en permanence par notre organisme ou formés par notre environnement [2].

- **Propriétés antioxydantes des acides phénoliques**

Les acides phénoliques possèdent un pouvoir antioxydant important, ils neutralisent les radicaux libres qui endommagent les cellules, ce qui à pour effet de renforcer les défenses immunitaires [2].

## I.3. Méthodes d'extraction

### I.3.1. Extraction solide-liquide

#### I.3.1.1. Définition

L'extraction solide-liquide est l'opération fondamentale qui à pour but d'extraire, de séparer, de dissoudre soit par immersion soit par percolation d'un liquide, un ou plusieurs composants (liquide ou solide) mélangés à un solide. C'est une opération de transfert ou d'échange de matière entre une phase solide, qui contient la matière à extraire et une phase liquide, le solvant d'extraction.

La complexité de la structure et la variabilité (avec les saisons, les récoltes, . . .) de la matière végétale ainsi que la large variété des composés à extraire (différents poids moléculaires, polarité, lien avec la structure, . . .) ont conduit à l'apparition d'une grande variété de technologies d'extraction. Les cas les plus simples correspondent à la décoction, l'infusion et la macération [17].

- ✓ **Avantage d'extraction solide-liquide**

- Rapidité de l'opération d'extraction (pas de longue agitation et la séparation des phases s'effectuent par simple filtration) ;
- Plus de sélectivité par le large choix des phases solides (résines) et d'extractants ;
- Plus économique (faible consommation de solvants) ;

Régénération de la phase solide par un simple lavage adéquat [18].

**I.3.2. Méthodes traditionnelles utilisés dans l'extraction solide liquide [19]****I.3.2.1. Décoction**

La décoction est une méthode d'extraction des principes actifs d'une préparation généralement végétale par dissolution dans un solvant approprié (généralement l'eau), ce qui suppose que ces substances ne soient pas thermolabiles. Elle s'applique généralement aux parties les plus dures des plantes : racines, graines, écorce, bois.

La décoction est utilisée en herboristerie, en teinture, en brasserie et en cuisine. Le terme désigne également les préparations obtenues par cette méthode, généralement des tisanes. La décoction consiste à chauffer l'élément avec de l'eau, jusqu'à ce que cette dernière soit bouillante, pour en extraire les principes actifs.

Plusieurs plantes, feuilles, fleurs, racines etc... trouvées en herboristerie pour leur vertus thérapeutiques s'utilisent, entre autres, sous forme de décoctions.

**I.3.2.2. Infusion**

L'infusion est une méthode d'extraction des principes actifs ou des arômes d'un végétal par dissolution dans un liquide initialement bouillant que l'on laisse refroidir. Le terme désigne aussi les boissons préparées par cette méthode, comme les tisanes, le thé par exemple. Le solvant n'est pas nécessairement de l'eau, cela peut être également une huile ou un alcool

**I.3.2.3. Macération**

La macération consiste à laisser tremper une plante sèche dans un solvant approprié pendant plusieurs heures, jours, voire semaines. L'intérêt de la macération est généralement la conservation des principes actifs durant le procédé.

**I.4. Métaux**

Les épices et les herbes jouent un rôle important en tant qu'aromatisants, colorants et également en tant que composés bioactifs en médecine et cosmétiques. La présence de contaminants comme les métaux lourds dans les condiments ont été surveillé afin de contrôler leur qualité, la conformité au marché, et la sécurité à la santé de l'homme [20].

Les herbes dépendent essentiellement des minéraux et nutriments, qui viennent naturellement. Lorsqu'ils sont présents dans une forme soluble, ils peuvent être absorbés par les racines, les feuilles et autres organes comme ils peuvent être apportés par l'homme sous forme de fertilisants chimiques. Le contenu en ces éléments varie en fonction de la biologie, géographie, origine étant ainsi descriptives comme des empreintes digitales spécifiques du sol Les conditions de croissance et la fabrication industrielle.

Les sels minéraux essentiels aux plantes sont divisés en deux catégories représentés dans le tableau ci-dessous (**Tableau I.2**) [21].

**Tableau I.2** : Macronutriments et micronutriments

<b>Macronutriments</b>	<b>Micronutriments</b>
Azote ( <b>N</b> )	Fer ( <b>Fe</b> )
Potassium ( <b>K</b> )	Manganèse ( <b>Mn</b> )
Phosphore ( <b>P</b> )	Cuivre ( <b>Cu</b> )
Magnésium ( <b>Mg</b> )	Molybdène ( <b>MO</b> )
Calcium ( <b>Ca</b> )	Bore ( <b>B</b> )
Soufre ( <b>S</b> )	Chlore ( <b>Cl</b> )

Tous ces éléments ont un rôle important à jouer dans la plante. Nous traiterons trois éléments majeurs l'azote, le phosphore, le potassium, et quelques micro-éléments, notamment le fer et le zinc [21].

- **L'azote (N)**

Élément indispensable à l'alimentation des plantes, au même titre que les autres ions, il revêt, néanmoins, une importance particulière compte tenu de son implication dans la constitution des protéines et de l'acide nucléique. Il provient majoritairement des résidus organiques.

- **Le phosphore**

Il ne représente qu'entre 0.2 à 1% du poids sec des plantes. Cependant, il s'agit d'un élément essentiel au métabolisme des cellules. Les plantes cultivées nécessitent des apports de phosphore sous forme d'engrais organiques.

- **Le potassium**

Il peut représenter jusqu'à 3 à 4% du poids sec d'un végétal. Il joue un rôle dans la synthèse et le stockage des glucides ainsi que dans le développement de l'appareil racinaire et dans la rigidité des tiges.

- **Le fer**

Les besoins en fer ( $\text{Fe}^{2+}$ ) des cultures sont de l'ordre de 30 à 60 kilogrammes par hectare par an. Il est abondant dans la nature mais très souvent sous une forme « chélatée » c'est-à-dire piégé par d'autres ions comme le calcium ( $\text{Ca}^{2+}$ ).

Il joue un rôle dans la biosynthèse de la chlorophylle et dans de nombreuses réactions d'oxydoréduction. Une abondance de calcium, entraîne une carence en fer, qui se caractérise par des chloroses, mais aussi par de forts ralentissements au niveau du développement de la plante.

### **Réglementation [20]**

Les concentrations maximales d'apport journalier sont strictement réglementées. Les concentrations de Pb (0,3 mg / kg) et Cd (0,2 mg / kg) dans les légumes à feuilles et les herbes fraîches sont régies par le règlement européen n° 1881/2006 (Commission Règlement, 2006). L'Organisation mondiale de la santé (OMS, 2007) sont moins restrictives: les limites admissibles pour les métaux lourds tels que As, Pb, Cd, Cr et Hg dans les médicaments à base de plantes sont 5,0 mg / kg, 0,10 mg / kg, 0,3 mg / kg, 2,0 mg / kg et 0,2 mg / kg, respectivement.

La prévention et le contrôle de contamination, en particulier pour le plomb, est très essentiel, comme indiqué par l'Autorité européenne de sécurité des aliments (EFSA, 2010). En comparaison, selon les règlements techniques du département américain d'Agriculture (2013) sur les LMR pour les mycotoxines et les métaux lourds dans les aliments.

Les limites de sécurité de la contamination en As, Cd, Pb, Hg dans les épices (à l'exclusion de la poudre de cari) sont de 5,0 mg / kg, 1,0 mg / kg, 2,0 mg / kg et 0,05 mg / kg. [20].

## **I.5. Techniques d'analyses**

### **I.5.1. Spectrophotométrie UV-Visible**

La spectroscopie d'absorption UV /Visible est l'une des méthodes d'analyse de la spectroscopie moléculaire les plus utilisées. Elle permet l'analyse structurale de certaines molécules et de nombreuses déterminations quantitatives. Elle est aussi une méthode très précieuse en chimie - physique pour l'étude des équilibres et des cinétiques en solution [22].

### a) Définition

La spectrophotométrie est une méthode analytique qui repose sur l'absorption de la lumière par les substances à analyser.

En effet, la lumière étant une onde correspondant à la vibration d'un champ électromagnétique et émettant des particules d'énergie lumineuses appelées photons. Cette vibration, en se propageant, décrit une courbe présentant un maximum et un minimum. La longueur d'onde caractéristique de l'onde électromagnétique est définie par la distance séparant deux maximums ou deux minimums successifs. On distingue ainsi :

- Les rayons  $\gamma$  (de 0.005 à 0.025 nm).
- Les rayons X (de 0.025 à 100 nm).
- Les rayons UV (de 100 à 400 nm).
- La lumière Visible (de 400 à 800 nm).
- Les rayons IR (de 800 à 3000 nm) [22].

Le principe de cette méthode est régi par la loi de Beer-Lambert

- **Loi de Beer-Lambert [23].**

La loi de Beer-Lambert sert à établir une relation entre l'absorbance, l'épaisseur de l'échantillon et la concentration des espèces absorbantes. Cette relation s'écrit :

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot c$$

Où :

**A** : Absorbance de la solution.

**L** : Epaisseur de la cuve (cm).

**c** : Concentration du composé en solution (mol/L)

**$\varepsilon$**  : . Coefficient d'extinction (mol<sup>-1</sup>.cm<sup>-1</sup>.L).

La loi de Beer-Lambert n'est vérifiée que si les conditions suivantes sont respectées

- La lumière utilisée doit être monochromatique ;
- Les concentrations doivent être faibles ;
- La solution ne doit être ni fluorescente ni hétérogène ;
- Le soluté ne doit pas donner lieu à des transformations photochimiques ;
- Le soluté ne doit pas donner des associations variables avec le solvant ;

### b) Principe

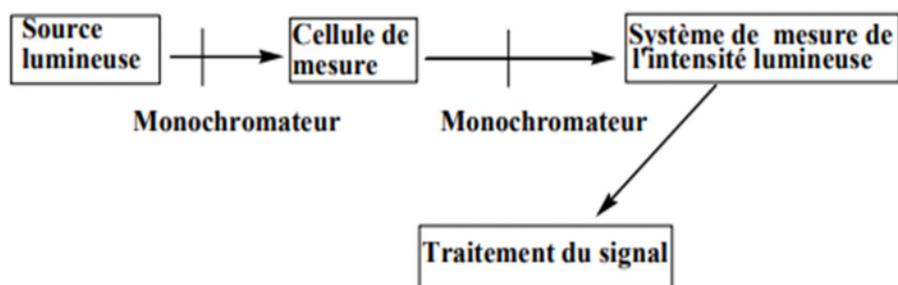
Le spectrophotomètre est un appareil permettant de mesurer l'absorbance d'une solution, pour différentes longueurs d'ondes. Pour cela, il fait passer un rayon d'une longueur d'onde choisie à travers une cuve contenant la solution à étudier. Les molécules de la solution absorbent plus ou moins le rayon lumineux, on définit alors l'absorbance pour cette longueur d'onde [23].

Les molécules qui présentent un spectre d'absorption UV/visible sont celles qui absorbent des photons dont l'énergie correspond à des longueurs d'onde se situant dans le domaine 190nm-800nm. Lorsque des molécules absorbent des photons de l'UV-Visible, l'énergie des électrons de valence augmentent. Le phénomène d'absorption dans le domaine UV-Visible est lié aux variations de l'énergie moléculaire de transitions électronique [22].

### c) Appareillage [22]

Un spectrophotomètre UV/Visible est constitué schématiquement (**Figure I.12**) :

- d'une source lumineuse ;
- d'une cellule de mesure ;
- d'un sélecteur de longueur d'onde ou monochromateur ;
- d'un système de mesure de l'intensité lumineuse ou détecteur ;
- d'un dispositif d'affichage et de traitement du signal.



**Figure I .12 :** Schéma de principe d'un spectrophotomètre UV-Visible

#### d) Applications [23]

La spectrophotométrie UV Visible est une méthode facile à mettre en œuvre. Elle est utilisée aussi bien pour l'analyse qualitative que quantitative

##### ➤ Analyse qualitative (identification des substances)

La méthode détecte les groupements fonctionnels chromophores mais ne permet pas l'identification certaine des molécules. Elle doit toujours être complétée par d'autres méthodes spectrales (IR, RMN, spectrométrie de masse) ou chimiques.

##### ➤ Analyse quantitative

Les mesures en UV/Visible reposent sur la loi de Beer et Lambert ; qui relie dans certaines conditions, l'absorption de la lumière à la concentration d'un composé

### I.5.2. Spectroscopie Infrarouge (IR)

De nos jours, la spectroscopie d'absorption infrarouge est considérée comme une méthode analytique très puissante car elle permet d'identifier un grand nombre d'espèce chimique

#### a) Principe

Lorsque l'énergie (la longueur d'onde) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on

enregistre une diminution de l'intensité réfléchié ou transmise. Le domaine infrarouge entre 4000  $\text{cm}^{-1}$  et 400  $\text{cm}^{-1}$  correspond au domaine d'énergie de vibrations des molécules.

Toutes les vibrations ne donnent pas lieu à une absorption, cela va dépendre aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie. Pour une géométrie donnée on peut déterminer les modes de vibration actifs en infrarouge grâce à la Théorie des Groupes. La position de ces bandes d'absorption va dépendre en particulier de la différence d'électronégativité des atomes et de leur masse.

Par conséquent à un matériau de composition chimique et de structure données va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau. L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'onde auxquelles le matériau absorbe la radiation et les intensités de l'absorption [24].

### **I.5.3. Spectrophotométrie d'émission à plasma à couplage inductif ICP**

La spectroscopie d'émission atomique avec plasma couplé par induction (ICP -AES) est une technique d'analyse multi-élémentaire à fort potentiel. Elle offre des 29 possibilités très intéressantes, avec peu d'interférences, la détermination simultanée de nombreux éléments sur les appareillages multicanaux, une grande stabilité, une bonne reproductibilité, et un très faible bruit de fond . Cette technologie a démontré son excellence pour l'analyse des métaux dans des échantillons aussi divers que l'eau, le sang, les végétaux, les métaux, les roches, les céramiques. Les matériaux solides sont préalablement soumis à une dissolution. L'analyse par ICP-AES mesure les radiations émises par les atomes excités ou ionisés. Le rayonnement émis est spécifique d'un élément donné et son intensité est proportionnelle à sa concentration. Pour être excité, l'échantillon est nébulisé sous argon puis injecté dans une torche plasma où l'application d'un champ issu d'un générateur radio fréquence permet la création un plasma. Les températures atteintes par le plasma sont de l'ordre de 5000 à 10000 °K.

Les eaux sont préalablement filtrées et acidifiées. Dans les cas d'échantillons contenant des matières en suspension ou pour des sédiments une mise en solution est nécessaire. Le principal avantage de l'ICP-AES est d'être pratiquement insensible aux effets de matrice. Cette technique multi-élémentaire se caractérise aussi par une très grande sensibilité jusqu'au  $\mu\text{g/L}$ . Les principales composantes d'un ICP-AES sont:

Un système d'introduction d'échantillon (nébuliseur) ;

- Une torche ICP ;
- Un générateur radio fréquence ;
- Un système optique qui permet d'acquérir des spectres d'émission du plasma ;
- Un système de traitement de signal qui permet l'analyse qualitative et quantitative à partir du rayonnement émis [25].

#### I.5.4. Caractérisation par la diffraction des rayons X (DRX)

##### a) Définition

La diffraction des rayons X est une technique d'analyse idéale non destructive, et communément utilisée pour l'étude d'échantillons solides cristallisés. L'interaction du rayonnement monochromatique (rayonnement X), avec la matière ordonnée, produit une figure de diffraction. a chaque phase cristalline correspond un ensemble caractéristique de pics de diffraction (diagramme) [28].

##### b) Principe

Le principe de la technique est basé sur l'irradiation d'un faisceau monochromatique de rayons X avec un angle d'incidence ( $\theta$ ) sur la surface du matériau cristallin à étudier.

Les plans parallèles à cette surface et équidistants constituent des plans réticulaires d'indices ( $hkl$ ) et de distance interréticulaire  $d_{hkl}$ . Ces plans se comportent comme des surfaces réfléchissantes.

Une interférence constructive (pic de diffraction) sera obtenue si la différence de chemin optique des rayons réfléchis par les différents plans réticulaires est un multiple entier de la longueur d'onde  $\lambda$  des rayons X. Cette condition est liée à  $d_{hkl}$  et  $\theta$  selon la loi de Bragg (Eq.1) [28].

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin (\theta) \dots \dots \dots \text{Eq1}$$

Où :

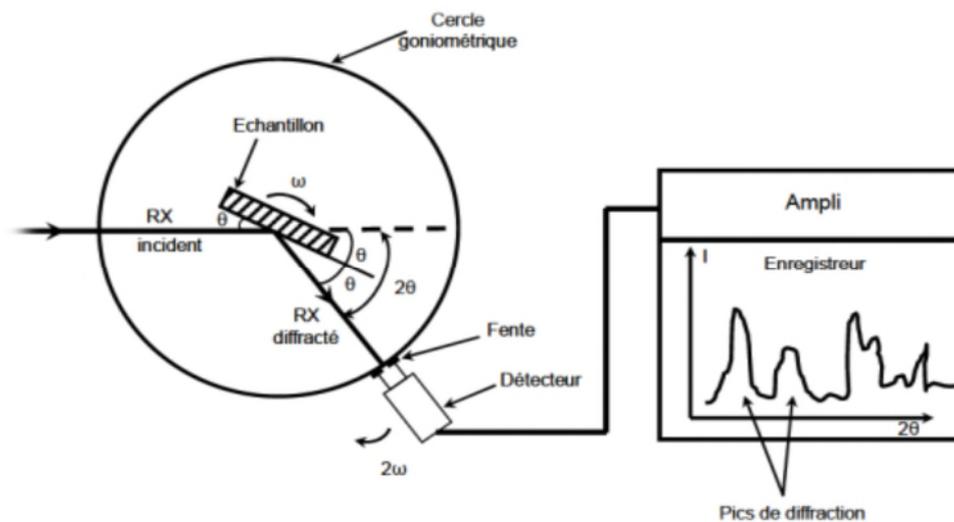
**n** : ordre de la diffraction.

**$\lambda$**  : longueur d'onde des rayons X.

**$d_{hkl}$**  : distance séparant les plans cristallins d'indices ( $hkl$ ).

**$\theta$** : angle d'incidence des rayons X sur la surface du matériau étudié

En plus de son importance comme étant une méthode de caractérisation structurale qualitative, la diffraction des rayons X est aussi une méthode de caractérisation quantitative, car en exploitant l'intensité et le profil des pics de diffraction on peut déduire plusieurs paramètres tels que les paramètres de la maille, les éléments de symétrie de la structure cristalline, la nature chimique du matériau, la concentration des phases en présence, la qualité cristalline du matériau ainsi que la taille des cristallites constituant le matériau [28].



**Figure I.13:** Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre de rayons X



**Figure I.13 :** Photographie du diffractomètre X Pert PRO (Université A MIRA.BEJAIA)

## I.6. Méthodes Chimométriques

La chimométrie est une branche de la chimie dans laquelle on utilise la théorie et les modèles développés en statistiques, mathématiques et informatique pour extraire l'information utile présente dans des données de mesures chimiques. Dans les applications

analytiques, le cas le plus fréquent correspond à la prédiction d'une variable quantitative, telle que par exemple la concentration d'un composant présent dans un produit étudié [26].

Les méthodes d'analyses multidimensionnelles facilitent l'interprétation et l'utilisation des grands tableaux de données, qui contiennent un nombre important de variables mesurées pour un nombre d'individus élevé. Ces méthodes chimiométriques peuvent être :

- descriptives (analyse qualitative ou exploratoire), comme l'analyse en composantes principales (ACP) qui met en évidence les relations existantes entre les variables et les échantillons.
- discriminantes, qui ont pour objectif de rechercher la meilleure séparation possible des différents groupes prédéfinis d'échantillons.
- prédictives (de régression ou analyse quantitative), permettant d'estimer une ou plusieurs caractéristiques d'un échantillon à partir d'autres mesures effectuées sur le même échantillon, comme la régression en composantes principales, ou la régression PLS (« Partial Least Squares », ou régression des moindres carrés partiels) [27].

- **L'Analyse en Composantes Principales (ACP)**

Le but de l'ACP est d'identifier les relations linéaires existantes entre les différentes variables du système. L'identification du modèle ACP débute par la construction d'une matrice contenant l'ensemble des données disponibles sans distinction entre les entrées et les sorties du système. Ces données sont supposées être recueillies sur un système statique en fonctionnement normal (données "saines") [27].

### **Les objectifs de l'analyse en composantes principales**

- ❖ Résumer un tableau individus Variables à l'aide d'un petit nombre de facteurs.
- ❖ Visualiser le positionnement des individus les uns par rapport aux autres.
- ❖ Visualiser les corrélations entre les variables.
- ❖ Interpréter les facteurs [29].

- **Classification par regroupement (Cluster)**

La classification (clustering) est une méthode mathématique d'analyse de données :

Pour faciliter l'étude d'une population d'effectif important (animaux, plantes, malades, gènes, etc), on les regroupe en plusieurs classes de telle sorte que les individus d'une même classe soient le plus semblables possible et que les classes soient le plus distinctes possibles. Pour cela il y a diverses façons de procéder (qui peuvent conduire à des résultats différents...) [29].

## Chapitre II

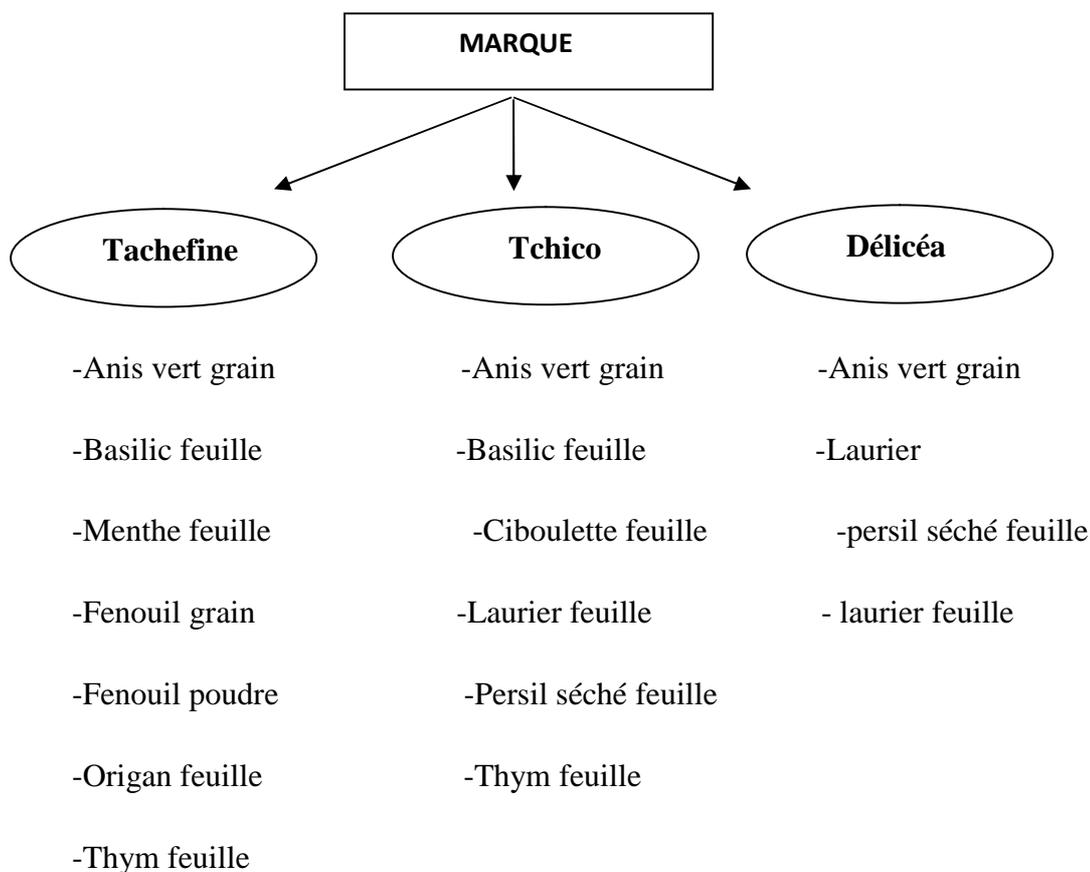
### Matériels et méthodes

Ce chapitre présente l'ensemble des réactifs, du matériel et des méthodes analytiques utilisés au cours de ce travail.

#### II.1. Matériels végétal

##### II.1.1. Matériel végétal utilisé

Nous avons utilisé trois marques de plantes aromatiques commercialisées en Algérie, Tachefine (thym feuille; origan feuille; basilic feuille; menthe feuille; fenouil grain; fenouil poudre; anis vert grain); Thico (thym poudre ; basilic; ciboulette feuille; laurier; persil feuille; anis vert grain) et Delicea (laurier poudre; persil feuille; thym poudre, anis vert grain).



##### II.1.2. Matériels et réactifs :

- Des boîtes de pétri ;
- Verre de montre ;
- Spatule ;
- Balance électronique ;
- Fioles de 25ml, 50ml, 100ml et 250ml ;
- Pipette ;
- Becher 25ml, 50ml ;
- Papier aluminium ;
- Parafilm ;
- Papier absorbant ;
- Papier filtre à café de la marque Melitta ;
- Pissette ;
- Entonnoir ;
- Dessiccateur ;
- Etuve ;
- Micropipette.

### II.1.3.Appareillage et logiciels utilisés

Les appareils et logiciels utilisés sont:

- Excel 2007 pour le traitement des résultats ;
- Origin 6.0 pour le traçage des courbes ;
- Le spectrophotomètre «EVOLUTION 220, Thermo SCIENTIFIC » couplé avec un micro-ordinateur en utilisant des cuves en quartz de 1cm de trajet optique, pour le tracé des spectres d'absorption des extraits de plantes et pour le tracé des spectres d'absorption des polyphénols totaux et flavonoïdes ;
- Un spectrophotomètre d'émission par plasma ;
- Un spectrophotomètre IR. (IRAffinity-1 SHIMADZU ;
- Agitateur mécanique (GFL ,3005) ;
- Un pH-mètre (HANNA) ;
- Un Conductimètre ;
- Une balance électronique (OHAUS) ;
- MATLAB R2013a pour les calculs et le traitement des résultats.
- SOLO\_MIA8.5.2 pour le traitement des résultats.

### II.1.4. Réactifs :

L'ensemble des réactifs utilisés lors des expériences sont rassemblé dans le Tableau ci-dessous :

**Tableau II.1 :** Les réactifs utilisés lors des expériences.

Réactif	Masse molaire (g/mole)	Pureté (%)	Formule chimique
Trichlorure d'aluminium hexa hydraté	241,33	100	AlCl <sub>3</sub> ,6H <sub>2</sub> O
Carbonate de sodium	105,99	99,8	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>
Réactif de Folin-Ciocalteu	/	/	/
Méthanol	32,04	99	CH <sub>4</sub> O
Acide gallique	118,14	/	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O <sub>5</sub> , H <sub>2</sub> O
Quercétine	302,24	95	C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>7</sub>

### II.1.5. Eaux utilisées

Nous avons utilisé l'eau distillée pour le rinçage du matériel, pour la préparation des solutions et les dosages.

### II.1.6.Séchage

A fin de se débarrasser de l'humidité, les plantes sont mises dans une étuve à 50°C jusqu'à obtenir une masse constantes. La température de 50°C permet de préserver de la dégradation des substances thermolabiles telles que certains polyphénols et vitamines.

#### II.1.6.1. Taux d'humidité

Le taux de l'humidité représente la quantité d'eau contenue dans la matière végétale. Il a été déterminé en mettant un échantillon de matière végétale (10g) à sécher dans une étuve réglée à 50°C après 24h. Une deuxième pesée a été effectuée.

L'humidité est exprimée en pourcentage et calculée par la formule suivante :

$$H\% = 100 \times (mf - ms) / mf$$

Avec : H% : Taux d'humidité exprimé en pourcentage.

mf : masse de l'échantillon avant séchage (matière fraîche).

ms : masse de l'échantillon après séchage (matière sèche).

### II.1.7. Broyage

Une fois séchées, la moitié des feuilles et grains subissent un broyage à l'aide d'un broyeur électrique de marque RETSCH, jusqu'à obtention d'une poudre fine et homogène. Cette dernière est tamisée à l'aide d'un tamiseur, contenant des mailles granulométrie de 0.8µm. Les poudres obtenues, ainsi que les feuilles et les grains sont conservées dans des boîtes de pétri et stockées à l'abri de la lumière dans un dessiccateur pour les protéger contre l'humidité.

A chaque analyse nous prenons du dessiccateur la quantité de poudre voulue.

### II.1.8. Préparation des solutions

#### ➤ Solution de Folin Ciocalteu diluée

Un volume de 1 ml de FC est additionné avec 9 ml d'eau distillé .stocké à l'abri de la lumière dans un réfrigérateur.

#### ➤ Solution de chlorure d'Aluminium hexa hydraté

(AlCl<sub>3</sub> ,6H<sub>2</sub>O à 2 %) : On verse dans une fiole de 100 ml une masse de 3,62 g (pesée à l'aide d'une balance précise à 1 mg) de chlorure d'aluminium, sous la hotte on ajoute une quantité de méthanol et on agite jusqu'à sa dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.

#### ➤ Solution de carbonate de sodium (à7.5 %) :

On verse dans une fiole de 100 ml une masse de 7,5 g (pesée à l'aide d'une balance précise à 1 mg) de carbonate de sodium, on ajoute une quantité d'eau distillé et on agite jusqu'à sa dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.

## II.2. Techniques d'extraction

### II.2.1. Liqueurs des substances étudiées

#### ❖ Par infusion

Nous avons procédé le même protocole pour toutes les plantes ainsi que trois essais ont été effectués pour chaque plante

On pèse une masse de (0,1 g) de la plante à l'aide d'une balance. On chauffe une quantité d'eau distillée (200ml) dans un erlenmeyer jusqu'à sa température d'ébullition (environ 90°). On introduit la masse pesée dans un autre erlenmeyer (200 ml) et on ajoute l'eau chauffée, on laisse en contact pendant 10 min à l'abri de la lumière en maintenant l'agitation, le temps est contrôlé à l'aide d'un chronomètre.

On filtre la liqueur en utilisant un filtre à café .On laisse refroidir jusqu'à température ambiante. A la fin de l'extraction, les liqueurs sont dosés puis analysés par l'UV visible.

#### ❖ Par décoction

Nous avons procédé le même protocole pour toutes les plante ainsi que trois essais ont été effectués pour toute les plantes

On pèse une masse de (0.1g) de l'échantillon (plantes) à l'aide d'une balance. On chauffe un volume d'eau distillé (200ml) dans un erlenmeyer jusqu'à sa température d'ébullition. On introduit la masse pesée dans l'eau bouillante. On laisse bouillir pendant 10min, le temps est contrôlé à l'aide d'un chronomètre.

On filtre la liqueur en utilisant un filtre à café. On laisse refroidir jusqu'à température ambiante, les liqueurs sont dosés puis analysés par l'UV visible.

### II.2.2. Cinétique de l'extraction par décoction

Une masse de 0,5g de feuilles de plantes (menthe et thym) est mélangée avec 1l d'eau distillée préalablement chauffée jusqu'au début ébullition (95°C) dans un erlenmeyer de 1000ml, l'ensemble(eau+plante) continuent à bouillir, les prélèvements sont effectuées à des temps variables (t= 5min, 10min, 15min, 20min, 25min, 30min, 45min, 1h, 1h15min, 1h30min, 1h45min, 2h, 2h30min, 3h, 3h30min, 4h) à la fin de l'extraction et après refroidissement les spectres des liqueurs sont tracés dans l'intervalle [200nm-500nm]. Les dosages des liqueurs en PT et FLV sont effectués, et la lecture des absorbances à 760nm et 430nm est faite pour les PT et FLV respectivement.

### II.3. Dosage des polyphénols totaux et flavonoïdes

#### II.3.1. Dosage des polyphénols

##### II.3.1.1. Principe :

Les polyphénols ont été déterminés par spectrophotométrie selon la méthode de Folin-Ciocalteu : ce réactif de couleur jaune est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub> et d'acide phosphomolybdique H<sub>3</sub>PMo<sub>12</sub>O<sub>40</sub>. Lorsque les polyphénols sont oxydés, ils réduisent le réactif Folin-Ciocalteu en un complexe ayant une couleur bleu constitué d'oxyde de tungstène W<sub>8</sub>O<sub>23</sub> et de molybdène Mo<sub>8</sub>O<sub>23</sub>. L'intensité de la couleur est proportionnelle aux taux des composés phénoliques oxydés [30].

##### II.3.1.2. Mode opératoire :

400 µl d'extrait sont mélangés avec 2000 µl du réactif FC et 1600 µl de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> à 7 (m/v). Le mélange est agité et incubé à l'obscurité. Après 30 minutes de repos à température ambiante, on mesure l'absorbance à l'aide du spectrophotomètre à une longueur d'onde de 760 nm. La teneur en composés phénolique est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique. Les résultats sont exprimés en milligramme équivalent d'acide gallique (Gal) par gramme de l'échantillon [31].

##### ➤ Préparation du blanc

400 µl d'eau distillé ont été mélangés avec 2000 µl du réactif FC et 1600 µl de NA<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> à 7.5 (m/v). Le mélange est agité et incubé à l'obscurité et à température ambiante pendant 30 minutes.

##### ➤ Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

Une courbe d'étalonnage (à 760nm) est réalisée en parallèle dans les mêmes conditions opératoires, en utilisant l'acide gallique comme contrôle positif à différentes concentrations initiales.

##### ➤ Préparation de la solution mère d'acide gallique mono hydraté (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>, H<sub>2</sub>O)

Premièrement on calcul la masse de l'acide gallique dans 100 ml à 0,2 mg/ml à partir de l'acide gallique mono hydraté :

$$\begin{array}{lcl}
 M_{(C_7H_6O_5, H_2O)} & \longrightarrow & M_{(C_7H_6O_5)} \\
 118,14 \text{ g} & \longrightarrow & 110,14\text{g} \\
 m_{(C_7H_6O_5, H_2O)} & \longrightarrow & 0,02 \text{ g} \\
 m_{(C_7H_6O_5, H_2O)} & \longrightarrow & \frac{(m(C_7H_6O_5) \times M(C_7H_6O_5, H_2O))}{M(C_7H_6O_5, H_2O)}
 \end{array}$$

A l'aide d'une balance, on pèse 0,0236 g de l'acide gallique, versée dans une fiole de 100 ml, on y rajoute une quantité d'eau distillé et on agite jusqu'à sa dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.

➤ **Préparation des étalons**

A partir de la solution mère (0,2mg/ml) d'acide gallique nous avons préparées six étalons de différentes concentrations (0,01 ; 0,03 ; 0,05 ; 0,07 ; 0,09 ; 0,1mg/ml) dans des fioles de 25 ml.

D'après la loi de dilution :

$$C1 \times V1 = C2 \times V2$$

$$0.2 \times V1 = 25 \times C2$$

$$V1 = \frac{(25 \times C2)}{0,2}$$

C(mg/ml)	0,0025	0,005	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,1
V (ml)	0,3125	0,625	1,25	2,5	3,75	5	6,25	7,5	8,75	10	11,25	12,50

➤ **Dosage des étalons**

Nous avons procédé au dosage de ces étalons en suivant le même protocole de dosage enfin, nous avons établi la courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols en mesurant les absorbances des différents étalons dosés à la longueur d'onde 760 nm.

➤ **Calcul de la teneur en polyphénols**

Les extraits sont préparés en ajoutant 0,1g de la matière sèche à 200 ml d'eau distillée, donc une concentration de :

$$[MS] = \frac{0,1g \text{ MS}}{200 \text{ ml}} = 5.10^{-4} \text{ MS/ml}$$

Après lecture de l'absorbance à 760nm, on calcule la concentration des PT en équivalent AG/ml à partir de l'équation de la droite d'étalonnage obtenue.

$$[PT] = X \text{ (mg Eq AG / ml)}$$

La teneur en polyphénols est exprimée en mg équivalent d'acide gallique par g de matière sèche

$$\frac{[PT]}{[MS]} = \frac{X \left( \text{mg Eq} \frac{AG}{\text{ml}} \right)}{0.0005 \left( \text{g} \frac{MS}{\text{ml}} \right)} = 2000 X \text{ (mg Eq AG/g MS)}$$

X : concentration des étalons en AG dans les liqueurs des plantes.

### II.3.2. Dosage des flavonoïdes

#### II.3.2.1. Dosage de l'extrait

La méthode du trichlorure d'aluminium est utilisée pour quantifier les flavonoïdes dans les différents extraits de plantes

A l'aide d'une micropipette, 1ml de chaque plantes, est ajouté à 1ml de la solution d' $\text{AlCl}_3$  (2% dans le méthanol). Après 15 min d'incubation, l'absorbance est lue à 430 nm par un spectrophotomètre UV-visible (thermo évolution 220) présenté dans la figure II.1 [31]

#### Préparation du blanc

2000  $\mu\text{l}$  de méthanol ont été ajouté à 2000  $\mu\text{l}$  de la solution d' $\text{AlCl}_3$  (2% dans le méthanol).

#### ➤ Courbe d'étalonnage

Comme pour le dosage des polyphénols, une courbe d'étalonnage est réalisée dans les mêmes conditions opératoires, à la longueur d'onde de 430 nm, en utilisant la quercétine comme contrôle positif à différentes concentrations initiales.

#### ➤ Préparation de la solution mère de quercétine

0,0125 g de la quercétine sont introduit dans une fiole de 100 ml, sous la hotte, on ajoute du méthanol et on agite jusqu'à dissolution totale, puis on remplit jusqu'au trait de jauge.

#### ➤ Préparation des étalons

A partir de la solution mère (47,5 mg/ml) de quercétine nous avons préparé sept étalons de différentes concentrations (1 ; 2 ; 3 ; 4 ; 5 ; 6 ; 7 mg/ml) dans des fioles de 25 ml.

Les volumes de solution mère ( $V_0$ ) à ajouter pour la préparation de ces étalons sont calculés de la manière suivante :

$$C_0 \times V_0 = C \times V$$

$$47,5 \times V_0 = 25 \times C$$

$$V_0 = \frac{(25 \times C)}{47,5}$$

$$C_0 = 1,9 \times V_0$$

C(mg/ml)	0,0025	0,005	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08
V (ml)	0,625	1,25	2,5	5	7,5	10	12,5	15	17,5	20

### ➤ Dosage des étalons

Nous avons réalisé un dosage de ces étalons de la même façon que pour les flavonoïdes totaux pour tracer la courbe d'étalonnage.

### ➤ Calcul de la teneur en flavonoïdes

Les teneurs en flavonoïdes sont exprimés en mg équivalent de quercétine /g de matière sèche

$$\frac{[\text{FLV}]}{[\text{MS}]} = \frac{X \text{ (mg Eq Q /ml)}}{0.0005 \text{ (g MS/ml)}} = 2000 X \text{ (mg Eq Q / g MS)}$$

X : concentration des étalons en Q dans les liqueurs des plantes.

## II.4. Technique d'analyse

### II.4.1. Analyse par Spectrophotométrie UV-Visible

Les analyses spectroscopiques UV-visible des extraits de plantes, des polyphénols totaux et des flavonoïdes de chaque échantillon de plantes ont été effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre «EVOLUTION 220, Thermo SCIENTIFIC » couplé avec un microordinateur, en utilisant des cuves en quartz de trajet optique de 1cm pour le tracé des spectres d'absorbances des extraits des plantes dans l'intervalle [200nm-500nm], pour les absorbances des dosage des polyphénols totaux et des flavonoïdes sont mesurés à 760nm, et à 430nm respectivement.



**Figure .II.1.** Spectrophotomètre UV-visible.

#### **II.4.2. Analyse par la spectroscopie IR**

Nous avons réalisé des analyses par spectroscopie Infrarouge des poudres de différents échantillons de plantes.

L'acquisition des interférogrammes et leurs transformations en spectres sont assurées par un mini-ordinateur incorporé au spectromètre infrarouge de marque « IRAffinity-1, SHIMADZU».



**Figure II.2:** Spectroscopie IR

#### **II.4.3. Analyse par spectrométrie d'émission à plasma à couplage inductif**

Une génératrice haute fréquence est utilisée pour chauffer un courant d'argon et former un plasma (gaz ionisé) par l'intermédiaire d'une bobine d'induction. La température atteinte est de l'ordre de 7000 à 8000 K. Les informations sont introduites dans un ordinateur pour stockage et diffusion ultérieure, après calcul des résultats.

➤ **procédure de caractérisation par l'ICP**

- Peser une quantité de chaque plante étudiée dans un creusé ;
- Placer les creusés dans un four à moufle de marque Nabertherm puis élever progressivement la température à 500°C avec un pas de 10mn maintenir cette température pendant 3h ;
- Retirer les creusés une fois refroidit et les laisser dans un dessiccateur ;
- Après avoir analysé par la DRX les cendres obtenues sont soumises à une attaque acide (a fin de les solubiliser dans un milieu acide en vue du dosage des métaux par L'ICP), pour cela nous avons préparé une eau régale (mélange de 30ml d'acide chlorhydrique et 10 ml d'acide nitrique). La quantité de l'eau régale ajoutée aux cendres de chaque plantes est de 20ml ;
- Après la dissolution des échantillons dans l'eau régale, nous avons mis le mélange dans une fiole de 25 ml et nous avons complété avec l'eau distillée jusqu'au trait de jauge, les échantillons sont prêts à analyser.



**Figure. II.3:** Spectrométrie d'émission à plasma à couplage inductif

## **II.5. Méthodes chimiométriques.**

### **II.5.1. Analyse en composantes principales**

### **II.5.2. Analyse hiérarchique cluster**

## Chapitre III

### Résultats et discussions

Ce chapitre regroupe les résultats expérimentaux obtenus au cours de notre travail. Nous avons nommé les échantillons par 3 lettres, la première concerne le nom de l'herbe (a : anis vert, b : basilic, c : ciboulette, f : fenouil, m : menthe, o : origan, l : laurier, t : thym, et p : persil), la deuxième lettre indique la forme ( f : feuille, g : grain, p : poudre et b : broyée au labo), et la troisième lettre indique la marque ( t : tachfine, c : tchico et d : delicea).

#### III.1 Analyse UV-visible

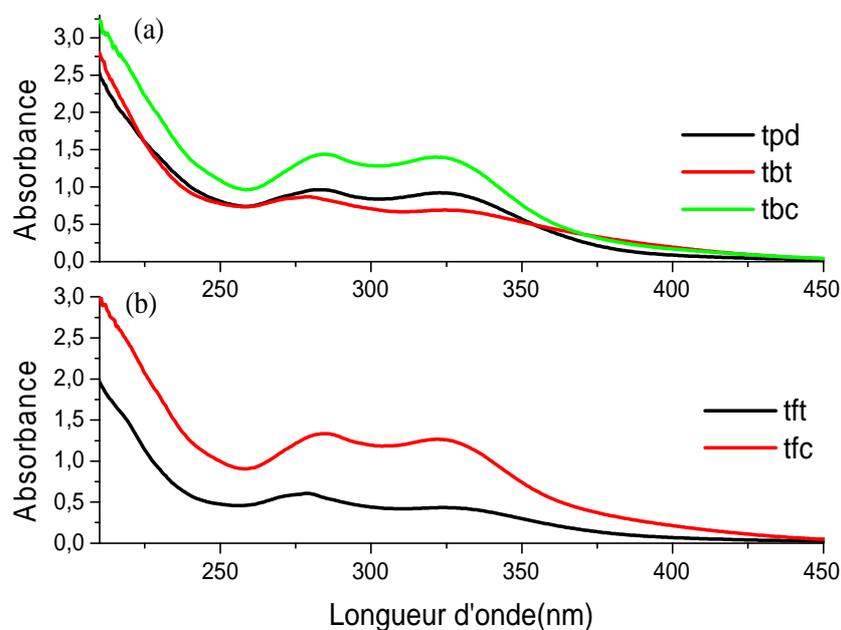
Les résultats donnés ici sont ceux obtenus de l'extraction par infusion.

Les spectres UV-visible de différentes plantes sont enregistrés dans le domaine [200-500nm].

##### III.1.1 Spectres d'absorption UV-Visible des liqueurs de plantes de différentes marques

###### ➤ Thym

Les spectres d'absorption des extraits de thym de différentes marques et formes sont présentés sur la **figure III.1**.



**Figure III.1:** Spectres d'absorption UV-Visible des extraits de thym de différentes marques sous forme (a) poudre- broyé, (b) feuilles.

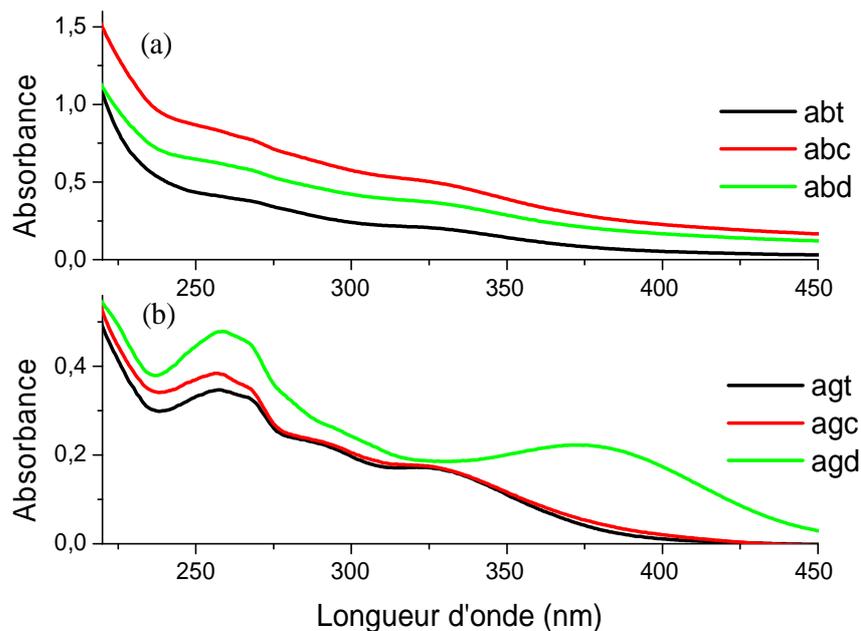
Nous relevons deux maximums d'absorption aux longueurs d'ondes  $\lambda_{\max}=287.5\text{nm}$  et  $\lambda_{\max}=325\text{nm}$ , le spectre de l'échantillon tbc (thym broyé au labo et de marque tchico) représente des intensités d'absorbances plus élevées.

Cette différence d'intensité est due : a la taille des particules (les particules broyées sont plus petites à celles vendus sous forme poudre) plus c'est fin plus le contact avec l'eau est important, ce qui favorise le passage des différents constituants de la plantes vers l'eau.

La marque : la provenance de la plante, son conditionnement et stockage.

### ➤ Anis vert

La figure III.2 présente les spectres d'absorption UV-visible des extraits de l'anis vert de différentes marques et de formes.



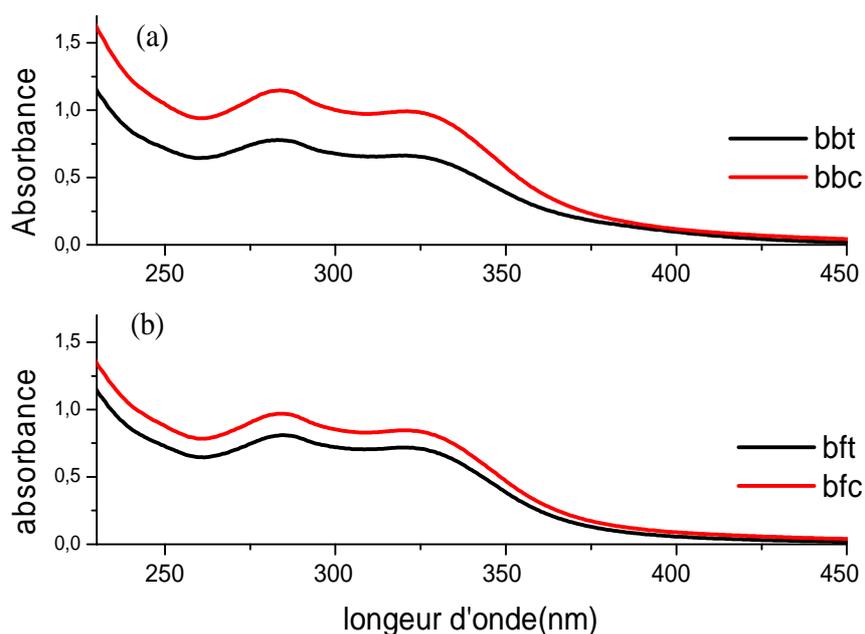
**Figure III.2:** Spectres d'absorption UV-Visible des extraits de l'anis vert de différentes marques sous forme de (a) broyé, (b) grain.

Les spectres de l'anis vert grain de tachfine et tchico représentent des maximums d'absorption aux longueurs d'ondes 230nm et 325nm. Le spectre de delicea grain, présente aussi deux maximums d'absorption, le premier est à la même longueur d'onde 230nm, mais le deuxième est à 375nm. Ce spectre présente des intensités d'absorbances plus élevées que celles des deux autres marques. Il est possible que cette différence est due à la provenance de l'échantillon ou à son conditionnements.

Concernant la forme broyée, ces maximums d'absorption n'apparaissent pas clairement quelque soit la marque. Le broyage des grains a engendré la destruction de certains composés (huiles essentielles) de la plante lors de l'extraction.

#### ➤ Basilic

La **figure III.3** présente les spectres d'absorption de basilic de différentes formes et marques.



**Figure III.3 :** Spectre d'absorption UV-visible des extraits de basilic de différentes marques sous forme (a) broyé, (b) feuille

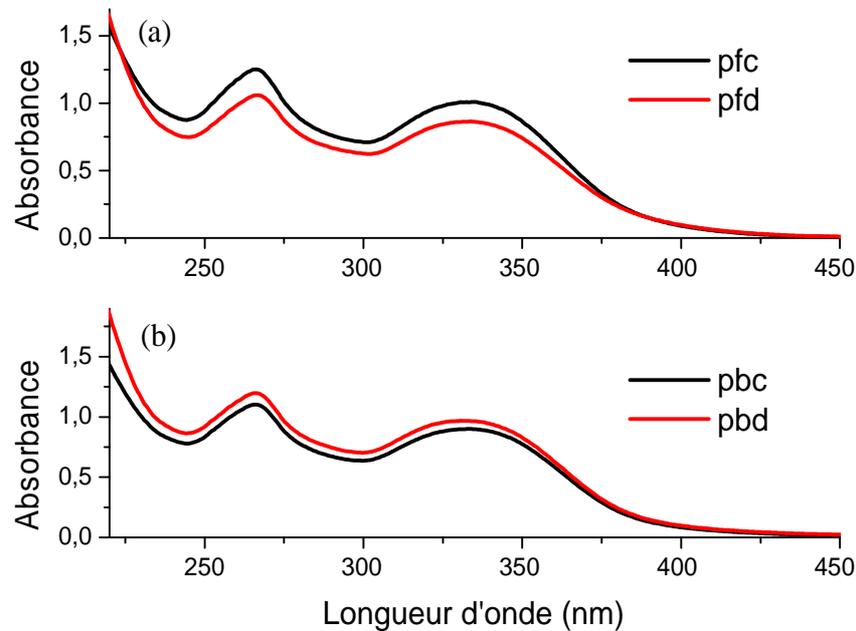
Les spectres de tous les échantillons de basilic présentent deux maximums d'absorption aux longueurs d'ondes 287.5nm et 325nm.

Nous constatons que le spectre de l'échantillon bbc (basilic broyé tchico) présente des intensités d'absorbances plus élevées.

Dans ce cas le broyage a amélioré l'extraction des composés absorbant dans l'intervalle de longueur d'onde considérée.

➤ **Persil**

Les spectres d'absorption UV-visible des extraits de persil obtenu par infusion pour les différentes marques et formes sont représentés dans la **figure III.4**.



**Figure III.4 :** Spectre d'absorption UV-visible des extraits de persil de différentes marques sous forme (a) feuille, (b) broyé

Nous observons l'apparition de deux bandes d'absorption pour cette plante (persil) de longueur d'onde maximal 259 nm et 337.5nm pour les deux formes (feuille et broyé) et les deux marques (tchico et delicea) mais à des intensités différentes .

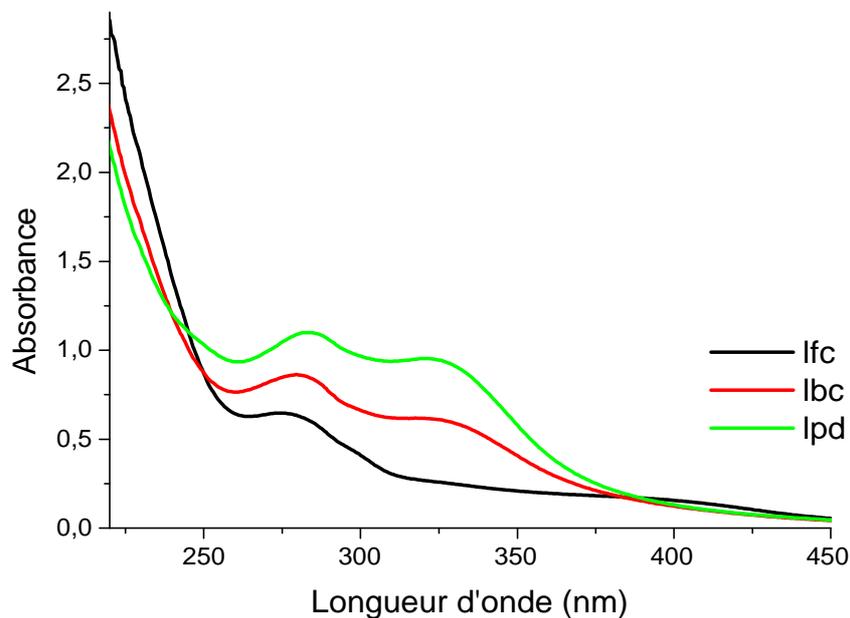
nous remarquons que l'intensité des l'absorbance maximums 1.30 et 1 de la forme feuille de marque tchico est plus importante que celle de delicea 1,10 et 0,75.

pour la forme broyée on constate une intensité presque identique pour les deux marques (tchico et delicea).

En comparant entre les deux formes on constate que l'intensité de d'absorbance de la forme broyée est plus importante que celle de la forme feuille et cela est peut être dû à la surface de contact entre la plante et l'eau.

## ➤ Laurier

Les spectres d'absorption UV-visible des extraits de laurier obtenu par infusion pour différentes marques et formes sont représentés dans la **figure III.5**



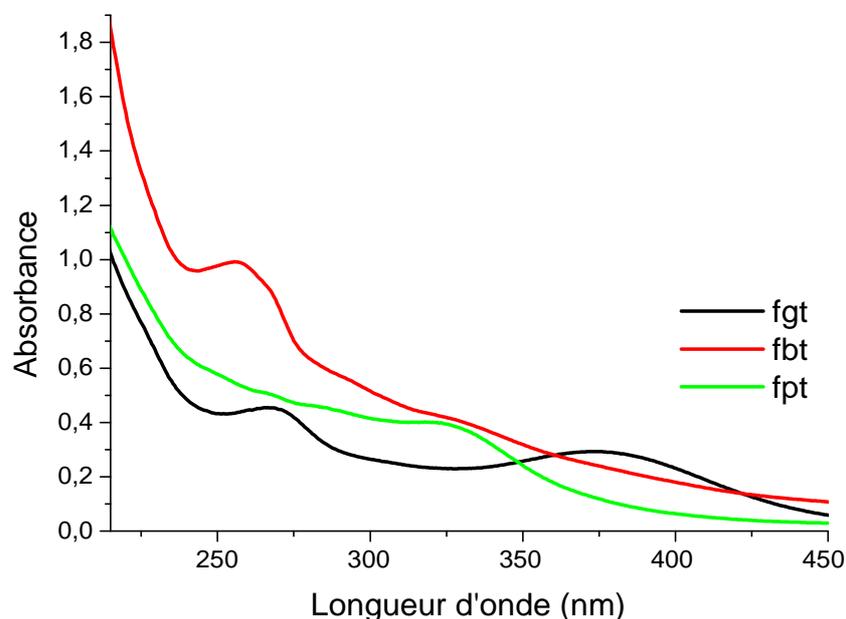
**Figure III.5 :** Spectre d'absorption UV-visible des extraits de laurier de différentes marques sous forme de feuille, broyé et poudre.

Les spectres des échantillons lpd et lbc, présentent deux maximums d'absorption aux longueurs d'ondes 282nm et 325nm. Les intensités d'absorbances de lpd sont plus élevées. Deux possibilités à ce résultats : soit les particules lpd sont plus petites que celles lbc, soit leurs provenances est différentes.

Le spectre de lfc présente un seul maximum d'absorption à la longueur d'onde 282nm. Les composés qui absorbent vers 325nm sont difficiles à extraire dans le cas des feuilles.

➤ Fenouil

La **figure .III.6** représente les spectres d'absorption de fenouil obtenus par infusion pour différentes formes de marque tachefine.



**Figure.III.6 :** Spectre d'absorption UV-visible des extraits de fenouil de marque tachefine de différentes formes

Nous observons pour la forme poudre l'apparition d'une bande d'absorption, la lecture de la longueur d'onde a donné la valeur de  $\lambda_{\max}=325\text{nm}$  pour la quelle l'absorbance est de  $A_{\max}=0,42$

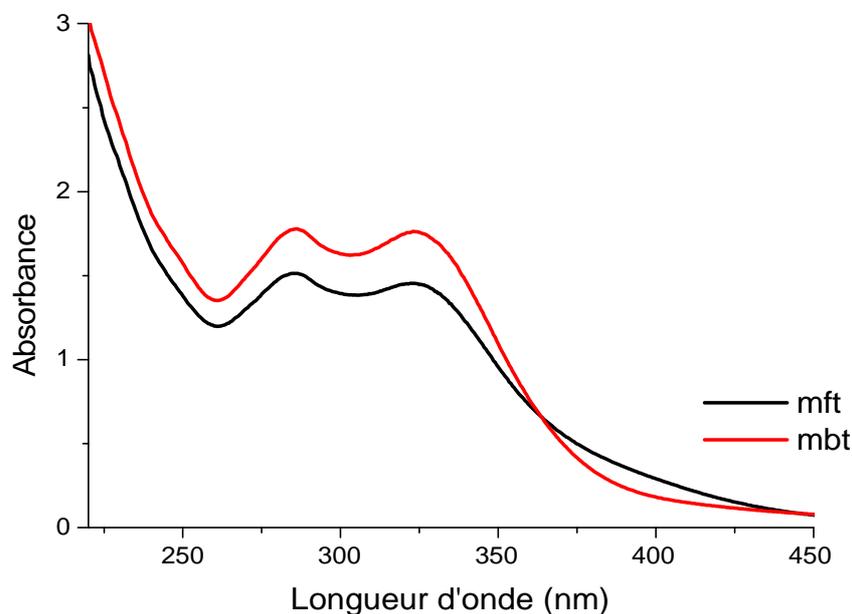
Concernant la forme broyée la longueur d'onde est de  $\lambda_{\max}=261$  pour une absorbance de  $A_{\max}=1$

La forme grain possède deux bandes d'absorption :  $\lambda_{\max}=261\text{nm}$  pour une absorbance  $A_{\max}=0,48$  et  $\lambda_{\max}=375\text{nm}$  pour  $A_{\max}=0,3$

Le spectre de la forme grain présente deux maximums d'absorption, l'un à 375nm disparaît avec le broyage et l'autre à 261nm, son intensité augmente avec le broyage. Le problème est dans le spectre de fpt (poudre tachefine) qui est différent des formes feuilles et broyée de la même marque. Nous supposons que ces composés sont dégradés.

### ➤ Menthe

La **figure .III.7** représente les spectres d'absorption de liqueur de la menthe obtenu par infusion pour différentes formes (feuille et broyée) de la marque tachefine.



**Figure. III.7 :** Spectre UV- visible des extraits de la menthe de différentes formes (feuille et broyée) de la marque tachefine.

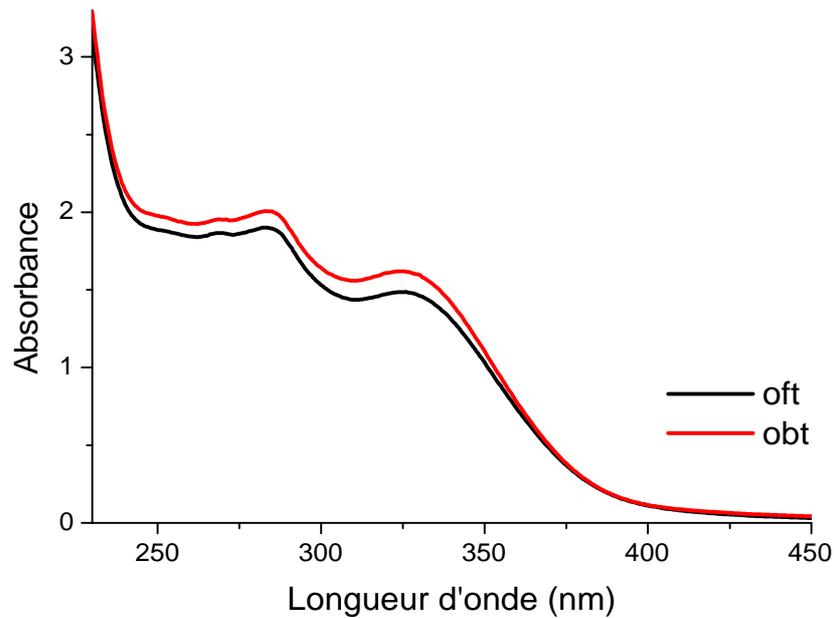
Les deux formes enregistrent deux bandes d'absorption la lecture de la longueur d'onde a donné la valeur  $\lambda_{\max}=280\text{nm}$  et  $\lambda_{\max}=325\text{nm}$ . L'intensité de l'absorbance de la forme broyée est plus élevée ( $A_{\max}=1,75$ ) tandis que celle des feuille est de  $A_{\max} =1,51$  cette différence d'intensité est expliquée par la différence de la surface de contact avec l'eau entre les deux formes.

### ➤ Origan

La **figure III.8** représente les spectres d'absorption de l'origan obtenus par infusion pour différentes formes (feuille et broyée) de la marque tachefine.

Nous remarquons deux bandes d'absorption pour les deux formes (feuille et broyé) la lecture de la longueur d'onde  $\lambda_{\max}$ , donne les valeurs de 288nm et 325nm. à des valeurs d'absorbance de  $A_{\max}=2,1$  et  $A_{\max} =1,78$ .

L'intensité est plus élevée dans le cas de la forme broyée,

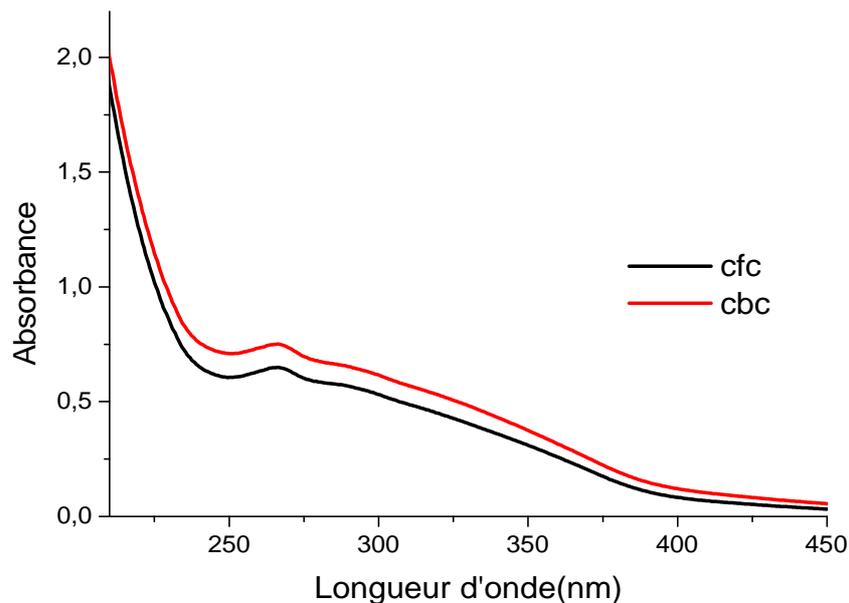


**Figure.III.8:**Spectres UV- visible des extraits de l'origan de différentes marques et formes (feuille et broyée) de la marque tachefine

➤ **Ciboulette**

Sur les spectres de la figure III.9, nous relevons une bande d'absorption optimale à  $\lambda_{\max}=265\text{nm}$  pour les deux formes (feuille et broyée).

L'intensité de l'absorbance de la forme broyée ( $A_{\max}=0,76$ ) est plus élevée à celle des feuille ( $A_{\max}=0,63$ ).



**Figure III.9:**Spectres UV- visible des extraits de la ciboulette de différentes formes (feuille et broyée) de la marque tchico.

L'ensemble des résultats sont résumés dans les tableaux a), b), c), d), e), f), g), h), i) correspondants aux intensités maximums d'absorption de plantes thym, anis vert, basilic, persil, laurier, fenouil, menthe, ciboulette et origan respectivement

a)

$\lambda_{max}$	tft	Tfc	tpd	tbt	tbc
287.5	0,59	1,4	1	0,8	1,5
325	0,5	1,25	0,9	0,75	1,4

b)

$\lambda_{max}$	agt	Agc	agd	abt	abc	abd
230	0,35	0,39	0,49	/	/	/
325	0,82	0,82	/	/	/	/
375	/	/	0,25	/	/	/

c)

$\lambda_{max}$	bft	bfc	bbt	bbc
287.5	1	0,75	0,76	1,14
325	0,9	0,7	0,69	1,23

d)

$\lambda_{max}$	pfc	pdf	pbc	pbd
259	1,30	1,10	1,25	1,10
337.5	1	0,75	1,10	1,25

e)

$\lambda_{max}$	Lfc	lbc	lpd
282	0,62	0,87	1,12
325	/	0,6	0,12

f)

$\lambda_{max}$	Fgt	fbt	fpt
261	0,48	1	/
325	/	/	0,42
375	0,3	/	/

g)

$\lambda_{max}$	mft	mbt
280	1,75	1,75
325	1,51	1,51

h)

$\lambda_{max}$	cfc	cbc
265	0,63	0,76

i)

$\lambda_{max}$	oft	obt
288	1,78	2,1
325	1,75	1,9

### III.1.2. Dosage des polyphénols totaux

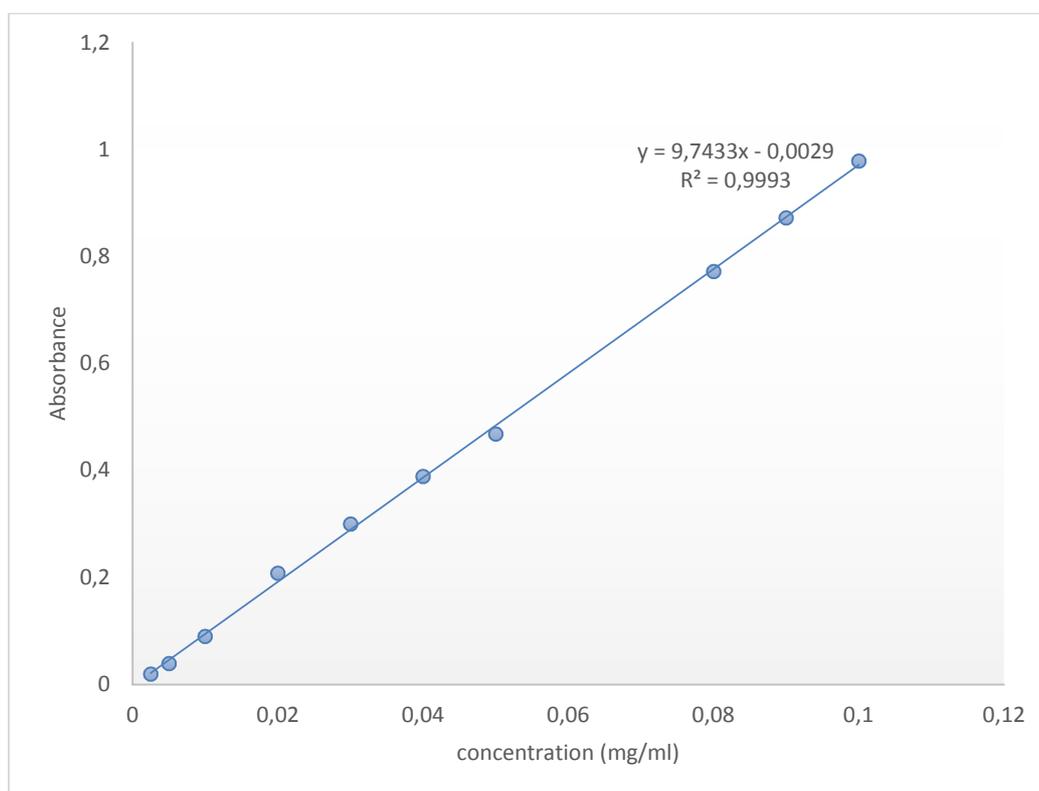
Dans notre travail le contenu en polyphénols totaux des différents extraits de plantes à été déterminé par un dosage colorimétriques au réactifs de Folin- Ciocalteau. Une courbe d'étalonnage a été établie avec l'acide gallique.

#### ❖ Courbe d'étalonnage

**Tableau III.1** : Les absorbances correspondantes aux étalons d'acide gallique.

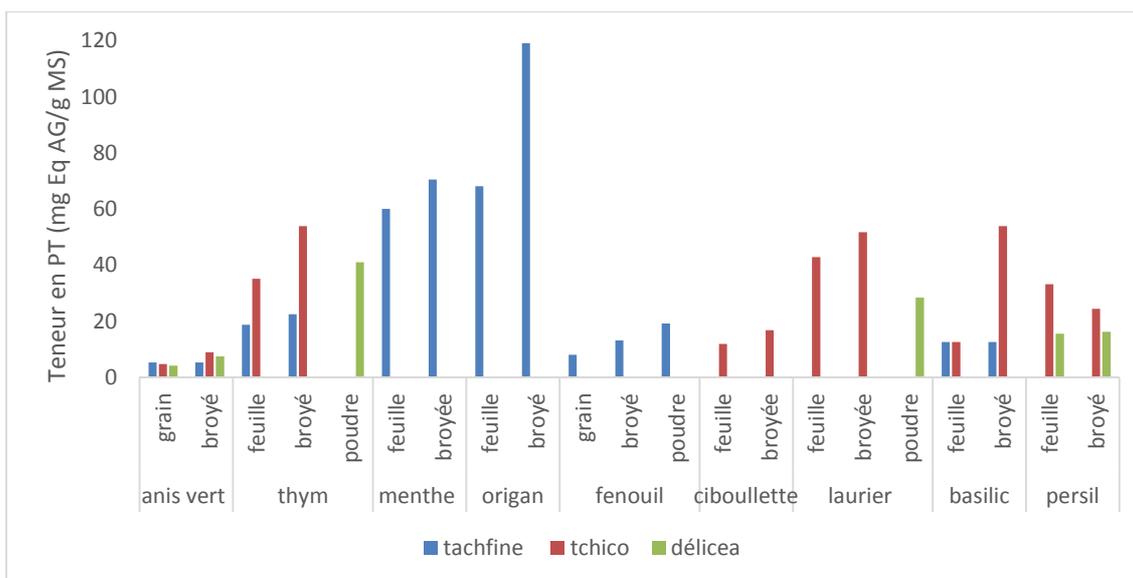
C(mg/ml)	0,0025	0,005	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,08	0,09	0,1
A	0,01941	0,03919	0,09001	0,20772	0,30011	0,38892	0,46813	0,77218	0,87216	0,9782

La courbe d'étalonnage **figure III.10** a été tracée à partir des données du **tableau III.2** qui regroupe les densités optiques mesurées de chaque étalon d'acide gallique à 760 nm.



**Figure III.10**: Courbe d'étalonnage des polyphénols totaux.

## III.1.2.1. Dosage des polyphénols des extraits de plantes obtenus par infusion



**Figure III.11 :** Teneur en polyphénols totaux en mg AG/gMS des extraits des plantes étudiées

Les résultats présentés dans la figure montrent que les teneurs en PT varient considérablement entre les marques ainsi entre les formes de la même marques.

Le dosage colorimétrique de l'extrait de l'origan de la marque **TACHFINE** enregistre un maximum en PT (119,125 mgAG/g MS) suivis de la menthe de la même marque de teneur égale à (70,57mgAG/GMS)

Les extraits des plantes de la marque **TCHICO** révèlent des teneurs moins importantes que celles de **tachfine** (basilic, laurier et le thym qui ont des teneurs relativement proches).

Concernant la marque **DELICEA**, le dosage colorimétrique des extraits des plantes de cette dernière a marqué des teneurs plus faibles.

La variation des PT entre les marques peut être expliquée des propriétés caractérisant le végétal comme le pays d'origine (la provenance), et les conditions de conservation et de stockage, la maturité à la récolte, et les conditions climatiques.

Le dosage colorimétrique des extraits de plantes obtenus par infusion a montré que l'origan broyé possède la teneur la plus élevée en PT (119,125 mg EQ AG/g MS) suivit par la menthe de la même forme

Pour le thym la teneur la plus élevée en PT se trouve dans la forme broyée (22,622mgAG/GMS) .suivis de la forme feuille qui enregistre des teneurs plus faible et en dernier d'une teneur un peu plus faible à celle de broyé de son forme poudre (18,830 m EQ AG/g MS).

Pour le fenouil nous remarquons une différence entre les formes, la poudre possède une teneur en PT de (19,336mg EQ AG/g MS) par rapport à la forme broyée (13,325mg EQ AG/g MS) tandis que la forme grain possède la teneur la plus faible (8,224mg EQ AG/g MS)

Pour les grains de l’anis vert nous remarquons une teneur en PT moins importante par rapport à sa forme broyée qui est de (19,336 mg EQ AG/g MS).

La variation remarquée de la teneur en PT entre les différentes formes peut être liées à des facteurs comme le choix du solvant, dans notre études nous avons utilisé l’eau comme solvant d’extraction nous remarquons pour la forme grains la teneur en PT obtenus par infusion à donné des teneurs faibles ; d’après les résultats nous pouvons constater que l’extrait de grains est riche en huiles essentielles pour cela l’extraction par l’eau n’était pas satisfaisable car l’extrait est moins soluble dans l’eau donc il faut un autre solvant organique a fin d’avoir des teneurs plus élevées .

Pour la forme broyée l’extraction était plus élevée suite à la finement des particules ce qui a augmenté la surface de contact entre le solide et le solvant.

**III.1.2.2.Dosage des polyphénols totaux des extraits de plantes obtenus par décoction**

Le présent tableau représente les teneurs en PT des dosages colorimétrique d’extraits de plantes obtenus par décoction et infusion

**Tableaux.III.2.** Teneur en polyphénols totaux en mg AG/gMS des extraits de plantes obtenus par décoction.

Plantes	Infusion	Décoction	Plantes	Infusion	Décoction
Agt	5,4522108	9,42778919	fbt	13,3258	13,3258042
Abt	5,45722108	5,45516769	fpt	19,3367556	19,6659822
Agc	4,92950034	5,84188912	Cfc	12,0287474	19,6659822
Abc	4,37713895	14,0362765	cbc	16,9890486	15,4887064
Agd	4,37713895	7,50513347	Lpd	42,94045	3,7192334
Abd	7,572895	16,6228	Bft	51,8110883	53,931215
Tft	18,8309	20,81587	Bbt	28,5290897	66,3511294
TbT	22,62217	58,8829	bfc	12,7666	40,09308
Tfc	35,2210815	82,2279	bbc	12,7665	27,7248
Tbc	22,62217	54,95687	Bfc	12,7665	52,0828
TPd	41,1101985	30,359393	Bbc	53,9575	50,0383
Mft	60,1232	104,207392	Pfc	10,6372	9,9863
Mbt	70,5776865	104,381246	Pbc	13,2963	11,3641
Oft	68,227926	204,5393	Pfd	15,705	14,01642
Obt	119,1252	8,600273	Pbd	16,3463	14,1115
fgt	8,224503	8,22450376			

Les résultats obtenus dans le tableau III.3 montrent que les teneurs en PT varient d'une plante à une autre selon le type d'extraction

Dans certaines plantes l'extraction par décoction n'a pas influencé sur la teneur en polyphénols totaux par une augmentation. Quand à l'infusion, dans d'autres plantes l'extraction par décoction a un impact positif, la teneur était plus importante.

Les variations pourraient être expliquées par la nature et la teneur des différents composés phénoliques propres à chacune des plantes étudiées. L'augmentation de la teneur en polyphénols totaux extraite par infusion peut être expliquée par la grande facilité avec laquelle les polyphénols sont extraits suite à une forte fragilisation des parois cellulaires des tissus végétaux de certaines plantes tandis que d'autres plantes nécessitent une augmentation de la durée et de la température de l'extraction pour mieux détruire les parois cellulaires des tissus végétaux afin d'avoir une extraction meilleure des polyphénols.

### III.1.3. Dosage des flavonoïdes totaux

Le contenu en flavonoïdes des extraits de plantes a été évalué par un dosage colorimétrique en utilisant le trichlorure d'aluminium qui forme un complexe jaune avec les flavonoïdes. Une courbe d'étalonnage a été préparée avec la quercitrine.

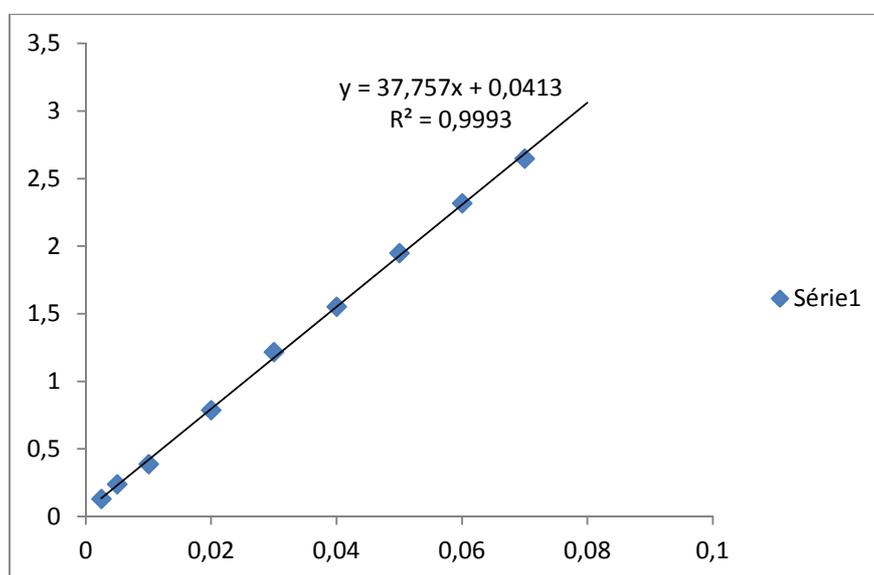
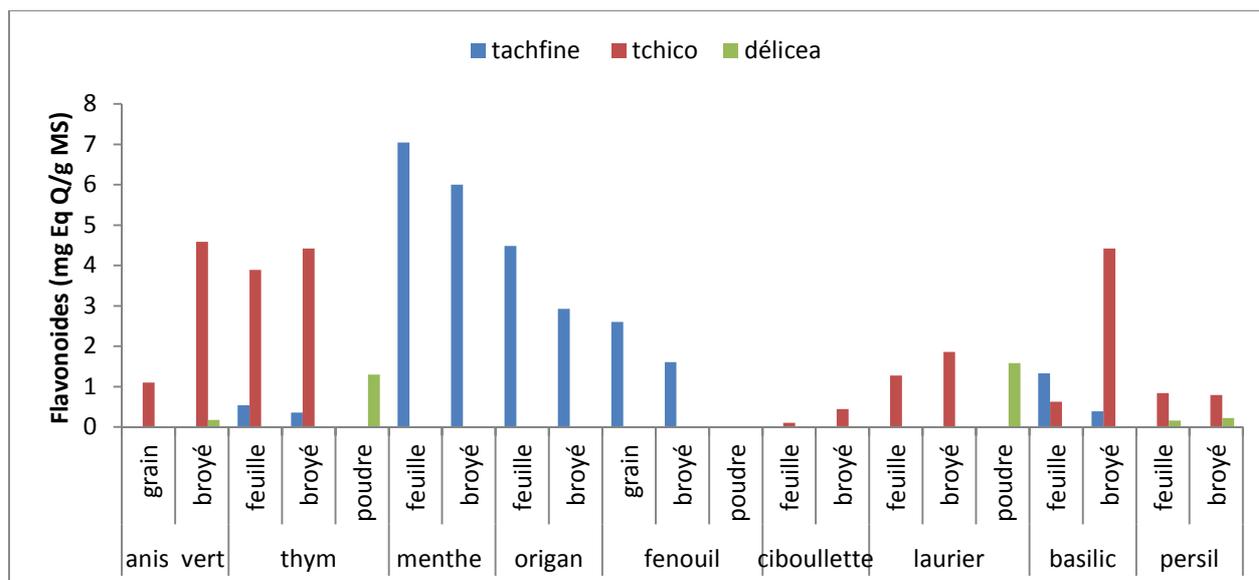


Figure III.12: Courbe d'étalonnage des flavonoïdes totaux.

### III.1.3.1. Dosage des flavonoïdes des extraits de plantes obtenus par infusion



**Figure III.13 :** Teneurs en flavonoïdes totaux en (mg EQ Q /g MS) des extraits de plantes obtenus par infusion

Selon la **figure III.13** la teneur en FVT de la menthe tachfine enregistre un maximum en FVT de (7,044 mg EQ/g MS) suivit par l'origan de la même marque d'une teneur de (4,48mg EQ/g MS) Pour la marque TCHICO, les teneurs en FVT sont en quantités plus élevées (thym, l'anis vert et le basilic).

Pour la marque délicea les résultats montrent de plus faibles quantités en FLV

Les feuilles de la menthe ont ressorti la teneur la plus élevée en FLV les forme broyées ont des teneurs relativement proches tandis que les grains enregistrent les plus faibles teneurs.

### III.1.3.2. Dosage des flavonoïdes totaux des extraits des plantes obtenus par décoction

Le tableau **III.3** illustre les résultats de dosage colorimétriques des extraits de plantes obtenus par décoction et infusion.

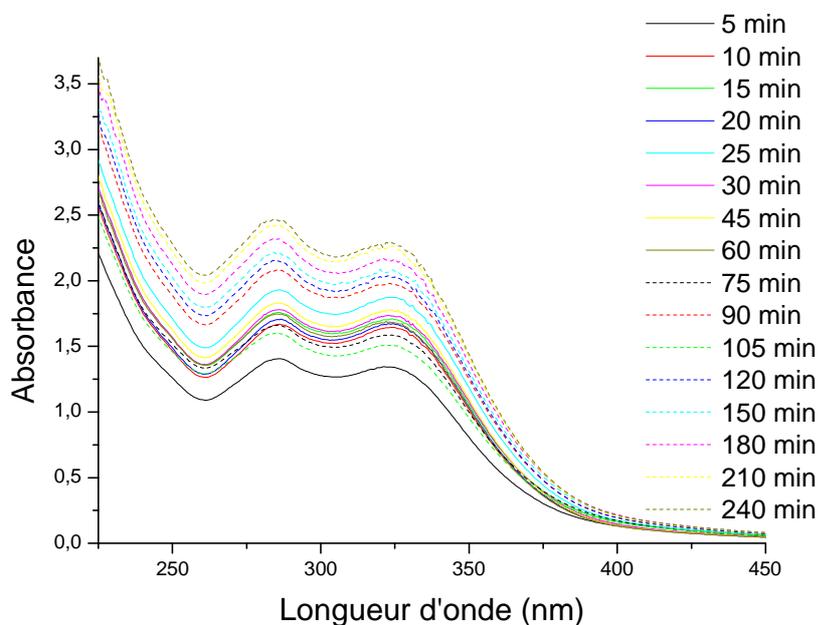
Les teneurs en FVT obtenus par décoction sont plus importante en générale que celles de l'infusion cela signifie que la meilleur méthode pour extraire les flavonoïdes est la décoction.

**Tableau III.3** : Teneurs en flavonoïdes totaux en (mg EQ/g MS) des extraits de plantes obtenus par décoction et infusion.

Plantes	Infusion	Décoction	Plantes	Infusion	Décoction
Agt	0	0,9981457	fbt	1,60582781	1,60582781
Abt	0	1,12104194	fpt	0	0
Agc	1,10039735	0	Cfc	0,10666667	1,65757174
Abc	1,10039735	3,88997792	cbc	0,44538631	1,36688742
Agd	0	0,11549669	Lpd	1,27417219	1,01774834
Abd	0,17748344	2,82543046	Bft	1,85729801	1,26256071
Tft	0,53951435	6,07275938	Bbt	1,57916115	1,63479029
TbT	0,35567329	2,19496689	bfc	1,32697572	1,63479029
Tfc	3,88785872	4,74949227	bbc	0,38657837	2,05280353
Tbc	4,41995585	4,69245033	Bfc	0,62269316	0,63205298
TPd	1,30066225	1,95390728	Bbc	0,38657837	1,19293598
Mft	7,04494481	6,2018543	Pfc	0,83682119	0,9677704
Mbt	6,00529801	6,20203091	Pbc	0,78887417	0,8977925
Oft	4,48565121	4,63523179	Pfd	0,1594702	0.236598
Obt	2,92750552	4,81483444	Pbd	0,22145695	0,53633554
Fgt	2,5997351	2,1192053			

**III.1.4 : Cinétique de l'extraction par décoction**

**III.1.4.1. Spectres d'absorption UV-Visible des extraits de la menthe**

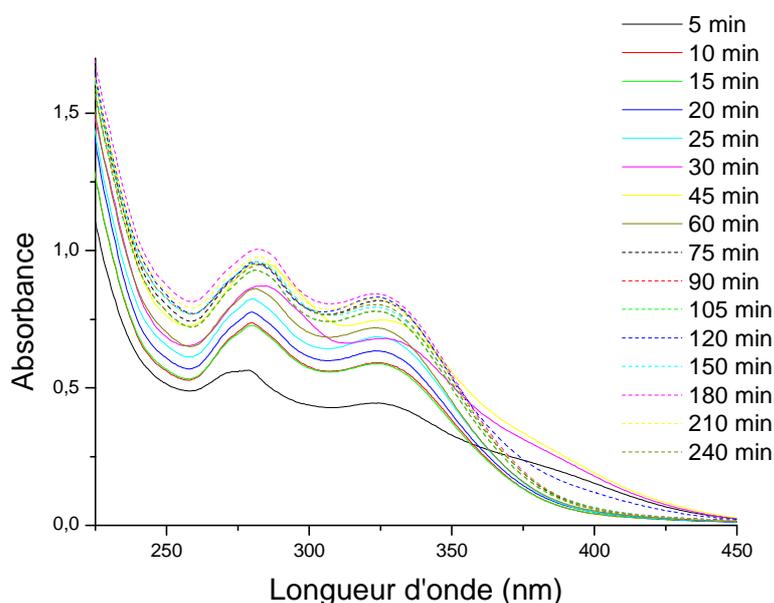


**Figure III.14** : spectres d'absorption UV-visible des extraits de la menthe à différents temps de décoction.

Sur la **figure III.14** sont représentés les spectres d'absorption des extraits de la menthe obtenus par décoction à différents temps.

Nous remarquons l'apparition de deux bandes d'absorption  $\lambda_{\max}=287,5\text{nm}$  et  $\lambda_{\max}=325\text{nm}$  tout au long de la décoction (5min-240min) correspondantes à des valeurs d'absorbance  $A_{\max 1}=1,37$   $A_{\max 2}=1,25$  à 5min et  $A_{\max 1}=2,4$   $A_{\max 2}=2,25$  à 240min nous constatons une augmentation des absorbances avec le temps de décoction.

### III.1.4.2. Spectres d'absorption UV-Visible des extraits de thym

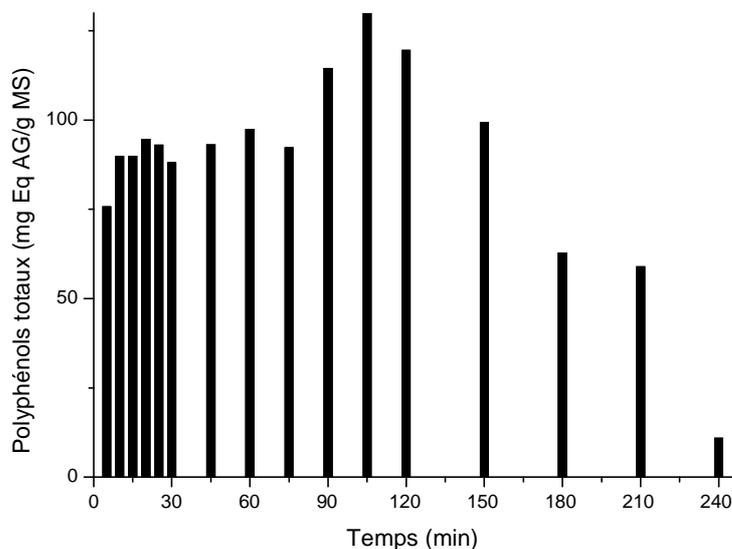


**Figure.III.15** : spectres d'absorption UV-visible des extraits du thym à différents temps de décoction

Sur la **figure III.15** sont représentés les spectres d'absorption des liqueurs de thym pour différents temps de décoction.

Nous remarquons deux bandes d'absorption importantes à 280nm, et 325nm d'environ. Les absorbances augmentent avec le temps de décoction. un maximum d'absorbance élevée est enregistré pour chaque longueur d'onde à  $t = 240\text{min}$   $A_{\max}=1$  pour  $\lambda_{\max}=280$  et  $A_{\max}=0.80$  pour  $\lambda_{\max}=325$  nm. Cette augmentation est due à la concentration des composés obtenus dans l'extrait du thym après décoction.

### III.1.4.3. Dosage des polyphénols totaux des liqueurs de la menthe obtenu à des temps de décoction différents



**Figure.III.16 :** Teneur en polyphénol des extraits de la menthe obtenus à des temps de décoction différents

La figure **III.16** représente les teneurs en PT de la menthe en fonction du temps de décoction de 5min jusqu'à 240 min.

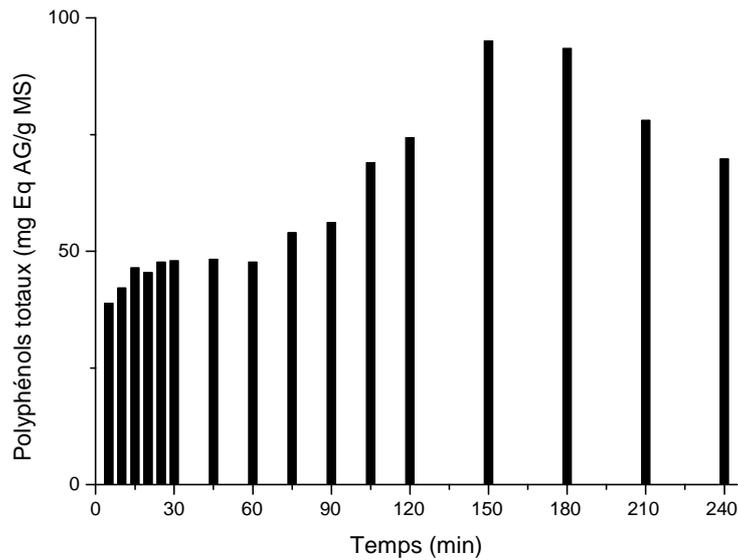
Les teneurs en PT augmentent avec le temps jusqu'à atteindre un maximum de (114,52 mg Eq AG/g MS) à 105min, puis diminuent jusqu'à atteindre une faible teneur en PT à 240min de (10,986mg Eq AG/g MS). Le temps optimal pour l'extraction des PT de la menthe par décoction est 105 minutes.

### III.1.4.4. Dosage des polyphénols totaux des liqueurs de thym obtenu à différents temps de décoction

La figure **III.17** représente les teneurs en polyphénols totaux de l'extrait de thym en fonction de la durée de la décoction de 5min à 240min.

La teneur en PT augmente avec le temps jusqu'à atteindre un maximum de (95,11mg E AG/g MS) à 150min. au-delà de ce temps, nous remarquons une diminution de cette teneur jusqu'à atteindre 69,76 mg E AG/ g MS à 240 minutes.

Le temps optimal de décoction pour l'extraction des PT du thym est 150 minutes.

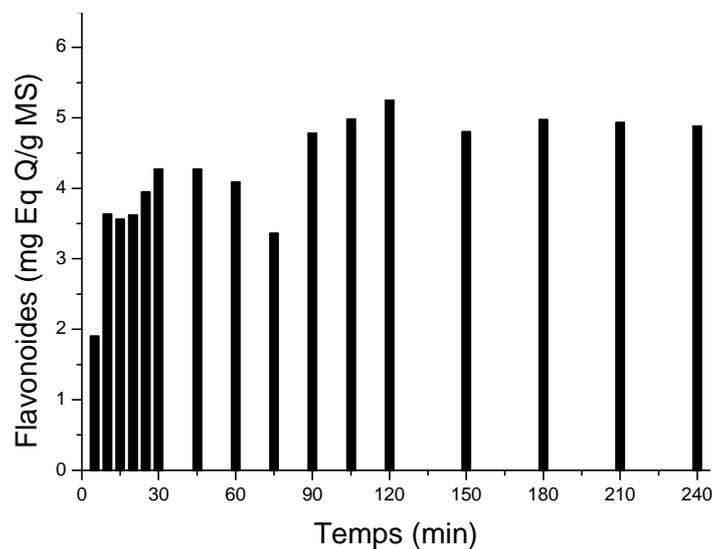


**Figure.III.17 :** Teneur en polyphénol totaux des extraits de thym obtenu à différents temps de décoction.

### III.1.4.5. Dosage des flavonoïdes totaux des liqueurs obtenus à différents temps de décoction.

#### III.1.4.5.1. Dosage des flavonoïdes totaux des liqueurs de la menthe

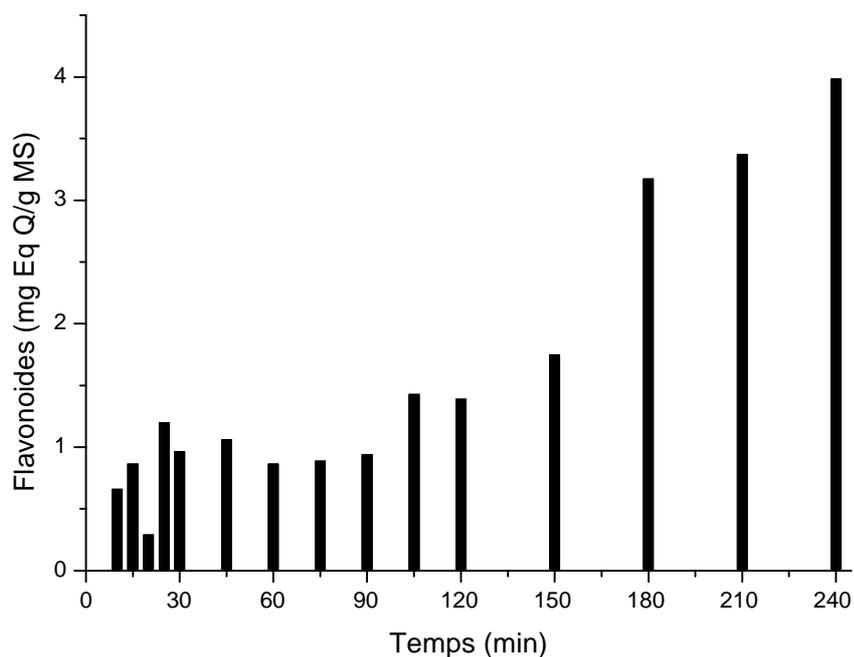
Le dosage colorimétrique de la menthe (feuille) représente les teneurs en FVT en mg EQ/g MS en fonction des différents temps de décoction de 5min jusqu'à 240min



**Figure.III.18 :** Teneur en flavonoïdes des extraits de menthe obtenus à différents temps de décoction.

Selon la figure **III.18** nous remarquons que les teneurs en FVT augmentent avec le temps pour atteindre un maximum à 120min. Au delà de 120min, la teneur en FVT reste stable.

Le temps optimal de décoction pour l'extraction des flavonoïdes totaux de la menthe est de 120 minutes.



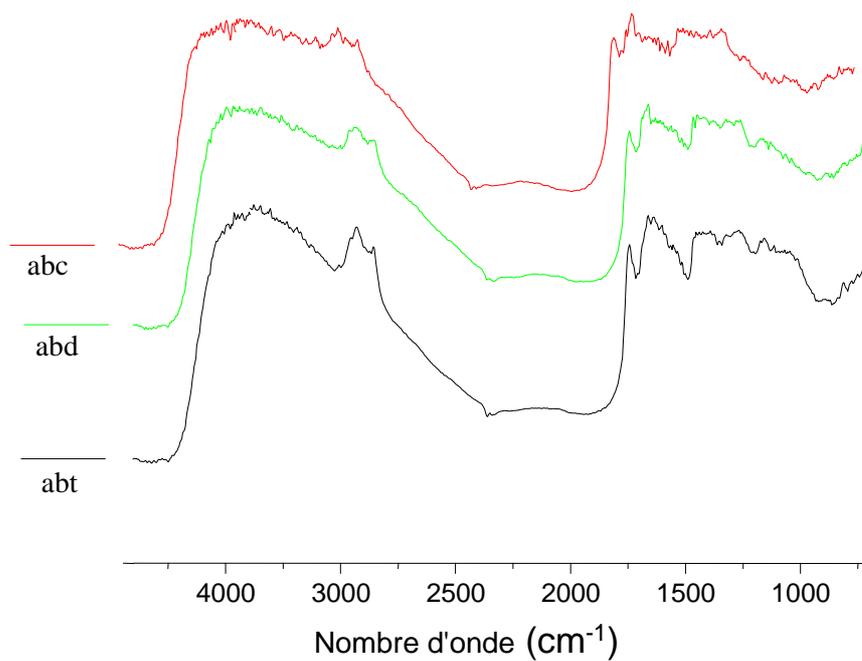
**Figure III.19 : Teneurs en FVT en mg EQ/g MS de la liqueur de thym en fonction de temps de décoction**

D'après la figure III.19, la teneur en FVT augmente en fonction du temps dans l'intervalle [5min-240min] étudié.

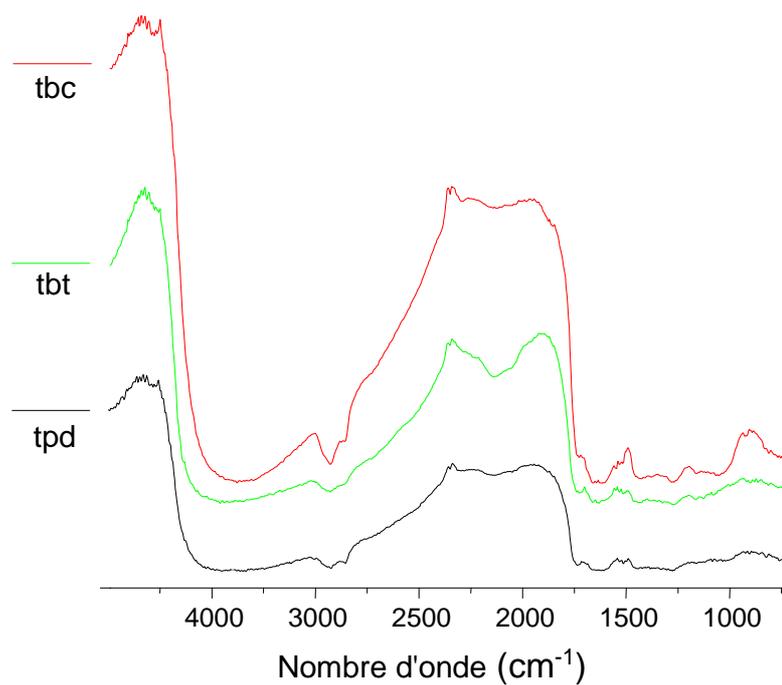
Le traitement thermique effectué par décoction sur les deux plantes menthe et thym affecte positivement le contenu en FVT. Cela montre que les flavonoïdes des plantes étudiées sont thermostables.

### III.2. Analyse par spectrophotométrie infrarouge (IR)

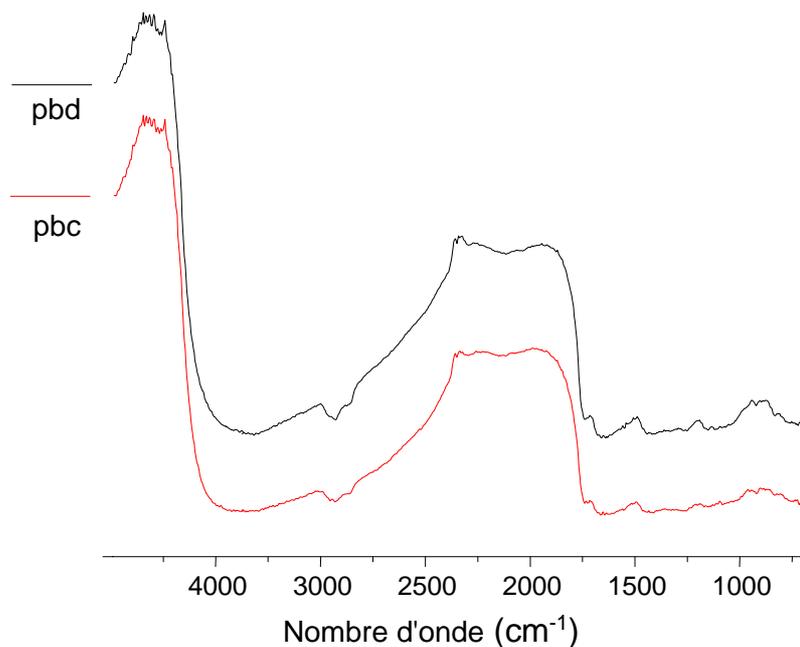
Les spectres IR des poudres de plantes étudiées sont représentés sur les figures III.20 à III.23.



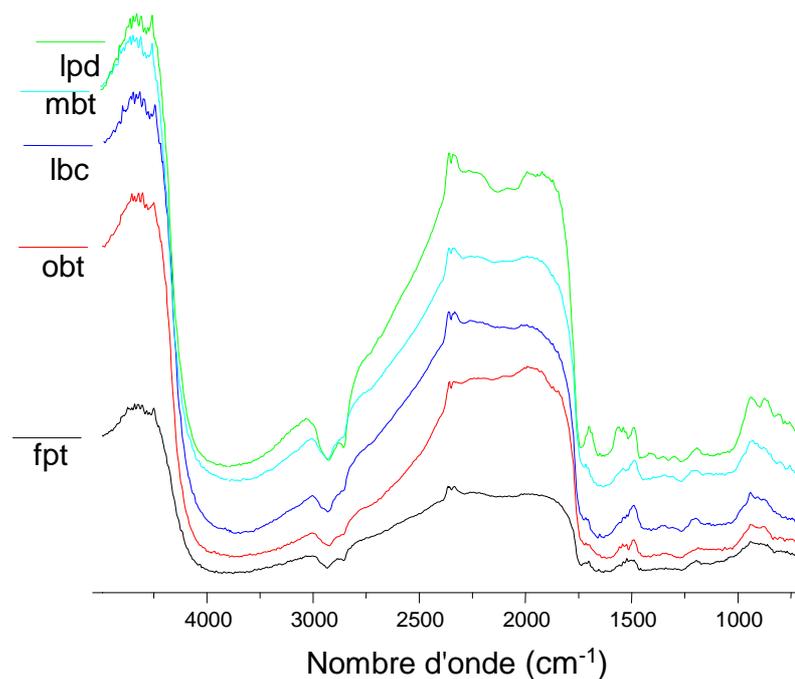
**Figure III.20.** Spectres IR de l'anis vert des marques Tachfine, Tchico et Délicea



**Figure III.21.** Spectres IR de thym des marques Tachfine, Tchico et Délicea



**Figure III.22.** Spectres IR de persil des marques Tachfine, Tchico et Délicea



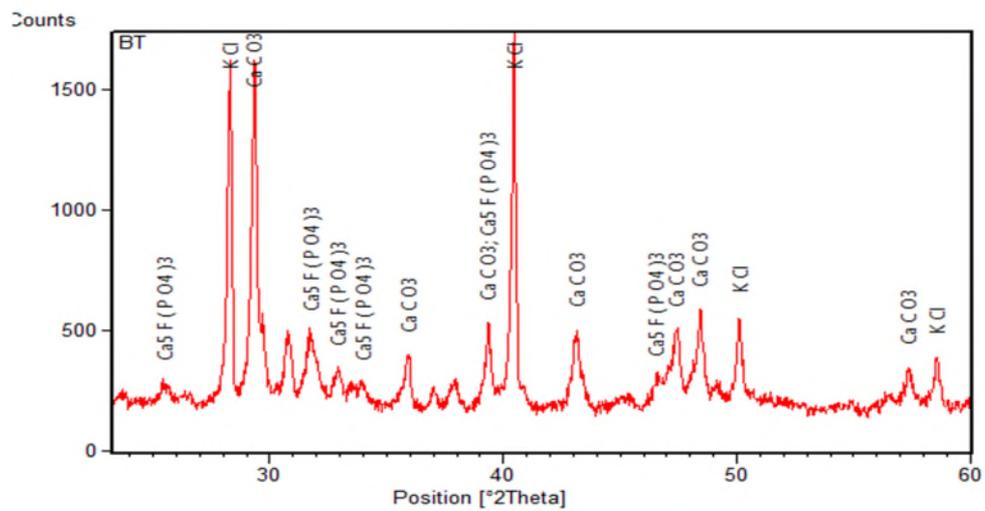
**Figure III.23.** Spectres IR de la poudre des plantes (fenouil, menthe, laurier et origan) des marques Tachfine, Tchico et Délicea

L'étude des spectres IR des plantes étudiées (figures III.20 – III.23) révèle une ressemblance dans leur allure générale.

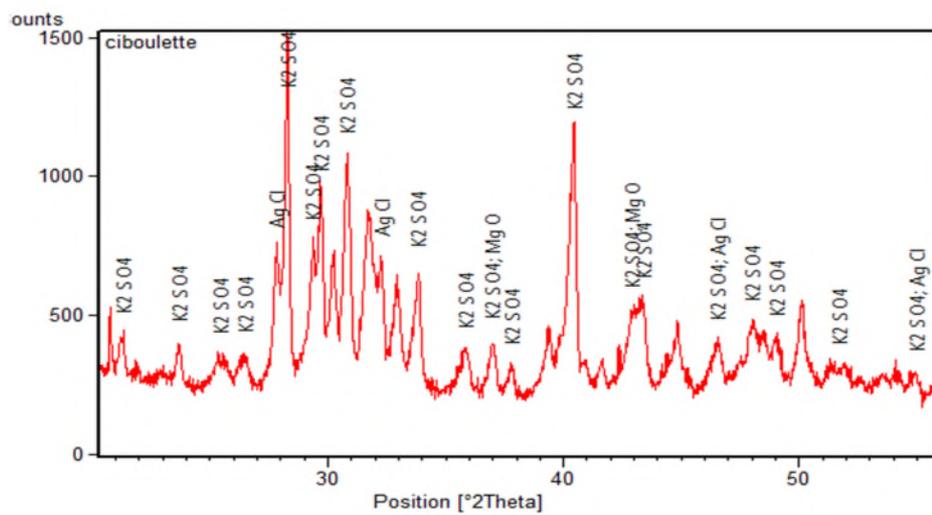
Nous pouvons signaler, en particulier, les bandes d'absorption caractéristiques suivantes:



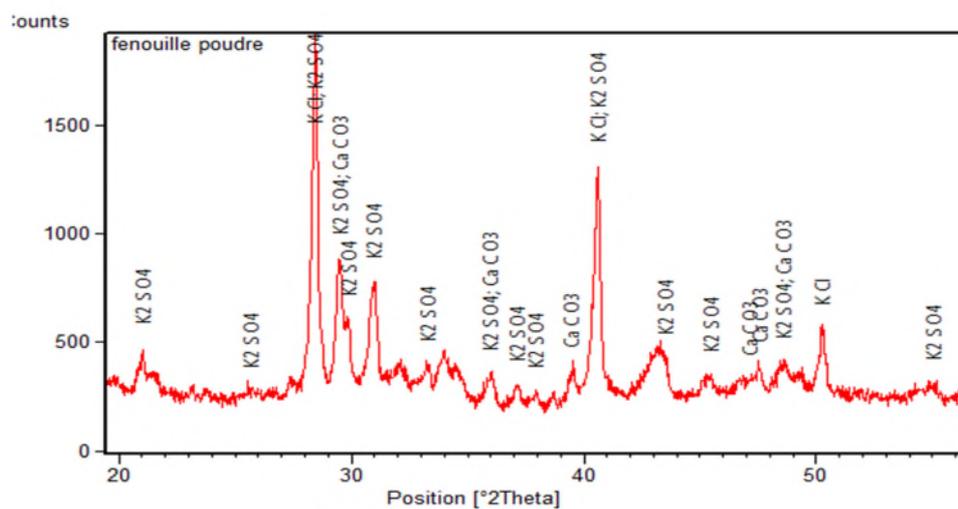
(b)



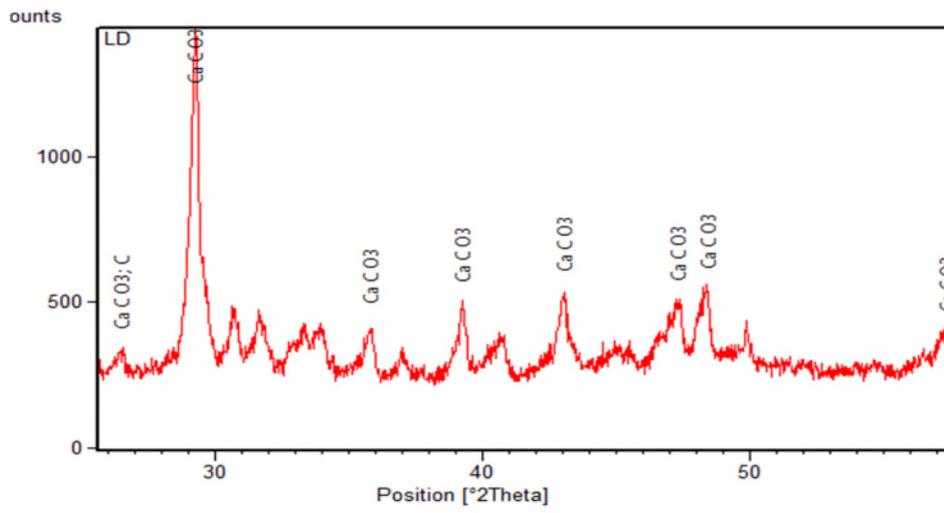
(c)



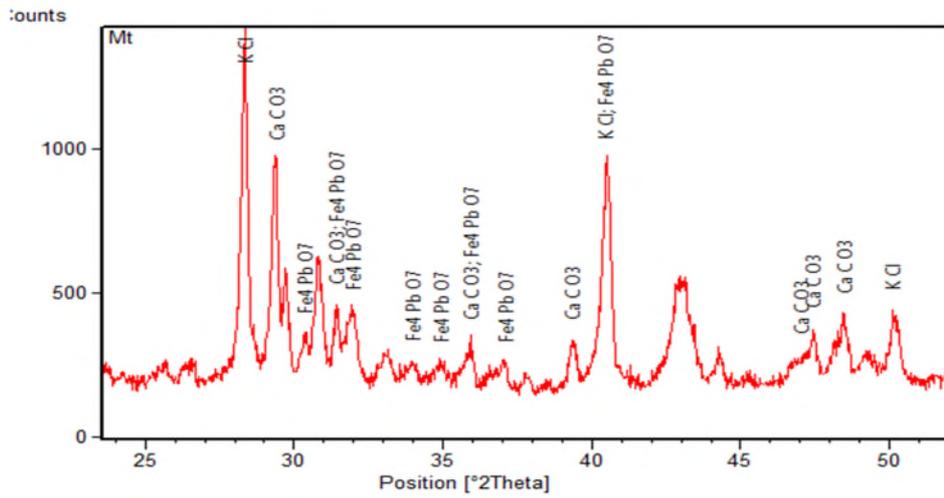
(d)



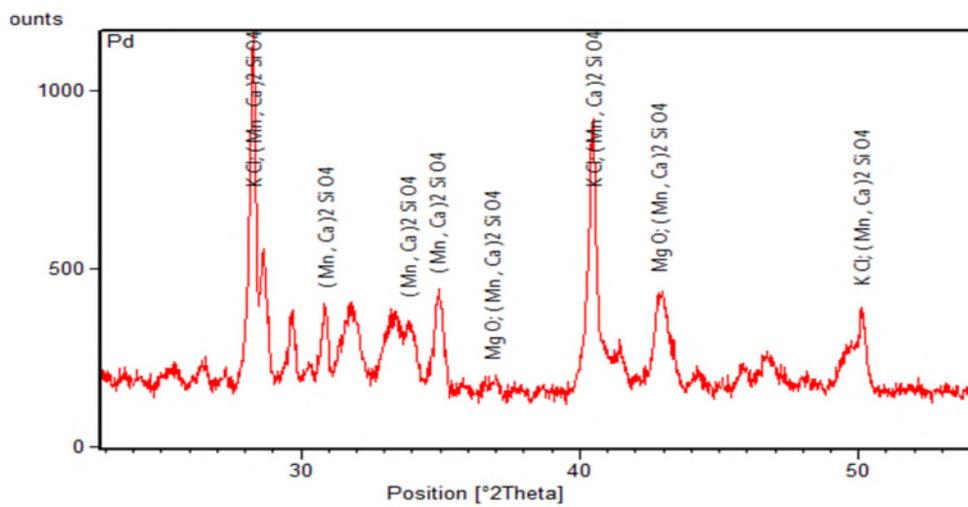
(e)



(f)



(g)



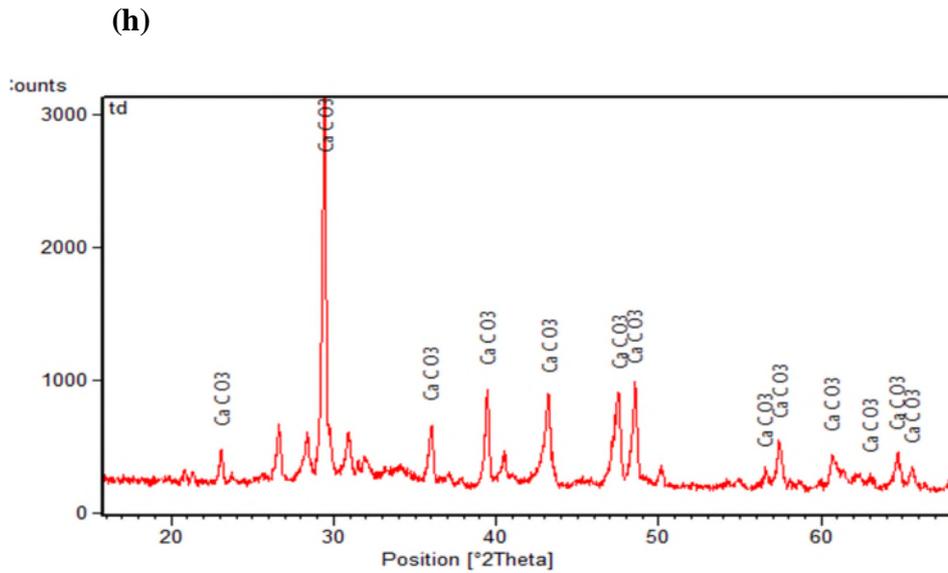


Figure III.24. Diffractogrammes DRX des plantes étudiées.

L'identification des pics, qui semblent être les plus intéressants, permet la détermination des formes minérales suivantes : calcites, chlorure de potassium, sulfate de potassium et oxyde de magnésium en majorité.

Nous avons rassemblé les résultats les plus significatifs dans le **tableau III.4**

**Tableau III.4.** Résultats de l'attribution des pics relevés sur les diffractogrammes (DRX) pour l'identification des compositions minérales les significatives des différentes plantes étudiées

Plantes	Pic DRX (°)	Composés minéraux
Anis vert	27.244°,29.315°,30.695°	(Ca,Ce,Na)
	43.366°,40.418°,35.713°	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>
Basilic	28.383° ,40.413°	Kcl
	31.697°	CaSF(PO <sub>4</sub> )
	29.463°,35.947°	Caco <sub>3</sub>
Fenouil	29.36°,32.62°,35.26°	CaCo <sub>3</sub>
	35.236°,32.56°,29.32°	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
	29.23° ,28.32°	Kcl
Thym	29.54°	CaCO <sub>3</sub>

	30.892°	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Persil	28.181°	KCl
	42.903°	MgO
	30.89°	Mn, Ca
	29.330° ,39.324°	CaCO <sub>3</sub>
Laurier	33.390°	(Ca,Fe) <sub>2</sub>
	29.365°	CaCO <sub>3</sub>
Menthe	28.362° ,40.459°	KCl
	29.330° ,39.324°	AgCl
Ciboulette	25.36° ,26.23° ,29.23°	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , AgCl
	28.362° ,40.459°	K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>

#### III.4. Analyse par spectrométrie d'émission à plasma à couplage inductif (ICP)

Les résultats obtenus de l'analyse par ICP sont consignés dans le **tableau III.5**. Les métaux présents dans les plantes étudiées, par ordre décroissant de la teneur en µg/g MS sont : Fe (moy=320,87 ; max=930,45 dans le thym tchico ; min=101,13 dans l'anis vert délicea), Mn (moy=41,33 ; max=106,10 dans le thym tchico ; min=14,35 dans l'anis vert délicea), Ba (moy=40,15 ; max=441,88 dans l'origan tachefine ; min=3,38 dans le fenouil délicea), Sr (moy=31,42), Zn (moy=23,53) et Cu (moy=9,51).

L'analyse par ICP a indiqué une richesse de ces plantes en micronutriments tel que Fe, Cu, Mn.

La variation entre les teneurs en métaux pour les 3 marques peut être liée à la provenance des plantes achetées.

**Tableau III.5** : Teneur des plantes en métaux ( $\mu\text{g}$  métal/g matière sèche)

plante	Cd	Co	Cu	Cr	Pb	Fe	Mn	Ni	As	Ba	Li	Sr	V	Zn
abd	0.1	0.6	10.7	1.93	0.3	101.1	14.35	2.58	0.03	5.03	8.33	13.88	0.00	28.1
abc	0.1	0.1	10.4	0.83	0.3	106.4	18.05	4.30	0.03	5.95	0.68	16.0	32.7	35.8
abt	0.0	0.2	13.7	2.53	1.0	102.6	17.55	2.20	0.08	6.10	0.90	19.0	0.00	15.6
Mbt	0.0	0.3	9.13	3.70	0.7	619.3	44.25	0.55	0.13	11.48	0.38	60.6	0.00	11.3
tbd	0.0	0.3	9.88	2.80	9.1	753.9	21.55	0.00	0.28	26.90	13.6	40.3	40.3	17.5
tbt	0.5	0.2	5.53	12.1	1.4	376.5	25.38	0.80	0.13	15.38	1.28	28.75	0.00	21.3
tbc	0.3	0.6	5.50	19.4	2.1	930.4	106	8.70	0.38	42.10	16.5	34.5	0.00	27.7
lpd	0.05	0.08	3.80	0.75	0.63	124.05	49.13	0.00	21.55	6.23	0.45	24.13	24.13	15.60
lbc	0.08	0.08	5.93	2.50	5.70	128.75	55.93	0.88	0.83	4.73	0.60	20.30	0.00	20.00
pbd	0.08	0.20	10.8	1.13	1.65	290.48	31.73	0.35	0.08	7.05	0.45	20.98	0.00	22.30
pbc	0.10	0.13	5.53	0.05	0.80	204.50	51.98	1.83	0.10	11.58	0.60	20.55	0.00	21.25
cbc	2.25	0.20	5.80	1.55	0.70	122.50	55.25	1.85	0.05	24.30	1.45	58.45	0.00	19.48
fbd	0.03	0.15	12.4	0.75	0.78	229.50	24.73	0.33	0.05	3.38	0.40	71.58	0.00	29.98
bbc	0.50	0.43	16.5	3.55	1.20	452.13	50.00	0.25	0.10	16.38	0.40	0.00	0.00	30.23
obt	0.05	0.13	8.70	1.23	7.50	193.25	36.20	51.8	9.38	441.88	55.00	73.58	0.00	32.70
bt	0.03	0.40	17.63	2.68	0.73	398.23	55.53	0.10	0.10	14.05	0.53	0.00	0.00	27.48
<b>Moy</b>	<b>0.27</b>	<b>0.27</b>	<b>9.51</b>	<b>3.59</b>	<b>2.18</b>	<b>320.87</b>	<b>41.10</b>	<b>4.79</b>	<b>2.08</b>	<b>40.15</b>	<b>6.35</b>	<b>31.42</b>	<b>6.07</b>	<b>23.53</b>

### Corrélation entre les teneurs en métaux présents dans les plantes étudiées

Une corrélation positive entre deux métaux signifie qu'en passant d'une plante vers une autre, si la teneur de l'un des métaux augmente, celle de l'autre augmente aussi. D'après le **tableau III.6**, il y a une forte corrélation par ordre décroissant, des métaux (Ni, Ba :  $r=0,989$ ), (Ba, Li :  $r=0,952$ ), (Cr, Fe :  $r=0,683$ ), (Pb, Li :  $r=0,639$ ), (Co, Fe :  $r=0,617$ ), des corrélations faibles positives et négatives, et des métaux qui ne sont pas corrélés entre eux, comme exemple : (Cd, Co), (Mn, Ba) et (Cr, Pb).

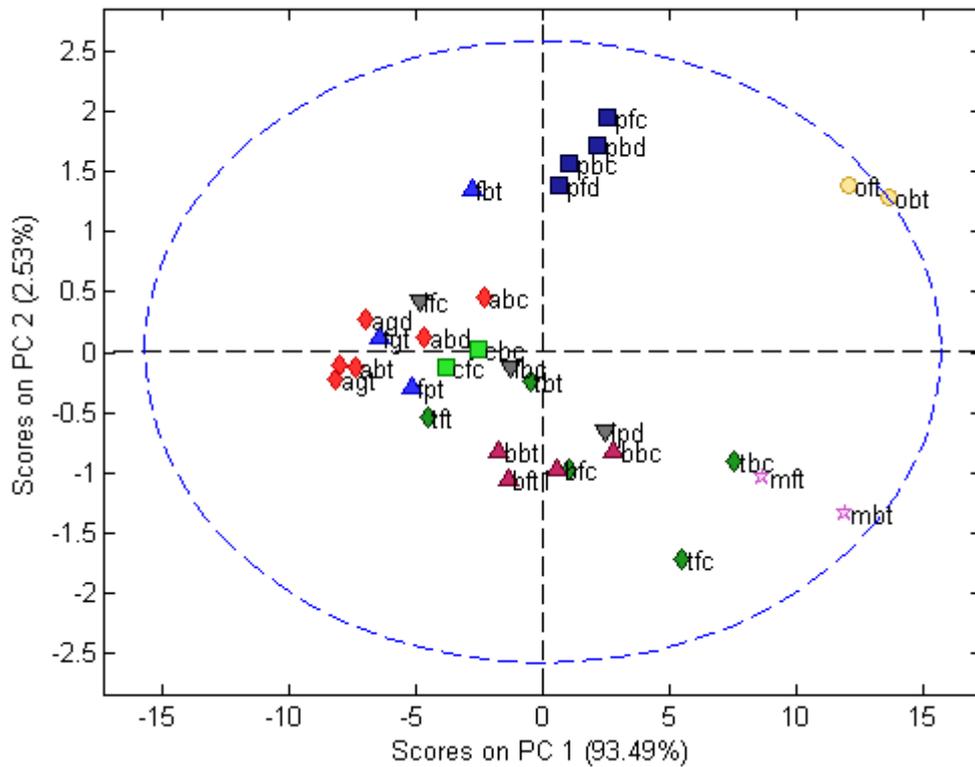
Tableau III.6 : Coefficients de corrélation entre les métaux

	Cd	Co	Cu	Cr	Pb	Fe	Mn	Ni	As	Ba	Li	Sr	V	Zn
Cd	1													
Co	-0.007	1												
Cu	-0.239	0.258	1											
Cr	0.068	<b>0.588</b>	-0.265	1										
Pb	-0.184	-0.148	-0.135	-0.008	1									
Fe	-0.117	<b>0.617</b>	0.021	<b>0.683</b>	0.272	1								
Mn	0.220	0.321	-0.305	<b>0.578</b>	-0.043	0.494	1							
Ni	-0.091	-0.129	-0.098	-0.010	0.491	-0.079	0.031	1						
As	-0.148	-0.361	-0.382	-0.183	0.087	-0.242	0.080	0.306	1					
Ba	-0.069	-0.163	-0.073	-0.056	<b>0.544</b>	-0.059	0.006	<b>0.989</b>	0.325	1				
Li	-0.119	0.042	-0.116	0.100	<b>0.639</b>	0.122	0.062	<b>0.953</b>	0.274	<b>0.952</b>	1			
Sr	0.212	-0.226	-0.333	-0.019	0.307	0.094	-0.022	0.473	0.115	0.494	0.479	1		
V	-0.177	-0.183	-0.114	-0.188	0.335	0.112	-0.292	-0.127	0.289	-0.114	-0.012	-0.068	1	
Zn	-0.093	0.168	0.345	0.037	-0.025	-0.112	-0.023	0.406	-0.150	0.350	0.356	-0.093	-0.023	1

### III.5. Méthodes chimiométriques

#### III.5.1. Analyse en composantes principales sur les données spectrales UV-Visible d'infusion.

Nous avons utilisé l'analyse ACP sur les données des absorbances obtenus par infusion de chaque plante. Les échantillons étudiés sont projetés dans un espace à deux dimensions (plan des scores). D'après la **figure III.25**, le premier axe factoriel (composante principale) capte 93,43% de l'information présente dans les variables initiales (absorbances), le deuxième axe capte 2,53% de l'information totale. Nous remarquons que les échantillons du persil sont regroupés ensemble et ne dépendent pas de la forme ou de la marque, même constatation pour l'origan, menthe et basilic, par contre, les autres échantillons sont mélangés entre elles : elles comportent les mêmes composés qui absorbent dans l'intervalle de longueur d'onde étudiées.



**Figure III.25** : Projection des spectres UV- visible des extraits de plantes obtenus par infusion sur le plan (PC1, PC2)

### III.5.2. Analyse hierarchique cluster des spectres UV-visible des extraits obtenus par infusion

Le dendrogramme d'analyse cluster sur les absorbances UV-visible est illustré sur la **figure III.26**

En coupant le dendrogramme par une droite perpendiculaire à l'axe horizontale à la variance correspondante à la moitié de la variance maximale, nous obtenant 03 groupes différents, sachant qu'il ya une similitude entre les spectres UV visible des échantillons du même groupe

Groupe I : rassemble : lfc, tft, fpt, cfc, abd, fgt, agd, abt, agc, agt

Groupe II : rassemble : obt, oft, mbt, ttc, tbc

Groupe III : rassemble pfd, pbc, tpd, bbc, lpd, lbc,

L'analyse hierarchique cluster sur les données spectrales UV-Visible n'a pas permit de séparer les échantillons selon leur nature. Ces herbes ont plusieurs composés en commun, qui absorbent dans l'intervalle des longueurs d'onde étudiées.

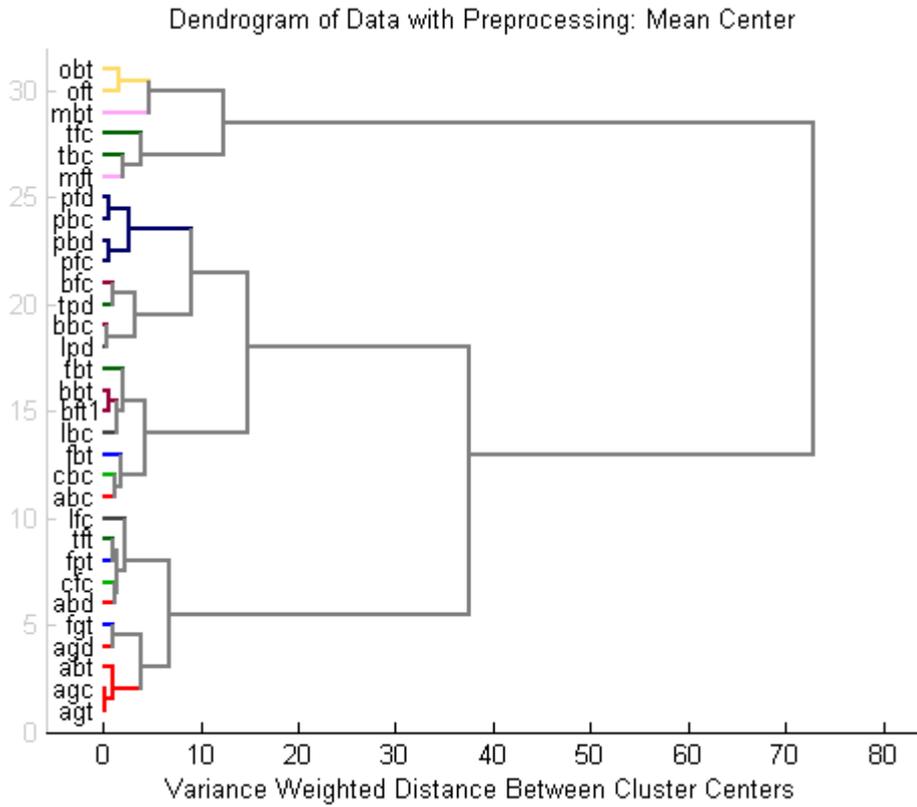
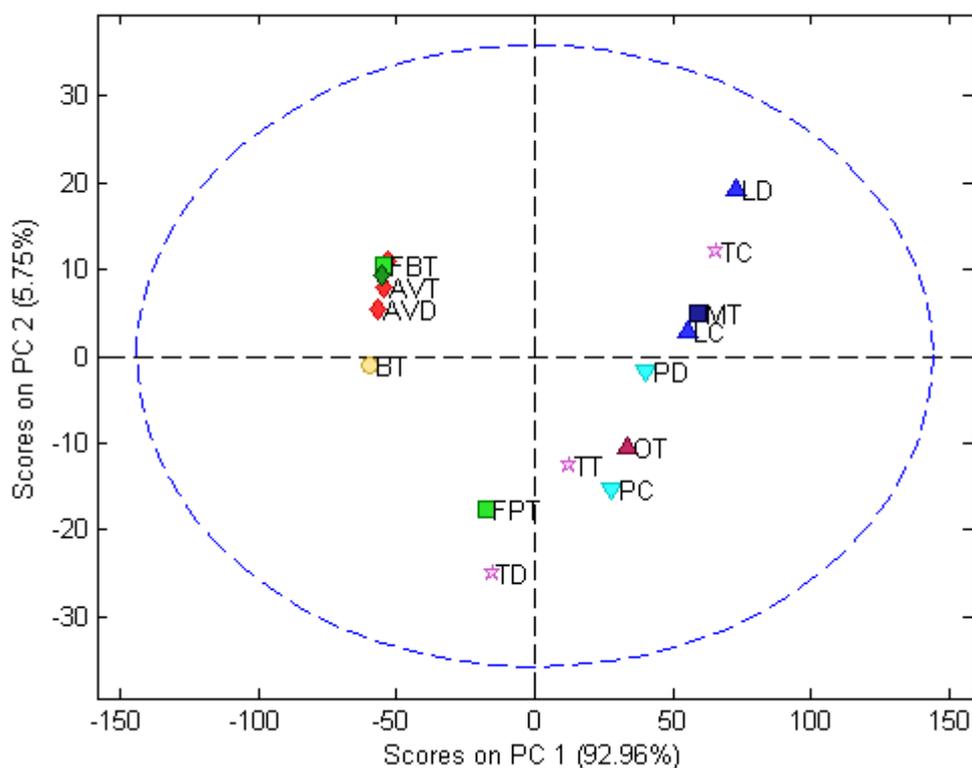


Figure III.26. Dendrogramme de l’analyse cluster UV-visible

**III.5.3. Analyse en composante principale des spectre infrarouge IR**

La **figure III.27.** Représente l’analyse ACP sur les données des spectres infrarouge obtenus. Les échantillons sont projetés dans un espace à deux dimensions (plan des scores). Le premier axe factoriel capte 92,96% de l’information présente dans les variables initiales le deuxième axe comporte 5,75% de l’information totale, nous remarquons que les spectres infrarouge de fenouil, anis vert delicea et tachfine sont très proches, et sont regroupés ensemble, le basilic tachfine est très proche de ce groupe. Le laurier et, menthe, sont regroupés ensemble, l’origan, le persil et le thym sont aussi regroupés.



**Figure III.27.** Projection des spectres IR sur le plan (PC1, PC2)

#### III.5.4. Analyse Cluster des spectre infrarouge IR

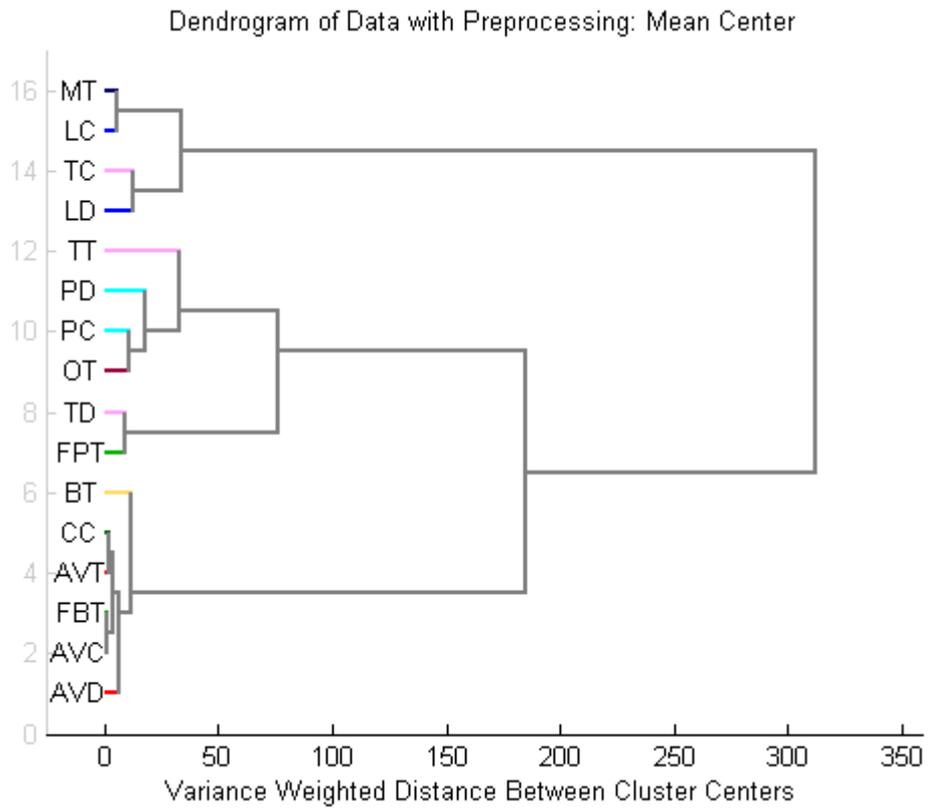
Le dendrogramme de l'analyse cluster des spectres infrarouges sont illustrés dans la figure III.28. En coupant le dendrogramme par une droite perpendiculaire à l'axe horizontale à la variance correspondante à la moitié de la variance maximale nous obtenons 03 groupes:

Groupe I : rassemble : MT, Tc, Lc, Ld

Groupe II : rassemble : TT, Pd, Pc, Ot, Fpt, Td

Groupe III : rassemble Bt, Cc, Avt, Fbt, Avc, Avd

Les données des spectres IR analysés par Cluster a détecté 03 groupes d'échantillon qui ont peut être les mêmes groupements fonctionnels.



**Figure III.28.** Dendrogramme de l'analyse cluster d'IR

### Conclusion générale

Le présent travail a pour but l'association de la chimiométrie aux techniques spectroscopiques a fin d'explorer et de comparer des extraits de trois marques d'herbes commercialisées sur le marché local.

Cette étude nous a permis en premier lieu de découvrir les plus simples techniques analytiques et les méthodes d'extraction, en particulier, l'infusion et la décoction.

L'analyse UV-visible a montré que :

- Certaines herbes ont des spectres semblables dans une partie de l'intervalle des longueurs à 235nm
- Les spectres de certaines herbes dépendent de la marque
- Le rendement d'extraction est meilleur dans le cas de la forme broyée

Une estimation quantitative des polyphénols totaux et des flavonoïdes est mesuré. Le dosage colorimétrique des polyphénols a révélé que l'origan, la menthe de la marque TACHFINE sont les plus riches en polyphénols totaux suivit du basilic et de laurier de marque TCHICO.

- La cinétique de décoction de la menthe et thym à permet de déterminer que :
- Le temps optimal pour l'extraction des PT est entre 120 et 150min.
- L'extraction des flavonoïdes totaux est importante à partir de 120min pour la menthe (feuille) et 180min pour le thym (feuille)

Les méthodes d'extraction appliquées sont assez satisfaisantes dans une certaine mesure où elles ont permis d'obtenir des teneurs relativement élevées de PT et FLV.

L'analyse par spectroscopie plasma à couplage inductif (ICP) à relevé la présence de 14 métaux dans les herbes où le fer (Fe) représente la teneur la plus élevée, d'une moyenne de 320 ,87ug/g de matière végétale.

L'analyse comparative des spectres IR des herbes à marqué une ressemblance entre ces spectres ce qui signifie qu'ils ont des composés de mêmes groupements fonctionnels.

En dernier lieu, L'analyse en composantes principales (ACP) et classification par regroupement Cluster nous ont permis d'estimer la relation entre ces échantillons, et le degré de ressemblance entre eux, les résultats obtenus sont en accord avec ceux de l'UV-Visible et l'IR, à savoir que ces échantillons partagent presque les mêmes composés, ce qui a rendu la classification difficile ou impossible les deux méthodes ACP et Cluster utilisées.

En perspective, il serait intéressant de compléter ce travail, car l'étude réalisée ne permet pas la détermination des différents constituants des extraits des plantes, d'où la nécessité d'effectuer d'autres études plus approfondies et plus sélectives, pour cela il serait intéressant :

- D'identifier les composés phénoliques en utilisant plusieurs techniques ; CCM, HPLC.
- Utiliser des mélanges (solvants organiques, eau) pour avoir une extraction maximale en composés phénoliques.
- Orienter la recherche vers d'autres parties des plantes dans le but d'une estimation quantitative en polyphénols.

### Références bibliographique

- [1] **S. Achat**, thèse de doctorat « polyphénols de l'alimentation : extraction pouvoir antioxydant et interaction avec les ions métallique » Université .A.MIRA, Bejaia, 2013.
- [2] **H. HIMED**, mémoire de magister « Etude des activités antioxydantes et antibactérienne des polyphénols d'*Allium triquetrum* L. en vue de leur application sur la sardine commune » Université Mentouri, Constantine 2015.
- [3] **Emma. Callery**, « le grand livre des herbes » Édition KONMANN, 1994.
- [4] **M. Cahuzac-Picaud**, « Épices, herbes et aromates : usages culinaires et recettes », *Phytothérapie*, (2012) 10:109–116, 2012.
- [5] **H. Richard**. « Épices et herbes aromatiques » E.N.S.I.A-1 avenue des olympiades - 91744.
- [6] **N.Ouis**, thèse de doctorat « étude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandre, de fenouil, et de persil » université d'Oran 1, 2015.
- [7] **M.ARAMA BAHATI**, mémoire de magister « Screening chimique et extraction d'huile essentielle : *scordophoeus zenkeri harms* et croton *haumanianus* », université de kisanghani, 2015
- [8] **B.Raouf**, mémoire de magister « Inventaire des ressources médicinales et aromatiques dans la région de Djerma- Batna par la méthode systématique » université El Hadj lakhde Batna, 2012.
- [9] **B.rhino**, « Réseau caribées pour le développement de système agro écologiques » CIRAD, 2013.
- [10] **G.ANNOU**, thèse de doctorat « Activités biologiques des épices constitutives d'un mélange « Ras el hanout » Utilisé par les habitants de Ouargla », Université Kasdi Merbah Ouargla ,2017.

- [11] Les plantes potagères : Description et culture édition 4 , vilmorin-andrieux et cie 1925,812. P502-506
- [12] **k. Taleb-toudert**, thèse de doctorat « extraction et caractérisation des huiles essentielles de dix plantes aromatiques provenant de la région de Kabylie, évaluation de leurs effets sur la bruche du niébé *callosobruchus maculatus* » Université Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou, 2015.
- [13] **A. LEFIEF-Del**, « les herbes aromatiques c'est malin »Edition, quotidien malin ,2013.
- [14] **N.Zeghad**, mémoire de magister « étude du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales d'intérêt économique (*thymusvulgaris*, *rosmarinus officinalis*) et évaluation leurs teneurs antibactérienne » Université Mentouri Constantine 2009.
- [15]:**S.chaane**, Mémoire de magister « l'effet bio-insecticides de l'huile essentielle de l'origan *origanum vulgare* vis-à-vis de deux espèces d'insectes ravageurs le charançon *sylophillus oryzae* et le thrips *frankliniella occidentalis* » Université M.hamed Bougera Boumerdes, 2016.
- [16] **L. CHEBIL**, thèse de doctorat « Acylation des flavonoïdes par les lipases de *Candida antarctica* et de *Pseudomonas cepacia* : études cinétique, structurale et conformationnelle » institut national polytechnique de lorraine, 2006.
- [17] **R.POIROT**, thèse de doctorat « Méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté a partir de matière végétal » institut national polytechnique de Toulouse, 2007.
- [18] **A.KADOUS**, thèse de doctorat « Extraction de l'ion uranyle par procédés d'extraction solide liquide et membranaire liquide supportée », université Abou bekr belkaid Tlemcen, 2011.
- [19] **A.Kalla**, thèse de doctorat « Etude comparative des principes actifs de quelques plantes du sud algérien : *pituranthos scoparius* , *rantherieumadpressum* et *traganum nudatum* » Université Mentouri Constantine, 2012.

[20] Analytical techniques combined with chemometrics for authentication and determination of contaminants in condiments, *Journal of Food Composition and Analysis* 44 56–72, (2015)

[21] **L.LOIC**, thèse de doctorat « Analyse mathématique et contrôle optimal pour les équations d'advection diffusion : application aux problèmes de Transfer de nutriments pour les plantes en agro écologie » université de Guyane ,2015.

[22] **L. Boukemara**, Mémoire de magister « Etude de l'Adsorption des ions Phosphate sur des Oxy-hydroxydes cas de l'hydroxyde de fer », Université Mentouri, Constantine ,2009.

[23] : **A. BENAÏSSA**, thèse de doctorat, « Etude de la dégradation photo catalytique d'un colorant synthétique et d'une tension actif », Université Mentouri Constantine 2011.

[24] **F.BOUANAKA**, mémoire de magister « Spectroscopie d'émission optique (SEO) par analyseur optique multicanaux d'un plasma basse pression », Université Mentouri Constantine, 2008.

[25] **J. Carlos DIAZ ROSADO**, thèse de doctorat, « Étude et développement de la spectroscopie d'émission optique sur plasma induit par laser pour la réalisation d'analyses de terrain : application à l'analyse en ligne de métaux dans les liquides », UNIVERSITÉ PARIS-SUD ,2013.

[26] **N.Benoudjit, et autres**, « Utilisation de l'information mutuelle pour la sélection de variables spectrales avec des modèles non-linéaires. Paris (France), pp. 133-136. 2003.

[27] **H.BENABID**, thèse de doctorat « caractérisation de l'huile d'olive algérienne Apports des méthodes chimiométriques », Université Mentouri Constantine ,2009.

[28] **A. GRATIEN**, thèse de doctorat « Spectroscopie ultraviolet-visible et infrarouge de molécules clés atmosphériques » l'Université Paris12, 2008.

[29] **M.Tenenhaus**, « la régression pls , théorie et pratique eddition », TECHNIP, Paris, France 1998.

[30] **M.TALBI**, Mémoire de magister « Dosage des polyphénols de la plantes d'Artemisia campestris.L par chromatographie HPLC. Mise en évidence de l'activité biologique » Université Ahmed benbella Oran ,2015.

## Références bibliographiques

---

[31] K.SAFFIDINE, « thèse « Etude analytique et biologique des flavonoides extraits de *carthamus caeruleus L* et de *plantago majorL* »,2015.

## **Résumé :**

Ce manuscrit présente les résultats expérimentaux obtenus lors de l'analyse par spectrométrie UV- visible, IR, DRX, et ICP de différentes herbes aromatiques issus de trois marques (Tachfine, Tchico, Delicea) commercialisées en Algérie, le dosage des PT et FLV des extraits d'herbes obtenus par deux méthodes d'extraction (infusion et décoction), le traitement des résultats en utilisant des méthodes mathématiques (analyse en composantes principales ACP et classification par regroupement ou cluster) a fin d'étudier la relation entre ces échantillons et le degré de ressemblance entre eux.

Au terme de ce travail, nous avons conclu :

Les méthodes d'extractions utilisées sont assez satisfaisantes ou elles ont permis d'obtenir des teneurs en PT et FLV relativement élevée, l'analyse par spectroscopie ICP a relevé la présence de 14 métaux où le fer est en quantités élevées dans tous les échantillons, les herbes utilisées partagent presque les mêmes composés ce qui a rendu la classification difficile par les deux méthodes ACP et Cluster.

**Mots clés :** UV-visible, IR, ICP, DRX, polyphénols totaux, flavonoïdes, Analyse en composantes principales ACP, classification par regroupement Cluster.