



UNIVERSITE
JEAN LOROUGNON GUEDE

UFR ENVIRONNEMENT

REPUBLIQUE DE CÔTE D'IVOIRE

Union-Discipline-Travail

Ministère de l'Enseignement Supérieur et
de la Recherche Scientifique

ANNEE ACADEMIQUE :

2019-2020

N° D'ORDRE : 0312/2021

N° CARTE D'ETUDIANT :

CI0414003562

LABORATOIRE :

Laboratoire des Sciences
et Technologies de
l'Environnement (LSTE)

MASTER

Physique - Chimie Appliquée

Option : Environnement

THEME :

**Etude de l'activité antioxydante des huiles essentielles
des graines de *Xylopia aethiopica* (Annonaceae)**

Présenté par :

SEKONGO N'golo

JURY

Président : M. KOUASSI Kouakou Lazare, Professeur Titulaire,
Université Jean LOROUGNON GUEDE

Directeur : M. DONGUI Bini Kouamé, Professeur Titulaire,
Université Jean LOROUGNON GUEDE

Encadreur : M. OUSSOU Kouamé Raphaël, Maître-Assistant,
Université Jean LOROUGNON GUEDE

Examineur : M. YAPI Yapo Hermanne Aristide, Maître-Assistant,
Université Jean LOROUGNON GUEDE

Soutenu publiquement

le : 23 Février 2021



**UNIVERSITE
JEAN LOROUGNON GUEDE**

UFR ENVIRONNEMENT

REPUBLIQUE DE CÔTE D'IVOIRE

Union-Discipline-Travail

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et
de la Recherche Scientifique**

ANNEE ACADEMIQUE :

2019-2020

N°D'ORDRE : 0312/2021

N°CARTE D'ETUDIANT :

CI0414003562

MASTER

Physique - Chimie Appliquée

Option: Environnement

THEME :

**Etude de l'activité antioxydante des huiles essentielles
des graines de *Xylopia aethiopica* (Annonaceae)**

LABORATOIRE :

**Laboratoire des Sciences
et Techniques de
l'Environnement (LSTE)**

Présenté par :

SEKONGO N'golo

JURY

**Président : M. KOUASSI Kouakou Lazare, Professeur Titulaire,
Université Jean LOROUGNON GUEDE**

**Directeur : M. DONGUI Bini Kouamé, Professeur Titulaire,
Université Jean LOROUGNON GUEDE**

**Encadreur : M. OUSSOU Kouamé Raphaël, Maître-Assistant,
Université Jean LOROUGNON GUEDE**

**Examineur : M. YAPI Yapo Hermanne Aristide, Maître-Assistant,
Université Jean LOROUGNON GUEDE**

Soutenu publiquement

le : 23 Février 2021

DEDICACE

A ma mère, Feue Coulibaly Awa pour l'éducation, les valeurs morales, le sens de la responsabilité que tu m'as inculqué ainsi que les sacrifices consentis à mon égard. Tu as choisi de faire de moi un objet composite en me mettant sur la voie qui mène sans nul doute aux découvertes diverses. J'aimerais tant que tu sois parmi nous en ce jour exceptionnel, mais parce que la mort est la finalité de tout début, un fait irréversible, un chemin où chacun passera, tu es absente. Chère mère que le Seigneur bénisse là où tu es. Je ne cesserais jamais de prier pour toi de mon vivant.

A mon père, Feu Sékongo Moussa. Je suis peiné que tu sois absent en ce jour, car sans nul doute tes prières secrètes m'ont amené à ce jour et m'accompagneront à jamais. Que le Seigneur bénisse là où tu te trouves.

A ma grand-mère, Feue Coulibaly Chaita pour les efforts consentis pour établir en moi la confiance solide qui m'accompagne à jamais. Que le Seigneur t'accorde Son Paradis en récompense de l'humanisme dont tu as fait montre de ton vivant dans la famille.

A monsieur Coulibaly Mamadou, mon maître d'école primaire pour le rôle parental qu'il a joué dans ma vie en me contraignant dans mes idéo enfantins à reprendre le chemin de l'école. Ce travail est sans nul doute l'aboutissement de votre œuvre. Que le Seigneur vous en récompense !

REMERCIEMENTS

Nous venons par ces lignes exprimer notre profonde reconnaissance à toutes les personnes ressources sans le soutien desquelles ce travail n'aurait pas pu être réalisé.

À Mme **TIDOU Abiba Sanogo Epouse KONE**, Professeur Titulaire, Présidente de l'Université Jean Lorougnon Guédé (UJLoG) nous disons merci, pour son dialogue avec tout le personnel enseignant et administratif qui nous a permis de travailler toutes ces années dans un climat apaisé.

À M. **KOUASSI Kouakou Lazare**, Professeur Titulaire, Directeur de l'UFR Environnement, nous exprimons toute notre gratitude pour n'avoir jamais ménagé son temps afin d'apporter son aide et sa compétence pour la bonne marche de l'UFR.

Nous exprimons notre reconnaissance à M. **DONGUI Bini Kouamé**, Professeur Titulaire, Directeur de ce mémoire pour tout l'apport scientifique et l'attention dont il a fait montre.

Nos remerciements vont particulièrement à notre encadreur, **M. OUSSOU Kouamé Raphaël**, Maître-assistant pour son sens élevé d'humanisme qui nous a sans nul doute permis de nous engager pour ce travail. Merci pour votre ouverture d'âme et d'esprit, vos analyses précises et concises, votre rigueur, votre patience de tous les moments lors de ce travail. Nous vous en sommes reconnaissants.

Que les membres du jury, trouvent ici l'expression de notre profonde gratitude pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant de juger ce travail. Vos critiques et remarques pertinentes apporteront une amélioration hautement scientifique à notre travail.

Merci à tous les enseignants chercheurs du département de Mathématique Physique Chimie et Informatique pour leurs sacrifices afin de nous offrir une formation de qualité dans la mesure de leur possible. Nous disons particulièrement merci à M. **DIARRA Moussa**, Maître de Conférences et à M. **KONE Aboudramane**, Assistant pour toutes leurs aides à mon égard

Je n'oublie pas ma famille qui m'a soutenu tout au long de ce parcours. Mes remerciements vont particulièrement à mes tantes et à mes oncles pour leur présence active et réconfortante, leur patience, leur écoute et leur engagement.

J'adresse aussi mes remerciements à tous mes camarades de classe. Ah ! Ces braves maîtres, que vous êtes admirables avec votre devise : « l'unique moyen de l'humanisation d'un Homme est un courage éthique sans bornes ». Votre détermination m'a été et me sera d'une grande aide pour toute ma vie.

A tous ceux que je n'ai pas pu citer, je réitère mes remerciements. **Merci.**

LISTE DES ABRÉVIATIONS	iii
LISTE DES TABLEAUX	iv
LISTE DES FIGURES	v
INTRODUCTION	1
PARTIE 1 : GENERALITES	2
1.1 Présentation de <i>Xylopiya aethiopica</i>	2
1.1.1 Famille des Annonaceae	2
1.1.2 Description botanique de <i>Xylopiya aethiopica</i>	3
1.1.3 Mode de culture de <i>X. aethiopica</i>	4
1.1.4 Utilisation	4
1.1.5 Synthèse des travaux antérieurs	4
1.2 Généralités sur les Huiles Essentielles(HE)	5
1.2.1 Définition	5
1.2.2 Répartition, localisation et fonction	5
1.2.3 Méthode d'extraction des huiles essentielles	6
1.2.4 Contrôle de qualité des Huiles Essentielles	8
1.2.5 Méthodes d'analyse des huiles essentielles	8
1.2.6 Propriétés physiques des huiles essentielles	10
1.2.7 Composition chimique des huiles essentielles	10
1.2.8 Chémotype des huiles essentielles	12
1.2.9. Activité biologique des huiles essentielles	13
1.2.10 Méthodes d'évaluation du pouvoir antioxydant des huiles essentielles	15
1.2.11 Facteurs déterminant le degré d'activité des Huiles Essentielles	15
1.2.12 Mode d'action des huiles essentielles	15
1.3 Notion du stress oxydatif	16
1.3.1 Radicaux libres	16
1.3.2 Origine de production des radicaux libres	17
1.3.3 Source interne des radicaux libres	17
1.3.4 Source externe des radicaux libres	17
1.3.5 Domage oxydatif des radicaux libres	18
1.3.6 Stress oxydatif	18

1.3.7 Antioxydants et activité antioxydante.....	19
1.3.8 Mécanisme d'action des antioxydants	19
1.3.9 Classification des antioxydants	20
1.3.9.1 Classification des antioxydants par rapport à leur mécanisme d'action	20
1.3.9.2 Classification des antioxydants suivant la nature chimique	20
PARTIE 2 : MATERIEL ET METHODES -----	22
2.1 Matériel.....	22
2.1.1 Matériel végétal	22
2.1.2 Matériel de laboratoire	22
2.1.2.1 Matériel technique	22
2.1.2.2 Réactifs et solvants	22
2.2 Méthodes	23
2.2.1 Méthode d'extraction des huiles essentielles	23
2.2.2 Rendement (Rd)	24
2.2.3 Méthodes de caractérisation.....	24
2.2.4 Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle extraite ..	25
PARTIE 3 : RESULTATS ET DISCUSSION -----	28
3.1 Résultats.....	28
3.1.1 Rendement et caractérisation des huiles essentielles	28
3.1.1.1 Rendement des extraits bruts	28
3.1.2 Activité antioxydante des extraits <i>in vitro</i>	30
3.2 Discussion.....	33
3.2.1 Rendement	33
3.2.2 Analyse chimique.....	34
3.2.3 Activité antioxydante <i>in vitro</i>	35
CONCLUSION -----	36
REFERENCES-----	36

LISTE DES ABRÉVIATIONS

A	:	Absorbance
AA	:	Activité Antioxydante
ADN	:	Acide Désoxyribose Nucléique
AFNOR	:	Association Française de Normalisation
BHA	:	Butylhydroxyanisole
BHT	:	Butylhydroxytoluène
CAT	:	Catalase
CI₅₀	:	Concentration Inhibition à cinquante pourcents
CLHP	:	Chromatographie Liquide à Haute Performance
CPG	:	Chromatographie en phase gazeuse
D	:	Densité
DO	:	Densité Optique
DPPH	:	<i>N,N'</i> -diphényl- <i>N'</i> -picrylhydrazyl
DRO	:	Dérivés Réactifs de l'oxygène
EOR	:	Espèces Réactives Oxygénées
ERN	:	Espèces réactives de l'azote
FRAP	:	Capacités Réductrices Ferriques d'Antioxydants
GPx	:	Glutathion peroxydase
HE	:	Huile Essentielle
IKA	:	Indice Kovast avec colonne Apolaire
IKP	:	Indice Kovast avec colonne Polaire
MHz	:	Mégahertz
Mm	:	Millimolaire
ORAC	:	Capacité d'absorbance du radical de l'oxygène
PG	:	Propyle gallate
Rd	:	Rendement
RMN	:	Résonance Magnétique Nucléaire
ROI	:	Intermédiaires Réactifs de l'Oxygène
ROL	:	Radicaux Oxygénés Libres
ROM	:	Métabolites Réactives Oxygénées
ROS	:	Espèces Réactives de l'Oxygène
SM	:	Spectrométrie de masse
SOD	:	Superoxyde dismutase
TBHQ	:	Tétrabutylhydroquinone
TEAC	:	Capacité antioxydante équivalente de Trolox
TMS	:	Tétraméthylsilane

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I : Différentes activités biologiques de certaines HE	14
Tableau II : degrés de dilution des différentes solutions testées (test DPPH•).....	26
Tableau III : Degré de dilution des différentes solutions testées (test d'ABTS•+)	27
Tableau IV : Composition chimique de l'HE des fruits de <i>Xylopi aethiopica</i>	28
Tableau V : Valeurs des absorbances de DPPH• dans les extraits d'HE et du Trolox	30
Tableau VI : CI ₅₀ des extraits d'HE et du Trolox du test de DPPH•.....	32
Tableau VII : Mesures des absorbances de l'ABTS•+ dans les extraits et du Trolox.	32
Tableau VIII : CI ₅₀ des extraits d'HE et du Trolox du test de l'ABTS•+	33
Tableau IX : Proportion des composés majoritaires des huiles essentielles des fruits	34

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Plante de <i>X. aethiopica</i> -----	3
Figure 2 : Fruit de <i>X. aethiopica</i> -----	4
Figure 3 : Glande sécrétrice avec cuticule dans la face inférieure de la feuille-----	6
Figure 4 : Système d'extraction par entraînement à la vapeur saturée -----	7
Figure 5 : Exemples de structures de monoterpènes cycliques et acycliques -----	11
Figure 6 : Exemples de structures de sesquiterpènes -----	12
Figure 7 : Exemple de structures des composés aromatiques des HE -----	12
Figure 8 : Balance radicaux libres /antioxydants-----	19
Figure 9 : Structures chimiques de quelques antioxydants synthétiques -----	21
Figure 10 : structure du Trolox -----	23
Figure 11 : Dispositif d'extraction d'HE de type Clevenger -----	23
Figure 12 : Mécanisme d'inhibition du radical DPPH• -----	25
Figure 13 : Proportion des composés identifiés dans l'HE de <i>Xylopiya aethiopica</i> -----	30
Figure 14 : Courbe d'étalonnage du radical DPPH• par de l'HE de <i>X. aethiopica</i> -----	31
Figure 15 : Courbe d'étalonnage du radical DPPH• par les extraits de Trolox. -----	31
Figure 16 : Courbe d'étalonnage de l'ABTS ^{•+} par l'extrait d'HE de <i>X. aethiopica</i> -----	33
Figure 17 : Courbe d'étalonnage de l'ABTS ^{•+} par l'extrait du Trolox -----	33

INTRODUCTION

L'organisme humain est le siège de multiples réactions chimiques utilisant l'oxygène (Abdou, 2009). Au cours de ces réactions naissent des espèces oxygénées réactives (EOR) telles que l'eau oxygénée (H_2O_2), l'oxygène singulet (1O_2) et le radical hydroxyle ($\bullet OH$) (Benhammou, 2011). Dans les conditions normales, ces espèces sont en équilibre avec les antioxydants de l'organisme et le protègent contre les bactéries et les virus (Benhammou, 2011). Tout déséquilibre de ce système entraîne des conséquences graves pour les molécules vitales du corps (Touré, 2015 ; Choho, 2018). Malheureusement, le taux de ces radicaux dépasse très facilement celui des antioxydants à cause de leurs sources de production diversifiées : ingestion d'aliments traités, l'exposition de l'organisme aux radiations ; aux fumées de cigarette ; à la pollution etc. (Abdou, 2009). Pour préserver l'organisme des dangers liés à ce déséquilibre, il faut un apport extérieur d'antioxydants à celui-ci. Pour ce faire, l'Homme doit consommer des aliments riches en antioxydants tels que les épices mais aussi des antioxydants de synthèse comme le 2,6-di-ter-butyl-hydroxytoluène (BHT) ; le 2-ter-butyl-p-metoxyanisole (BHA) (Oussou *et al.*, 2020). De ces deux groupes d'antioxydants, les expériences ont démontré que, contrairement aux antioxydants naturels, les antioxydants synthétiques présentent souvent des dangers pour l'organisme. En effet, ceux-ci seraient à la base d'une hyperproduction d'enzymes microsomales des hépatocytes très toxiques et ou cancérigènes pour l'organisme (Oussou *et al.*, 2020). Pour cela, les recherches sont intensifiées dans le domaine des antioxydants des huiles essentielles (HE). C'est dans ce contexte que s'inscrit notre travail dont l'objectif général est l'évaluation du pouvoir antioxydant des huiles essentielles des graines de *Xylopiya aethiopica*. Et de façon spécifique, il s'agira d'extraire les HE des graines de *Xylopiya aethiopica*, les caractériser et évaluer leur pouvoir antioxydant.

Le présent travail est divisé en trois parties essentielles. La première partie, abordera la revue de la littérature en trois principaux titres. Dans le titre 1, il est question de la présentation de la plante étudiée. Le deuxième titre est consacré à une généralité sur les huiles essentielles. Le troisième titre intitulé notion sur le stress oxydatif éclaircira sur la définition de la notion de stress oxydatif, les différents radicaux libres qui le catalysent et les antioxydants.

Quant à la deuxième partie de notre travail, elle traitera du matériel et des méthodes utilisés pour l'atteinte de nos objectifs spécifiques.

En ce qui concerne la troisième partie, elle sera consacrée aux résultats et à la discussion. Ainsi, après avoir rapporté les résultats obtenus, notamment les caractéristiques et l'étude du pouvoir antioxydant des huiles essentielles, nous les discuterons. Nous terminerons par une conclusion suivie des perspectives qui découlent de notre étude.

PARTIE 1 : GENERALITES

1.1 Présentation de *Xylopi aethiopia*

Originnaire d'Afrique tropicale (de l'Ethiopie au Ghana), *Xylopi aethiopia* ou poivrier de Guinée est de la famille des Annonaceae. C'est une espèce de milieux humides qui se rencontre en individus isolés. Elle supporte les sols légèrement salés en s'intégrant aux communautés végétales côtières (Achoundong *et al.*, 2003).

1.1.1 Famille des Annonaceae

Les Annonaceae représentent la famille la plus riche en espèces de la classe des Magnoliales. Cette famille de plantes se compose d'arbres, d'arbustes ou de lianes reconnaissables par leur odeur aromatique (Choho, 2018). Pour cette famille, l'on dénombre 2300 espèces réparties dans 130 genres (Cronquist, 1981). Dans la flore ouest africaine, on rencontre 24 genres et 120 espèces qui se développent dans les différentes forêts denses humides ou sèches et dans les savanes ; sur les sols drainés ou marécageux (Wang *et al.*, 2008). Les espèces arborescentes ont généralement une écorce grisâtre ou plissée longitudinalement.

Les Annonaceae ont des :

- Feuilles simples, alternes et distiques jamais dentées ni lobées. Elles sont sans stipule, de forme et de taille variables, courtement sessiles ou pétiolées avec le limbe penninervé. Les nervures, fréquemment imprimées à la face supérieure, sont saillantes à la face inférieure ;
- Fleurs solitaires ou regroupées en inflorescences paciflores. Elles sont terminales, axillaires ou oppositifoliées. Très souvent hermaphrodites, ces fleurs présentent un périanthe constitué d'un calice de trois sépales, de petite taille, libres ou partiellement unis, et d'une corolle de six pétales regroupés en deux cycles alternes.
- Etamines très nombreuses et généralement libres, sont disposées en spirale autour des carpelles, souvent libres ou parfois inclus dans le réceptacle.
- Fruits toujours composés de méricarpes, qui peuvent être répartis en deux selon le degré d'évolution du gynécée : les syncarpes vrais et polycarpes, ces derniers étant subdivisés en apocarpes et pseudocarpes.
- Graines généralement lisses, à tégument dur et luisant, qui présente un embryon de petite taille au centre d'un albumen ruminé (Oussou, 2009).

1.1.2 Description botanique de *Xylopia aethiopica*

Xylopia aethiopica est un petit arbre (Figure 1) haut de 10 à 20 m. Il a de petits contreforts ailés à la base et un fût droit cylindrique. Ses branches sont étalées horizontalement et ascendantes au bout. L'arbre a un feuillage vert sombre donnant une cime conique. L'écorce d'épaisseur environ 1cm, est fibreuse, fissurée et de couleur brun-grisâtre à rougeâtre. Les feuilles sont alternes, simples et coriaces. Les nervures latérales sont peu visibles. Les fleurs sont hermaphrodites et trimères. Elles ont une couleur blanchâtre, de nombreuses étamines et de nombreux carpelles libres et pubescents. Le pédicelle est épais et long d'environ 1 cm. Les fruits (Figure 2) longs d'environ 6cm, ont une forme cylindrique et ressemblent aux gousses d'haricot. Les gousses sont légèrement étranglées entre les graines (Figure2) et chaque gousse peut contenir 4-9 graines. Les graines peuvent mesurer 5 à 7 mm et ont une couleur brune luisante avec un arille orangé. Les caractéristiques sensorielles de *Xylopia aethiopica* sont : aromatique, peu âcre (piquant) et légèrement amer.

- Nom usuel : poivre de Guinée
- Synonyme : *Unona aethiopica* Dunal ; *Uvaria aethiopica* (Dunal) A.Rich, *Habzelia aethiopica* (Dunal) Kuntze, *Xylopia eminii* Engler, *Xylopia de keyzeriana* De Wild, *Xylopia gillettii* De Wild
- Genre : *Xylopia*
- Espèce : *aethiopica*
- Nom vernaculaire : Baoulé : sindian ; Agni : efomou ; malinké : canifi



Figure 1 : Plante de *X. aethiopica*



Figure 2 : Fruit de *X. aethiopica*

1.1.3 Mode de culture de *X. aethiopica*

L'espèce n'est pas réellement cultivée, donc sa régénération est essentiellement assurée par la germination des graines et le développement des jeunes plants là où les conditions sont favorables (Achoundong *et al.*, 2003).

1.1.4 Utilisation

Les graines de *Xylopiya aethiopica* sont utilisées comme condiment aussi bien à l'état frais qu'après séchage (Xianfei *et al.*, 2007). Ces graines sont utilisées comme succédané du poivre pour épicer divers mets Africains. Au-delà du goût désirable qu'elle offre au plat, son utilisation est une promesse de la santé meilleure pour l'utilisateur. En effet, elle lutte contre la grippe ; les bronchites et la dysenterie. Elle est utilisée dans les affections apathiques, contre les douleurs fébriles, les piqûres d'insectes. Son écorce est employée pour traiter l'asthme, les maux de ventre et les rhumatismes. Une décoction concentrée à base de ses racines lutte efficacement contre les maux de dents. En gynécologie, la pulpe et l'épicerie du fruit entrent dans la composition d'une potion contre l'herpès vaginal. Elle est utilisée également comme ingrédient dans les produits cosmétiques, notamment le savon et la pommade. Elle est bon calmant de maux de dos et sert à apaiser les infections douloureuses (Kerharo & Adam, 1974).

1.1.5 Synthèse des travaux antérieurs

Selon Abdou (2009) l'utilisation traditionnelle marquante de *X.aethiopica* dans bon nombre de sociétés lui a valu une attention particulière. Ainsi, diverses études ont été menées sur cette plante. Ces études ont porté entre autres sur la composition chimique, les effets thérapeutiques et fongicides de ses essences.

S'agissant de la composition chimique des essences de cette plante, nous citons les études de Tchiégang & Mbougoung (2005) et de Fekam *et al.* (2003) toutes effectuées au Cameroun.

En ce qui concerne les effets thérapeutiques de ses HE, nous avons les études de Agbodan *et al.* (2014) au Togo, de Asekun et Adeniyi (2004) au Niger, de Konning *et al.* (2004) au Ghana,

de Mevy *et al.* (2002) au Burkina Faso, de Somova *et al.* (2001) en Afrique du Sud et de Igwe *et al.* (2003) au Nigeria.

Enfin, pour les effets fongicides évoqués, nous avons les études de Fandohan *et al.* (2005) réalisées au Bénin.

1.2 Généralités sur les Huiles Essentielles(HE)

1.2.1 Définition

Les huiles essentielles ou essences végétales sont des produits naturels complexes de métabolites secondaires volatils, odorants et légèrement colorés ou non, extraits par diverses méthodes d'un matériel végétal (Touré, 2015 ; Choho, 2018). Pour Bakkali *et al.* (2008), les huiles essentielles sont «des produits de compositions généralement assez complexes renfermant des principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou moins modifiés au cours de la préparation».

La norme française AFNOR NF T75-006 définit l'huile essentielle comme: «un produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur, soit par des procédés mécaniques à partir de l'épicarpe de Citrus, et qui sont séparés de la phase aqueuse par procédés physiques » (Grazia *et al.*, 1988).

1.2.2 Répartition, localisation et fonction

Les huiles essentielles existent chez les végétaux supérieurs appelés plantes aromatiques, réparties dans un nombre limité de familles botaniques telles que les Annonaceae, Myrtacées, Lauracées, Rutacées, Lamiacées, Astéracées, Apiacées, Cupressacées, Poacées, Zingibéracées et Pipéracées(Bakkali *et al.*, 2008).

Tous les organes d'une plante aromatique renferment des huiles essentielles en particulier les sommités fleuries, les fruits ; les feuilles ; les écorces ; les racines (Bakkali *et al.*, 2008 ; Touré, 2015 ; Choho, 2018). En effet, des structures glandulaires et des cellules sécrétrices isolées (Figure3a) dans tous les organes de la plante secrètent des huiles essentielles (Grazia *et al.*, 1988).

Ghestem *et al.* (2001) indiquent que les plantes ont une teneur faible en huiles essentielles, souvent inférieure à 1%. Il existe, cependant, des exceptions telles que le *clou de girofle* (Figure 3b) qui en renferme plus de 15%.

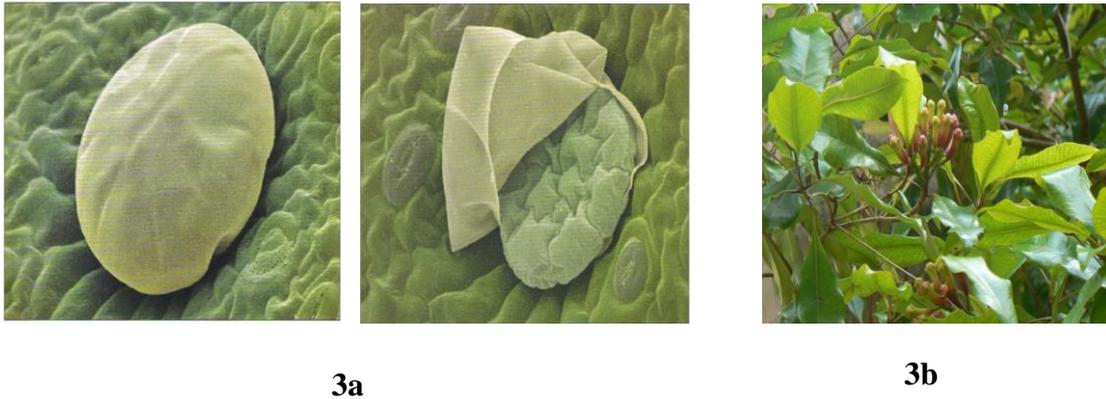


Figure 3 : Glande sécrétrice avec cuticule dans la face inférieure de la feuille de *Origanum vulgare* (a) et plante de *clou de girofle* (b)

Les huiles essentielles que produisent les plantes aromatiques ont un rôle peu connu dans les processus de leur vie (Rai *et al.*, 2003). Cependant, certaines propriétés de ces plantes sont attribuées à leurs essences (Abdou, 2009). Ces propriétés sont entre autres : la pollinisation, l'adaptation des plantes à leurs environnement, leurs propriétés fongicides (lutte contre les champignons parasites) et bactéricides (Russel, 1991).

1.2.3 Méthode d'extraction des huiles essentielles

Les méthodes d'extraction des HE sont diverses. Les principales méthodes employées pour l'extraction des HE sont :

❖ Distillation

C'est le plus ancien procédé d'extraction des HE et le plus utilisé à l'heure actuelle (Rasooli, 2002). L'extraction des HE par distillation repose sur la volatilité accrue de ces essences végétales, leur susceptibilité d'être entraînées par la vapeur d'eau, leur caractère hydrophobe et surtout l'existence d'un azéotrope de température d'ébullition inférieure aux points d'ébullition des HE et de l'eau prises séparément (Rasooli, 2002; Choho, 2018). La distillation des HE se fait selon trois différents procédés : l'hydrodistillation, l'hydrodiffusion et la distillation à la vapeur saturée. Des confusions règnent autour de l'utilisation de ces trois termes d'où la nécessité de les élucider.

• Hydrodistillation (water distillation) :

Son principe est celui de la distillation des mélanges binaires non miscibles. Elle consiste à immerger la biomasse végétale dans un alambic contenant de l'eau placé sur une source de chaleur (Rasooli, 2002). Le tout est ensuite porté à ébullition. La vapeur d'eau et l'essence

libérée par le matériel végétal forment un mélange non miscible. Cette vapeur hétérogène (l'eau et essences végétales) se condense dans un réfrigérant et l'huile se sépare de l'hydrolat par simple différence de densité (Ramadani *et al.*, 2007). Dans la majorité des cas, en raison de sa faible densité par rapport à l'eau, l'HE est recueillie au-dessus de l'hydrolat (Rasooli, 2002). Cette méthode est simple dans son principe et ne nécessite pas un appareillage coûteux. Cependant, à cause de la température du milieu, il peut se produire des réactions d'hydrolyse, de réarrangement, d'oxydation ou même d'isomérisation. Ces réactions peuvent très sensiblement conduire à une dénaturation légère des composés aromatiques (Brian, 1995).

- **Distillation à la vapeur saturée (steam distillation) :**

Cette variante se distingue de la précédente par le fait que la matière végétale ne macère pas directement dans l'eau (Franchomme & Péroël, 1990). Elle est placée sur une grille perforée au travers de laquelle passe la vapeur d'eau (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**).

Figure 4 : Système d'extraction par entraînement à la vapeur saturée

Cette méthode est la plus utilisée à l'heure actuelle dans l'industrie pour l'obtention des HE à partir de plantes aromatiques. En général, elle est pratiquée à la pression atmosphérique ou à son voisinage et à 100°C. Son avantage est que les altérations de l'HE recueillie sont minimisées (Holley & Patel, 2005).

- **Hydrodiffusion :**

Cette technique récemment développée consiste à faire passer, du haut vers le bas (per descendum) à faible pression, la vapeur d'eau au travers de la matrice végétale. L'avantage de cette technique est d'être plus rapide donc moins dommageable pour les composés volatils (Rasooli, 2002). Cependant, l'HE obtenue à l'aide de ce procédé contient des composés non volatils ce qui lui vaut l'appellation spéciale de «essence de percolation» (Franchomme & Péroël, 1990).

❖ **Expression à froid**

Elle est le plus simple des procédés mais ne s'applique qu'aux agrumes tels que les oranges douces, les citrons, les pamplemousses etc... Ce procédé consiste à broyer, à l'aide de presses, les zestes frais pour détruire les poches afin de libérer l'essence. Le produit ainsi obtenu porte le nom d'essence, car il n'a subi aucune modification chimique (Rasooli, 2005).

❖ **Autres méthodes**

En dehors des principales méthodes d'extraction précitées, d'autres méthodes sont employées pour extraire les HE :

- Extraction par les corps gras
- Extraction par micro-ondes
- Extraction par un solvant organique volatil

1.2.4 Contrôle de qualité des Huiles Essentielles

Selon la pharmacopée française et européenne, l'estimation de la qualité des HE passe par différents essais, comme la miscibilité à l'éthanol et certaines mesures physiques dont l'indice de réfraction, le pouvoir rotatoire et la densité relative. La couleur et l'odeur sont également des paramètres importants. La meilleure carte d'identité qualitative d'une HE reste cependant le profil chromatographique en phase gazeuse (Choho, 2018). Il permet une détermination satisfaisante de la composition chimique voire la recherche d'éventuelles traces de produits indésirables tels des pesticides ou des produits chimiques ajoutés (Pibiri, 2006). Une HE pure et naturelle se caractérise par sa composition strictement «végétale » contrairement aux essences synthétiques ou «identiques naturelles» intégralement reconstituées à partir de composés chimiques de synthèse (Pibiri, 2006).

1.2.5 Méthodes d'analyse des huiles essentielles

L'analyse des HE se fait par les techniques d'analyse modernes habituelles (Touré, 2015; Choho, 2018). Parmi ces méthodes d'analyse, les plus courantes sont :

❖ **Chromatographie en phase gazeuse (CPG)**

Le principe de la CPG est basé sur la séparation des différents solutés gazeux par migration différentielle le long de la phase stationnaire. Si la phase stationnaire est un liquide non ou peu volatil, possédant des propriétés de solvant vis-à-vis des composés à séparer, on parle de chromatographie gaz-liquide ou chromatographie de partage. Si la phase stationnaire est un

solide absorbant (silice, alumine...), on parle de chromatographie gaz-solide ou chromatographie d'adsorption (Audigie *et al.*, 1995).

La CPG permet une évaluation quantitative et qualitative de la composition chimique des HE et présente de nombreux avantages tels que la facilité de mise en œuvre, le temps d'analyse assez court et surtout la fiabilité des résultats (Bakkali *et al.*, 2008).

❖ **Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GPC/SM)**

Si la chromatographie permet à elle seule de séparer correctement les différents constituants d'un mélange, il est néanmoins délicat de se livrer à une interprétation structurale permettant une identification certaine, car les paramètres déduits de la rétention sélective des solutés au travers de la colonne sont souvent lourds à manier et, dans la plupart des cas, peu reliés aux édifices moléculaires organiques. Ainsi, le couplage de la CPG à la SM constitue un moyen très efficace pour une analyse satisfaisante des essences aux multiples composés (Lamamra, 2018).

❖ **La chromatographie liquide à haute performance (CLHP)**

Cette technique basée sur l'analyse de très petits volumes, est peu intéressante pour les fractions volatiles. Toutefois, elle est efficace pour étudier les constituants non volatils des concrètes et des absolues ou pour opérer des préfractionnements. Elle peut être également couplée à un analyseur de masse (Bakkali *et al.*, 2008).

❖ **La Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)**

La RMN à haute résolution est un outil exceptionnel de détermination de la structure d'une molécule naturelle ou synthétique. Grâce à la diversité des paramètres mesurables, elle permet d'aborder l'ensemble des problèmes posés par l'examen d'une molécule en solution. L'originalité de la RMN par rapport aux autres techniques spectroscopiques réside dans le fait qu'elle apporte une information précise et individuelle sur la très grande majorité des atomes constitutifs de la molécule. Elle fournit aussi la possibilité d'identifier les connexions entre les atomes des diverses entités, squelette, groupes fonctionnels et finalement de permettre de les situer dans l'espace les uns par rapport aux autres. La stratégie présentée pour la détermination de structure par RMN est très efficace pour les molécules de dimension moyenne. Les méthodes de base de la RMN monodimensionnelle et bidimensionnelle sont le plus souvent suffisantes pour atteindre l'objectif fixé (Sacchetti *et al.*, 2005).

La chromatographie est le procédé le plus utilisé pour la séparation des HE dans les entreprises. Toutes les techniques d'analyse laissent à désirer en raison de la complexité des HE par leur très grand nombre de constituants chimiques volatils mais aussi, souvent, de par l'importance des composés à l'état de traces qui font le caractère spécifique des HE (Lamamra, 2018).

1.2.6 Propriétés physiques des huiles essentielles

Les HE sont des liquides à température ordinaire, d'odeur aromatique très prononcée, généralement incolores ou jaune pâle à l'exception de quelques-unes telles que l'huile de l'*Achillée* et l'huile de la *Matricaire*. Ces dernières se caractérisent par une coloration bleue à bleu verdâtre, due à la présence de l'azulène (C₁₀H₈) et du chamazulène (C₁₄H₁₆) (Touré, 2015).

La plupart des HE ont une densité inférieure à celle de l'eau et sont entraînés à la vapeur d'eau. Cependant, il existe des exceptions telles que les HE de *Sassafras*, *Clou de Girofle* et de *Cannelle* dont la densité est supérieure à celle de l'eau.

Elles possèdent un indice de réfraction souvent élevé et sont douées de pouvoir rotatoire (Duraffourd *et al.*, 1990). Selon Grazia *et al.* (1988) la densité nous renseigne sur leur composition chimique. Ainsi une densité inférieure à 0,9 indique la présence de composés terpéniques et aliphatiques à des taux élevés alors qu'une densité supérieure à 1 correspond à une composition très variée en composés terpéniques polycycliques.

Les HE s'évaporent et se volatilisent à température ambiante. Contrairement à l'eau dans laquelle elles sont très peu solubles, les alcools, les huiles fixes et la plupart des solvants organiques sont des solutions de référence pour prouver leur qualité à partir de leur solubilité (Giordani *et al.*, 2008).

Les HE s'oxydent facilement à la lumière en absorbant de l'oxygène ce qui entraîne la modification de leur odeur (Duraffourd *et al.*, 1990).

1.2.7 Composition chimique des huiles essentielles

L'analyse des HE à l'aide des différents procédés susmentionnés a permis l'identification d'un grand nombre de leurs constituants. Ces constituants varient en fonction de différents facteurs incluant le stade de développement des plantes, des organes prélevés, la période et la zone géographique de récolte (Burt, 2004 ; Oussou *et al.*, 2009). Les constituants des HE appartiennent de façon quasi exclusive à deux classes caractérisées par des origines biogénétiques distinctes : la classe des terpénoïdes et la classe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane (Touré, 2015 ; Choho, 2018).

- **Les terpénoïdes :**

Cette classe est la plus variée au niveau structural. Les terpénoïdes, dont 25 000 sont connus comme métabolites secondaires, naissent tous du précurseur isoprénique à cinq carbones, l'isopenténylpyrophosphate (Touré, 2015). Les terpénoïdes à masse moléculaire faibles sont les hémiterpénoïdes (C₅), formés d'une seule unité isoprénique. Les autres molécules de cette classe résultent de la condensation de plusieurs isoprènes. Ainsi, les monoterpénoïdes (C₁₀) sont constitués de deux unités isopréniques alors que les sesquiterpénoïdes (C₁₅) sont formés par l'association de trois isoprènes. Dans le cas des HE, les terpènes les plus volatils (mono- et sesquiterpènes) sont les plus présents (Davidson, 1997).

- **Les monoterpènes**

Ce sont des dérivés d'hydrocarbures formés par deux molécules de 2-méthylbutadiène ou isoprène. Ils constituent les composés les plus simples de la série des terpénoïdes. Ils peuvent être acycliques (myrcène, ocimène), monocycliques (α et γ -terpinène, *p*-cymène) ou bicycliques (pinènes, camphène). Ils constituent parfois plus de 90% de l'HE (*citrus*...).

Les variations structurales justifient l'existence de nombreuses molécules : alcools (géraniol, α -terpinéol, phénols (thymol), aldéhydes (citronellal), cétones (carvone, β -vétivone), esters (acétate de cédryle), éthers (1,8-cinéole) (Choho, 2018).

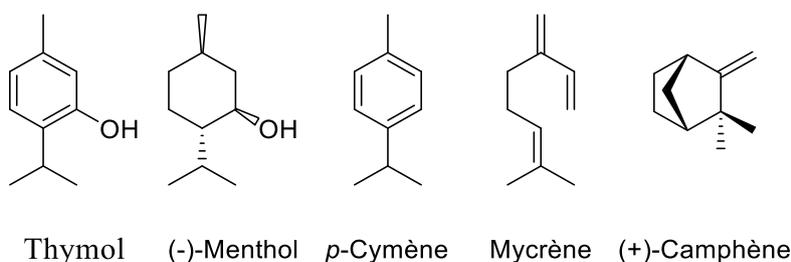


Figure 5 : Exemples de structures de monoterpènes cycliques et acycliques

- **Les sesquiterpènes :**

Ce sont des dérivés d'hydrocarbures en C₁₅H₂₂ (assemblage de trois isoprènes ou molécules de 2-méthylbutadiène). Ils représentent les constituants habituels des HE des végétaux supérieurs qui interviennent dans des propriétés pharmacologiques grâce à leurs fractions volatiles. Biologiquement, certains sesquiterpènes sont des phytoalexines, d'autres semblent agir comme des régulateurs de croissance, ou encore attirent les insectes ou agissent à l'encontre de ceux-ci comme des facteurs anti-nutritifs (Wichtl & Anton, 1999). La figure ci-

dessous (Figure 6) présente les structures de certains sesquiterpènes généralement rencontrés dans les HE.

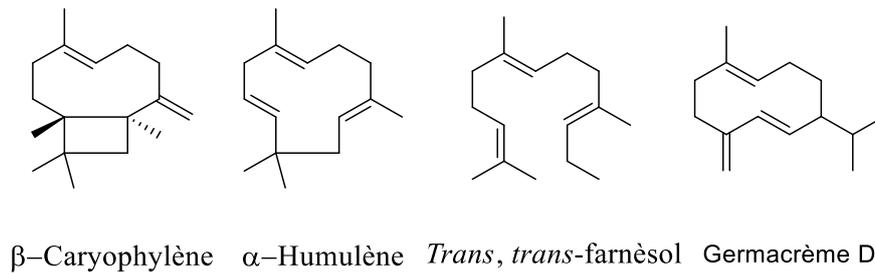


Figure 6 : Exemples de structures de sesquiterpènes

- **Les composés aromatiques :**

Les dérivés du phénylpropane sont moins fréquents que ceux des terpénoïdes. Ce sont très souvent des allyles et des propénylphénols mais parfois des aldéhydes. On peut également rencontrer dans les HE des composés en (C6-C1) comme la vanilline ou encore l'antranilate de méthyle (Figure 7).

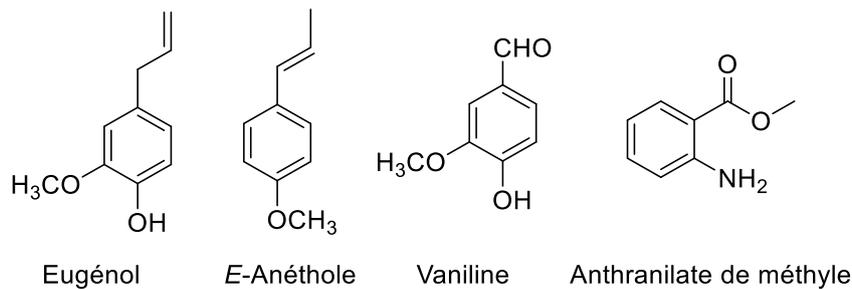


Figure 7 : Exemple de structures des composés aromatiques des HE

1.2.8 Chémotype des huiles essentielles

La notion de chémotype relative aux essences végétales est centrale pour qualifier une HE donnée. En effet, une même plante aromatique, botaniquement définie produit une essence de composition chimique dépendant du biotope dans lequel elle se développe (Lamamra, 2018). Cette différence peut concerner aussi les organes producteurs des essences de la plante aromatique (Rasooli, 2002). Ce sont ces variétés chimiques que l'on appelle chémotypes (Lamamra, 2018). Deux chémotypes biochimiquement différents présenteront non seulement des activités thérapeutiques différentes mais aussi des toxicités très variables (Rasooli, 2002). Cette notion, malheureusement peu connue, laisse la porte ouverte aux échecs thérapeutiques et à la toxicité de certaines d'entre elles (Marino *et al.*, 2001).

On voit selon Russel (1991) l'importance qu'il y a, pour assurer la qualité du produit et sa constance, à étudier, à définir, et à contrôler l'ensemble des paramètres, de la culture à l'élaboration du produit final. Toute généralisation s'avère donc hasardeuse (Lamamra, 2018).

1.2.9. Activité biologique des huiles essentielles

Les nombreux travaux effectués sur les HE ont mis en évidence plusieurs propriétés biologiques (Oussou, 2009). Celles-ci peuvent être regroupées en trois grands groupes:

- Les propriétés antimicrobiennes et antiseptiques
- Les propriétés expectorantes et diurétiques
- Les propriétés spasmolytiques et sédatives

Le tableau I ci-dessous présente quelques activités biologiques de certaines EH.

Tableau I : Différentes activités biologiques de certaines HE

Activités	Huiles essentielles (HE)
Activité bactéricide	HE de Thym à thymol HE de Menthe poivrée Huile essentielle de clou de Girofle
Activité antiseptique atmosphérique	HE d'Eucalyptus citronnée
Activité antivirale	HE de Niaouli HE de Ravensara
Activité antifongique	HE de Basilic sacré HE d'Arbre à thé HE de Lemon grass
Antiparasitaire	HE de Cannelle de Ceylan
Insecticide	HE de Citronnelle de Ceylan
Anti protozoaire	HE de Clou de Girofle
Immunostimulante	HE d'Arbre à thé
Anti-inflammatoire	HE de Gaulthérie odorante
Antihistaminique	HE de Basilic tropical
Antalgique, analgésique	HE de Menthe poivrée
Myorelaxante	HE de Lavande vraie
Sédative	HE de Lavande vraie
Anticoagulante	HE de Gaulthérie odorante
Broncho-pulmonaire	HE d'Eucalyptus globuleux
Digestive	HE de Menthe poivrée
Lipolytique	HE de Cèdre de l'Atlas
Désodorisante	HE de Palmarosa

Les différentes actions des essences végétales observées sont attribuées à leur effet antioxydant qui est due à leurs propriétés redox (Benhammou, 2011). Cette propriété a un rôle important dans la destruction oxydative par la neutralisation des radicaux libres, le piégeage de l'oxygène, ou la décomposition des peroxydes (Oussou *et al.*, 2020).

Il importe donc de savoir évaluer le pouvoir antioxydant des HE.

1.2.10 Méthodes d'évaluation du pouvoir antioxydant des huiles essentielles

Plusieurs méthodes existent pour mesurer le pouvoir antioxydant des HE ou toute autre substance antioxydante (Ali *et al.*, 2008). Ces différentes méthodes sont basées sur deux principes essentiels : le transfert de proton et le transfert d'électron.

Les techniques basées sur le transfert de proton sont employées pour évaluer la peroxydation lipidique en utilisant un substrat lipidique ou lipoprotéique. La quantification de cette propriété est exprimée par la mesure du degré d'inhibition de l'oxydation (Sanchez-Moreno, 2002).

Par contre, celles qui sont basées sur le transfert d'électron interviennent dans la mesure de l'habilité du piégeage des radicaux libres. Elles comportent le balayage du peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), de l'acide hypochloreux ($HOCl$), du radical hydroxyle ($\bullet OH$), des anions superoxyde ($O_2^{\bullet -}$), du peroxyde ($ROO\bullet$) et de l'oxyde nitrique ($NO\bullet$) (Sanchez-Moreno, 2002).

Parmi ces techniques, nous citons :

- La méthode d'ORAC (Capacité d'absorbance du radical de l'oxygène) (Cao *et al.*, 1996) ;
- La méthode d'ABTS \bullet^+ (2,2-azinobis (3-éthyle-benzothiazoline-6-sulphonate) ou TEAC (Capacité antioxydante équivalente de Trolox) (Miller *et al.*, 1993) ;
- La méthode FRAP (Capacités réductrices ferriques d'antioxydants) (Benzie & Strain, 1996) ;
- La méthode du radical DPPH \bullet (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) (Brand-Williams *et al.*, 1995).

1.2.11 Facteurs déterminant le degré d'activité des Huiles Essentielles

Plusieurs facteurs influencent l'activité biologique des HE. Nous avons entre autres la méthode utilisée pour évaluer cette activité, la structure des molécules constituant le principe actif de l'HE, la dose de l'HE administrée ou le type d'organismes cible (Touré, 2015).

1.2.12 Mode d'action des huiles essentielles

Du fait de la variabilité des quantités et des profils des composants des HE, celles-ci ont des mécanismes d'action divers plus ou moins connus (Carson *et al.*, 2002). De façon générale, les HE ont des actions toxiques sur les bactéries, comme la perturbation de la membrane cytoplasmique ou de la force motrice de proton, la fuite d'électron et la coagulation du contenu protéique des cellules (Davidson, 1997).

Ces actions toxiques dépendent en premier lieu du type et des caractéristiques des composants actifs, en particulier leur propriété hydrophobe qui leur permet de pénétrer dans la double couche phospholipidique de la membrane de la cellule bactérienne. Cela a été observé *in vitro* avec l'huile de *Melaleuca alternifolia* sur les bactéries à Gram positif (*Staphylococcus aureus*) et à Gram négatif (*Escherichia coli*) et levure (*Candida albicans*) (Touré, 2015).

En général, les bactéries à Gram négatif sont plus résistantes que celles à Gram positif grâce à la structure de leur membrane externe. En effet, la membrane extérieure des bactéries à Gram négatif est plus riche en lipo-polysaccharides et en protéines que celle à Gram positif qui la rend plus hydrophile, ce qui empêche les terpènes hydrophobes d'y adhérer. Ces bactéries sont par contre plus vulnérables aux actions des composés phénoliques de bas poids moléculaires comme le thymol et le carvacrol à cause de leurs groupements fonctionnels (Rahal, 2004).

Les HE possèdent donc des mécanismes d'action dépendant de leurs structures moléculaires et du type d'organismes cible (Oussou *et al.*, 2009).

1.3 Notion du stress oxydatif

1.3.1 Radicaux libres

Les radicaux libres sont des atomes ou un groupe d'atomes avec un nombre impair d'électrons sur leur couche extérieure (Abdou, 2009). La présence d'un électron célibataire leur confère une grande instabilité et par conséquent une réactivité accrue. Ils ont une durée de vie en solution très courte, c'est-à-dire qu'ils ont tendance à revenir immédiatement à l'état stable en donnant un électron ou en prenant un à une autre molécule. Ils peuvent donc être réducteur ou oxydant (Choho, 2018).

Les radicaux libres qui proviennent de l'oxygène sont appelés les espèces réactives de l'oxygène (EOR) alors que les radicaux libres qui sont générés par réaction de l'oxygène avec l'azote sont considérés comme une sous-classe des radicaux libres appelés les espèces réactives de l'azote (ERN). Ces espèces réactives oxygénées et azotées regroupent non seulement des radicaux libres mais également des dérivés non radicalaires très réactifs pouvant être des précurseurs de radicaux libres (Abdou, 2009).

On distingue deux types de radicaux libres :

- Les radicaux primaires à savoir : l'anion superoxyde ($O_2^{\bullet-}$), le radical hydroxyle ($\bullet OH$), le monoxyde d'azote (NO^\bullet), le radical peroxyde (ROO^\bullet) et le radical alkoxyde (RO^\bullet).

- Les radicaux secondaires tels que l'oxygène singulet ($^1\text{O}_2$), le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et le nitroperoxyde (ONOOH) se forment par réaction des radicaux primaires sur les composés biochimiques de la cellule (Favier, 2003).

1.3.2 Origine de production des radicaux libres

La première source des radicaux libres est tout à fait normale et naturelle. Ils sont produits par une activité interne que déploient nos cellules pour réduire l'oxygène en énergie et en chaleur indispensables pour la survie de l'Homme. Chaque fois que nos cellules utilisent de l'oxygène, des radicaux libres se forment à cause de la réduction non totale de l'oxygène. La seconde source de radicaux libres est externe. Ils apparaissent lors des expositions au soleil, à la pollution et aux radiations, lors des ingestions d'aliments traités, et des fumées de cigarettes (Abdou, 2009 ; Benhammou, 2011).

1.3.3 Source interne des radicaux libres

En dehors de toutes pathologies, une première origine des phénomènes radicalaires est la formation initiale de l'anion superoxyde, le plus courant des radicaux oxygénés libres (ROL) (Abdou, 2009). Cet anion superoxyde peut alors dismuter soit spontanément, soit de façon enzymatique, pour donner de l'eau oxygénée (H_2O_2) qui peut à son tour se transformer en radical hydroxyle ($\bullet\text{OH}$) qui est le plus réactif des ROL. Ils sont aussi appelés «dérivés réactifs de l'oxygène» (DRO) ou pour les Anglo-saxons, « reactive oxygen species » (ROS), « reactive oxygen intermediates » (ROI) ou encore « reactive oxygen métabolites » (ROM).

Les sources internes sont intensifiées par la présence des aliments qui intègrent des substances nocives comme certains pesticides ou détergents (Vangelder, 2017). Le mode de cuisson est aussi important car il crée des acides aminés pyrolysés et des acides gras oxydés (Abdou, 2009). L'eau quant à elle contient des nitrates, des sels d'aluminium, des hydrocarbures et des métaux lourds. En plus, les allergies, les inflammations, les infections peuvent générer des radicaux libres mais aussi ceux liés aux divers mécanismes physiologiques. C'est le cas des phénomènes de catabolisme musculaire (l'effort physique), de détoxification ou de la respiration mitochondriale (production d'énergie). Cette dernière étant la résultante de la combustion des sucres et des graisses alimentaires absorbées pour fournir de l'énergie et qui produit en moyenne 5 % des radicaux libres (Abdou, 2009 ; Lamamra, 2018).

1.3.4 Source externe des radicaux libres

Notre environnement et notre mode de vie sont source de production de radicaux dans notre organisme. Les expositions prolongées au soleil et aux radiations, contacts avec des agents

cancérogènes, le tabagisme, prise de médicaments, pratique intense ou mal gérée d'un sport, consommation excessive d'alcool, stress intellectuel ou thermique, pollution, agents infectieux sont des causes génératrices de radicaux (Nyegue, 2006). Tous ces éléments pro-radicalaires augmentent le taux de radicaux dans le corps mettant ainsi en mal le système de défense antiradicalaire, puis la survenue d'un stress oxydant (Hammer *et al.*, 1999).

1.3.5 Dommage oxydatif des radicaux libres

Les phénomènes radicalaires de base sont utiles au bon fonctionnement de l'organisme. L'altération des composants cellulaires et des structures tissulaires intervient lorsque l'intensité de ces phénomènes augmente anormalement et dépasse la quantité d'antioxydants disponibles. La conséquence de ce déséquilibre est la naissance d'une agression appelée «stress oxydatif» (Abdou, 2009 ; Benhammou, 2011). Tous les tissus et tous leurs composants peuvent être touchés : lipides, protéines, glucides et ADN (Binet. & Brunel, 1968). Toutes ces altérations augmentent la survenue de plusieurs maladies telles que les maladie d'Alzheimer, de Parkinson (Xianfei *et al.*, 2007), de Creutzfeldt Jacob et de méningo-céphalites (Ali *et al.*, 2008), les maladies cardiovasculaires, les œdèmes et vieillissement prématuré de la peau et le cancer (Georgetti *et al.*, 2003).

1.3.6 Stress oxydatif

L'organisme humain est un système aérobique ce qui signifie qu'il a besoin d'oxygène pour fonctionner (Touré, 2015). En effet, l'oxygène dont l'organisme a besoin est à l'origine d'un grand nombre de réactions chimiques au sein du corps humain, incluant la transformation des aliments en énergie et en chaleur et la destruction des pathogènes (microbes responsables de maladies) par les cellules immunitaires (Benhammou, 2011). Des radicaux libres oxygénés sont produits lors de ces importantes réactions car l'oxygène y est partiellement réduit. Dans les circonstances quotidiennes normales, ces radicaux libres sont produits en permanence et en faible quantité et cette production physiologique est parfaitement maîtrisée par des systèmes de défense, d'ailleurs adaptatifs par rapport au niveau de radicaux présents. Dans ces circonstances normales, on dit que la balance antioxydants/pro-oxydants est en équilibre. Si tel n'est pas le cas, que ce soit par déficit en antioxydants ou par suite d'une surproduction de radicaux, l'excès de ces radicaux est appelé stress oxydant (Favier, 2003).



Figure 8 : Balance radicaux libres /antioxydants

Afin de maintenir l'équilibre entre antioxydants et pro-oxydants dans l'organisme, il importe de se procurer des antioxydants supplémentaires par l'alimentation (Yu *et al.*, 2002).

1.3.7 Antioxydants et activité antioxydante

Comme leur nom l'indique, les antioxydants protègent l'organisme de l'oxydation. Ce sont des substances qui sont capables de supprimer, retarder ou empêcher les processus d'oxydation au stade de l'initiation ou de la propagation (Pszczola, 2001).

Rahal (2004) les définit comme des composés possédant des fonctions capables de complexer les radicaux libres en leur donnant un électron ou un atome d'hydrogène ou en désactivant les ions métalliques et l'oxygène singulet empêchant ainsi leur action pro-oxydante. Ces substances sont souvent recherchées pour la conservation de certains aliments (Nyegue, 2006).

1.3.8 Mécanisme d'action des antioxydants

Les mécanismes d'action des antioxydants sont divers, incluant le captage de l'oxygène singulet, la désactivation des radicaux par réaction d'addition covalente, la réduction de radicaux ou de peroxydes, la chélation des métaux de transition (Favier, 2003).

D'une manière générale, un antioxydant peut empêcher l'oxydation d'un autre substrat en s'oxydant lui-même plus rapidement que celui-ci. Un tel effet résulte d'une structure de donneurs d'atome d'hydrogène ou d'électrons souvent aromatiques (cas des dérivés du phénol).

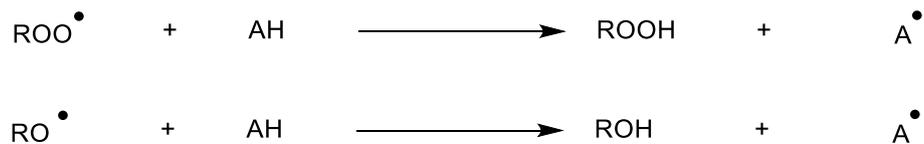
En plus, leurs radicaux intermédiaires sont relativement stables du fait de la délocalisation par résonance et par manque de positions appropriées pour être attaqué par l'oxygène moléculaire. Certains antioxydants absorbent l'énergie excédentaire de l'oxygène singulet pour la transformer en chaleur (Yaacoub, 2009).

1.3.9 Classification des antioxydants

1.3.9.1 Classification des antioxydants par rapport à leur mécanisme d'action

❖ Groupe I (les antioxydants primaires)

Encore appelés «antiradicalaires», les antioxydants de type I sont des composés qui transforment les radicaux très réactifs en molécules stables. Ils peuvent stopper complètement une réaction jusqu'à ce que les radicaux soient totalement consommés : il y a donc un effet quantitatif déterminant (Dorman & Deans, 2000). Les équations ci-dessous illustrent les mécanismes de ces réactions :



AH: antioxydant

A[•] : radical de l'antioxydant

ROO[•] : radical libre hautement réactif

Les radicaux A[•] sont des composés stables et ne possèdent pas l'énergie suffisante pour arracher un hydrogène à une autre molécule. Chez les lipides par exemple ces réactions vont permettre l'arrêt de la propagation pendant le phénomène d'oxydation.

Les composés appartenant à cette classe d'antioxydants sont les composés phénoliques naturels ou de synthèse (Kortenska *et al.*, 2002). Ces composés phénoliques sont considérés comme les métabolites secondaires, synthétisés à partir des plantes qui ont subi un développement normal (Williams *et al.*, 1982).

❖ Groupe II (les antioxydants secondaires)

Ce type d'antioxydant prévient la formation des radicaux libres et peut intervenir par différents mécanismes. Certains chélatent les ions métalliques réduisant l'effet pro-oxydant des ions, c'est le cas des acides phosphorique et citrique. Cette activité antioxydante est attribuée à la propriété de ces biopolymères à former des complexes avec les métaux de transition (Kamil *et al.*, 2002).

1.3.9.2 Classification des antioxydants suivant la nature chimique

❖ Les antioxydants naturels

C'est l'ensemble des substances naturelles dont le pouvoir antioxydant marquant a été mis en évidence *in vivo* (Benhammou, 2011). Elles incluent le bêta carotène, l'albumine, l'acide

urique, les œstrogènes, les polyamines, les flavonoïdes, l'acide ascorbique, les composés phénoliques, la vitamine E, etc. Elles peuvent stabiliser les membranes en diminuant leur perméabilité et elles ont également une capacité de lier les acides gras libres (Abdou, 2009 ; Touré, 2015).

Les antioxydants naturels sont classés en antioxydants enzymatiques et non enzymatiques.

❖ Les antioxydants enzymatiques

Il s'agit principalement de trois enzymes à savoir le superoxyde dismutase (SOD), la catalase (CAT) et la glutathion peroxydase (GPx). Ces enzymes ont une action complémentaire sur la cascade radicalaire au niveau du radical $O_2^{\bullet-}$ et du peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) qui aboutit à la formation de l'eau et de l'oxygène moléculaire (Benhammou, 2011).

Ces antioxydants enzymatiques ont également pour rôle d'accélérer tous les processus défavorisant une présence importante des EOR dans l'organisme.

❖ Les antioxydants non enzymatiques

Contrairement aux enzymes antioxydantes, ces substances ont une action directe sur les radicaux. Elles sont en majorité apportées à l'organisme par l'alimentation (Oussou *et al.*, 2020). Dans cette catégorie d'antioxydant nous retrouvons les oligoéléments, la glutathion réduit (GSH), les vitamines E et C et les polyphénols (Pousset, 1994).

❖ Les antioxydants synthétiques

Dans l'industrie alimentaire, les antioxydants synthétiques, tel que le butylhydroxyanisole (BHA), butylhydroxytoluène (BHT) gallate propylée (PG) et le tétrabutylhydroquinone (TBHQ), sont largement utilisés parce qu'ils sont efficaces et moins chers que les antioxydants naturels (Figure 9). Cependant, il a été montré que ces antioxydants de synthèse pouvaient être toxiques. En effet, le BHA convertirait certains produits ingérés en substances toxiques ou carcinogènes en augmentant la sécrétion des enzymes microsomales du foie et des organes extra hépatiques. Le BHT présenterait des effets carcinogènes chez le rat (Barlow, 1990).

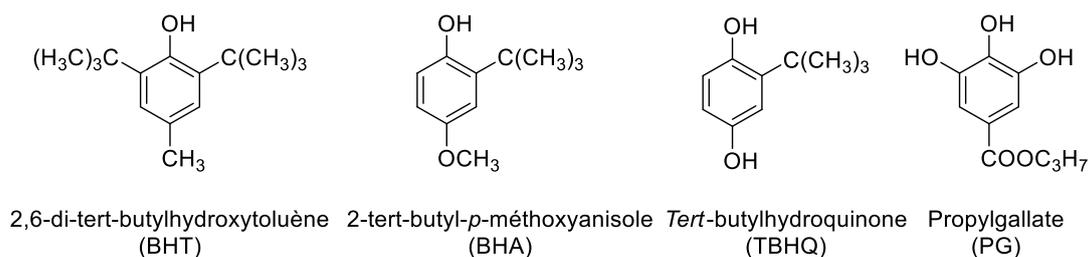


Figure 9 : Structures chimiques de quelques antioxydants synthétiques

PARTIE 2 : MATERIEL ET METHODES

2.1 Matériel

Le matériel utilisé, se compose de matériel végétal et de laboratoire.

2.1.1 Matériel végétal

Ce sont 2,85 Kilogrammes de graines séchées de *Xylopia aethiopica* qui ont constitué le matériel végétal dans la présente étude. Achetées au marché d'Adjamé (Abidjan, Côte d'Ivoire), elles ont été séchées sur la paillasse au laboratoire de chimie de l'Université Jean Lorougnon Guédé (UJLoG) de Daloa pendant trois (3) jours avant l'opération d'extraction.

2.1.2 Matériel de laboratoire

Le matériel de laboratoire ayant servi à la réalisation de notre travail se divise en deux :

- Le matériel technique
- Les réactifs et solvants

2.1.2.1 Matériel technique

Il comprend :

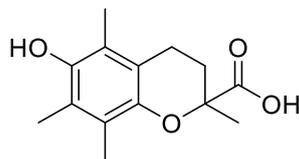
- un hydrodistillateur de type Clevenger et une plaque chauffante (pour l'extraction des essences) ;
- une balance de type Pioner model : PA202C ; MAX : 2100 g ; d : 0,01 g (pour la pesée du matériel végétal) ;
- un chromatographe en phase gazeuse de type Delsi DI 200 muni d'un détecteur à ionisation de flamme, pour l'analyse de la composition chimique des HE ;
- un chromatographe en phase gazeuse couplé au spectrophotomètre de masse ;
- un appareil de Résonance Magnétique Nucléaire du proton et du carbone ;
- un spectromètre de type HACH ; DR 2400 (pour la mesure des absorbances) ;
- le petit matériel et verrerie du laboratoire.

2.1.2.2 Réactifs et solvants

Les différents solvants et réactifs qui ont été utilisés pour la réalisation des différentes manipulations sont :

- du pentane (pour faciliter la récupération de petites quantités d'essences du Clevenger) ;
- de l'eau distillée (pour l'extraction des HE et la dilution des réactifs) ;
- du méthanol (pour la dilution des essences et des réactifs) ;
- une solution de DPPH• (pour le test d'activité antioxydante) ;

- une solution d'ABTS^{•+} (pour le test d'activité antioxydante) préparée avec du persulfate de potassium ;
- le standard utilisé: trolox (acide 6-hydroxy-2,5,7,8-tétraméthylchroman-2-carboxylique) (Figure 10).



Trolox

Figure 10 : structure du Trolox

2.2 Méthodes

Les méthodes dont il est question, sont relatives principalement à l'extraction des essences des graines de *Xylopi aethiopica*, à leur caractérisation et à l'évaluation de leur activité antioxydante.

2.2.1 Méthode d'extraction des huiles essentielles

Les HE des graines de *X. aethiopica* ont été extraites par entraînement à la vapeur d'eau à l'aide d'un appareil de type Clevenger (Figure 11).



Figure 11 : Dispositif d'extraction d'HE de type Clevenger

❖ Description du procédé d'extraction :

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des trois variantes de la distillation des essences végétales. L'opération consiste à placer la masse végétale (2,8kg de graines de *Xylopi aethiopica*

aethiopica) sur une grille ou une plaque perforée placée à une distance adéquate du fond d'un alambic contenant de l'eau et posée sur une source de chaleur. La vapeur d'eau créée passe à travers la masse végétale entraînant ainsi avec elle ses composés volatils dans le tube vertical puis dans le serpentin de refroidissement où a lieu la condensation. Le mélange hétérogène condensé dans le serpentin est recueilli dans un erlenmeyer. L'huile de *X. aethiopica* de densité faible par rapport à l'eau surnage et est donc recueillie par simple filtration.

Nous avons effectué la distillation à deux reprises en utilisant les volumes d'eau respectifs de 3L et de 1L pour une durée de 3heures pour chaque opération. L'HE recueillie à la fin de l'extraction dans le flacon est conservée à 3°C dans un congélateur pour éviter d'éventuelle dégradation de celle-ci.

2.2.2 Rendement (Rd)

Le rendement en huile essentielle est le rapport entre la masse d'HE obtenue (m_{he}) et la masse de végétal soumise à l'extraction (m_0).

Il est exprimé en pourcentage et est calculé par la formule de l'équation 1 :

$$\mathbf{Rd = \frac{m_{he}}{m_0} \times 100}$$

(Équation 1)

2.2.3 Méthodes de caractérisation

L'HE extraite a été caractérisée en Corse (France) par les techniques suivantes : la résonance magnétique nucléaire du proton et du carbone 13 (RMN ^1H et ^{13}C), la chromatographie en phase gazeuse (CPG) et le couplage CPG/SM.

Les spectres de RMN sont enregistrés à l'aide d'un appareil de type Bruker (Bruker BioSpin AG). Il est équipé d'une sonde de 5 à 10mm, opérant à 400,132MHz pour le proton et à 100,623MHz pour le carbone 13.

Les déplacements chimiques (δ en ppm) sont comparés au TMS pris comme référence interne. Les enregistrements des spectres du carbone 13 ont été réalisés dans les conditions suivantes : Sonde de 5 mm, angle d'impulsion 45° , temps d'acquisition de 2,73s correspondant à une acquisition de 64K avec une largeur spectrale (SW) de 25000 Hz (250 ppm), résolution digitale de 0,183 Hz/pt, tandis que le nombre d'accumulations était compris entre 2000 et 5000 pour chaque enregistrement. Le découplage a été réalisé par champ pulsé «Composite Phase Decoupling ».

2.2.4 Méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle extraite

Pour évaluer l'activité antioxydante de notre HE, deux tests chimiques ont été réalisés :

- Le test de l'effet (Scavenger) d'un antioxydant sur le radical libre 2,2-diphényl-1-1-picryl-hydrazyl (DPPH[•]),
- Le test du radical libre « acide 2,2'-azino-bis- (3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)» (ABTS^{•+}).

2.2.4.1 Test du radical libre DPPH[•]

❖ Principe

Le DPPH[•] (2,2-Diphényl-1-picrylhydrazyl) est un radical libre stable de couleur violacée qui absorbe à 517nm et qui en présence de composés antiradicalaires (R-H), est réduit et change de couleur en virant au jaune. Les absorbances mesurées à 517 nm servent à calculer le pourcentage d'inhibition du radical DPPH[•], qui est proportionnel au pouvoir antiradicalaire de l'échantillon (Parejo *et al.*, 2002).

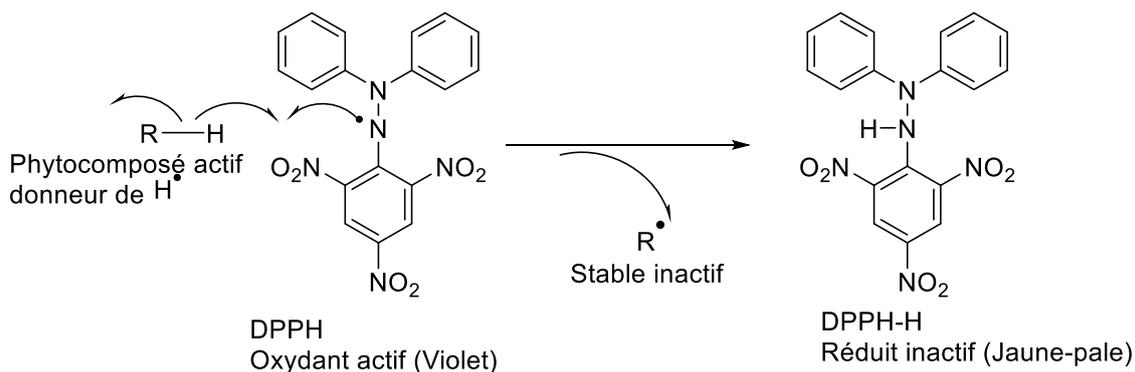


Figure 12 : Mécanisme d'inhibition du radical DPPH[•]

❖ Mode opératoire

Cette méthode est basée sur la mesure de la capacité des antioxydants à piéger le radical DPPH[•]. L'effet de chaque extrait sur le radical DPPH[•] est mesuré par la procédure décrite par Seung-cheol *et al.* (2004). Les différentes étapes détaillées du test du radical libre DPPH[•] dans le cadre de notre étude sont les suivantes :

- Préparer une solution méthanolique de DPPH à 0,4 mM. La densité optique (DO) de la solution DPPH[•] est : 1,683.
- A l'aide d'une micropipette de 200 microlitre (μL), on réalise une série de cinq (5) dilutions de raison 2 à partir de 200 μL d'HE. Le tableau ci-dessous présente les degrés de dilution des différentes solutions à testées.

Tableau II : degrés de dilution des différentes solutions testées (test DPPH•)

Tubes (solutions)	1	2	3	4	5	6
Degré de dilution	Solution d'HE pure	2 ^e	4 ^e	8 ^e	16 ^e	32 ^e

- Par la suite, 3 mL de réactif de DPPH• sont mélangés à 100 µL de solution de chaque tube du Tableau II. Les tubes sont incubés à 30°C à l'obscurité pendant 30 min.

Une autre gamme d'étalonnage est réalisée en utilisant le Trolox à la place de l'HE. Le Trolox (acide 6- hydroxy-2,5,7,8-tétraméthylchroman-2-carboxylique) a été utilisé comme contrôle positif et le méthanol comme contrôle négatif pour la préparation des différentes dilutions des HE. La mesure de l'absorbance ou densité optique des différents extraits d'huiles essentielles et de Trolox testés est effectuée par spectrophotométrie.

❖ Expression des résultats

- Calcul des pourcentages d'inhibitions

Pour calculer les pourcentages d'inhibition, nous avons utilisé l'équation (2) suivante :

$$I(\%) = [(DO_{\text{témoin}} - DO_{\text{échantillon}}) / DO_{\text{témoin}}] \times 100 \quad (\text{Équation 2})$$

DO_{témoin} : densité optique du témoin (solution méthanolique de DPPH•)

DO_{échantillon} : densité optique de l'échantillon testé

- Calcul des concentrations inhibitrices à cinquante pourcents (IC₅₀)

La IC₅₀ est la concentration de l'échantillon testé nécessaire pour réduire 50 % du radical DPPH•. Les CI₅₀ sont calculées graphiquement par les régressions linéaires des graphes tracés, pourcentages d'inhibition en fonction de la concentration des extraits testés.

Plus la CI₅₀ est faible plus l'activité antioxydante est bonne.

2.2.4.2 Test de l'ABTS•+

❖ Principe

Le radical acide 2,2'-azino-bis- (3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique (ABTS•⁺)) est très stable et absorbe les radiations lumineuses de 734 nm.

La détermination de l'activité antiradicalaire de l'HE par cette méthode consiste à mesurer le taux de réduction du radical ABTS•⁺ par différents échantillons obtenus suite à une dilution

successive de l'extrait de l'HE pure. Ce radical cationique est facilement formé par oxydation en présence de persulfate de potassium pour donner une solution bleue (Prouillac, 2006).

L'addition d'un antioxydant à une solution de ce radical cationique entraîne sa réduction et une diminution de l'absorbance. Cette diminution dépend de l'activité antioxydante des composés testés, du temps et de la concentration (Ré *et al.*, 1999). Notons que ce radical absorbe à 734 nm.

❖ Mode opératoire

Le pourcentage d'inhibition du radical $ABTS^{\bullet+}$ est évalué par la méthode de Ramful *et al.*, (2010).

Le radical $ABTS^{\bullet+}$ est produit en mélangeant une solution de ABTS 7 mM à une solution de persulfate de potassium 2.6 mM. Le mélange a été conservé à l'obscurité à température ambiante pendant quatre (4) heures. 1 mL de la solution est mélangé avec 60 mL de méthanol pour avoir une solution dont la DO est égale à 1,587.

A l'aide d'une micropipette, on réalise une série de cinq (5) dilutions de 200 μ L de raison 2 de l'HE dans du méthanol pur dans des tubes à hémolyse. Le tableau ci-dessous présente les degrés de dilution des différentes solutions à tester (test d' $ABTS^{\bullet+}$).

Tableau III : Degré de dilution des différentes solutions testées (test d' $ABTS^{\bullet+}$)

Tubes (solutions)	1	2	3	4	5	6
Degré de dilution	Solution d'huile pure	2 ^e	4 ^e	8 ^e	16 ^e	32 ^e

A 100 μ L de solution de chacun des tubes du tableau III, on ajoute 3 mL de réactif d' $ABTS^{\bullet+}$. Les tubes sont incubés à l'obscurité pendant 30 min.

Le trolox est utilisé comme contrôle positif et le méthanol comme contrôle négatif pour la préparation des différentes dilutions des HE. Comme précédemment, La mesure de l'absorbance ou densité optique des différents extraits d'huiles essentielles et de Trolox testés est effectuée par spectrophotométrie.

❖ Expression des résultats

Dans ce test, les résultats sont exprimés comme précédemment (test de DPPH $^{\bullet}$), c'est-à-dire le calcul des pourcentages d'inhibition et le calcul des CI_{50} .

PARTIE 3 : RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Résultats

3.1.1 Rendement et caractérisation des huiles essentielles

3.1.1.1 Rendement des extraits bruts

Le volume d'huile essentielle obtenu après extraction est de 42 mL soit une masse $m_{he} = 42$ g.

Le rendement calculé à l'aide de l'équation 1 est de 1,5%.

3.1.1.2 Caractérisation des huiles essentielles

L'analyse de la composition chimique des HE des fruits de *Xylopiya aethiopica* a permis d'identifier trente-cinq (35) composés. Les constituants identifiés sont consignés dans le Tableau IV.

Tableau IV : Composition chimique de l'HE des fruits de *Xylopiya aethiopica*

N°	Composés identifiés	IKA	IKP	Teneurs
1	α -Thujène	921	1021	1,1
2	α-pinène	930	1019	9,3
3	Camphène	942	1062	0,3
4	Verbénène	945	1121	0,8
5	Sabinène	964	1117	2
6	β-pinène	971	1108	21,8
7	Myrcène	979	1159	0,6
8	carène-3	1005	1147	0,5
9	α -Terpinène	1008	1174	0,6
10	p-cymène	1011	1265	1,1
11	Limonène	1020	1195	0,9
12	Cinéole	1020	1207	13,1
13	γ -terpinène	1047	1239	1
14	<i>trans</i> -hydrate de Sabinène	1051	1455	0,7
15	Terpinolène	1078	1280	0,3
16	Linalol	1081	1538	0,4
17	<i>cis</i> -hydrate de sabinène	1081	1540	0,8

PARTIE 3 : RESULTATS ET DISCUSSION

18	β -thujone	1090	1428	0,1
19	α -compholénal	1104	1174	0,5
20	Nopinone	1106	1574	2,7
21	trans-pinocarvéol	1124	1647	7,7
22	trans-verbénol	1127	1669	2
23	Pinocarvone	1138	1563	3,4
24	Pinocomphone	1150	1544	0,4
25	Terpinéol-4	1161	1594	2,7
26	iso pinocamphéol	1161	1718	0,5
27	Myrténal	1170	1623	4,8
28	α -terpinéol	1171	1687	1,3
29	Myrténol	1179	1783	4,8
30	neoiso Menthol	1179	1628	0,7
31	γ -terpinéol	1180	1702	1,3
32	β -campholénol	1186	1782	0,5
33	trans-carvéol	1196	1826	0,6
34	Nérol	1207	1790	0,3
35	bicyclo germacrène	1494	1727	0,55
Total				90,15
Composés oxygénés				49,3
Composés hydrocarbonés				40,85
Monoterpènes hydrocarbonés				40,3
Monoterpènes oxygénés				33,1
Sesquiterpènes hydrocarbonés				0,55
Sesquiterpènes oxygénés				16,2

Avec * **IKA** : Indice de Kovast sur colonne Apolaire et ***IKP** : Indice de Kovast sur colonne Polaire

Le tableau IV ci-dessus présentant les différents composés de l'huile essentielle extraite indique que :

- seuls les composés dont la teneur est supérieure ou égale 0,1 ont pu être identifiés ;
- Il y a deux classes de composés à savoir les monoterpènes et sesquiterpènes.

Les composés en gras représentent les constituants identifiés avec des teneurs proches ou supérieures à la dizaine. Les teneurs des composés majoritaires oxygénés sont faibles par rapport à celles des composés hydrocarbonés.

Les proportions en composés oxygénés et hydrocarbonés des composés identifiés sont présentées sur la figure ci-dessous (Figure 13).

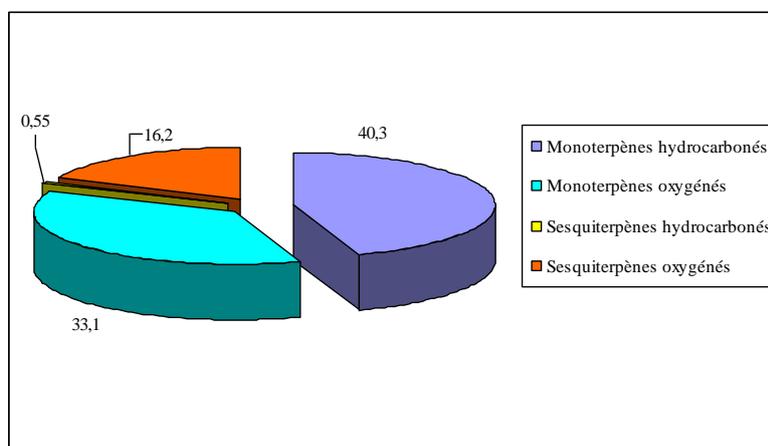


Figure 13 : Proportion des composés identifiés dans l'HE de *Xylopiya aethiopica*

La figure ci-dessus indique que l'essence extraite des fruits secs de *X. aethiopica* sont plus concentrés en monoterpènes (73,4%) qu'en sesquiterpènes (16,75%).

3.1.2 Activité antioxydante des extraits *in vitro*

3.1.2.1 Test du radical DPPH•

Les valeurs des absorbances et des pourcentages d'inhibition obtenus sont consignés dans le tableau V.

Tableau V : Valeurs des absorbances de DPPH• dans les extraits d'HE et du Trolox

<i>Xylopiya aethiopic a</i>	Concentration (mg/mL)	160	80	40	20	10	5	2,5
	DO	0,76	0,96	1,10	1,22	1,24	1,32	1,35
		9	3	9				

	%inhibition	45,6	31,9	21,6	13,9	12,71	6,54	4,59
		9	9	8	6			
Trolox	Concentration (mg/mL)	1	0,5	0,25	0,12	0,062	0,031	0,015
	DO	0,13	0,16	0,17	0,17	0,178	0,183	0,25
		5	0	1	5			
	%Inhibition	90,4	88,7	87,9	87,6	87,41	87,10	82,34
		7			2			

Les différentes valeurs de DO et de I (%) du tableau V montrent une diminution de la concentration du radical DPPH• en fonction des concentrations des extraits. Cette diminution est plus importante avec les extraits de Trolox que ceux de l'huile essentielle.

Les courbes d'étalonnage du radical DPPH• en fonction des différentes concentrations des fractions d'huiles essentielles et de Trolox testées obtenues sont présentées par les (Figure 14 et 15)

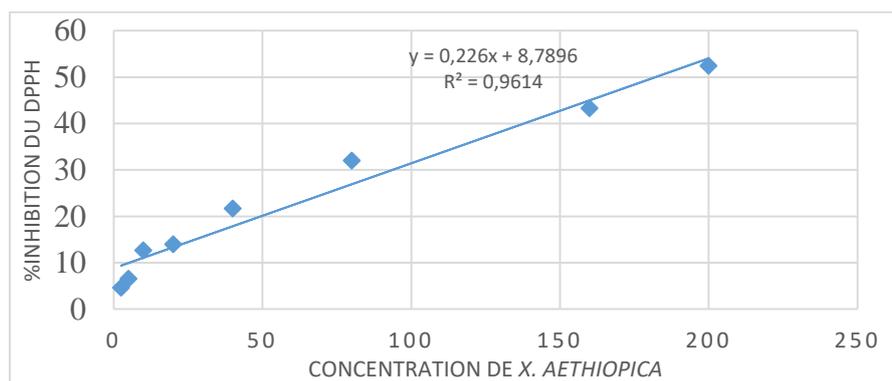


Figure 14 : Courbe d'étalonnage du radical DPPH• par de l'HE de *X. aethiopica*

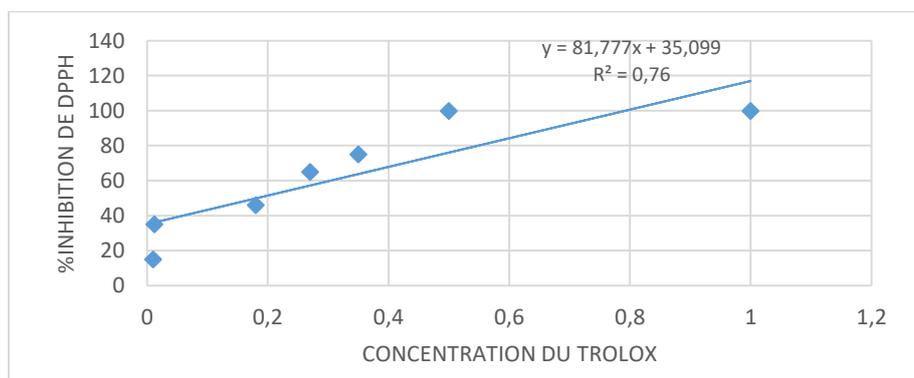


Figure 15 : Courbe d'étalonnage du radical DPPH• par les extraits de Trolox.

Comme analyse des figures 15 et 16, notons que les extraits de Trolox inhibent mieux le radical DPPH[•] par rapport à ceux des huiles. Cela est traduit par les valeurs des pentes des droites de régression (81.777 pourcent par unité de concentration contre 0.226).

Les concentrations d'inhibition à 50% déterminées sont consignées dans le tableau VI.

Tableau VI : CI₅₀ des extraits d'HE et du Trolox du test de DPPH[•]

Extrait	CI ₅₀ (mg /mL)
<i>Xylopi aethiopica</i>	182, 36
Trolox	0,20

Les valeurs des CI₅₀ présentées dans le tableau VI montrent une faible activité antioxydante des extraits d'huile essentielle de *X.aethiopica* contrairement au Trolox.

3.1.2.2 Le test du radical ABTS^{•+}

Les différentes valeurs de DO et de I (%) sont consignées dans le Tableau VII.

Tableau VII : Mesures des absorbances de l'ABTS^{•+} dans les extraits et du Trolox.

<i>Xylopi aethiopica</i>	Concentration (mg/mL)	160	80	40	20	10	5	2,5
	DO	0,01	0,032	0,039	0,152	0,387	0,801	1,093
	%inhibition	99,29	97,74	97,25	89,22	72,62	43,48	22,83
Trolox	Concentration (mg /mL)	1	0,5	0,25	0,125	0,0625	0,0312	0,0156
	DO	0,002	0,004	0,006	0,008	0,014	0,016	0,052
	%inhibition	99,86	99,72	99,56	99,44	99,01	98,87	96,33

Comme précédemment dans le test de DPPH[•], les pourcentages d'inhibition du radical ABTS^{•+} augmentent avec la concentration des extraits d'huile essentielle et de Trolox. Les valeurs des pourcentages d'inhibitions dans le cas de ce test sont plus importantes que celles obtenues dans celui de DPPH[•] pour une même concentration d'extrait d'huile essentielle ou de Trolox.

Les courbes d'étalonnage du radical ABTS^{•+} par les extraits d'huile essentielle et du Trolox sont présentées par les figures 16 et 17 ci-dessous.

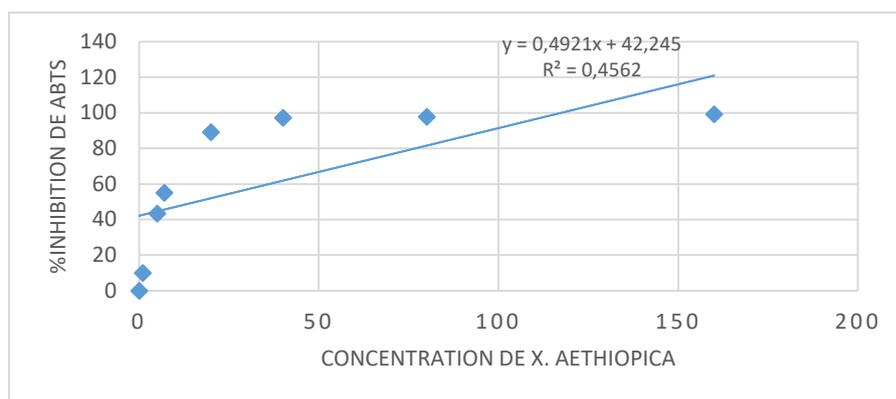


Figure 16 : Courbe d'étalonnage de l'ABTS^{•+} par l'extrait d'HE de *X. aethiopica*

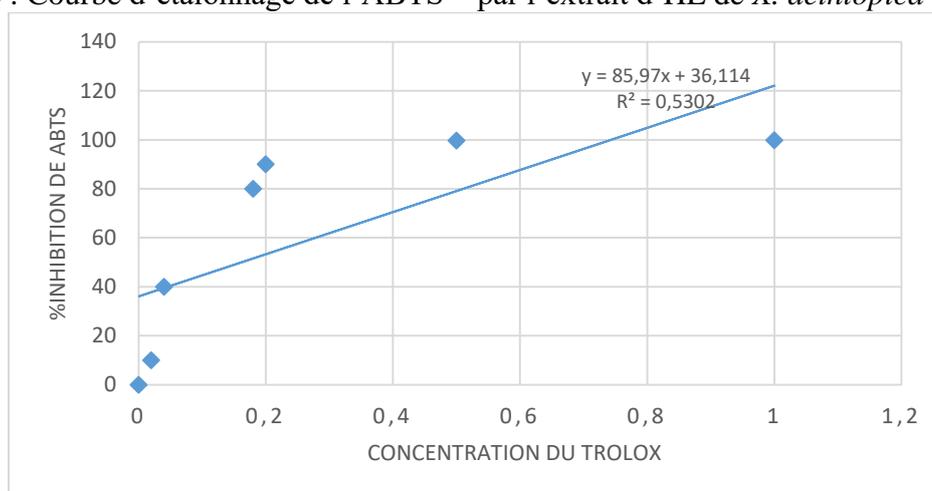


Figure 17 : Courbe d'étalonnage de l'ABTS^{•+} par l'extrait du Trolox

Les valeurs des CI₅₀ obtenues graphiquement sont consignées dans le tableau VIII.

Tableau VIII : CI₅₀ des extraits d'HE et du Trolox du test de l'ABTS^{•+}

Extrait	CI ₅₀ (mg /mL)
<i>Xylopiya aethiopica</i>	8,89
Trolox	0,17

Les valeurs des CI₅₀ présentées dans ce tableau VIII montrent que le Trolox présente une activité antioxydante plus importante que celle de l'huile essentielle extraite des fruits secs de *X.aethiopica*. Ces valeurs indiquent que les extraits d'huile essentielle et de Trolox ont une activité antioxydante plus importante vis - à - vis du radical l'ABTS^{•+}.

3.2 Discussion

3.2.1 Rendement

Le rendement en huile essentielle des fruits secs de *Xylopiya aethiopica* dans le cadre de notre étude est de 1,5%. Ce rendement est révélé être supérieur à celui de Oussou (2009) qui est de

1,2% mais inférieur à celui obtenu par Agbodan *et al.* (2014) (3,5%). Ces différences pourraient s'expliquer par la température, la méthode d'extraction, l'état de qualité des fruits soumis à l'extraction etc (Oussou, 2009).

3.2 2 Analyse chimique

Dans cette étude, ce sont trente-cinq (35) composés (représentant 90,15% des constituants) qui ont été identifiés. Ces trente-cinq (35) composés se répartissent en deux classes principales : les monoterpènes dont 40,3% hydrocarbonés et 33,1% oxygénés et les sesquiterpènes (16,2% oxygénés et 0,55% hydrocarbonés). Ces deux principales classes de composés (monoterpènes et sesquiterpènes) obtenus pourraient justifier la bonne qualité de nos essences. En effet, les monoterpènes et les sesquiterpènes constituent la première grande classe des constituants des essences (Franchomme & Pénoël, 1990).

En ce qui concerne la prédominance de notre huile essentielle en composés monoterpéniques (73,4%), elle est en concordance avec les résultats de Noudjou *et al* (2007) au Cameroun. Leurs échantillons d'huile essentielle des fruits de *Xylopia aethiopica* sont prédominés par les monoterpènes (60%). Cependant, le taux de monoterpènes oxygénés qu'ils ont trouvé (12,9%) est nettement inférieur au nôtre (33,1%).

En comparant les composés majoritaires de notre huile à ceux de la littérature, nous constatons que le β -pinène (21, 8%) constituant majoritaire de notre échantillon l'est aussi dans beaucoup de travaux antérieurs. Kéïta *etal.* (2003) au Mali ont trouvé le β -pinène (19,1%), le γ -pinène (14,7%), le trans-pinocarvéol (8,6%) et le p-cymène (7,3%). Yéhouéno *et al.* (2010) ont montré dans leur échantillon comme composés majoritaires le β -pinène (38,9%), le vélérianol (7,7%), le myrténal (7,4%) et l'élémol (5,1%).

Au Cameroun, Noudjou *et al* (2007) ont identifié soixante-trois (63) composés dans l'huile essentielle de l'espèce récoltée dans quatre zones différentes constituée de 47 à 84% de monoterpènes hydrocarbonés dont principalement le β -pinène (44,11%) et le β -phellandrène (13,89%). Ces auteurs ont rapporté pour la première fois un diterpène (ent-13-épi manoyl oxyde) dans l'huile essentielle des fruits de *X. aethiopica*.

Tableau IX : Proportion des composés majoritaires des huiles essentielles des fruits de *Xylopia aethiopica* de Côte d'Ivoire et du Cameroun

Composés	Côte d'Ivoire	Cameroun	
		Baffoussam	Yaoundé

β -pinène	21,8	8,22	44,11
1,8-cinéol	13,1	31,42	13,89
α -pinène	9,3	3,38	12,43
Myrtenal	4,8		
Myrtenol	4,8		
trans-pinocarvéol	7,7		

La particularité de notre HE réside dans la présence de myrténol et de myrténal d'une part, et d'autre part, dans l'absence de β -phellandrène et du germacrène D. L'exploitation à grande échelle de l'HE des fruits de cette plante doit tenir compte de son lieu de récolte puisque la composition chimique de l'huile varie beaucoup en fonction des régions. D'ailleurs Noudjou *et al* (2007) l'ont déjà signalé au Cameroun suite à une étude qui a porté sur la composition chimique des fruits de *X. aethiopica* de plusieurs localités du Cameroun (Baffoussan, Douala). Ils ont montré que le β -pinène majoritaire dans les échantillons de Douala (39,39%), de Ngaoundir (38,17%) et Yaoundé (44,11%) ne représente que 8,22% dans celui de Baffoussam. Ce dernier est plutôt riche en β -phellandrène et 1,8-cinéol (31,42%).

3.2.3 Activité antioxydante *in vitro*

La diminution de la densité optique des radicaux ABTS^{•+} et DPPH[•] dans les extraits d'huiles essentielle dans la présente étude met en exergue la capacité antioxydante de l'HE de *Xylopiya aethiopica*. Cette activité antioxydante est une fonction croissante de la concentration de l'extrait d'huile testé. Cela est observé chez toutes les substances antioxydantes qu'elles soient synthétiques ou naturelles (Oussou, 2009 ; Benhammou, 2011 ; Touré, 2015).

Le Trolox antioxydant de référence, dans cette étude a présenté dans les deux tests une activité antioxydante nettement supérieure à celle de l'extrait d'HE. Son pouvoir antiradicalaire a été plus marquant dans le test de l'ABTS^{•+} (CI₅₀= 0,17 mg/mL) soit 85% de sa concentration ayant réduit cinquante pourcents du radical DPPH[•].

Tout comme le Trolox, l'extrait d'HE a montré un pouvoir antioxydant plus important dans le test de l'ABTS^{•+} (CI₅₀ = 8,89 mg/mL) soit environ 5% de sa concentration qui réduit cinquante pourcents du radical DPPH[•].

Les CI₅₀ de l'extrait d'HE comparées à celles du Trolox indiquent une faible activité antioxydante de notre HE. En effet, dans le cas du test de l'ABTS^{•+}, c'est seulement l'équivalent de 1,9% de CI₅₀ de l'HE en Trolox qui réduit 50% du radical ABTS^{•+}. Dans le

test de la DPPH•, l'équivalence de moins 1% de CI₅₀ de l'HE en Trolox a inhibé 50% du radical DPPH•.

La différence observée au niveau des CI₅₀ dans les deux tests différents s'explique par le fait que l'activité antioxydante d'une substance dépend de la méthode employée pour évaluer son activité antioxydante (Touré, 2015).

Quant à la faible activité antioxydante de l'HE mise en évidence par nos travaux et qui a d'ailleurs été signalée par Agbodan *et al.* (2014) avec une CI₅₀ = 9752 ppm soit CI₅₀ = 9,752 mg/mL, elle pourrait s'expliquer par le fait que les constituants oxygénés de l'essence sont en faibles proportions.

En effet, l'efficacité antioxydante des essences dépendrait de leur richesse en composés oxygénés (plus particulièrement en composés phénoliques) (Oussou *et al.*, 2009).

On comprend le rôle important des composés oxygénés dans l'activité antioxydante des essences avec Benhammou (2011) qui dit, pour connaître la vraie capacité antioxydante d'une substance il faut plutôt mesurer le paramètre EC₅₀ qui est une mesure quantitative directe pour l'activité antioxydante. Il est défini comme la concentration de l'extrait brut des composés phénoliques nécessaire pour réduire 50% de la concentration initiale du radical.

CONCLUSION

Pour atteindre les objectifs fixés dans cette étude, du matériel a été choisi en fonction des méthodes employées. Ainsi :

L'extraction des HE des fruits secs de la plante étudiée effectuée par entraînement à la vapeur d'eau à l'aide du dispositif de Clevenger a fourni un rendement de 1,5%.

L'analyse de la composition chimique des huiles essentielles a été réalisée par la technique de la chromatographie en phase gazeuse, le couplage CPG/SM et la RMN ^1H et ^{13}C . Cette analyse a permis de mettre en évidence trente-cinq (35) composés représentant 90,15% des essences. Les composés majoritaires sont : le β -pinène (21,8%), l' α -pinène (9,3%), le cinéole (13,1%) et le *trans*-pinocarvéol (7,7%).

Les tests antiradicalaires réalisés sur les radicaux DPPH \bullet et ABTS \bullet^+ ont montré un effet dose/réponse de notre HE vis-à-vis de ces radicaux. L'effet inhibiteur des essences est négligeable vis-à-vis du radical DPPH \bullet mais moyen vis-à-vis du radical ABTS \bullet^+ .

De ce constat, les résultats de cette étude méritent d'être affinés et pour cela il serait intéressant de poursuivre cette étude par des applications *in-vivo* sur la toxicité de ces essences. Il faudra également compléter l'activité antioxydante par d'autres tests afin de mettre en évidence les molécules responsables de celles-ci. Enfin, il serait intéressant d'envisager l'étude d'autres activités biologiques telles que les activités antimicrobiennes et anticancéreuses de ces HE.

REFERENCES

- Abdou.B.A. (2009). Contribution à l'étude du développement d'un aliment fonctionnel à base d'épices du Cameroun : Caractérisation physico-chimique et fonctionnelle. Thèse de Doctorat, Procédés Biotechnologiques et Alimentaires, Université de Lorraine (France), 241 p.
- Achoundong G., Guedje N., Nkuinkeu R. & Onana J-M. (2003). Aspects botaniques et écologiques. *In* : Les fruitiers forestiers comestibles du Cameroun. O. Eyog Matig, O. Ndoye, J. Kengue et A. Awono (Eds.), Maccaresse (Italie), pp 51-156.
- Agbodan K. A., Dotse K.& Koumaglo K H. (2014). Activités antioxydantes des huiles essentielles de trois plantes aromatiques acclimatées au Togo. *Int. J. Biol. Chem. Sci.* 8(3)1103 - 1110
- Ali S.S., Kasaju N., Luthra A., Singh A., Sharanabasava H., Sahu A. & Bora U. (2008). Indian medicinal herbs as sources of antioxidants. *Food Research International Journal*,41:1-15.
- Asekun O.T., Adeniyi B.A. (2004). Antimicrobial and cytotoxic activities of the fruit essential oil of *Xylopiya aethiopica* from Nigeria. *Fitoterapia*, 75 :368–370
- Audigie C.L., Dupon G. & Zonsgain F. (1995). Principes des méthodes d'analyse biochimique. Edition Doin, Paris, 44 p.
- Bakkali F., Averbeck S., Averbeck D. & Idaomar M. (2008) Biological effects of essential oils A review. *Food and Chemical Toxicology*, 46: 446-475.
- Barlow S. M.(1990). Toxicological aspects of antioxidants used as food additives, Ed Hudson B.J.F. *Food Antioxidants*, 253-307.
- Benhammou N. (2011). Activité antioxydante des extraits des composés phénoliques de dix plantes médicinales de l'Ouest et du Sud-Ouest Algérien. Thèse de Doctorat, Biologie, Université Aboubakr Belkaïd-Tlemcen (Algérie), 198 p.
- Benzie I. & Strain J. (1996). The Ferric Reducing Ability of Plasma (FRAP) as a Measure of «Antioxidant Power: The FRAP Assay». *Biochimie analytique*, 239 : 70-76
- Binet P. & Brunel J.P. (1968). Physiologie végétale, Doin, Paris (France) 782 p.

- Brand-Williams W., Cuvelier M.E. & Berset, C. (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity using the DPPH free radical method. *LebensmittelWissenschaft und Technologie. Food Science and Technology*, 1-28.
- Brian M.I. (1995). The isolation of aromatic materials from plant products, R.J. Reynolds tobacco Company, Winston- Salem (USA), 348p.
- Burt S. (2004). Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods areview. *International Journal Food Microbiol*, 94 : 223-253.
- Cao G., Wang H. & Prior R.L. (1996). Total antioxidant capacity of fruits. *Journal of agricultural and food chemistry*, 44(3): 701-705.
- Carson C.F., Mee B.J. & Riley T.V. (2002). Mechanism of action of Melaleuca alternifolia (tea tree) oil on Staphylococcus aureus determined by time-kill, lysis, leakage and salt tolerance assays and electron microscopy. *Antimicrobial Agents and Chemotherapy*, 46: 1914-1920.
- Choho M.F. (2018). Composition chimique et activité antioxydante des huiles essentielles de deux(02) Annonaceae : Uvaria chamae et Monanthataxis capea, Mémoire de master en Chimie organique, Université Félix Houphouët Boigny de Cocody (Abidjan, Côte d'Ivoire), 53 p.
- Cronquist A. (1981). An integrated system of classification of flowering plants. Edition Columbia University Press, New York, USA, 53 p.
- Davidson P.M. (1997). Chemical preservatives and natural antimicrobial compounds Washington. *Food Microbiology*, 31 : 520-556.
- Dorman H.J.D. & Deans H.J.D. (2000). Antimicrobial agents from plants: antibacterial activity of plant volatile oils. *Journal of Applied Microbiology*, 88 (2): 308-316.
- Duraffourd C.D., Hervicourt L. & Lapraz J.C. (1990). Cahiers de phytothérapie clinique 1. Examens de laboratoires galéniques. Eléments thérapeutiques synergiques. Edition Masson, Paris (France) 200 p.
- Fandohan P., Gnonlonfin B., Hell K., Marasas W.F.O. & Wingfield M.J. (2005). Natural occurrence of Fusarium and subsequent fumonisin contamination in preharvest

- and stored maize in Benin, West Africa. *International Journal of Food Microbiology*, 99 : 173-183.
- Favier A. (2003). Le stress oxydant Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. *L'actualité Chimique*, 11 : 50-57.
- Fekam & Boyom F. (1992). Huiles essentielles de quelques Annonacées du Cameroun : teneurs, caractéristiques chimiques et propriétés pharmacodynamiques. Thèse de Doctorat en Biochimie, Université de Yaoundé (Cameroun) 181 p.
- Franchomme P. & Pénéol D. (1990). L'aromathérapie exactement. *In* : Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. Roger Jallois (Eds.), Limoges, 445 p.
- Georgetti S.R., Casagrande R., Di Mambro V.M., Azzolini Ana ECS. and Fonseca Maria J.V. (2003) Evaluation of the antioxidant activity of different flavonoids by the chemiluminescence method. *AAPS Pharma.Sci.* 5 (2), 5p
- Giordani R., Hadeif Y. & Kaloustian J. (2008). Composition and antifungal activities of essential oils of some Algerian aromatic plants. *Fitoterapia*, 79 : 199-203.
- Ghestem A., Seguin E., Paris M. & Orecchioni A.M. (2001). Botanique, Pharmacognosie, Phytothérapie, Homéopathie Le préparateur en pharmacie. Dossier 2, Ed. TEC et DOC, Paris (France).
- Grazia Valle M., Nano G.M. & Tira S. (1988). The essential oil of *Filipendula ulmaria*. *Planta Medica*, 54 (2): 181-182.
- Hammer K.A., Carson C.F. and Riley T.V. (1999) - Antimicrobial activity of essential oils and other plant extracts. *Journal of Applied Microbiology*, 86 : 985-990.
- Holley R.A. & Patel D. (2005). Improvement in shelf-life and safety of perishable foods by plant essential oils and smoke antimicrobials. *Food Microbiology*, 22 (4) : 273-292.
- Igwe S.A., Afonne J.C. & Ghasi S.I. (2003). Ocular dynamics of systemic aqueous extracts of *Xylopiya aethiopyca* (African guinea pepper) seeds on visually active volunteers. *Journal of Ethnopharmacology*, 86: 139-142.

- Kamil, J.Y.V.A., Jeon, Y.J. & Shahidi, F. (2002) Antioxidative activity of chitosans of different viscosity in cooked comminuted flesh of herring (*Clupea harengus*). *Food Chemistry*, 79: 69-77.
- Kéita F.B., N'diaye M., Martin P.(2003). Principaux fruits de cueillette consommés et commercialisés en Guinée. *Fruits*, 58(2) : 99-116.
- Kerharo J. & Adam J.G. (1974). La pharmacopée sénégalaise traditionnelle, Plantes médicinales et toxiques, Vigot frères, Paris (France), 712 p.
- Konning G.H., Agyare C. & Ennison B. (2004). Antimicrobial activity of some medicinal plants from Ghana. *Fitoterapia* 75: 65-67.
- Kortenska V.D., Yanishlieva N.V., Kasaikina O.T., Totzeva I.R., Boneva M.I. & Russina I.F. (2002). Phenol antioxidant efficiency in various lipid substrates containing hydroxyl compounds. *European Journal Lipid. Sciences Technol*, 104:513-519.
- Lamamra M. (2018). Contribution à l'étude de la composition chimique et de l'activité antimicrobienne des huiles essentielles de *Tinguarra sicula* (L.) Parl. et de *Filipendulahexapetala* Gibb. Mémoire de master 2 en Biologie et Physiologie Végétale Université Ferhat Abbas-Setif (Algérie), 107 p.
- Marino M., Bersani C. & Comi G. (2001). Impedance measurements to study the antimicrobial activity of essential oils from Lamiaceae and Compositae. *International Journal of food microbiology*. 67 : 187 - 195.
- Mevy J P., Bessiere J.M., Dherbomez M. & Viano J. (2002). Composition and Some Biological Activities of the Essential Oils from an African Pasture Grass: *Elionurus elegans* Kunth. *Journal Agriculture Food Chemistry*, 50 : 4240-4243.
- Miller N. J., Rice-Evans C, Davies M.J., Gopinathan V. & Milner A. (1993). A novel method for measuring antioxidant capacity and its application to monitoring the antioxidant status in Benzie I. & Strain J. (1996) The Ferric Reducing Ability of Plasma (FRAP) as a Measure of «Antioxidant Power: The FRAP Assay». *Biochimie analytique*, 239 : 70-76.

- Noudjou F., Hance T.H., Haubruge E., Ngamo L.S.T., Maponmestsem P.M., Ngassoum M., Malaisse F., Marlier M. & Lognay G. (2007). Composition of *Xylopiya aethiopica* (Dunal) A. Rich essential oils from Cameroon and identification of a minor diterpene: ent-13-epi manoyl oxide *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 11 (3) : 193-199.
- Nyegue M.A. (2006). Propriétés chimiques et biologiques des huiles essentielles de quelques plantes aromatiques et médicinales du Cameroun. Thèse de Doctorat, Universités de Montpellier II et de Yaoundé I, 179 p.
- Oussou K.R., Choho M.F., Kassi A.B.B. & Kouamé D.B. (2020). Etude chimique et activité antioxydante des huiles essentielles de deux Annonaceae endémiques (*Uvaria chamae* et *Monanthe toxis*) de Côte d'Ivoire. *International Journal of Innovation and Applied Studies*, 31(2) : 575-58.
- Oussou K.R. (2009). Etude chimique et activité biologiques des huiles essentielles de sept plantes aromatiques de la pharmacopée Ivoirienne. Doctorat de l'Université de Cocody-Abidjan, 241 p.
- Oussou K.R., Yolou, S., Boti J.B., Kouadio G.N., Kanko C., Ahibo C. & Casanova J. (2009). Etude Chimique et Activité Antidiarrhéique des Huiles essentielles de deux Plantes aromatiques de la pharmacopée ivoirienne. *European Journal of Scientific Research*, 24 (1): 94-103.
- Parejo I., Viladomat F., Bastid J., Rosas-Romero A., Flerlage N., Burillo J. & Codina, C. (2002). Comparison between the radical scavenging activity and antioxidant activity of six distilled and no distilled Mediterranean herbs and aromatic plants. *J Agric Food Chem*, 50 : 90-6882.
- Pibiri P. (2006). Assainissement microbiologique de l'air et de systèmes de ventilation au moyen d'huiles essentielles. Thèse de doctorat : Faculté Environnement Naturel, Architectural et Construit, EPFL (Suisse), 161 p.
- Pousset J.L. (1994) Plantes médicinales africaines. *Le pharmacien d'Afrique*, 87 : 16 - 24

- Prouillac C. (2006). Synthèse et évaluation de nouveaux composés organiques et phosphorés contre les effets des rayonnements ionisants. Etude de leur mécanisme in vitro. Thèse de Doctorat, Chimie-Biologie-Santé, Université Paul Sabatier de Toulouse III, 293P.
- Pszczola D.E. (2001). Antioxidants: from preserving food quality to quality of life. *Food Technology*, 5: 51-59.
- Rahal S. (2004). Chimie des produits naturels et des êtres vivants. O.P.U. Edition. p.162
- Rai M.K., Acharya D. & Wadegaonkar P. (2003). Plant derived-antimycotics: potential of Asteraceous plants. *In: plant-derived antimycotics: Current Trends and Future prospects*, Haworth press, N-York, Londin, Oxford, 37 : 165-185.
- Ramadani M., Rached O., Laouer H., El Kolli M. & Lograda T. (2007). Chemical composition and antimicrobial activity of Cupressus dupreziana A. Camus. *Natural Product Communication*, 2 (9): 945-949.
- Ramful D., Bahorun T., Bourdon E., Tarnus E., Aruoma O.I. (2010). Bioactive phenolics and antioxidant propensity of flavedo extracts of Mauritian citrus fruits: Potential prophylactic ingredients for functional foods application. *Toxicology*, 278, pp: 75-87
- Rasooli I. & Mirmostafa S. A. (2002). Antibacterial properties of Thymus pubescens and Thymus serpyllum essential oils. *Fitoterapia*, 73: 244-250.
- Rasooli I., Rezaei B. & Allameh A. (2005). Growth inhibition and morphological alterations of Aspergillus niger by essential oils from Thymus eriocalyx and Thymus x-porlock. *Food Control*, 16 (10) : 859-866.
- Ré. R., Pellegrini N., Proteggente A., Pannala A., Yang M.& Rice-Evans C. (1999). Antioxydant activity applying and inapoved ABTS radical cation decolorization assay free radical. *Biology and medicine*, 26: 1231-1237.
- Russel A.D., (1991). Mechanisms of bacterial resistance to non-antibiotics: food additives and pharmaceutical preservatives. *Journal of Applied Bacteriology*, 71(3): 191-201.
- Sacchetti G., Maietti S., Muzzoli M., Scaglianti M., Manfredini S. & Radice M. (2005) Comparative evaluation of 11 essential oils of different origin as functional antioxidants, antiradicals and antimicrobials in foods. *Food Chemistry*, 91: 621-632.

- Sanchez M.C. (2002). Review: Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in food and biological systems. *Food Science and Technology International*, 8 (3): 121-137.
- Seung-cheol L., Seok-Moo J., So-Young K., Dong-Ryul K., Seong-Chun J., Nam K.C. & Ahn D.U. (2004). Effet of Heat Treatment on the Antioxydant Activity of Extracts from Citrus Peel. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52:389-339.
- Somova L.I., Shode F.O., Moodley K., Govender Y. (2001). Cardiovascular and diuretic activity of kaurene derivatives of *Xylopiya aethiopyca* and *Alepidea amatymbica*. *Journal of Ethnopharmacology*, 77: 165-174.
- Tchiégang. C. & Mbougoung. D. (2005). Composition chimique des épices utilisées dans la préparation du na'a poh et du kui de l'Ouest Cameroun. *Tropicultura*. 23 (4) : 193-200.
- Touré D. (2015). Etude chimique et biologique des huiles essentielles de quatre plantes médicinales de Cote d'Ivoire. Thèse de Doctorat, Biochimie, Université Félix Houphouët- boigny (Abidjan, Cote d'Ivoire), 213 p.
- Vangelder V. (2017). L'aromathérapie dans la prise en charge des troubles de sante mineurs chez l'adulte à l'officine, thèse de Doctorat, Université de Lille 2 (France), 135 p.
- Wang B.S., Li B.S. & Zeng Q.X. (2008). Antioxidant and free radical scavenging activities of pigments extracted from molasses alcohol wastewater. *Food chemistry*, 107 : 1198-1204.
- Wichtl M. & Anton R. (1999). Plantes thérapeutiques, Tradition, Pratique officinale, science et thérapeutique, Marburg (Allemagne) 692 p.
- Williams P.J., Strauss C.R., Wilson B. & Massy-Westropp R.A. (1982). Novel monoterpene disaccharide glycosides of *Vitis vinifera* grapes and wines. *Phytochemistry*, 21(8): 2013-2020.
- Xianfei X., Xiaoqiang C., Shunying Z. & Guolin Z. (2007). Chemical composition and antimicrobial activity of essential oils of *Chaenomeles speciosa* from China. *Food Chemistry*, 100 : 1312-1315.

Yaacoub R. (2009). Impact nutritionnel et sanitaire de la torréfaction des fruits et graines oléagineux. Intérêt de la fluorescence comme outil de contrôle des composés néoformés. Thèse de Doctorat, Institut des sciences et industries du vivant et de l'environnement (agro paris tech), 176 p.

Yehouenou B., Noudogbessi J.P., Sessou P., Félicien A. (2010). Etude chimique et activité antimicrobiennes d'extraits volatils des feuilles et fruits des *Xylopiya aethiopica* (DUNAL) A. Richard contre les pathogènes des denrées alimentaires. *Journal de la société Ouest Africains de Chimie*, 29 :19-27.

Yu L., Haley S., Perret J., & Harris M. (2002). Antioxidant properties of hard winter wheat extracts. *Food Chemistry*, 78 : 457-461.

RESUME

Les huiles essentielles possèdent en général d'importantes activités antioxydantes et peuvent se substituer avec succès, dans la lutte contre le stress oxydant, aux antioxydants synthétiques qui présentent souvent des effets secondaires néfastes.

Dans cette étude, nous avons donc effectué l'analyse chimique et évalué l'activité antioxydante des huiles essentielles des graines de *Xylopi aethiopica*. L'extraction des essences a été effectuée par entraînement à la vapeur d'eau à l'aide d'un dispositif de type Clevenger et ont été analysées par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectroscopie de masse et la résonance magnétique nucléaire (du proton et du carbone 13). L'activité antioxydante des essences a été évaluée par deux différents tests (les tests du radical DPPH et de l'ABTS^{•+}) puis comparée dans chaque test à celle du Trolox (antioxydant de référence).

Les résultats de l'analyse montrent que les huiles essentielles des fruits secs de *Xylopi aethiopica* sont formées en majorité par le β -pinène (21,3%), l' α -Pinène (9,3%), le 1,8- cinéole (13,1%), et le *trans*-pinocarvéol (7,7%). Les essences ont présenté une activité antioxydante négligeable dans le test du radical DPPH (CI₅₀= 182,36 mg/mL) et moyenne dans celui de l'ABTS^{•+}(8,89mg/mL).

Mots clés : Huile essentielle ;antioxydant ; activité antioxydante ; CI₅₀.

ABSTRACT

Essential oils generally possess important antioxidant activities and can successfully substitute, in the fight against oxidative stress, synthetic antioxidants that often have harmful side effects. In this study, we therefore performed the chemical analysis and evaluated the antioxidant activity of essential oils from the seeds of *Xylopi aethiopica*. The extraction of the essences was carried out by steam distillation using a Clevenger-type device and were analyzed by gas chromatography coupled with mass spectroscopy and nuclear magnetic resonance (of the proton and carbon 13). The antioxidant activity of the essences was evaluated by two different tests (the DPPH radical and ABTS^{•+} tests) and then compared in each test to that of Trolox (reference antioxidant). The results of the analysis show that the essential oils of the dried fruits of *Xylopi aethiopica* are formed mainly by β -pinene (21.3%), α -Pinene (9.3%), 1,8- cineole (13.1%), and *trans*-pinocarveol (7.7%). The essences showed negligible antioxidant activity in the DPPH radical test (IC₅₀ = 182.36mg/mL) and average in the ABTS^{•+} test (8.89mg/mL).

Keywords: essential oil, antioxidant, antioxidant activity, IC₅₀.