

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université Saad Dahleb de BLIDA 1**  
**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**



**MEMOIRE DE FIN D'ETUDES**

**EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME MASTER**

**Spécialité : Biodiversité et physiologie végétale**

**Thème**

**Caractirisation et diversité de la composition chimique des huiles essentielles des rameaux feuillés du pin d'alep (*Pinus halepensis* Mill.) dans deux biotopes différents**

**Présenté par : HANI Houria**

**Devant le jury composé de :**

Mme Chabane D.	MAA	USDB1	Présidente
Mme Bensalah L.	MAA	USDB1	Examinatrice
Mme Amara N.	MCB	USDB1	Promotrice

**Année universitaire : 2019 / 2020**

## Résumé

Ce travail, est une méta-analyse, qui a pour objectif l'étude de la diversité de la composition chimique de l'huile essentielle du pin d'Alep (*Pinus halepensis* Mill) dans trois biotopes différents.

Dans cette étude, nous avons établi une monographie sur *Pinus halepensis*, c'est à dire la description botanique, la classification taxonomique et une caractérisation de l'huile essentielle a été faite.

Une méta-analyse, sur la composition chimique de l'huile essentielle de *Pinus halepensis* est réalisée dans trois pays différents : Algérie, Maroc et Tunisie. A travers cette méta-analyse, nous avons constaté que, la composition chimique de l'huile essentielle de *Pinus halepensis* surtout son chémotype, varie en fonction du changement du biotope. Cette variation dépend de plusieurs facteurs : température, lumière, ensoleillement, nature du sol, méthodes d'extractions et organe de la plante.

L'huile essentielle des aiguilles du Nord Est comprend 16 constituants. Les majoritaires sont :  $\beta$ -caryophyllène (31,89%), the  $\alpha$ -pinène (24,41%) et  $\beta$ -myrcène (19,38%). Celle de Nord-Ouest, comprend 16 composés représentés essentiellement par:  $\beta$ -caryophyllène (10.9%), the  $\alpha$ -pinène (16.8%) et  $\beta$ -myrcène (25.2%).

La composition chimique de l'HE des aiguilles de *P. halepensis* Mill. En provenance du Tunisie est de chémotype  $\alpha$ -pinène (13.3%) et  $\beta$ -caryophyllène (23.8%)

Mots clés : *Pinus halepensis* ; chémotype ; biotope ; huile essentielle ; méta-analyse.

## Abstract

This work, is a bibliographical research, which aims to study the diversity of the chemical composition of the essential oil of Aleppo pine (*Pinus halepensis* Mill) in three different biotopes.

In this study, we established a monograph on *Pinus halepensis*, that is to say the botanical description, the taxonomic classification and the geographical distribution. In addition, a characterization of the chemical composition of Aleppo pine was made. A retrospective study on the chemical composition of *Pinus halepensis* essential oil is carried out in three different countries : Algeria, Morocco and Tunisia.

Through this study, we found that the chemical composition of the essential oil of *Pinus halepensis*, especially its chemotype, varies according to the change of the biotope. This variation depends on several factors : temperature, light, sunlight, soil type, extraction methods and plant organ

The essential oils of the needles from North East is composed from 16 compounds, which three in majority are:  $\beta$ -caryophyllene (31,89%), the  $\alpha$ -pinene (24,41%) and the  $\beta$ - myrcene (19,38%). But those of Ouest North from the 16 identified compounds are the  $\alpha$ -pinene 16.8%), the  $\beta$ - caryophyllene (10.9 %) and the  $\beta$ -myrcene (25.2%).

The chemical composition of the Essential Oil of *P. halepensis* Mill needles. From Tunisia is chemotype  $\alpha$ -pinene (13.3%) and  $\beta$ -caryophyllene (23.8%)

Keywords : *Pinus halepensis*; chemotype; biotope; essential oil; retrospective study

## ملخص

هذا العمل هو بحث ببليوغرافي يهدف إلى دراسة تنوع التركيبة الكيميائية لزيت الاساسي للصنوبر الحلبي في ثلاثة نطاقات بيولوجية مختلفة

في هذه الدراسة قمنا بإنشاء دراسة عن الصنوبر الحلبي . وصف النبتة .التصنيف العلمي . التوزيع الجغرافي و التركيبة الكيميائية للزيت الطيار للصنوبر الحلبي . مع اجراء مقارنة حول ذلك في ثلاث بلدان الجزائر .تونس والمغرب من خلال هذه الدراسة، وجدنا أن التركيبة الكيميائية للزيت الأساسي للصنوبر الحلبي ، وخاصة تركيبته الكيميائية، تختلف وفقًا لتغير الحيوي ويعتمد هذا على عدة عوامل ( درجة الحرارة . الضوء . نوع التربة .الجهاز النباتي وطريقة الاستخراج)

الزيت الطيار للصنوبر الحلبي التابع للشمال الشرقي متكون من 16 مركبا بنسب أغلبية ل

$\beta$ -caryophyllene (31,89%), the  $\alpha$ -pinene (24,41%) and the  $\beta$ - myrcene (19,38%)

أما بالنسبة للزيت الطيار الخاص بصنوبر الشمال الغربي فعدد مركباته 16 ومثثلة خاصة بواسطة

$\alpha$ -pinene 16.8%), the  $\beta$ - caryophyllene (10.9 %) and the  $\beta$ -myrcene (25.2%).

التركيب الكيميائي للزيت الاساسي لصنوبر الحلبي المقطوف من تونس يتميز بنمط كيميائي هو

$\alpha$ -pinène (13.3%) et  $\beta$ - caryophyllène (23.8%)

الكلمات المفتاحية ( الصنوبر الحلبي . نمط كيميائي . الزيت الطيار ).

## *Remerciements*

*Au terme de ce travail, il m'est agréable d'exprimer mes remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce mémoire.*

*Mes remerciements vont tout particulièrement à Mme AMARA N, qui a bien voulu assurer mon encadrement. C'est un très grand honneur pour moi qu'elle ait accepté d'être mon directeur de mémoire.*

*Mes remerciements vont également à tous les membres de jury, pour avoir accepté*

*d'en faire partie et pour l'intérêt qu'elles ont porté à ce mémoire : Mme Chabane D, présidente du jury et Mme Bensalah L, examinatrice de ce modeste travail.*

*Dédicaces*

*À ma mère, À ma mère, À ma mère*

*À la mémoire de mon père*

*À mes frères et soeurs*

*À mon chère mari*

*À toute la famille Hani*

*À tous mes amis*

*A toute la promotion de biodiversité végétale 2019/2020.*

*Je dédie ce travail.*

***Houria***

## Sommaire

Introduction .....	01
<b>Chapitre I : Etude bibliographique</b>	
I. Généralités sur le pin d'Alep	
1- Description botanique .....	02
2- Taxonomie et nom vernaculaire.....	04
3- Distribution géographique .....	04
3.1-Répartition du pin d'Alep dans le monde.....	04
3.2- Répartition en Algérie.....	06
4-Exigences écologiques .....	07
5-Importance du pin d'Alep .....	07
II. Huiles essentielles.....	08
1- Qu'est-ce qu'une huile essentielle ?.....	08
2- localisation et lieu de synthèse .....	08
3-Modes d'extractions des huiles essentielles.....	10
4-Composition chimique de l'huile essentielle du pin d'Alep .....	15
5-Notion de chémotype .....	15
<b>Chapitre II : Matériels et méthodes</b>	
1 - Echantillonnage et période de récolte.....	18
2-Méthodes.....	18
2.1-Stockage du matériel végétal.....	18
2.2-Extraction des huiles essentielles.....	18
3-Mode opératoire.....	19
4-Détermination des rendements des huiles essentielles.....	20
5-Analyse des huiles essentielles par CPG et CPG/SM .....	20
<b>Chapitre III : Résultats et Discussion</b>	
1-Meta-analyse de travaux antérieurs.....	21
1.1-Rendements d'extraction.....	21
1.2-Etude rétrospective de la composition chimique l'huile essentielle du pin d'Alep (Pinus halepensis) dans différents pays du monde (composés majoritaires).....	21
Conclusion .....	24
Références Bibliographiques.....	25

## Liste des tableaux

<b>Tableau 01</b> : répartition du pin d'Alep dans quelques pays méditerranéens.....	05
<b>Tableau 02</b> : Répartition de pin d'Alep en Algérie .....	06
<b>Tableau 03</b> : Rendements en huiles essentielles des aiguilles du pin d'Alep ( <i>Pinus halepensis</i> Mill.).....	21
<b>Tableaux 04</b> : Composition chimique de l'huile essentielle des aiguilles de <i>Pinus halepensis</i> Mill. Dans trois pays différentes Algérie, Maroc et Tunisie .....	22



## Liste des figures

<b>Fig 01</b> : Port du pin d'alep .....	03
<b>Fig 02</b> :Ecorce du pin d'alep .....	03
<b>Fig 03</b> : les aiguilles du pin d'alep .....	03
<b>Fig 04</b> : fruit du pin d'alep .....	03
<b>Fig 05</b> : les graines du pin d'alep .....	03
<b>Fig 06</b> : Le bois du pin d'Alep.....	03
<b>Fig 07</b> : Aire de répartition du <i>Pinus halepensis</i> Mill dans le monde .....	05
<b>Fig 08</b> : Aire de répartition du pin d'Alep en Algérie .....	06
<b>Fig09</b> : Exemples d'huiles essentielles issues de différentes parties de plantes.....	09
<b>Fig10</b> : Cellule sécrétrice d'huile essentielle dans un rhizome de gingembre ( <i>Zingiber officinale</i> <i>Roscoe</i> ) au microscope électronique à balayage x813.....	09
<b>Fig11</b> : Poils sécréteurs présents sur la face inférieure d'une feuille de tomate ( <i>Solanum lycopersicum</i> L.) au microscope électronique à balayage (x504).....	09
<b>Fig12</b> : Poches schizogènes d'une feuille d'eucalyptus citronné vues en microscopie électronique à balayage (image colorisée, x204.....	10
<b>Fig13</b> : Montage de l'entraînement à la vapeur d'eau.....	11
<b>Fig14</b> : Montage de l'hydrodistillation.....	12
<b>Fig15</b> : Schéma du principe de la technique d'hydrodistillation.....	12
<b>Fig 16</b> : Composés majoritaires de Figure 08l'huile essentielle du P. halepensis .....	15
<b>Fig.17</b> : Montage d'hydrodistillation (Appareil de type Clevenger selon la méthode préconisée dans la Pharmacopée européenne .....	19

## Liste des abréviations

**Fig** : figure

**HE** : Huile essentielle

**cm** : centimètre

**m** : mètre

**Kg** : kilogramme

**mm** : millimètre

# **Introduction**

## Introduction

Les plantes médicinales, constituent une composante fondamentale, pour l'avenir du système de santé dans le monde. Elles demeurent une source inépuisable de substances biologiquement actives. La phytothérapie est une discipline qui tend toujours à se renouveler, car la recherche des nouveaux médicaments est continuelle (**Duraffourd et al, 1997**)

*Pinus halepensis* Mill., ou pin d'Alep est un arbre de 15 à 20 m de haut, aux branches étalées qui occupe une aire de répartition morcelée sur tout le pourtour méditerranéen. Son écorce lisse de couleur gris-argentée, devient crevassée gris-brunâtre, riche en tanins. Les aiguilles sont de fausses feuilles persistantes, filiformes, groupées par paire. Les cônes femelles ovoïdes de 6 à 12 cm de long, sont d'un roux vif, luisant à maturité (**Coombes 1993**)

Les huiles essentielles du pin d'Alep présentent une activité antiseptique non négligeable connue depuis l'Antiquité, elles sont utilisées dans de nombreux domaines, pharmaceutique, cosmétique et agro-alimentaire (**Kaloustrian, 2008**)

Pour une même espèce, une même partie de plante utilisée et des individus morphologiquement identiques. Il est possible d'obtenir des huiles essentielles de compositions différentes, sans constituer de sous-espèce ou de variétés nouvelles. Il s'agit des chémotype ou race chimique, qu'il faut systématiquement identifier et signaler. Ce chémotype, généralement est désigné par son ou ses constituants principaux (**Deschepper, 2017**).

Cette étude, est constituée de trois chapitres : le premier chapitre expose des généralités sur le pin d'Alep. Le chapitre matériel et méthodes, comporte le matériel végétal et l'ensemble des méthodes expérimentales utilisées dans les articles scientifiques sélectionnés, qui sont en relation avec le thème abordé dans notre mémoire de fin d'étude. Le dernier chapitre représente une méta-analyse de plusieurs travaux antérieurs, qui résume les résultats des rendements d'extraction ainsi que, la composition chimique de l'huile essentielle du pin d'Alep (*Pinus halepensis*) dans trois pays différents : Algérie, Maroc et Tunisie. Dans ce contexte une question peut se poser .comment se traduit la diversité des constituants chimiques des huiles essentielles dans différents régions pour une même espèce ?

# **Synthèse bibliographique**

# Généralités sur le pin d'Alep

## 1 - Description botanique

Le pin d'Alep, est un arbre de 20 à 30 m de hauteur pouvant atteindre 1.2 à 1.5 m de diamètre. Le tronc plus ou moins flexueux souvent penché et peu droit, branché et feuillé de la base à jeune âge, puis développe un fût grêle, souvent penché par le vent et peu droit. Le houppier, de forme conique, s'étalant latéralement, irrégulier, et peu dense, de teinte générale : vert cendré. La couronne est écrasée et claire. **(Cherfaoui, 2017).**

Le système racinaire et sa nature dépend de la nature du sol et de sa fertilité. Il est pivotant dans les sols profonds. **(Cherfaoui, 2017).**

Le bois présente un cœur brun rougeâtre clair et un aubier blanc jaunâtre. Le bois de pin d'Alep est léger et se dessèche rapidement. Sa densité varie de 0.352 à 0.866. Les canaux résinifères sont gros, bien apparents assez espacés et sécrétant une résine abondante **(Cherfaoui, 2017).**

L'écorce est gris argenté et presque lisse. L'épaisseur de l'écorce peut dépasser les 4 cm, très inflammable et très riches en tanin et en résine **(Boutchiche et Boutrighe, 2016).**

Les aiguilles sont fasciculées par deux, de 5 à 10 cm de long et 1 mm de diamètre, de couleur vert clair, persistant 2 ans, à marge finement denticulée. Le sommet est brusquement atténué en pointe rigide. **(Boutchiche et Boutrighe, 2016)**

Les cônes sont gros avec une taille de 6 à 12 cm, avec un pédoncule épais de 1 à 2 cm, souvent isolés et réfléchis. Ils sont pourpres puis brun lustré avec des écussons aplatis, persistant plusieurs années sur l'arbre **(Boutchiche et Boutrighe, 2016).**

Les graines sont de petites tailles, comestibles (1 kg de cônes renferme environ 60000 graines), grise mouchetées sur une des faces, de 5 à 7 mm à ailes 4 fois plus longues. La fructification est en automne de l'année suivante. Le pin d'Alep fructifie très tôt vers, 10 à 12 ans. Mais les graines ne sont fertiles qu'à partir de 18 à 20 ans. **(Boutchiche et Boutrighe, 2016).**

Les bourgeons sont ovoïdes, aigus à écailles libres frangées de blanc, Ils sont souvent réfléchis au sommet. Les chatons mâles, sont roussâtres, jaunes teintés de rouge. Les chatons femelles, sont pédonculés de couleur, rose violacés.

L'arbre est monoïque, réunissant les deux sexes sur le même pied. Les inflorescences mâles sont des chatons jaunes. Les inflorescences femelles, sont des chatons très courts et plus souvent solitaires, brièvement pédonculés d'un brun rougeâtre, puis une fois fécondés, ils se lignifient. Ils sont d'abord verts puis bruns à maturité. La floraison printanière est entre le mois de mai à avril. La fructification automnale est l'année suivante (Fig 01 à 06) (Cherfaoui, 2017).



**Fig 01 : Port du pin d'alep**



**Fig 02 :Ecorce du pin d'alep**



**Fig 03 : Aiguilles du pin d'alep**



**Fig 04 : Fruit du pin d'alep**



**Fig 05 :Graines du pin d'alep**



**Fig 06 : Bois du pin d'Alep**

(Fig 01a06 Bobbou Aboubakre Essedik ,2016)

## 2-Taxonomie et nom vernaculaire

*Pinus halepensis* Mill., est le nom scientifique donné par Philip Miller en 1768. Puis Duhamel a ensuite décrit le pin d'Alep sous le nom de *Pinus hierosolimitana* en 1755 (**Nahal, 1962**).

**Règne :** Plantae.

**Sous-règne :** Tracheobionta.

**Embranchement :** Spermaphytes.

**Sous-embranchement :** Gymnospermes.

**Classe :** Pinopsida.

**Ordre :** Coniferales.

**Famille :** Pinaceae.

**Sous-famille :** Pinoideae.

**Genre :** *Pinus*.

**Espèce :** *Pinus halepensis* Mill.

**Noms communs :**

Français : Pin blanc, Pin d'Alep, Pin de Jérusalem

Arabe : Sanawbar el halabi

## 3- Distribution géographique

### 3.1-Répartition du pin d'Alep dans le monde

*Pinus halepensis*, se trouve à l'état spontané autour du bassin méditerranéen, sauf en Egypte. Il est très répandu en Afrique du Nord surtout en Algérie et en Tunisie, où il constitue les massifs les plus importants (**Nahal, 1986**). Ses forêts occupent plus de 2.5 millions d'hectares (réparties dans certains pays situés sur le pourtour de la méditerranée (Figure.07 et Tableau 01) (**Quézel, 2000**).

En Espagne, il constitue 15 % de la superficie boisée (surtout sur les chaînes littorales de Catalogne, de la région de Valence et Murcie). Aux îles Baléares. Il monte jusqu'à 1.200 m d'altitude (**Kadik, 1987**).

En France, les peuplements occupent 36.000 à 232.000 ha en un siècle (**Brochiero et al. 1999**). Surtout en Provence et peu à l'Ouest du Rhône, en Corse, sa spontanéité est douteuse (Région de Saint Florent) (**Kadik, 1987**).

En Italie, le pin d'Alep, couvre environ 20.000 ha. Il reste à proximité des côtes (massifs dans la province de Tarente et quelques localités en Sardaigne et en Sicile) (**Pardé, 1957 ; Haffane, 1982**).



Il est représenté peu en Yougoslave, en Grèce et en Turquie, par des peuplements relativement importants en Palestine et en Jordanie (Quézel et Barbero, 1992) et quelques boisements en Syrie et au Liban (Kadik, 1987).

En Lybie, il existe dans quelques localités en Cyrénaïque littoral. En Tunisie, il occupe 370.000 ha surtout sur les Monts de la dorsale tunisienne (Souleres, 1969) et au Maroc 65.000 ha dans le Rif, le moyen et le haut Atlas (Ammari et al, 2001).



**Fig. 07 :** Aire de répartition du *Pinus halepensis* Mill dans le monde (Quézel, 1980).

**Tableau 01 :** répartition du pin d'Alep dans quelques pays méditerranéens. (Bentouati 2006)

Pays	Superficie (ha)	Source
Algérie	852.000	MEZALI (2003)
Maroc	65.000	BAKHIYI (2000)
Tunisie	170.000 à 370. 000	CHAKROUN (1986), AMMARI et al.
France	202.000	COUHERT et DUPLAT (1993)
Espagne	1.046.978	MONTÉRO et al. (2001)
Italie	20.000	SEIGUE (1985)
Grèce	330.000	SEIGUE (1985)

### 3.2-Répartition en Algérie

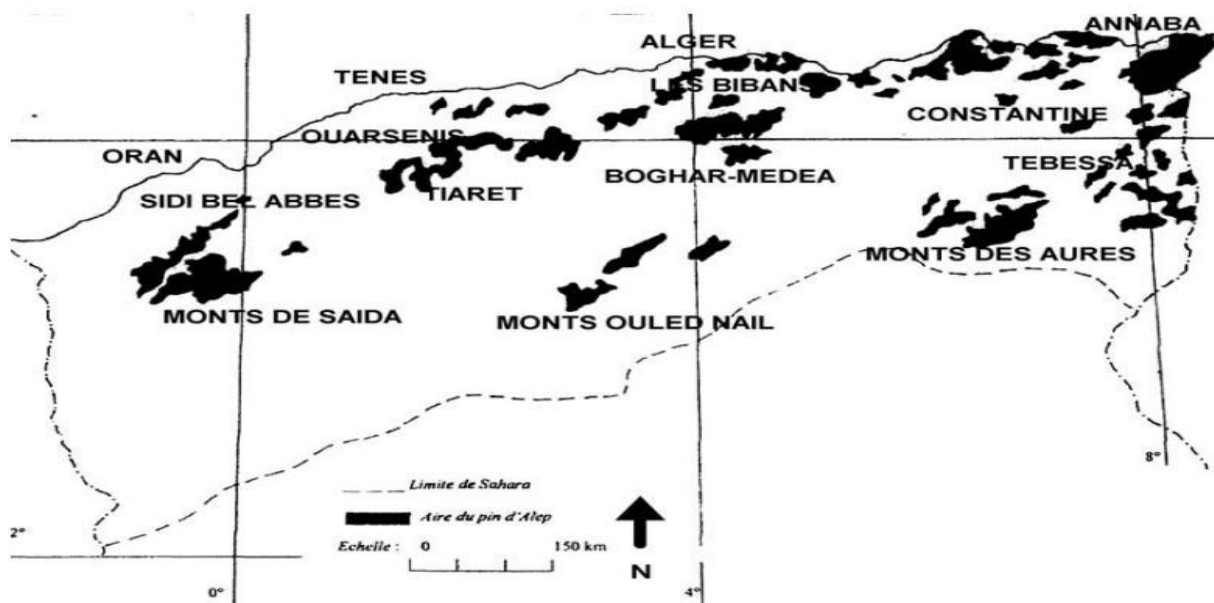
En Algérie cette espèce a une grande aptitude écologique. Elle est très connue sauf dans le tell Constantinois (**Ledant, 1975**). On peut la trouver dans tous les étages bioclimatiques. Les grandes forêts de pin d'Alep, se trouvent principalement dans la zone semi-aride caractérisée par une tranche pluviométrique de 300 à 600 mm (**Soltani, 2016**)

D'après Pesson, (1980), le pin d'Alep est fréquent surtout sur les massifs du tell littoral et l'Atlas saharien. Il s'étend à lui seul sur près de 850.000 Ha. Il occupe 37% de la surface effectivement boisée de l'Algérie (Figure 08 et Tableau 02).

Le pin d'Alep, présente de vastes peuplements en Oranais (Sidi-Bel-Abbès, Saïda, Tlemcen et Tiaret) dans l'Algérois (Média, Boghar et Monts des Bibans) sur l'Atlas saharien (Mont de Ouled Nail) et dans le sud Constantinois (Aurès, région de Tébessa) (**Soltani A, 2016**)

**Tableau 02 : Répartition de pin d'Alep en Algérie (Bentouati, 2006).**

Région	Superficie (ha)
Djurdjura	36,000
Tebssa	90,000
Medéa, Bogher	52,000
Aurès	100,000
Theniet el hed	47,000



**Fig 08 : Aire de répartition du pin d'Alep en Algérie (Bentouati, 2006).**

#### 4-Exigences écologiques

Le pin d'Alep, se développe par pied isolé dans le bioclimat aride supérieur et dans l'étage humide. Son développement optimal, se situe dans le bioclimat semi-aride à hiver frais. Abondant dans la variante à hiver frais où se trouve la majeure partie de ses peuplements. Mais peut se trouver dans les variantes chaudes, douces, tempérées.

*Pinus halepensis*, exige une pluviométrie allant de 220 à 1000 mm. L'optimum est de 450 à 500 mm. Dans les régions bien arrosées, elle préfère les stations chaudes et bien drainées. La moyenne des minima de mois n'est pas inférieure à 0°C. Minima absolus est de -15° à -18°C à condition que, le froid soit de courte durée. Elle craint les embruns et les brumes.

Elle tolère les terrains calcaires à structures graveleuses, bruns steppiques et non argileux. *Pinus halepensis* est indifférent à la nature de la roche mère et au pH du sol. Il supporte un taux élevé de calcaire actif. Il peut se maintenir sur les sols argileux et craint les sols à faible rétention (sol profond) (Bouazza, 2013).

#### 5-Importance du pin d'Alep

Le pin d'Alep, est considéré comme l'espèce la plus utilisée pour le reboisement en Algérie (Fetati, 1996). Le bois de Pin d'Alep, peut être utilisé, après élimination de la résine, pour la fabrication de la pâte à papier (Nahal, 1962 in Soltani, 2016).

Le pin d'Alep, a un bois blanc, au cœur et couleur fauve claire (roux clair), et de qualité médiocre dans l'antiquité, le grecs lui vouaient un culte et il recherché pour la construction navale (Duchene, 2003). De nos jours, il est utilisé pour la confection de caisses et des charpentes, c'est aussi un bon bois de chauffage. Il était utilisé par les scieurs pour faire de la palette et de l'emballage (où la production fruitière est importante) et notamment des carrelets, pièces d'assemblage de cageots utilisant largement du bois déroulé (Bedel, 1986).

Le bois de pin d'Alep, même s'il n'est pas de qualité exceptionnelle, est cependant apte à des emplois plus nobles et donc plus rémunérateurs que ceux qu'il connaît actuellement. En particulier, L'emballage léger pourrait constituer un secteur moteur pour les gros volumes de sciage (Soltani, 2016).

Le Pin d'Alep à donner environ 3 Kg de résine (la gemme) par arbre et par an .La gemme pure contient 20 à 24 % d'essence de térébenthine et 75 à 80 % de cellophane. Cette gemme a aussi des usages médicaux (**Kadik, 1987**). Les bourgeons de pin, très résineux, ont aussi une utilisation médicale, comme balsamiques et diurétiques, transformés notamment en sirops et pastilles (**Zenzen, 2016**). Le bois de Pin d'Alep, peut être utilisé, après élimination de la résine, pour la fabrication de la pâte à papier (**Nahal, 1962 in Soltani, 2016**).

## **II. Huiles essentielles**

Les huiles essentielles, extraites des plantes par distillation, comptent parmi les plus importants principes actifs des plantes.

### **1-Qu'est-ce qu'une huile essentielle ?**

Il s'agit d'un extrait pur et naturel provenant de plantes aromatiques. Elle concentre l'essence de la plante, autrement dit son parfum. Il s'agit de substances odorantes, volatiles, de consistance huileuse, très concentrées, offrant une forte concentration en principes actifs. Il faut ainsi une très grande quantité de plantes fraîches pour obtenir quelques millilitres d'huiles essentielles. On ne peut définir une essence sans définir sa méthode d'extraction (**Nogaret-Ehrhart, 2003**).

Selon la pharmacopée européenne « L'huile essentielle est un Produit odorant, généralement de composition complexe, obtenu à partir d'une matière première végétale botaniquement définie, soit par entraînement par la vapeur d'eau, soit par distillation sèche, ou par un procédé mécanique approprié sans chauffage. L'huile essentielle est le plus souvent séparée de la phase aqueuse par un procédé physique n'entraînant pas de changement significatif de sa composition ».

Selon Hurabielle, (1981), ce sont des produits généralement odorants, obtenus soit par entraînement à la vapeur d'eau, de végétaux ou de parties de végétaux, soit par expression du péricarpe frais de certaines citrus. Cette définition excluant les essences obtenues par d'autres procédés d'extraction.

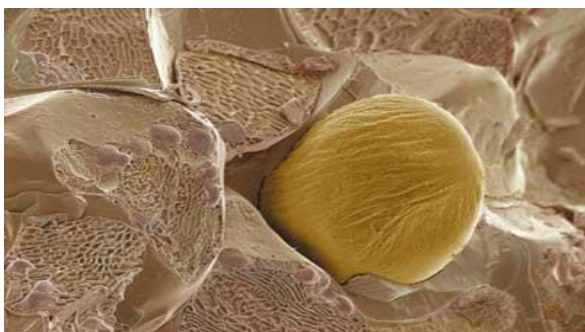
### **2-Localisation de la synthèse**

Il a été recensé 2000 espèces de plantes capables d'élaborer les constituants, qui composent les huiles essentielles avec une quantité appréciable. Ce nombre est réparti dans 60 familles. Les Rutaceae, les Lauraceae, les Myrtaceae, les Umbellifereae (Apiaceae), les Labiateae (Lamiaceae), les Compositeae (Asterales) et les Pinaceae sont particulièrement riches en huiles essentielles (**Gerhard, 1993**).

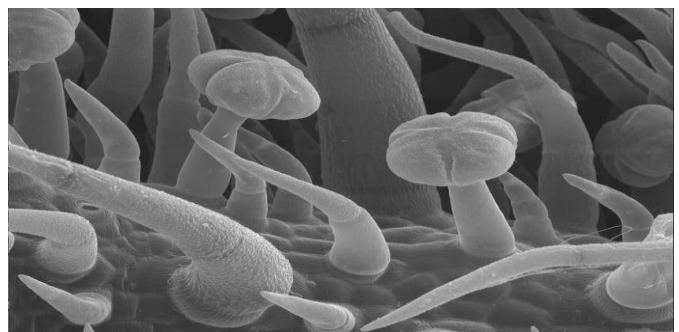
Dans le cas le plus simple, les huiles essentielles se forment dans le cytosol des cellules où, soit elles se rassemblent en gouttelettes comme la plupart des substances lipophiles, soit s'accumulent dans les vacuoles des cellules épidermiques ou des cellules du mésophylle de nombreux pétales (Gerhard, 1993). D'autres structures histologiques spécialisées souvent localisées sur ou à proximité de la surface de la plante sont impliquées dans l'accumulation des huiles volatiles. Ces structures regroupent les poils et les canaux secteurs et les poches sécrétrices (fig 09 à 12) (Bruneton, 1999).



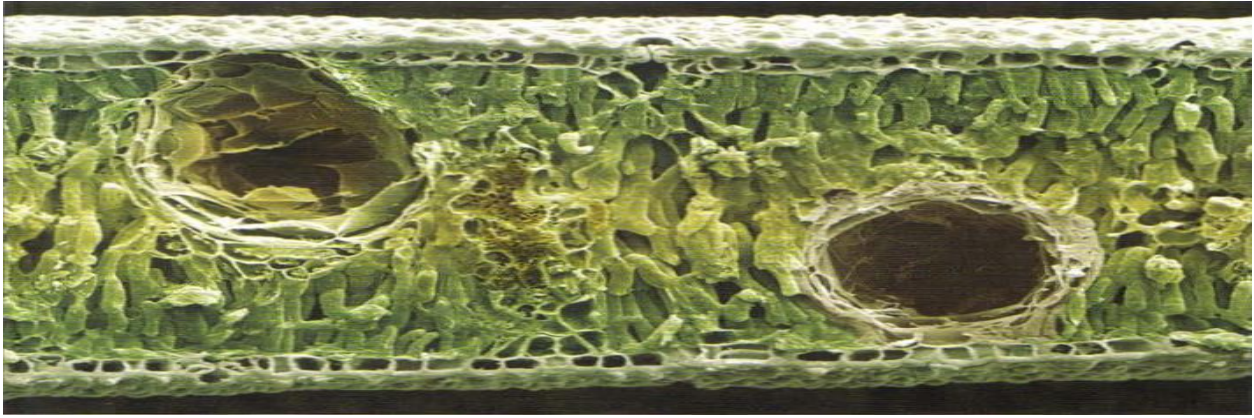
**Fig09** : Exemples d'huiles essentielles issues de différentes parties de plantes (Robin Deschepper,2017)



**Fig10**: Cellule sécrétrice d'huile essentielle dans un rhizome de gingembre (*Zingiber officinale* Roscoe) au microscope électronique à balayage x813 (Robin deschepper,2017)



**Fig11** : Poils sécréteurs présents sur la face inférieure d'une feuille de tomate (*Solanum lycopersicum* L.) au microscope électronique à balayage (x504) (Robin deschepper,2017)



**Fig12** : Poches schizogènes d'une feuille d'eucalyptus citronné vues en microscopie électronique à balayage (image colorisée, x204) (**Robin deschepper,2017**)

### **3-Modes d'extractions des huiles essentielles**

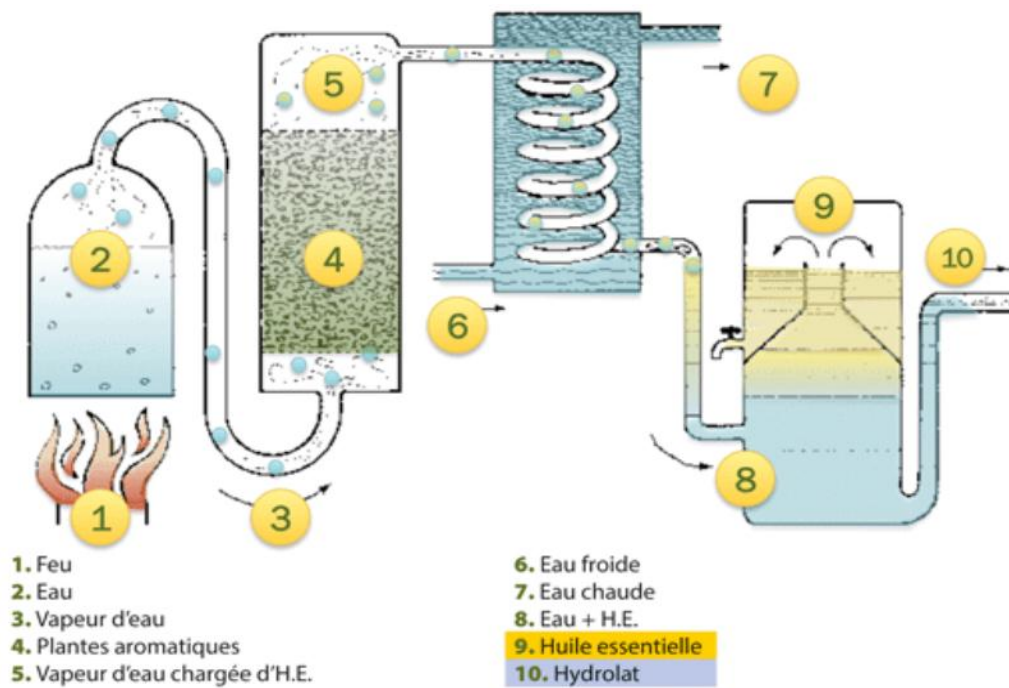
#### **3.1-Méthodes conventionnelles**

##### **➤ Entraînement à la vapeur d'eau**

L'entraînement à la vapeur d'eau, est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. Cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ».

Le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase, aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle (fig13) (**Lucchesi M.E.,2006**).





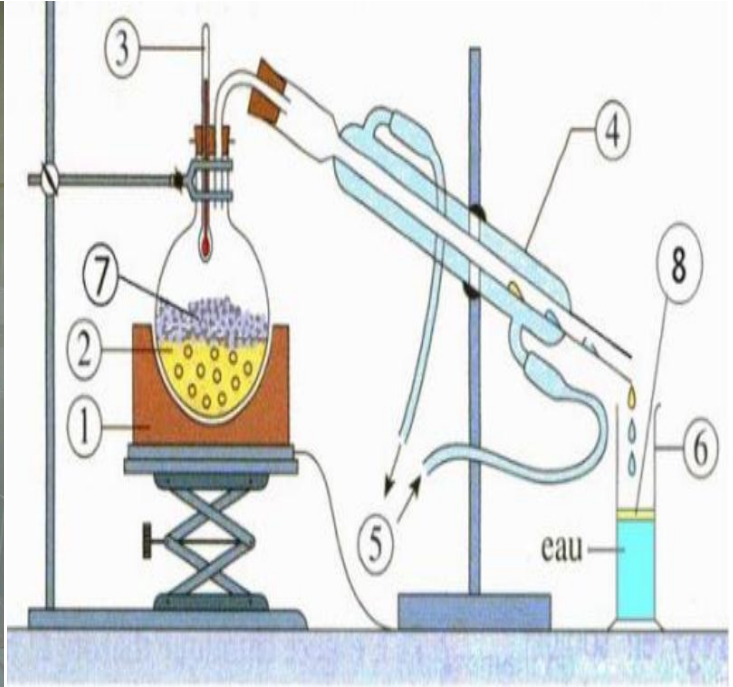
**Fig 13 : Montage de l'entraînement à la vapeur d'eau (BAZIZI Marwa,2017)**

### ➤ Hydrodistillation simple

Consiste à immerger directement le matériel végétal à traiter (intact ou éventuellement broyé), dans un alambic rempli d'eau qui est ensuite porté à ébullition. Les vapeurs hétérogènes sont condensées sur une surface froide et l'huile essentielle se sépare par différence de densité (fig 14 et 15) (Seladji, 2014).



**Fig14 : Montage de l'hydrodistillation (Seladji, 2014 ).**



**Fig15 : Schéma du principe de la technique d'hydrodistillation(BAZIZI Marwa, 2017)**

- 1- Chauffe ballon
- 2- Ballon
- 3- Thermomètre
- 4- Réfrigérant
- 5-Entrer et sortie d'eau de refroidissement
- 6- Eprouvette graduée
- 7- Matière à extraire l'essence
- 8-Lacouched'HES



### ➤ **Expression à froid**

Elle est appelée aussi expression mécanique. Elle se fait par écoulement naturel. L'incision du tronc de certains arbres permet de recueillir un baume ou une gomme. L'écrasement de plantes, l'expression, aussi appelée « pression à froid » ou « grattage », est un procédé d'extraction très simple. Il est principalement utilisé pour les écorces d'agrumes (citron, pamplemousse, bergamote, orange douce et mandarine), qui renferment une quantité importante d'huile essentielle. Cette opération mécanique vise à casser les molécules qui contiennent l'essence dans les zestes des agrumes frais dans ce cas, on utilise le terme « essence » plutôt qu' « huile essentielle » ( **Seladji , 2014** ).

### ➤ **Extraction par solvant**

La technique d'extraction par solvant, consiste à placer dans un extracteur un solvant volatil et la matière végétale à traiter. Grâce à des lavages successifs, le solvant va se charger en molécules aromatiques, avant d'être envoyé au concentrateur pour y être distillé à pression atmosphérique.

Le produit ainsi obtenu est appelé « concrète ». Cette concrète pourra être par la suite brassée avec de l'alcool absolu, filtrée et glacée pour en extraire les cires végétales. Après une dernière concentration, on obtient une « absolue ». Les rendements sont généralement plus importants par rapport à la distillation et cette technique évite l'action hydrolysante de l'eau ou de la vapeur d'eau (**Lucchesi, 2006**).

### ➤ **Extraction par Soxhlet**

L'extraction par l'appareil de Soxhlet consiste à faire passer à travers la matière à traiter contenue dans une cartouche de cellulose, un flux descendant de solvant toujours neuf puisque distillé à chaque cycle. Cette technique est loin d'être exclusive aux molécules aromatiques d'origine végétale. Elle est fréquemment utilisée pour l'extraction de lipides, ou de diverses autres catégories de molécules (**Lucchesi,2006**)

### ➤ **Enfleurage**

L'enfleurage est une ancienne méthode d'extraction manuelle des essences, complexe et très couteuse, qui n'est plus tellement pratiquée de nos jours. Elle est utilisée essentiellement pour les végétaux dont l'arôme est trop fragile pour supporter d'autres méthodes d'extractions. C'est le cas du Jasmin, du narcisse et du muguet (**Moro Buronzo A,2008**)

- ✓ L'enfleurage à chaud est utilisé avec des pétales de fleurs moyennement fragiles (rose, par exemple) qui sont plongées dans un bain de graisse animale qui est chauffée à plusieurs reprises. Lorsque les fleurs ont livré toute leur essence, elles sont enlevées et remplacées par d'autres, et ce, jusqu'à l'obtention d'une graisse saturée. On obtient, ainsi, une « pommade » d'enfleurage qui pourra être utilisée comme parfum solide ( **Seladji, 2014** ).
- ✓ L'enfleurage à froid est utilisé avec des pétales de fleurs fragiles. Le principe est identique, mais les pétales sont disposés sur une plaque de graisse froide. ( **Seladji, 2014** ).

L'inconvénient de cette technique est, d'une part, qu'elle met jusqu'à deux semaines pour prendre fin. D'autre part, elle nécessite une main d'oeuvre importante. Les absolues sont donc très chères . ( **Seladji, 2014** ).

### **3.2-Méthodes nouvelles**

#### **➤ Extraction par CO2 supercritique**

Pour que, le CO2 se trouve à l'état subcritique, la température doit être comprise entre 31 °C et 55 °C et la pression entre 0,5 et 7,4 MPa. Le CO2 refroidi est légèrement comprimé, puis il est fortement comprimé et chauffé. Le CO2, alors à l'état supercritique, traverse la matière première (extractor) et se charge en soluté. L'ensemble est acheminé vers un ou plusieurs séparateurs, où le CO2 est progressivement décomprimé, perdant ainsi son pouvoir solvant. Le soluté est « libéré » et le CO2 peut alors être recyclé (**Besombes, 2009**).

#### **➤ Extraction assistée par micro-ondes**

##### **✓ Microwave Assisted Process (MAP)**

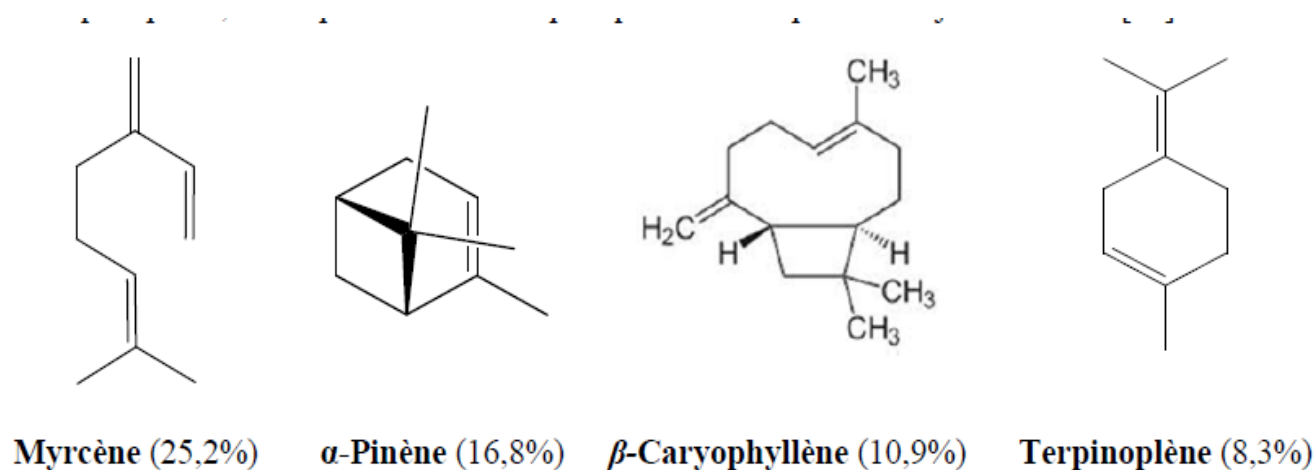
C'est une technique d'extraction par solvant assistée par micro-ondes. Ce procédé consistait à irradier par micro-ondes de la matière végétale, en présence d'un solvant absorbant fortement. Les micro-ondes (le méthanol) pour l'extraction de composés polaires ou bien en présence d'un solvant n'absorbant pas les micro-ondes (hexane) pour l'extraction de composés apolaires. L'ensemble était chauffé sans jamais atteindre l'ébullition durant de courtes périodes entre-coupées par des étapes de refroidissement. Après, une étape de séparation par centrifugation, les échantillons étaient directement injectés sur colonne chromatographique ( **Seladji, 2014** ).

## ➤ Extraction sans solvant assistée par micro-ondes

Cette méthode est basée, sur un principe relativement simple, l'extraction sans solvant assistée par micro-ondes consiste à placer le matériel végétal dans un réacteur micro-ondes sans ajout d'eau ou de solvant organique. Le chauffage de l'eau contenue dans la plante permet la rupture des glandes renfermant l'huile essentielle. Cette étape libère l'huile essentielle qui est ensuite entraînée par la vapeur d'eau produite par la matière végétale. Un système de refroidissement à l'extérieur du four micro-ondes permet la condensation du distillat, composé d'eau et d'huile essentielle, par la suite facilement séparable par simple décantation (Lucchesi, 2006)

## 4-Composition chimique de l'huile essentielle du pin d'Alep

L'huile essentielle de la partie aérienne du *P. halepensis*, obtenue par hydrodistillation, a été analysée par CPG & CPG/SM. Quarante neuf composés ont été identifiés dont 26 monoterpènes, 16 sesquiterpènes, 4 diterpènes et 3 non-terpéniques. Les composants majoritaires sont :  $\alpha$ -pinène,  $\beta$ -caryophyllène,  $\beta$ -myrcène et  $\alpha$ -terpinolène (Fig 16) (Seladji, 2014).



**Fig16:** Composés majoritaires de l'huile essentielle du *P. halepensis* (Seladji, 2014)

## 5-NOTION DE CHEMOTYPIE

Les composés chimiques présents dans une huile essentielle ne sont pas constants. Deux plantes identiques, morphologiquement et caryologiquement, peuvent produire des essences différentes. Ces différences de composition peuvent être extrêmement importantes et changer les propriétés de l'huile essentielle du tout au tout. De ce fait, il est primordial pour le thérapeute de respecter cette notion (Franchomme, 2001).

Les termes « chimiotype » et « chémotype » permettent de distinguer ces types chimiques. Introduite il y a plusieurs dizaines d'années, la notion de chémotype a été officialisée par l'union européenne avec l'adoption de la réglementation REACH (enregistrement, évaluation, autorisation et restriction des produits chimiques) en 2006. Le plus souvent, on utilise pour désigner la race chimique le ou les composés chimiques majoritaires. Des composés non majoritaires mais particulièrement importants au regard des propriétés de l'huile essentielles sont parfois utilisés. **(Deschepper,2017).**

Les composés chimiques présents dans une huile essentielle ne sont pas constants. Deux plantes identiques, morphologiquement et caryologiquement, peuvent produire des essences différentes. Ces différences de composition peuvent être extrêmement importantes et changer les propriétés de l'huile essentielle du tout au tout. De ce fait, il est primordial pour le thérapeute de respecter cette notion **(Franchomme, 2001).**

La composition chimique et le rendement en huiles essentielles varient suivant diverses conditions : L'environnement, le génotype, origine géographique, la période de récolte, les parasites, les virus et mauvaises herbes. C'est ainsi que l'action des huiles est le résultat de l'effet combiné de leurs composés actifs et inactifs, ces composés inactifs pourraient influencer la disponibilité biologique des composés actifs et plusieurs composants actifs pourraient avoir un effet synergique **(Franchomme, 2001)**

Ajouter à la complexité d'huiles volatiles, les proportions des différents constituants d'une huile essentielle peuvent varier de façon importante tout au long du développement, aussi les chemotype ou races chimiques sont très fréquents chez les plantes aromatiques exemple, on compte pour *Thymus vulgaris* ; espèce morphologiquement homogène sept chemotype différents **(Deschepper,2017).**

# **Matériel et méthodes**

## Chapitre II : Matériel et Méthodes

Notre travail, est basé sur une étude rétrospective, portant sur des travaux antérieurs réalisés sur la caractérisation de l'huile essentielle du Pin d'alep (*Pinus halepensis*), qui sont en relation avec le thème abordé dans ce mémoire de fin d'étude. Nous avons sélectionné cinq articles, qui ont traité les paramètres suivants :

- Extraction de l'huile essentielle
- Rendement de l'extraction en huile essentielle
- Caractérisation de l'huile essentielle

Le recours à la réalisation d'une synthèse bibliographique de travaux antérieurs, sur la composition chimiques de l'huile essentielle du pin d'Alep, dans des biotopes différents été imposé, par les circonstances particulières, qu'a connues l'année pédagogique en cours, liées à la propagation de la pandémie du Covid 19, qui nous a empêchées de concrétiser la démarche expérimentale que, nous avons tracé, bien que nous ayons récolté les échantillons nécessaire pour notre étude dans deux biotopes différents

# 1. Matériel et méthodes

## 1.1-Echantillonnage et période de récolte.

L'espèce *Pinus halepensis*, a été récoltée en mois de mars dans ces différentes régions et par les auteurs suivants : («Nord Est Algérien Sadou et *al.* 2015 » « Maroc Ghanmi et *al.* 2007 », « Tunisie Amri et *al.* 2014 », « Ouest Nord Algérien .Eekih et *al.* 2014 »).

Suivant les auteurs et la régions étudiées, le matériel végétal est composés des aiguilles et des rameaux.

## 2-Méthodes

La matière végétale (aiguilles et rameaux ) est ensuite, déposée dans un endroit sombre, sec et aéré afin de la sécher. Ensuite elle est conservée dans des flacons jusqu'à son utilisation.

### 2.1-Stockage du matériel végétal

Avant le stockage du matériel végétal, nous devons bien vérifier, qu'il est parfaitement séché car la moindre trace d'humidité déclencherait des moisissures, qui rendraient la drogue inutilisable. Le matériel végétal est suffisamment sec lorsqu'il se brise ou se casse. Les drogues sèches doivent être placées dans des récipients bien secs, ou dans des sacs en papier. Elles ne doivent pas être conservées dans des boîtes ou des sacs en plastiques ordinaires, comme le polyéthylène.

Des expériences ont démontré qu'ils entraînaient des modifications et que les végétaux qui y avaient séjourné n'avaient plus la même efficacité. De plus ces matières absorbent les huiles essentielles de la plante et peuvent ensuite les laisser volatiliser vers l'extérieur (**Hammouchi et *al.*, 1999**).

### 2.2-Extraction des huiles essentielles

Les huiles essentielles, sont des substances extrêmement puissantes, pouvant concentrer jusqu'aux 100 fois certains principes actifs de la plante (**Bruneton J et *al.*, 1999**) Il y a plusieurs méthodes d'extractions des HEs citées dans la littérature (voir la partie bibliographique).

L'hydrodistillation représente la méthode usuelle. C'est une technique d'extraction dans laquelle le solvant est de la vapeur d'eau. Elle peut être utilisée pour extraire des espèces insolubles dans l'eau.

### 3- Mode opératoire

La matière végétale est introduite dans un ballon de six (6) litres après avoir été coupée en petits morceaux avec quatre (4) litres d'eau. La mise en marche du chauffage se fait à douce ébullition. Le réfrigérant est mis en fonction en réglant le débit d'eau. La vapeur condensée obtenue conduit à une phase organique (huile essentielle) qui est séparée de l'hydrolat par décantation. La récupération de cette huile essentielle (pour l'analyse chromatographique) est effectuée du haut de l'essencier, à l'aide d'une pipette pasteur.

Afin d'éliminer le peu d'eau susceptible d'être retenue dans la phase organique, on fait agir un déshydratant (sulfate de magnésium anhydre) : C'est l'opération de séchage. On filtre ensuite pour ne recueillir que la phase organique exempte d'eau. L'huile essentielle ainsi obtenue est mise dans des piluliers en verre ambré et conservée au congélateur jusqu'à l'analyse. Le montage de l'hydrodistillation est représenté ci-dessous (Fig. 17).



**Fig. 17** : Montage d'hydrodistillation (Appareil de type Clevenger selon la méthode préconisée dans la Pharmacopée européenne (Council of Europe,1996 )



#### 4-Détermination des rendements des huiles essentielles

Le rendement de l'huile essentielle est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenu et la masse du matériel végétale à traiter. Le rendement est calculé par la formule suivante :

$$\text{Rdt}\% = \text{M}/\text{M0} * 100$$

**Rdt%** : Le rendement des huiles essentielles.

**M** : la masse d'huile essentielle récupéré (g).

**M0** : la masse de matière végétale (g)

#### 5-Analyse des huiles essentielles par CPG et CPG/SM

L'huile obtenue après l'hydrodistillation est soumise à l'analyse CPG et CPG/SM, ces méthodes analytiques permettent d'identifier rapidement un très grand nombre de constituants ( **Arpino et al** ,1995).

##### 1-Analyse quantitative par CPG/SM

L'analyse quantitative a été réalisée à l'aide d'un chromatogramme en phase gazeuse de marque, Perkin-Elmer (Waltham, MA, USA) autosystème XL équipé d'un détecteur à ionisation de flamme et muni de deux colonnes capillaires en silice fondue de type RTX-1 (polydiméthylsiloxane) apolaire et RTX-wax (polyéthylène glycol) polaire qui possèdent les caractéristiques suivantes :

La longueur est de 60 m, diamètre interne : 0.22 mm, épaisseur de film : 0.25 µm. La température du four est programmée de 60°C à 230°C à raison d'une montée de 2°C/min et ensuite maintenue à 230°C pendant 35min. Les températures de l'injecteur et du détecteur ont été maintenues à 280°C. Les échantillons ont été injectés dans le mode split (1/50), en utilisant de l'hélium comme gaz porteur (1mL/min), le volume d'injection de l'échantillon est de 0.2 µL.

# **Résultats et Discussion**

## 1-Meta-analyse de travaux antérieurs

### 1.1-Rendements d'extraction

Le rendement de l'extraction par la technique d'hydrodistillation obtenu par les différents auteurs des trois pays (Algérie, Maroc et Tunisie) sont regroupés dans le (Tableau 03). A la lecture de ce dernier, nous remarquons que, les rendements en huiles essentielles des aiguilles du pin d'Alep, obtenus au Maroc et au Nord Est Algérien (site 1) sont sensiblement égales (0.22% et 0.3%) (**Ghanmi et al. 2007 ; Sadou et al. 2015**). Les rendements en huiles essentielles de la région Nord-Ouest Algérien et celui de la région Nord Est Algérien (site 2), sont supérieurs à ceux obtenus dans les deux régions précédentes. Mais sensiblement égaux entre eux (0.42% et 0.52%) (**Fekih et al.2014 ; Sadou et al. 2015**). Le rendement en huile essentielle de la Tunisie est le plus élevé (0.93%) (**Amri et al. 2014**).

Tableau 03 : Rendements en huiles essentielles des aiguilles du pin d'Alep (*Pinus halepensis* Mill.)

Les régions		Rendement%
Maroc Ghanmi et al. 2007		0.22%
Tunisie Amri et al. 2014		0.93%
Nord Ouest Algérien Eekih et al 2014		0.42%
Nord Est Algérien Sadou et al. 2015	Site 01	0.3%
	Site 02	0.52%

### 1.2-Etude rétrospective de la composition chimique de l'huile essentielle du pin d'Alep (*Pinus halepensis*) dans trois pays différents : Algérie, Maroc et Tunisie

L'étude rétrospective de la composition chimique de l'huile essentielle du pin d'alep (*Pinus halepensis*) dans trois régions différentes : Algérie, Maroc et Tunisie est collégée dans le (Tableaux 04).

À la lecture des résultats comparatifs rapportés dans le tableau 04, il apparaît que *Pinus halepensis* a été étudiée dans deux sites différents en Algérie (Nord Est et Nord Ouest), en Maroc et en Tunisie avec des résultats variables. Ces variations sont soit qualitatives (composés majoritaires différents) ou quantitatives (proportions différentes).

**Tableaux 04 :** Composition chimique de l'huile essentielle des aiguilles de *Pinus halepensis* Mill. Dans trois pays différents ( Algérie Maroc et Tunisie )

References et régions		Composé	Pourcentage %
<b>Maroc</b> <b>Ghanmi et al. 2007</b>		$\alpha$ -pinène	88.62
		$\beta$ -caryophyllène	2.26
		$\beta$ -myrcène	1.16
		$\alpha$ -terpinolène	0.49
<b>Tunisie</b> <b>Amri et al 2014</b>		$\alpha$ -pinène	13.3
		$\beta$ -caryophyllène	23.8
		$\beta$ -myrcène	20.5
		$\alpha$ -terpinolène	6.5
<b>Nord Ouest Algérien</b> <b>Eekih et al 2014</b>		$\alpha$ -pinène	16.8
		$\beta$ -caryophyllène	10.9
		$\beta$ -myrcène	25.2
		$\alpha$ -terpinolène	8.3
<b>Nord Est Algérien</b> <b>Sadou et al. 2015</b>	<b>Site 01</b>	$\alpha$ -pinène	24.41
		$\beta$ -caryophyllène	31.89
		$\beta$ -myrcène	19.38
		$\alpha$ -terpinolène	5.27
	<b>Site 02</b>	$\alpha$ -pinène	21.01
		$\beta$ -caryophyllène	31.14
		$\beta$ -myrcène	9.3
		$\alpha$ -terpinolène	9.43

Au niveau du Nord Est Algérien, l'échantillonnage des aiguilles de pin d'Alep, est effectué dans deux sites différents : site 1 : la forêt du Lac Mellah dans le Parc National d'El Kala. Ce dernier est caractérisé par un climat humide. Site 2 : la forêt Zaarouria à Souk Ahras, caractérisée par un climat subaride.

L'extraction de l'huile essentielle (HE) des aiguilles sèches, est effectuée par entraînement à la vapeur d'eau. La composition chimique de l'huile essentielle étudiée, est déterminée à l'aide d'un Chromatographe en phase Gazeuse couplé à un Spectromètre de Masse (CG-SM).

Les constituants chimiques identifiés dans l' HE de pin d'Alep du Lac Mellah (site1) ce sont principalement le  $\beta$ -caryophyllène (31,89%), l' $\alpha$ -pinène (24,41%),  $\beta$ -myrcène (19,38%) et le  $\alpha$ -terpinolène(5.27%). L'analyse chromatographique de l'huile essentielle de *P. halepensis* Mill. du (site 2) révèle des constituants majoritaires tels que: le  $\beta$ -caryophyllène (31,14%) et l' $\alpha$ -pinène (21,01%).

Ces deux composés constituent plus de la moitié de la composition totale de cette huile. Cependant, d'autres constituants présents en quantités moins importantes ont été identifiés, à savoir le  $\beta$ -myrcène (9,3%), l' $\alpha$ -terpinolène (9,43%) (**Sadou et al. 2015**).

Les résultats obtenus, montrent qu'il existe, des différences qualitative et quantitative dans la composition chimique de l'huile essentielle des aiguilles de *P. halepensis* Mill dans les deux sites. Cette variation serait due principalement aux facteurs de l'environnement, qui exercent une influence directe sur la composition et la production de cette huile.

Les investigations réalisées en Algérie sur la composition chimique de l'huile essentielle des aiguilles de *Pinus halepensis* Mill, ont montré qu'il existe plusieurs chémotypes pour cette même espèce. Les régions de Djelfa et Tissemsilt, sont caractérisées par le chémotype  $\alpha$ -pinène (17,56%) et  $\beta$ -myrcène (8,45%) (**Tazerouti et al. 1993**).

Sidi Fredj est représenté par le  $\beta$ -caryophyllène (**Dob et al. 2005**). Enfin, le chémotype de l'HE de la région de Ghazaouet est le caryophyllène oxyde avec un taux de 48% (**Abi-Ayad et al. 2011**). Alors que, l'HE de la région Ouest Algérien, extraite par hydrodistillation et analysée par CG-SM, est caractérisé par un chémotype  $\beta$ -myrcène (25.2%),  $\alpha$ -pinène (16.8%),  $\beta$ -caryophyllène (10.9%) et  $\alpha$ -terpinolène (8.3%) (**Eekih et al 2014**).

Le chémotype de l'HE de la région de Tunisie est à dominance  $\beta$ -caryophyllène (23.8%),  $\beta$ -myrcène, ( 20.5%)  $\alpha$ -pinène (13.3%) et  $\alpha$ -terpinolène (6.7%) (**Amri et al. 2014**). Par contre, au Maroc ,la composition chimique de l'HE de *P. halepensis* Mill est caractérisée par un chémotype  $\alpha$ -pinène (88.62%). Alors que le  $\beta$ -caryophyllène n'a présenté que (2.26%) (**Ghanmi et al. 2007**).

Ces résultats montrent que, l'huiles essentielles de *P. halepensis* , analysées dans ces quatre biotopes différents, une diversité quantitative et qualitative de ses composants chimiques. Effectivement, la composition de l'huile essentielle, n'est pas constante et varie selon les régions. Des travaux de recherche ont montré que, la composition chimique des huiles essentielles est très fluctuante. En effet, elle dépend d'un grand nombre de facteurs d'ordre naturel (génétique, localisation, maturité, sol et climat) ou technologiques (mode de culture ou d'extraction). Du lieu où poussent la plante, dépendra la composition biochimique de leur essence et déterminera donc le chémotype, la spécificité de l'huile et les propriétés thérapeutiques. Tous ces paramètres étant influencés par les conditions édaphiques et climatiques ainsi que les pratiques culturelles (**Fadil et al. 2014**).

# Conclusion

## Conclusion

Les Pinus appartiennent à la famille des pinaceae, sont réparties dans le monde entier et essentiellement autour des côtes méditerranéennes. Ce sont des arbres ou plus rarement des arbustes, monoïques, aux rameaux régulièrement verticillés. Ils ont des feuilles en forme d'aiguilles, qui sont persistantes. Les pinacées sont des conifères c'est-à-dire des plantes portant des cônes. Leur bois est recherché tant pour les usages industriels et aussi médicaux.

Le pin d'Alep (*Pinus halepensis*), est considéré comme l'un des arbres les plus importants de la famille des pinaceae. Il est riche en huiles essentielles qui lui confèrent une grande variété biologique.

Cette méta-analyse, a pour but de montrer le lien entre la composition chimique de l'huile essentielle et le changement du biotope. En d'autres termes étudiée les conséquences de la variabilité de la composition chimique liée à la notion de chémotype.

Le concept de chémotype, permet de distinguer deux ou plusieurs huiles essentielles de composition chimique différente produites à partir de plantes de la même espèce. Elle est définie par sa dénomination scientifique et non à partir de sa dénomination commune. Ainsi, la différence entre le thym à thymol et le thym à linalol (tous deux issus de *Thymus vulgaris* L.) n'est pas la même que celle entre la lavande fine et la lavande aspic (*Lavandula angustifolia* Mill. et *Lavandula latifolia* Medik.).

Cela signifie que des individus de la même espèce botanique, ayant donc le même génome et le même phénotype, peuvent présenter des différences significatives au niveau de leur composition chimique. Celle-ci est en effet sous l'influence de nombreux facteurs autres que la détermination génétique, comme la qualité du sol, le climat, l'altitude, l'hygrométrie.

L'huile essentielle des aiguilles du Nord Est comprend 16 constituants. Les majoritaires sont :  $\beta$ -caryophyllène (31,89%), le  $\alpha$ -pinène (24,41%) et  $\beta$ -myrcène (19,38%). Celle de Nord Ouest, comprend 16 composés représentés essentiellement par :  $\beta$ -caryophyllène (10,9%), le  $\alpha$ -pinène (16,8%) et  $\beta$ -myrcène (25,2%).

La composition chimique de l'HE des aiguilles de *P. halepensis* Mill. En provenance du Tunisie est de chémotype  $\alpha$ -pinène (13,3%) et  $\beta$ -caryophyllène (23,8%)

# **Références Bibliographiques**



## Références Bibliographiques

- Abi-Ayad, M., Abi-Ayad, F.Z., Lazouni, H.A., Rebiahi, S.A., Ziani-Cherif, C., Bessiere, J.M. (2011). Chemical composition and antifungal activity of Aleppo pine essential oil. *Medicinal Plants Research*. Vol 5(22), 5433-5436.
- Adams R.P., *Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography / Quadrupole Mass Spectroscopy*, Allured Publishing: Carol Stream IL. 2001.
- Ammari Y., Sghaier T., Khaldi A., Garchi S (2001). Productivité du pin d'Alep en Tunisie: Table de Production. *Annales de L'INGREF N° Special* p 239-246
- Amri I., Hamrouni L., Hanana M., Gargouri S., Fezzan T., et Jamoussi B., 2013. *Biological Agriculture et Horticulture: An International Journal for Sustainable Production Systems*
- Arpino P., Prevot A., Sarbinet J., Tranchant J., Vergnol A., Wittier P., *Manuel pratique de chromatographie en phase gazeuse*, Ed Masson Paris, 1995.
- Bagard S., Simon N., *Physique-Chimie, Tout-en-un*, Bréal, 2008, p.128.
- Bazizi M, extraction d'huile essentielle de l'espece vegetale *Salvia officinalis L.* par hydrodistillation :caractirisation physicochimique et modilisation parametrique ,2017 .
- Bedel J, 1986. Aménagement et gestion des peuplements de pin d'Alep dans la zone méditerranéenne française. *Options méditerranéennes. Série d'étude CIHEAM* 86/1,127-156.
- Bentouati A (2006). Croissance, productivité et aménagement des forêts de pin d'Alep (*Pinus halepensis* Mill.) Du massif de de Ouled Yagoub (Khenchla-Aurès).Thèse Doctorat, Univ. Batna p116-119
- Besombes C. Thèse de doctorat : Contribution à l'étude des phénomènes d'extraction hydrothermo-mécanique d'herbes aromatiques, Applications généralisées, Université de la Rochelle, 2009; p. 51.
- Bobbou A S,2016 Contribution à l'étude d'inventaire de peuplement de pin d'Alep de la foret de Sig (foret de Moulay Ismail) p55
- Bouazza F,2013 Intérêt de la mycorisation controlée du chene vert (*Quercus ilex L.*) et du pin d'alep (*pinus halepensis L*) par deux especes de terfez ,en condition gnotoxéniques et axéniques , p 48
- Boutchiche F et Boutrigue S , 2016 . Caractérisation morpho métrique de la chenille processionnaire (*Thaumetopoea pityocampa*) et de son hôte au niveau de la wilaya de Tlemcen. Mém, master en génétique, univ. Tlemcen p79
- Bruneton, J. *Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales*, 3<sup>e</sup>e édition. Paris: Editions médicales internationales, éditions Toc & Doc Lavoisier, 1120p. 1999.

Ceccarini L., Acaridial activity of pine essential oils and their main components against *Tyrophagus putrescentia*, a stored food mite. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2002 .

Cherfaoui T. Etude de la Croissance et de l'accroissement du pin d'Alep dans la forêt Senalba Gharbi (Djelfa). *Cas de la Série* 13, 2017 p3

Ching P. L., Jen P.H., Chung-S.W., Chih Y.H., Chaw S.M., Comparative Chloroplast Genomics reveals the evolution of Pinaceae Genera and Subfamilies. *Genome Biology*, 2010.

CLSI., Methods for dilution antimicrobial susceptibility testing for bacteria that grow aerobically Approved standard M7-A7. Clinical and Laboratory Standards Institute, Wayne, PA, 2006 .

Commission Européenne : proposition de la commission en matière de lutte contre la résistance microbienne. Bruxelles. In Kechkar M. Extraction de Silymarine et étude de son activité antimicrobienne. Mémoire de magister. Université Mentouri Constantine. Algérie, 2008 .

Coombes A.J., 1993. *Les Arbres*. Ed. BORDAS. Paris. 360p.

Council of Europe, Pharmacopée Européenne, Maisonneuve S.A, Ed. Sainte Ruffine, France, 1996.

Deschepper, R, Variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la notion de chémotype en aromathérapie ,2017 Nombre de page

Dob, T., Berramdane, T., Chelgoume, G. (2005). Chemical composition of essential oil of *Pinus halepensis* Mill growing in Algeria. *Comptes Rendus Chimie*, vol 8, 1939-1945.

Duchene, 2003. marie. *Guide des arbres et arbustes*. France : sélection du Reader's digest ,319p.

Duraffourd C., Lapraz J-C. et Chemli R., 1997. *La plante médicinale de la tradition à la science*. Ed. Grancher. Paris. 256p.

Fadil, M, A. Farah, B. Ihssane, T. Haloui and S. Rachiq, (2014). "Application de plan de Plackett Et Burman dans le criblage des paramètres agissant sur le processus d'hydrodistillation de Thym du Maroc (*Thymus vulgaris* L.)," *International Journal of Innovation and Applied Studies*, vol. 6, no. 3, pp. 530-540.

Fetati R, 1996. Bilan productif de cinq espèces résineuses dans un étage subhumide. Cas de la forêt de Bainem. *Mém ing en Sci.Agron*, Institut National d'Agronomie, El-Harrach, Alger p92 .

Franchomme P., Pénéol D. *L'aromathérapie exactement*. Encyclopédie de l'utilisation thérapeutique des huiles essentielles. Roger Jollois (2001). 445p.

Gerhard, R. *Métabolisme des végétaux*. Physiologie et biochimie. Edilion française. Presses polytechnique et universitaires romandes. 1993.

Hammouchi Y., *La thérapeutique par les plantes les plus connues en Algérie*, 1999, p. 101

Hurabielle. 1981 ; Paris M., Hurabielle M. *Abrégé de matière médicale*. Pharmacognosie, Tome I, édition Masson 1981.

Ismail Amri, lamia hamrouni, mohsen hanana ,essential oils as biological alternatives to protect date palm (*Phoenix dactylifera* L.) against *ectomyelois ceratoniae* zeller (Lepidoptera : pyralidae) 2014

Kadik B (1987). Contribution à l'étude du pin d'Alep (*Pinus halepensis* Mill.) En Algérie : Ecologie, dendrométrie, morphologie. Ed. OPU. Alger p581

Kaloustrian J., Chevalier J., Mikail C., Martino M., Abou L. et Vergnes M-F., 2008. Etude de six huiles essentielles: composition chimique et activité antibactérienne, *Phytothérapie*, p2

König W.A., Hochmuth D.H., Joulain D., *Terpenoids and Related Constituents of Essential Oils, Library of Mass Finder 2.1, University of Hamburg, Institute of Organic Chemistry, Hamburg, Germany, 2001.*

Lucchesi M.E., Thèse de Doctorat : Extraction Sans Solvant Assistée par Micro-ondes Conception et Application à l'extraction des Huiles Essentielles, Université de la Réunion-France, 2006 p.11, 16-18, 22, 23, 59.

Macchioni F., Cioni P.L., Flamini G., Morelli I., Maccioni S., et Ansaldi M., 2003. Chemical composition of essential oils from needles, branches and cones of *Pinus pinea*, *P. halepensis*, *P. pinaster* and *P. nigra* from central Italy, *Flavors and Fragrance*, Vol. 18, 139-143.

Mathilde M., Larousse Agricole le monde agricole au XXI<sup>e</sup> siècle), Ed. 2002.

Mohamed Ghanmi , Badr Satrani , Abdelaziz Chaouch , Abderrahman Aafi , Abdelhak El Abid , Moulay Rchid Ismaili & Abdellah Farah Composition chimique et activité antimicrobienne de l'essence de térébenthine du pin maritime (*Pinus pinaster*) et du pin d'Alep (*Pinus halepensis*) du Maroc .*Acta Botanica Gallica*, 154:2, 293-300.

Moro Buronzo A., Grand guide des Huiles Essentielles, Santé Beauté Bien être, Hachette Pratique, 2008; p. 22, 33-38, 41-43.

Nahal I, 1962. Le pin d'Alep. Etude taxonomique, phytogéographique, écologique et sylvicole. *Annales de l'école Nationale des Eaux et Forêts .Sta.rech..exp.19'4*),p208

Nahal I (1986). Taxonomie et aire géographique des pins du groupe *halepensis*.serie Etude CIHEAM 86/1.P1-9.

Nina Sadou ,Ratiba Seridi,, Abdelghani Djahoudi , Youcef HadeF , Composition chimique et activité antibactérienne des Huiles Essentielles des aiguilles de *Pinus halepensis* Mill. du Nord est Algérien,2014 p1-9

Nogaret-Ehrhart. 208 : Nogaret-Ehrhart A-S. La phytothérapie : se soigner par les plantes. Ed. Eyrolles, Paris 2008.

Parde J (1957). La productivité des forêts de pin d'Alep en France. *Ann., E.N.E.F et Sta. Rech. Exp.15'2*) :367-414.

Quézel P (1980). Biogéographie et écologie des conifères sur le pourtour méditerranéen. Dans : *Actualités d'Ecologie Forestière* p 216-252

Quézel P., (2000). Taxonomy and biogeography of Mediterranean pines (*Pinus halepensis* and *Pinus brutia*). In: Ecology, Biogeography and Management of *Pinus halepensis* and *P. Brutia* Forest Ecosystems in the Mediterranean Basin. Eds., Néeman G., Trabauds L., Backhuys Publishers, Leiden, p1-12.

Robin D, variabilité de la composition des huiles essentielles et intérêt de la notion de chémotype en aromathérapie, 2017 p48

Seladji D, Composition chimiques, propriétés antimicrobiennes et antioxydantes des huiles essentielles des racines de trois pinaceae d'algerie, 2014. P 9.16.17.18.

Soltani A, Typologie et Fertilité des stations de pin d'Alep de la forêt de Benjloud (Saida) 2016. P 23.141

Souleres G (1969). Le pin d'alep en Tunisie. Ann. Ins. Hist. Nat. afr., Nord, Alger, 59(4) :23-36

Taibi et Ziani (2017). Effet de la contrainte thermique (hautes et basses températures) sur les jeunes plants du pin d'Alep (*Pinus halepensis* Mill.) dans la région de M'sila. p3-9

Tazerouti, F., Badjah-Hadj- Ahmed, A.Y., Meklati, B.Y., Favre-Bouvin, J., Bobenrieth, M.J., (1993). Analyse des huiles essentielles des aiguilles de *Pinus halepensis* Mill par CG-SM. Plantes Médicinales et Phytothérapie. Vol 26(3), 161-176.

Tlilani M, Tlemsani, Détermination des propriétés physique et chimique des graines de pin sylvestre (*Pinus sylvestris*) 2016 p 1

Zenzen W, 2016. Utilisation du S.I.G pour l'analyse de la structure de la forêt de Ouennougha dans la Wilaya de Bordj Bou Arréridj, mémoire, master en foresterie, univ. Tlemcen p 60