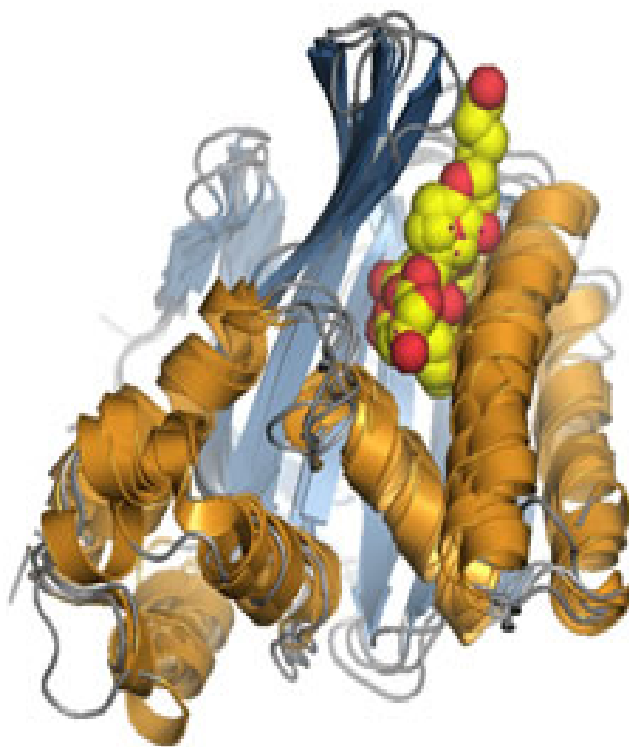


# PhytoChem & BioSub Journal

Peer-reviewed research journal on Phytochemistry & Bioactives Substances

ISSN 2170 - 1768



## PCBS Journal

Volume 8 N° 1, 2 & 3

2014

# PhytoChem & BioSub Journal

Peer-reviewed research journal on Phytochemistry & Bioactives Substances

ISSN 2170 - 1768

## PCBS Journal

*PCBS  
Journal*

Volume 8 N° 3

2014



Edition LPSO

Phytochemistry & Organic Synthesis Laboratory

<http://www.pcbsj.webs.com> , Email: phytochem07@yahoo.fr

## Composition chimique de l'huile essentielle du Fenouil (*Foeniculum vulgare*) de la région de Mascara

OUIS N.<sup>1</sup>, HARIRI A.<sup>2</sup> & EL ABED D.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratoire de Chimie Fine, Département de Chimie,  
Faculté des Sciences Exactes et Appliquées,  
Université d'Oran, B.P.-1524 - Menouar, 31 000 – Oran, Algérie

<sup>2</sup>Laboratoire Bioconversion, génie microbiologique et sécurité sanitaire,  
Faculté des Sciences de la Nature et de la vie,  
Université de Mascara, BP. 763, Sidi Said, Mascara, 2900, Algérie

Received: December 15, 2013; Accepted: March 23, 2014

Corresponding author Email [nawel\\_chim@yahoo.fr](mailto:nawel_chim@yahoo.fr)

Copyright © 2014-POSL

DOI:10.163.pcbsj/2014.8.3.198

**Résumé.** Le Fenouil (*Foeniculum vulgare*) est une plante aromatique appartenant à la famille des Apiaceae. Elle est traditionnellement utilisée dans le traitement des troubles digestifs. L'huile essentielle des graines de fenouil (*Foeniculum vulgare*) extraite par hydrodistillation a été caractérisée par ses propriétés physico-chimiques et analysée par chromatographie GC et GC / MS. Les résultats de l'analyse ont révélé que l'estragole constitue le produit majoritaire de l'essence (83,10%). Le limonène et la fenchone sont les principaux monoterpènes.

**Mots clés :** *Foeniculum vulgare*, Huile essentielle, Hydrodistillation, Analyse, CPG

### Chemical composition of the essential oils of *Foeniculum vulgare* from Mascara district

**Abstract.** Fennel (*Foeniculum vulgare*) is an aromatic plant belonging to the family Apiaceae. It is traditionally used in the treatment of digestive disorders. The essential oil of fennel extracted by steam distillation was characterized by its physicochemical properties and analyzed by chromatography GC and GC/MS. The results of analysis revealed that the major product of essential oil is estragol (83,10%). Limonene and fenchone are the main monoterpenes.

**Key Words:** *Foeniculum vulgare*, Essential oils, Hydrodistillation, Analysis, GC

### 1. Introduction

Le fenouil (*Foeniculum vulgare*) originaire de la méditerranée est considéré comme une plante aromatique et médicinale. Elle est utilisée comme aromates dans les préparations culinaires, servant principalement comme correcteur de goût dans l'industrie agro-alimentaire (confiseries, pains,...). En médecine traditionnelle, le fenouil est très usité pour ses effets carminatifs, sédatifs, apéritifs, stomachiques, antispasmodiques, etc... [1]. Afin de valoriser la qualité de l'huile essentielle extraite à partir des graines de fenouil de Mascara (Nord ouest algérien), nous avons déterminé ses propriétés physico-chimiques et

identifié ses principaux constituants par chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse afin de comparer nos résultats avec ceux de la littérature.

## **1. Matériels et méthodes**

### **2.1. Extraction de l'huile essentielle**

L'extraction de l'huile essentielle à partir des graines de fenouil a été réalisée par hydrodistillation durant trois (3) heures. L'essence obtenue a été caractérisée par ses propriétés physico-chimiques et analysée par les méthodes chromatographiques.

### **2.2. Analyse physico-chimique**

La détermination des indices physico-chimiques permet de caractériser voire valoriser une huile essentielle. Les indices physiques (densité, indice de réfraction, pouvoir rotatoire et la miscibilité à l'éthanol) et les indices chimiques (indice d'acide, d'ester, de carbonyle et d'iode) de l'huile essentielle ont été déterminés par des méthodes conformes à la pharmacopée européenne et aux normes AFNOR [2].

### **2.3. Analyse par CG et CG/MS**

La composition chimique de l'huile essentielle a été déterminée par la technique de chromatographique en phase gazeuse (CG) et la technique de chromatographique en phase gazeuse couplée avec la spectrométrie de masse (CG/SM) sous les conditions opératoires suivantes :

#### **CG-FID**

L'analyse par CPG de l'essence a été effectuée à l'aide d'un appareil de marque : Thermo Electron Focus GC n°20054070 AI 3000 à détecteur à ionisation de flamme et d'une colonne capillaire. Les conditions d'analyse sont les suivantes : Débit du gaz vecteur (He) : 1 mL/mn, température de l'injection : 250°C, température de détection : 300°C, programmation de température : de 80°C / mn à raison de 20°C / mn jusqu'à 280°C / mn et le volume injecté : 1 µL en mode split.

#### **CG/MS**

L'huile essentielle a été analysée au moyen d'un CG/MS équipé d'une colonne capillaire apolaire TR-1MS de type polydiméthylsiloxane et les conditions d'analyse sont les mêmes que ceux de la CPG.

- **CPG/MS en mode impact électronique CPG/MS-IE**

En mode impact électronique, le bombardement de substances par un faisceau d'électrons de l'ordre de 70 eV provoque leur ionisation et leur fragmentation. Acquisition Start après l'élution du solvant est de 2,5 mn ; nombre de scan par seconde : 3,0 et la gamme de Masse est déterminée 29-369 uma.

Les spectres de masse ainsi obtenus sont comparés avec ceux des produits de référence contenus dans la banque de données.

- **CPG/MS en mode ionisation chimique CPG/MS-ICP**

L'ionisation chimique positive c'est des réactions ions-molécules entre des molécules de l'échantillon en phase gazeuse et les ions d'un plasma obtenus à partir d'un gaz réactif (l'ammoniac). Ces réactions peuvent être utilisées pour obtenir des informations sur la masse moléculaire

## **2. Résultats et discussion**

L'huile essentielle (H.E) de fenouil d'une couleur limpide et d'odeur anisée est obtenue avec un rendement de 1%.

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle du fenouil isolée sont rassemblées dans le tableau1.

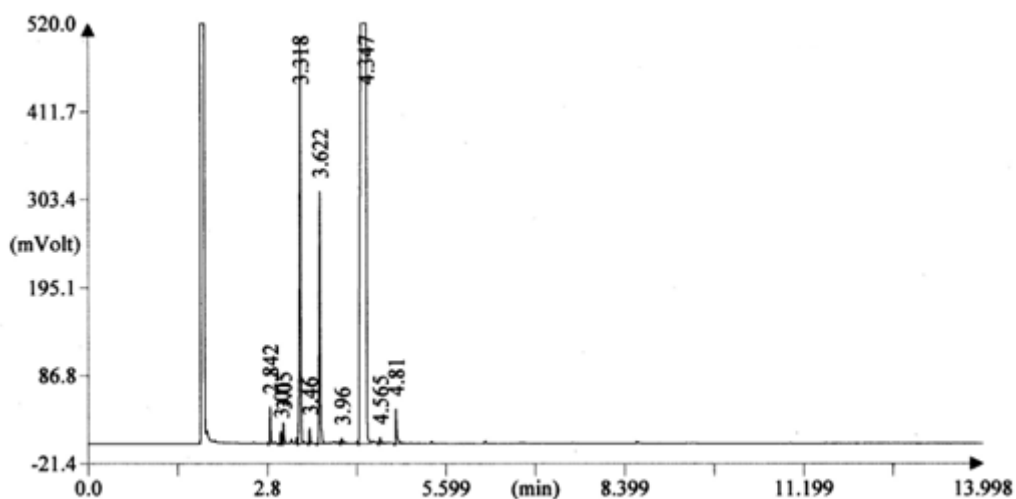
**Tableau 1** :Caractéristiques physico-chimiques de l'huile essentielle du fenouil

| Indices                 | Résultats | Valeurs données dans la littérature[3,4,5] |
|-------------------------|-----------|--|
| Densité à 20°C          | 0,923     | 0,895à 0,978                               |
| Pouvoir rotatoire       | +2,5°     | +11°à +23°                                 |
| Indice de réfraction    | 1,533     | 1,528 à 1,539                              |
| Miscibilité à l'éthanol | 1V/16,8V  | -  |
| Indice d'acide          | 4,48      | 0,9  |
| Indice d'ester          | 23,57     | 77,95                                      |
| Indice de carbonyle     | 66,98     | -  |
| Indice d'iode           | 1,27      | -  |

Les valeurs obtenues pour la densité et l'indice de réfraction sont plus ou moins du même ordre de grandeur que ceux de la littérature. Cependant, on note une différence pour les paramètres chimiques. Cet écart observé est probablement dû à plusieurs facteurs comme le mode d'extraction, la situation géographique, les conditions climatiques, etc...

Dans le but d'identifier les principaux constituants de l'essence des graines de fenouil et d'établir son identité, nous avons eu recours à la chromatographie en phase gazeuse.

Le chromatogramme analytique de l'essence des graines du fenouil reporté sur la figure1 révèle 10 pics.



**Figure 1**:Chromatogramme analytique de l'H.E des graines de fenouil

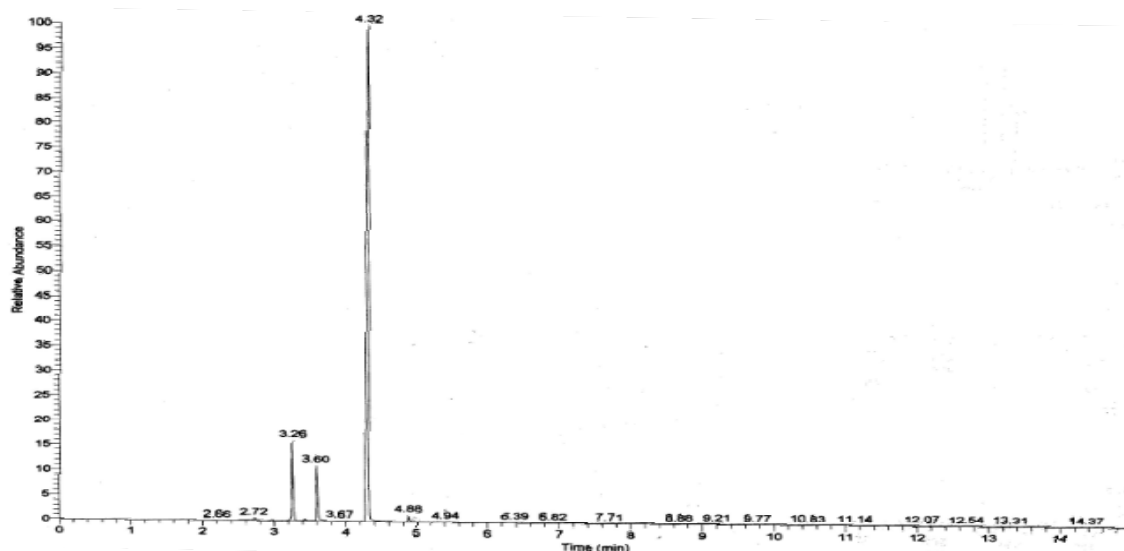
L'identification des composés contenus dans l'essence de fenouil a été réalisée par comparaison des temps de rétention des étalons de référence et par leurs co-injections à l'essence. Le tableau 2 regroupe le temps de rétention de chaque pic, son pourcentage relatif et son identification dans l' H.E étudiée.

**Tableau 2:** Analyse par CPG de l'huile essentielle du fenouil

| N° de pic | Tr   | %     | Nom des composés identifiés |
|-----------|------|-------|-----------------------------|
| 1         | 2,84 | 0,60  | $\alpha$ -pinène            |
| 2         | 3,01 | 0,20  | $\alpha$ -phellandrène      |
| 3         | 3,05 | 0,40  | $\beta$ -pinène             |
| 4         | 3,32 | 8,65  | Limonène                    |
| 5         | 3,46 | 0,28  | $\gamma$ -terpinène         |
| 6         | 3,62 | 5,37  | Fenchone                    |
| 7         | 3,96 | 0,15  | Camphre                     |
| 8         | 4,35 | 83,28 | Estragole                   |
| 9         | 4,57 | 0,22  | -                           |
| 10        | 4,81 | 0,80  | Trans-anéthol               |

Il est à noter d'après les résultats enregistrés que le produit majoritaire de l'H.E du fenouil est l'estragole (83,28%). La co-injection de l'estragole avec l'H.E des graines du fenouil montre une augmentation de la hauteur du pic n°8 relatif à l'estragole. Le pourcentage de ce pic passe de 83,28% à 84,30%. Le produit dominant dans l'essence extraite à partir des graines de fenouil est l'estragole, suivi par le limonène et la fenchone

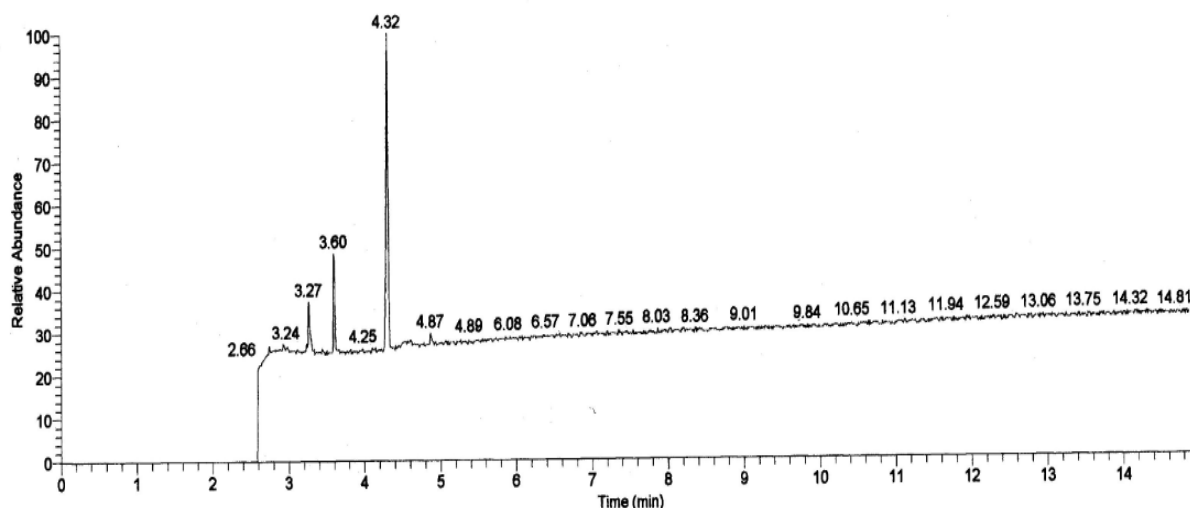
Afin de confirmer la présence des monoterpènes dans l'H.E des graines de fenouil, nous avons fait appel à la chromatographie couplée à la masse (CG/MS). Les tracés chromatographiques de l'échantillon d'H.E analysé par la technique d'ionisation électronique (EI) et par la technique d'ionisation chimique (ICP) sont donnés sur les figures 2 et 3 respectivement.

**Figure 2:** Chromatogramme en impact électronique (IE+) de l'H.E de fenouil

La CG/MS effectuée par ionisation électronique (EI) a permis de détecter 8 composés, celle par ionisation chimique (ICP) seulement 5 produits. Les tableaux 3 et 4 regroupent les pics révélés dans les chromatogrammes. Les différents constituants de l'huile



essentielle ont été identifiés par comparaison de leurs spectres de masse avec ceux des composés des bases de données du spectromètre de masse CG/MS.



**Figure 3:**Chromatogramme en ionisation chimique (ICP) de l'H.E de fenouil

**Tableau 3 :** Caractéristiques des spectres de masse en IE+ des différents constituants de l'essence de fenouil

| Constituants           | Fragment m/z [intensité relative]                                 |
|------------------------|---|
| $\alpha$ -pinène       | 93[100]; 91[68]; 77[50]; 121[15]; 65[12]; <b>136</b> [7]          |
| $\alpha$ -phellandrène | 93[100]; <b>136</b> [18]; 119[17]; 77[63]; 41[24]                 |
| $\beta$ - pinène       | 93[100]; 69[58]; 41[62]; <b>136</b> [8]; 119[10]                  |
| Limonène               | 68[100]; 93[64]; 67[74]; 79[45]; 41[14]; <b>136</b> [18]          |
| $\gamma$ -terpinène    | 93[100]; <b>136</b> [18]; 121[21]; 119[40]; 77[33]; 65[10]; 41[7] |
| Fenchone               | 81[100]; 69[46]; 41[15]; 109[8]; <b>152</b> [14];                 |
| Estragole              | <b>148</b> [100]; 147[57]; 121[20]; 117[45]; 77[34];              |
| Trans-anéthol          | <b>148</b> [100]; 147[52]; 105[28]; 117[33]; 77[36];              |

**Tableau 4 :** Caractéristiques des spectres de masse en ICP des différents constituants de l'essence de fenouil

| Constituants     | Fragment m/z   |
|------------------|--|
| $\alpha$ -pinène | 137[M+H] <sup>+</sup> ; 154[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup> |
| Limonène         | 137[M+H] <sup>+</sup> ; 154[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup> |
| Fenchone         | 153[M+H] <sup>+</sup> ; 170[M+NH <sub>4</sub> ] <sup>+</sup> |
| Estragole ou     | 149[M+H] <sup>+</sup>  |
| Trans-anéthol    |  |

Au vu des résultats obtenus (tableaux 2 et 3), on note que l'huile essentielle est constituée d'un mélange de monoterpènes et des dérivés du phényl propane tels que : le trans-anéthol, l'estragole, la fenchone, le limonène et l' $\alpha$ -pinène.

Afin de situer l'essence isolée des graines de fenouil de l'ouest algérien par rapport à celle de l'est, ainsi qu'aux essences étrangères, nous avons comparé sa composition chimique à celle de H.E provenant de différents pays (Espagne, Iran, ...). Le trans-anéthol (69,41%) est dominant dans l'essence des graines de fenouil d'origine Iranienne [5]. Celle

d'Espagne, est constituée de 16,9% de fenchone, 65,3% d'estragole, et 4,7% du trans-anéthol [6]. L'huile essentielle des graines de fenouil cultivées à Sétif (Est d'Algérie) extraite par hydrodistillation est constituée principalement du trans-anéthol (72,86%), de la fenchone (12,93%), de limonène (6,37%) et seulement de 3,41% d'estragole [7].

Cette variation de la composition chimique de l'essence des graines de fenouil est due à plusieurs facteurs et principalement à l'origine géographique de la plante.

En conclusion, cette étude nous a permis de déterminer les propriétés physico-chimiques et la composition chimique de l'huile essentielle extraite par hydrodistillation à partir des graines de fenouil de la région de Mascara (Nord-ouest algérien). Ces travaux ont également mis en évidence l'existence de deux chémotypes : l'essence à estragole en provenance de Mascara et à trans-anéthol pour celle en provenance de Sétif (Est d'Algérie).

**Remerciements** : Les auteurs remercient vivement, le DR Jean Le Bras de l'Université de Reims, Champagne-Ardenne, Institut de Chimie Moléculaire de Reims, CNRS UMR 6229, France, pour les analyses chromatographiques.

## Références

- [1] a) Valnet, J. « *Phytothérapie: traitement des maladies par les plantes* », 5<sup>e</sup> édition, **1983**. 95-111, 780-871; b) Hassan Amjad, M.D.; Jafara, M.D.; Beckley.WV. « *Foeniculum vulgare therapy in irritable bowel syndrome* », AJG. Abstracts, **2000**, 2491, n°273; c) NamavarJahromi, B.; Tartifzadeh, A.; Khabnadideh, S. « *Comparison of fennel and mefenamic acid for treatment of primary dysmenoreia* » *International Journal of Gynecology and Obstetrics*, Vol 80, n°2, **2002**, 153-157; d) Shaha, A.H.; Quersehi, S.; Ageelb, A.M. « *Toxicity studies in mice of ethanol extract of Foeniculum vulgare fruit and Rutachalepenesis Aerial parts* », *Journal of Ethnopharmacology*, Vol.34, **1991**, 167.
- [2] a) Pharmacopée Européenne, 3<sup>ème</sup> édition, **1997**, Tome 1, 57-62; b) Didier, D. « *Huiles Essentielles* », Monographie relative aux huiles essentielles (A à G), 6<sup>ème</sup> Ed, AFNOR, **2000**, Tome 2, Vol 1, 180-219.
- [3] Lazouni, H.A.; Benmansour, A.; Taleb-Bendiab, S.A.; Chabane Sari D. « *Composition des constituants de huile essentielle et valeur nutritive du Foeniculum vulgare* », *Sciences & Technologie C-N° 25*, **2007**, 7-12.
- [4] a) Salle, J.L. « *Les huiles essentielles* ». Edit. Frison-Roche, Paris, **1991**; b) Guide de Chimie Internationale, Rhône-Poulenc, **1996**, 97.
- [5] Yamini, Y.; Sefidkon et Pourmortazavi S.M. « *Comparison of essential oil composition of Iranian fennel (Foeniculum vulgare) obtained by supercritical carbon dioxide extraction and hydrodistillation methods* », *Flavour and Fragrance Journal*, **2002**, 17, 345-348.
- [6] Guillen, M. D., Manzanos, M. J. « *A study of several parts of the plant foeniculum vulgare as a source of compounds with industrial interest* », *Food Research International*, **1996**, Vol 29, 85-88.
- [7] Zoubiri, S.; Baaliouamer, A.; « *Chemical composition and insecticidal properties of some aromatic herbs essential oils from Algeria* », *Food Chemistry*, **2011**, 129(1), 179-182.



# PhytoChem & BioSub Journal

Peer-reviewed research journal on Phytochemistry & Bioactives Substances

ISSN 2170 - 1768



*PCBS  
Journal*



Edition LPSO

Phytochemistry & Organic Synthesis Laboratory  
<http://www.pcbsj.webs.com> , Email: phytochem07@yahoo.fr