



CARACTERISATION DES COMPOSES VOLATILS D'*AMMODAUCUS LEUCOTRICHUS* DU MAROC PAR MICROEXTRACTION EN PHASE SOLIDE DANS L'ESPACE DE TETE (HS-SPME) ET PAR HYDRODISTILLATION COUPLE A LA CG-SM

CHARACTERIZATION OF *AMMODAUCUS LEUCOTRICHUS* VOLATILE COMPOUNDS FROM MOROCCO BY HEADSPACE SOLID-PHASE MICROEXTRACTION (HS-SPME) AND HYDRODISTILLATION COUPLED TO GC-MS

| Mounir Manssouri * ¹ | Abdeslam Ansari ¹ | Mohamed Znini ¹ | Lhou Majidi ¹ | and | Jean Costa ² |

¹ Université Moulay Ismail | Laboratoire des Substances Naturelles & Synthèse et Dynamique Moléculaire | Faculté des Sciences et Techniques | Errachidia, Morocco |

² Université de Corse | UMR CNRS 6134 | Laboratoire de Chimie des Produits Naturels | Faculté des Sciences et Techniques | Corse, France |

| Received 09 June April 2019 |

| Accepted 17 July 2019 |

| Published 22 July 2019 |

| ID Article | Manssouri-Ref.2-ajira090719 |

RESUME

Introduction : *Ammodaucus leucotrichus* appartient à la famille des apiacées (ombellifères) qui occupe une place importante dans la médecine traditionnelle en raison de la présence de molécules bioactives, tels que les huiles essentielles. **Objectif :** Le but de ce travail est de comparer la composition chimique de l'huile essentielle et les composés volatils d'*A. leucotrichus* extraits par hydrodistillation (HD) et à l'aide de Headspace Solid Phase Microextraction (HS-SPME), respectivement. **Matériel et Méthodes :** L'huile essentielle et les composés volatils des fruits d'*Ammodaucus leucotrichus*, récoltés dans le sud-est du Maroc, obtenues par hydrodistillation (HD) et Headspace Solid Phase Microextraction (HS-SPME), ont été analysés par chromatographie en phase gazeuse-flamme détecteur à ionisation (GC-FID) et GC-spectrométrie de masse (GC-MS). **Résultats :** Au total 10 constituants, représentant 94.7% de la composition globale de l'huile essentielle, ont été identifiés par HD et onze composés, représentant 92.2% de la composition de la fraction volatile, ont été caractérisés par HS-SPME. Le périllaldéhyde (73,5%) et le limonène (12,5%) ont été les principaux composés détectés en HD. Par ailleurs, les principaux composants identifiés par HS-SPME sont le thymol (19,6%), le périllaldéhyde (17,3%), le carvacrol (17,1%) et l'e-anéthol (15,3%). **Conclusion :** Cette étude montre bien que les deux techniques HD et HS-SPME pourraient être des techniques complémentaires afin d'obtenir la caractérisation complète des substances volatiles des plantes.

Mots-clés : Huile essentielle, Gas chromatographique, Hydrodistillation, *Ammodaucus leucotrichus*, Microextraction en phase solide

ABSTRACT

Introduction – *Ammodaucus leucotrichus* belongs to the Apiaceae (Umbelliferae) plant family which occupies an important place in traditional medicine because of the presence of bioactive molecules such as essential oils. **Objectives –** The objective of this study is to compare the chemical composition of *A. leucotrichus* essential oil and the volatile compounds extracted by hydrodistillation (HD) and using Headspace Solid Phase Microextraction (HS-SPME), respectively. **Materials and methods:** The essential oil and volatiles compounds of *Ammodaucus leucotrichus* (AL oil), fruit collected in South-East Morocco, obtained by hydrodistillation (HD) and headspace solid phase Microextraction (HS-SPME), were analyzed using Gas Chromatography-Flame Ionization Detector (GC-FID) and GC-Mass Spectrometry (GC-MS). **Results –** Ten components, accounting 94.7 % in the total essential oil, were identified by HD and 11 compounds, representing 92.2% of the headspace, were characterized by HS-SPME. which perillaldehyde (73.5%) and limonene (12.5%) were the major compounds detected in HD. But The major components identified in HS-SPME are thymol (19.6 %), perillaldehyde (17.3 %), carvacrol (17.1 %) and e-anethol (15.3%). **Conclusions:** This study demonstrates that HD and HS-SPME modes could be complimentary extraction techniques in order to obtain the complete characterization of plant volatiles.

Keywords : Essential oil, Gas chromatography, Hydrodistillation, *Ammodaucus leucotrichus*, Solid phase Microextraction

1. INTRODUCTION

Ammodaucus leucotrichus Coss & Dur, nommée aussi cumin de Sahara [1], est une plante à très forte odeur d'anis. Elle habite les sables maritimes dans les pays d'Afrique du Nord et s'étend à l'Afrique tropicale [2]. Au Maroc, où elle est connue localement par "kammûn es-sofi ou akâman", les fruits sont utilisés par la population locale sous forme de poudre ou en décoction pour traiter la douleur gastrique-intestinaux, gastralgies et indigestion [3]. Elle est aussi fréquemment utilisée, sous forme de perfusion, pour diverses maladies infantiles de l'appareil digestif : la dysenterie, les nausées, et les vomissements. Récemment Kabbaj *et al.*, (2012) ont rapporté qu'au Maroc, les fruits sont utilisés pour le traitement du cancer des poumons [4]. Par ailleurs, plusieurs études sur l'activité antimicrobienne et antifongique d'*A. leucotrichus* ont été reportées [5, 7, 8]. Récemment, nous avons étudié la composition chimique de l'huile essentielle d'*A. leucotrichus* de

Sud-Est marocain et son application en tant qu'inhibiteur vert de la corrosion de l'acier dans HCl 1 M [9], et inhibiteur de la croissance mycélienne de quelques moisissures responsables de la pourriture des pommes en post-récolte [10].

En générale, la composition des huiles essentielles varie selon l'espèce et la méthode d'extraction. En effet, l'hydrodistillation (HD) reste la méthode la plus pratique et la plus utilisable dans l'obtention de ces molécules [11] ; cependant, malgré sa simplicité, son efficacité et son utilisation d'un appareillage non onéreux, l'hydrodistillation présente un certain nombre d'inconvénient. Ainsi, au cours des dernières années, les techniques d'extraction de composés volatils (COV) a connu un regain d'intérêt qui coïncide avec le succès toujours croissant que connaissent les techniques d'extractions « vertes ». Parmi ces techniques, on cite les techniques constituées d'un module d'extraction-injection couplé à un spectromètre de masse dont nous décrivons plus particulièrement les techniques de pré-concentration en « espace de tête (Edt) » plus connues sous le vocable anglo-saxon « headspace (HS) ». La technique de la micro-extraction en phase solide dans l'espace de tête (HS-SPME) présente l'avantage de regrouper toutes les étapes de préparation d'un échantillon (extraction, concentration, dérivation et transfert au chromatographe) en un seul procédé. Sa performance pour l'étude des composés polaires et apolaires volatils contenus dans des matrices complexes, solides ou liquides d'origine végétale, est due à sa combinaison aisée avec les techniques chromatographiques [12, 13, 14]. Le principe de la HS-SPME repose sur l'adsorption des molécules volatiles sur une phase polymérique supportée par une fibre en silice après leur distribution entre la matrice et la phase gazeuse qui constitue l'espace de tête. Une fois concentrés sur la fibre, les composés volatils sont ensuite désorbés thermiquement dans l'injecteur d'un chromatographe en phase gazeuse pour être analysés. Par conséquent, l'objectif de cette étude est la comparaison de la composition chimique de l'huile essentielle et les composés volatils des fruits d'*A. leucotrichus* extraits par HD et à l'aide de HS-SPME, respectivement.

2. MATERIELS AND METHODES

2.1 Matériel végétal :

Le matériel végétal utilisé est constitué des fruits d'*A. leucotrichus*. Il a été récolté dans la région d'Errachidia (Sud-Est du Maroc) (Figure 1). Après son nettoyage de divers artefacts, il est récupéré puis broyé à l'aide d'un broyeur avant d'être acheminé à l'extraction.



Figure 1 : *Ammodaucus leucotrichus* dans son habitat au Sud-Est marocain (Errachidia).

2.2 Extraction de l'huile essentielle :

L'extraction de l'HE à partir des fruits d'*A. leucotrichus* a été réalisée par hydrodistillation à l'aide d'un appareil du type Clevenger selon la technique décrite par la pharmacopée européenne [15]. En effet, trois distillations ont été réalisées par ébullition de 100 g de chaque matériel végétal imprégné d'une quantité suffisante d'eau pendant trois heures. Le rendement en huile essentielle (volume en ml) a été déterminé par rapport à 100 g de la matière sèche. Ensuite l'huile obtenue a été séchée sur sulfate de sodium anhydre (Na₂SO₄) et conservée à une température de -4 °C dans un flacon sombre jusqu'à son usage.

2.3 Analyse chromatographique :

L'analyse par la chromatographie en phase gazeuse (CPG) a été réalisée grâce à un chromatographe Perkin Elmer Autosystem GC (Walton, MA, USA) XL, équipé d'un injecteur unique et de deux détecteurs à ionisation de flamme (FID) permettant la détection des composés. L'appareil a été utilisé pour l'échantillonnage simultané à deux colonnes capillaires en silice fondue (60 m x 0,22 mm, épaisseur du film 0,25 mL) avec différentes phases stationnaires, respectivement polaire (Rtx-Wax, polyéthylène glycol) et apolaire (Rtx-1, polydiméthyl-siloxane). Le gaz vecteur est l'hélium avec une pression en tête de colonne de 25 psi. La température de l'injecteur et du détecteur est de 280 °C. La programmation de la température consiste en une élévation de 60 à 230 °C, à 2 °C/mn, puis en un palier de 30 mn à 230 °C. L'injection se

fait par mode Split avec un rapport de division de 1/80. La quantité de l'huile injectée est de 0,1 µL. Pour chacun des composés, deux indices de retentions polaire et apolaire (IR_p et IR_a), peuvent être obtenus. Ils sont calculés à partir des temps de rétention d'une gamme étalon de n-alcanes (C5-C30) avec interpolation linéaire, en utilisant l'équation de Van Den Dool et Kratz (1963) [16], et le logiciel de Perkin Elmer. L'analyse par couplage chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CPG/SM) a été réalisée grâce à un chromatographe Perkin Elmer Autosystem XL, doté d'un injecteur. La détection se fait par un analyseur quadripolaire directement couplé à un détecteur de masse Perkin Elmer TurboMass automatique équipé de deux colonnes (60 m x 0,22 mm d.i ; épaisseur du film : 0,25 µm) polaire (Rtx-Wax, polyéthylène glycol) et apolaire (Rtw-1, polydiméthyl-siloxane). Les molécules sont bombardées par un faisceau électronique de 70 eV, la détection se fait par un analyseur quadripolaire constitué d'un assemblage de quatre électrodes parallèles de section cylindriques. La température de la source est de 150°C. Les spectres de masse obtenus par impact électronique ont été acquis sur la gamme de masse 35-350 Da. Les composants volatils extraits par HS-SPME sont analysés uniquement sur la colonne apolaire (Rtw-1, polydiméthylsiloxane) et les composants volatils sont désorbés dans un injecteur CPG avec un liner SPME (0,75 mm. ID, Supelco). L'hélium est utilisé comme gaz vecteur avec une pression en tête de colonne de 43 psi. Le débit dans chaque colonne est de 1 mL/mn. La programmation de la température est identique à celle utilisée précédemment pour la CPG. L'injection se fait par mode split avec un rapport de division de 1/80. La quantité d'HE injectée est de 0,2 µL.

2.4 Identification des composés :

L'identification des composés de l'huile essentielle est basée sur la comparaison :

- de leurs indices de rétention sur les deux colonnes apolaires (IR_a) et polaires (IR_p), déterminés par rapport aux indices de rétention d'une gamme étalon d'alcanes ; avec ceux des composés de référence. Les pourcentages relatifs de composants ont été calculés sur la base des aires de pic CG sans utiliser de facteurs de correction. Ils sont ensuite comparés avec ceux de produits de référence (mesurés au laboratoire ou décrits dans la littérature (IR_l)) [17,18];
- de leurs spectres de masse ainsi obtenus avec ceux des produits de référence contenus dans la bibliothèque commerciale et par la comparaison des spectres de masse avec ceux de bibliothèque ou de la littérature des données [18,19].

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Rendement

L'extraction de 100 g des fruits d'*A. leucotrichus* a fourni une huile essentielle bleue à odeur très forte, avec un rendement moyen d'environ 2.3% (v/m) de la masse végétale sèche. Ce rendement appréciable est en faveur de la possibilité de l'exploitation de cette plante à l'échelle industrielle. La comparaison de ce rendement en HE avec ceux rapportés dans la littérature, montre bien que le rendement de notre échantillon présente une différence avec celui de la même espèce collectée dans des étages bioclimatiques différents d'Algérie [8]. Cette variation de rendements en HE des fruits d'*A. leucotrichus* peut être attribuée aux plusieurs facteurs tels que : l'origine de la matière végétale, les exigences édapho-climatiques de la plante, la période de la cueillette, la génétique de la plante, l'âge de la plante, le mode de séchage de la plante et la méthode d'extraction utilisée [20,21].

3.2. La composition chimique de l'huile essentielle et celle de la fraction volatile

Les analyses chromatographiques par CPG et CPG/SM de la composition chimique de l'huile essentielle et des composés volatils des fruits d'*A. leucotrichus* collectée au Sud-Est marocain (Errachidia) sont consignés dans le tableau 1.

Tableau 1 : Composition chimique de l'huile essentielle et des composés volatils des fruits d'*A. leucotrichus* collectée au Sud-Est marocain (Errachidia).

N°	Composés	RI_l^b	RI_a^c	RI_p^d	% HD ^e	% SPME ^e
1	Hexanal		773	1069	2,4	2,4
2	α-Pinène	936	928	1021	1,1	
3	β-Pinène	978	966	1109	0,5	
4	Myrcène	987	976	1158	0,2	
5	3-Carène	1010	1001	1147	0,7	
6	Limonène	1025	1019	1204	12,5	2,7
7	Néo-isopulegol	1164	1175	1591		6,2
8	Propylanisole		1185	1644		6,4
9	Cuminaldéhyde		1210	1781	1,6	
10	Pulégone	1215	1214	1644		1,7
11	Périllaldéhyde	1260	1251	1772	73,5	17,3
12	E-Anéthol	1262	1262	1795		15,3

13	α -Terpinèn-7-al	1267	1772	1,3	
14	Thymol	1267	1275	2141	19,6
15	γ -Terpinèn-7-al	1279	1854	1,5	
16	Carvacrol	1278	1284	2168	17,1
17	Dodécanal	1389	1370	1698	1,0
18	Méthyl perillate	1381	1372	1985	1,8
19	Bisabola-1,3,5,11-triène	1461	1467	1968	2,5
Total				94,7	92,2
Monoterpènes hydrocarbonés				15	2,7
Monoterpènes oxygénés				79,7	83,6
Sesquiterpènes hydrocarbonés					2,5
Composés oxygénés Linéaire non terpéniques					3,4

^a La numérotation se réfère à l'ordre d'élution sur colonne apolaire (Rtx-1) ;

^b **Ir l** = indice de rétention de littérature mesuré sur colonne apolaire (Rtx-1) ;

^c **Ir a** = indice de rétention sur colonne apolaire (Rtx-1) ;

^d **Ir p** = indice de rétention sur colonne polaire (Rtx-Wax) ;

^e Les pourcentages relatifs des constituants (%) sont calculés sur la base des aires des pics de CPG mesurées sur la colonne apolaire (Rtx-1) à l'exception des composés dont les **Ir a** sont identiques (les concentrations sont données sur la colonne polaire).

3.2.1. Composition chimique de l'huile essentielle : D'après le tableau 1, au total 10 constituants, représentant plus de 94.7% de la composition globale de l'huile essentielle des fruits d'*A. leucotrichus*, ont été identifiés sur la base de la comparaison de leurs spectres de masse et de leurs indices de rétention polaires et apolaires (**Ir p** et **Ir a**) avec ceux de composés authentiques de différentes bibliothèques. Parmi eux, cinq monoterpènes hydrocarbonés (**2,3,4,5,6**) et cinq monoterpènes oxygénés (**9,11,13,15,18**). Cette huile essentielle est caractérisée par sa teneur importante en fraction monoterpénique qui représente environ 94,7 % de la composition chimique globale de l'huile dont les monoterpènes oxygénés représentent 79,7% et les monoterpènes hydrocarbonés constituent seulement 15 %. Les principaux constituants caractéristiques de cette fraction monoterpénique sont le périllaldéhyde (73.5 %) et le limonène (12,5 %) (Figure 2).

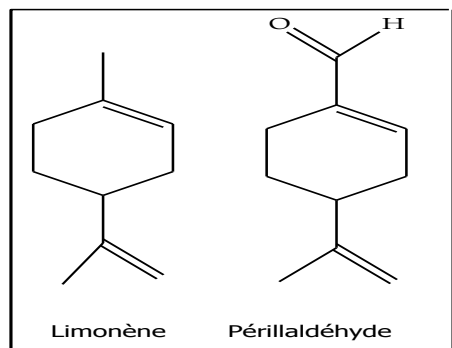


Figure 2 : Structures des principaux constituants de l'huile essentielle d'*Ammodaucus leucotrichus*.

Nous notons que l'HE de notre échantillon présente un profil chimique similaire à celui rapporté dans la littérature. Cependant certaines différences qualitatives et quantitatives ont été observées. En effet, l'HE des échantillons issus des différentes régions d'Algérie renferme les mêmes composants majoritaires obtenus dans notre étude à savoir le périllaldéhyde **11** avec 37,5-87,9% et le limonène **6** avec 6,9–23,8 % [6,7, 22].

3.2.2. Analyse des constituants volatils extraits par HS-SPME

L'étude de la fraction volatile extraite par HS-SPME a permis l'identification de onze composés, représentant plus de 92,2 % de la composition volatile (Tableau 1). Ils se regroupent en un monoterpène hydrocarboné (**6**), sept monoterpènes oxygénés (**7,8,10,11,12,14,16**), un sesquiterpène hydrocarboné (**19**), et deux composés oxygénés linéaire non terpéniques (**1,17**). Comme dans le cas de l'huile essentielle, la fraction volatile est dominée par les monoterpènes oxygénés (83,6%) dont le thymol **14** est le constituant majoritaire (19,6%), suivi du périllaldéhyde **11** (17,3%), du carvacrol **16** (17,1%) et E-anéthol **12** (15,3). Cependant, nous constatons la présence d'un seul monoterpène hydrocarboné qui est le limonène **6** avec aussi une faible teneur de 2,7 % (Figure 3).

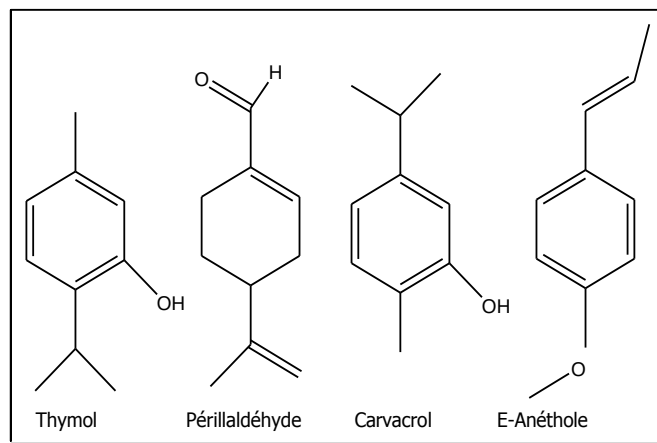


Figure 3 : Structures des principaux constituants de la fraction volatile des fruits d'*Ammodaucus leucotrichus* pré-concentrée par Headspace Solid Phase Microextraction (HS-SPME).

3.3. Comparaison de la composition de l'huile essentielle et celle de la fraction volatile

Les différences observées entre les profils chromatographiques de la fraction volatile pré-concentrée par HS-SPME et l'huile essentielle extraite par l'hydrodistillation des plantes aromatiques ont été rapportées dans la littérature. Ces différences sont quantitatives ou qualitatives. En effet, l'analyse par HS SPME/CPG/SM permet d'identifier un grand nombre de composés ou bien une moindre quantité de composés par rapport à l'analyse classique de l'huile essentielle [23, 24]. Par ailleurs, dans certains cas, les différences observées sont plutôt quantitatives [20].

La comparaison des résultats des analyses obtenus après pré-concentration par HS-SPME et l'hydrodistillation des fruits d'*Ammodaucus leucotrichus* montre des différences notables entre le profil chromatographique de la fraction volatile et celui de l'huile essentielle. De point de vue qualitatif, parmi les onze composés volatils précédemment identifiés, seuls deux d'entre eux ont été identifiés conjointement dans l'huile essentielle et dans l'espace de tête de la SPME. A l'inverse, huit constituants, détectés dans l'huile essentielle, n'ont pas été décelés dans l'espace de tête. Il s'agit de quatre monoterpènes hydrocarbonés (**2, 3, 4, 5**), et quatre monoterpènes oxygénés (**9, 13, 15, 18**) avec des teneurs comprises entre 1,3 et 1,8%. De même, neuf constituants, détectés dans la fraction volatile de l'espace de tête, n'ont pas été identifiés dans l'huile essentielle. Il s'agit, particulièrement, de six monoterpènes oxygénés (**7, 8, 10, 12, 14, 16**) dont le thymol comme constituant majoritaire de la fraction volatile avec une teneur de 19,6%, deux composés oxygénés linéaire non terpéniques (**1, 17**), et le bisabola-1,3,5,11-triène (Sesquiterpène hydrocarboné) avec une faible teneur de 2.5 % (Tableau 1). La différence est particulièrement marquée au niveau des concentrations du périllaldéhyde et du limonène avec des teneurs supérieures dans l'huile essentielle. Ceci peut être dû aux conditions de l'extraction par HS-SPME qui sont moins efficaces et convenables pour l'adsorption de ces deux constituants. D'un point de vue quantitatif, les compositions chimiques présentent un grand écart au niveau de taux de composés identifiés. En effet, les constituants de l'huile essentielle représentent plus de 94 % de la composition globale, alors que les constituants volatiles pré-concentrés par HS-SPME constituent seulement 92,2% de la composition totale. La fraction volatile est un peu riche en composés oxygénés (87%) que de l'huile essentielle (79,7%) et inversement, la teneur en composés hydrocarbonés représente dans l'huile essentielle 15% est supérieure à celle de la fraction volatile (5,2%) (Figure 4).

L'analyse des résultats obtenus par les deux techniques montre clairement une différence au niveau des concentrations des constituants majoritaires. En effet, le périllaldéhyde qui est le composé majoritaire de l'huile essentielle avec 73,5% ne représente que 17,3% dans la fraction volatile, alors que le thymol qui est le constituant principal de la fraction volatile est absent dans l'huile essentielle. De même le limonène qui est le deuxième composé majoritaire dans l'HE qui représente 12,5%, ne dépasse guère 2,7% fraction volatile. Les différences qualitatives et quantitatives importantes peuvent influencer sur l'odeur et les caractéristiques olfactives de l'huile essentielle et les composés volatiles. La grande teneur en périllaldéhyde de l'huile essentielle peut contribuer à une forte odeur particulière de l'huile essentielle.

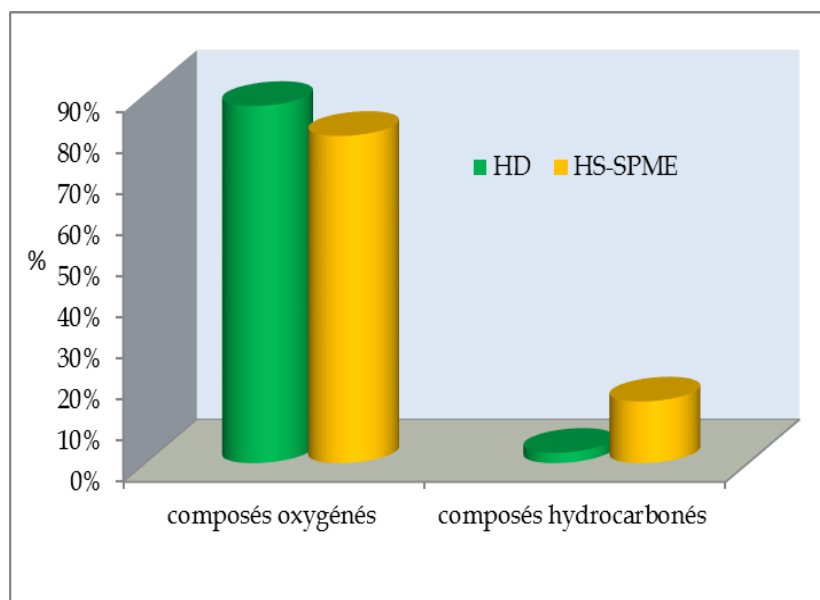


Figure 4 : Histogramme des deux familles de composants volatils d'*Ammodaucus leucotrichus* obtenus par hydrodistillation et HS-SPME.

D'une manière générale, il était difficile d'établir une corrélation directe entre les compositions chimiques de deux échantillons obtenus par hydrodistillation et par HS-SPME puisque la première technique est une technique d'épuisement de la matrice alors que la seconde est régie par un double équilibre et une compétition entre molécules interférentes au niveau des sites de fixation sur la fibre. Cependant, les différences chimiques observées peuvent être expliquées par l'influence de la température et le temps d'extraction sur l'abondance relative des différentes familles de composés (Tableau 2). En effet, l'extraction par HS-SPME a été réalisée à une température de 70 °C pendant 30 min, alors que l'hydrodistillation nécessite 180 min à une température d'environ 100 °C, ce qui peut expliquer l'absence et/ou la présence de certains composés dans les deux échantillons. En effet, d'une part, l'absence de certains composés dans l'huile essentielle est probablement due à leur perte dans la phase gazeuse et dans l'hydrolat sous l'effet de la chaleur et du pH acide imposé par l'hydrodistillation. Par ailleurs, la température et le temps d'extraction élevés favorisent l'extraction des composés de faible volatilité et de faible poids moléculaire. D'autre part, l'absence et/ou la présence de certains composés dans la fraction volatile extraite par HS-SPME peut s'expliquer par l'affinité de chaque composé vis-à-vis de la fibre d'adsorption. En effet, les composés les plus volatils et de faible poids moléculaire sont mieux détectés par HS-SPME.

Tableau 2. : Comparaison de quelques paramètres d'obtention des composants volatils de la plante étudiée par les deux techniques HS-SPME et hydrodistillation.

Techniques	<i>Ammodaucus leucotrichus</i>	
	HS-SPME	HD
Quantité de broyat végétal (g)	2	100
Temps d'extraction (min)	30	180
Température d'extraction (°C)	70	~ 100
Temps de séparation par CGSM (min)	5	35
Composé majeur identifié	Périllaldéhyde 73,5%	Thymol 17,3%
Nombre total de composants identifiés	10 (94,7%)	11 (92,2%)

HD : Hydrodistillation ; **HS-SPME :** Headspace Solid Phase Microextraction.

4. Conclusion

L'étude menée sur la plante étudiée a confirmé l'intérêt de mettre en œuvre HS-SPME en tant que méthode d'extraction simple et rapide pour accéder aux composés volatils d'une plante. Cette méthode nous a permis d'obtenir à partir d'une très faible quantité de matière végétale, l'empreinte volatile de la plante étudiée dont la composition est proche de celle de l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation. La composition chimique de l'huile essentielle obtenue par hydrodistillation et de la fraction volatile obtenue par la HS-SPME, sont très différentes. Ainsi, la HS-SPME apporte donc des informations qualitatives sur la composition de la fraction volatile de la plante étudiée. Au niveau quantitatif, les paramètres utilisés influencent grandement le rendement d'extraction.

5. REFERENCES

1. Trabut L. Flore du nord de l'Afrique : répertoire des noms indigènes des plantes spontanées, cultivées et utilisées dans le nord de l'Afrique. Imprimeries" La typolitho" et J. Carbonel réunies ; 1935.
2. Ozenda P. Flore et Végétation du Sahara. 3ème Ed, CNRS. Paris ; 1991.
3. Bellakhdar J. La pharmacopée marocaine traditionnelle. Médecine arabe ancienne et savoirs populaires. IBIS Press ; 1997.
4. Kabbaj F., Meddah B., Cherrah Y., and Faouzi E. Ethnopharmacological profile of traditional plants used in Morocco by cancer patients as herbal therapeutics. *Phytopharmacology*. 2012; 2 (2): 243-256.
5. Gherraf N., Zellagui A., Kabouche A., Lahouel M., Salhi R., and Rhouati S. Chemical constituents and antimicrobial activity of essential oils of *Ammodaucus leucotrichus*. *Arabi. J. Chem.* 2017; 10: S2476-S2478.
6. Louail Z., Kameli A., Benabdelkader T., Bouti K., Hamza K., and Krinat S. Antimicrobial and antioxidant activity of essential oil of *Ammodaucus leucotrichus* Coss. & Dur. seeds. *J. Mater. Environ. Sci.* 2016; 7(7): 2328-2334.
7. Dahmane D., Dob T., Krinat S., Nouasri A., Metidji H., and Ksouri A. Chemical composition, antioxidant and antibacterial activities of the essential oils of medicinal plant *Ammodaucus leucotrichus* from Algeria. *J. Essent. Oil. Res.* 2017; 29(1): 48-55.
8. Khaldi A., Meddah B., Moussaoui A., and Sonnet P. Anti-mycotoxin Effect and Antifungal Properties of Essential Oil from *Ammodaucus leucotrichus* Coss. & Dur. on *Aspergillus flavus* and *Aspergillus ochraceus*. *J. Essent. Oil. Res.* 2017; 29(1): 36-44.
9. Manssouri M., El Ouadi Y., Znini M., Costa J., Bouyanzer A., Desjobert J.M., and Majidi L. Adsorption proprieties and inhibition of mild steel corrosion in HCl solution by the essential oil from fruit of Moroccan *Ammodaucus leucotrichus*. *J. Mater. Environ. Sci.* 2015; 6(3): 631-646.
10. Manssouri M., Znini M., El-Harrak A., and Majidi L. Antifungal activity of essential oil from the fruits of *Ammodaucus leucotrichus* Coss. & Dur., in liquid and vapour phase against postharvest phytopathogenic fungi in apples. *J. App. Pharm.Sci.* 2016; 6 (05): 131-136.
11. Meyer-Warnod B., Natural essential oils: extraction processes and applications to some major oils. *Perfumer & Flavorist*. 1984; 9(2): 93-103.
12. Kataoka H., Lord H.L., and Pawlisyn J. Applications of solid-phase micro-extraction and gas chromatography in food analysis. *J. Chromatogr. A*. 2000; 880(1-2): 35-62.
13. Tholl D., Boland W., Hansel A., Loreto F., Röse U.S.R., and Schnitzler J-P. Practical approaches to plant volatile analysis. *Plant. J.* 2006; 45(4): 540-560.
14. Bicchi C., Cordero C., Liberto E., Sgorbini B., and Rubiolo P. Headspace sampling of the volatile fraction of vegetable matrices. *J. Chromatogr. A*. 2008; 1184(1-2): 220-233.
15. Council of Europe. European Pharmacopoeia. 3rd ed, Strasbourg. 1997; 121-122.
16. Dool H., Kratz P. A generalization of the retention index including linear temperature programmed gas liquid partition chromatography. *J. Chromat.* 1963; 11, 463-471.
17. Joulain D., König W.A. The atlas of spectral data of sesquiterpene hydrocarbons. EbVerlag, Hamburg. 1998.
18. Hochmuth D., Joulain D., König W.A. Terpenoids and related constituents of essential oils. Library of Massfinder 2. 1 University of Hamburg, Institute of organic chemistry, Hamburg, 2004.
19. Adams R.P. Identification of essential oil components by gaz chromatography/quadrupole mass spectroscopy. Allured Publ. Crop., Carol Stream, IL, USA, 2007.
20. Palá-Paúl J., Brophy J.J., Goldsack R.J., and Fontaniella B. Analysis of the volatile components of *Lavandula canariensis* (L.) Mill., an Canary Islands endemic species, growing in Australia. *Biochem. Syst. Ecol.* 2004; 32(1): 55- 62.
21. Angioni A., Barra A., Coroneo V., Dessi S., and Cabras P. Chemical composition, seasonal variability, and antifungal activity of *Lavandula stoechas* L. ssp. *stoechas* essential oils from stem/leaves and flowers. *J. Agri. Food. Chem.* 2006; 54(12): 4364-4370.
22. El-Haci I. A., Bekhechi C., Atik-Bekkara F., Mazari W., Gherib M., Bighelli A., and Tomi F. Antimicrobial activity of *Ammodaucus leucotrichus* fruit oil from Algerian Sahara. *Nat. Prod Commun.* 2014; 9(5): 711-712.
23. Zini C.A., Zanin K.D., Christensen E., Caramão E.B., and Pawliszyn J. Solid-phase microextraction of volatile compounds from the chopped leaves of three species of *Eucalyptus*. *J. Agric. Food Chem.* 2003; 51(9): 2679-2686.
24. Rohloff J. Volatiles from rhizomes of *Rhodiola rosea* L. *Phytochem.* 2002; 59(6): 655-661.



Cite this article: Mounir Manssouri, Abdeslam Ansari, Mohamed Znini, Jean Costa, et Lhou Majidi. CARACTERISATION DES COMPOSES VOLATILS D'AMMODAUCUS LEUCOTRICHUS DU MAROC PAR MICROEXTRACTION EN PHASE SOLIDE DANS L'ESPACE DE TETE (HS-SPME) ET PAR HYDRODISTILLATION COUPLE A LA CG-SM. *Am. J. innov. res. appl. sci.* 2019; 9(1): 57-63.

This is an Open Access article distributed in accordance with the Creative Commons Attribution Non Commercial (CC BY-NC 4.0) license, which permits others to distribute, remix, adapt, build upon this work non-commercially, and license their derivative works on different terms, provided the original work is properly cited and the use is non-commercial. See: <http://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>