



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

**Université des Frères Mentouri Constantine 1**

**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**

**Département de Biologie et Ecologie Végétale**



N° d'ordre .....

N° de Série .....

**Thèse**

**En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat *es* Sciences**

**Filière : Biologie Végétale**

**Option : Ecophysiologie et Biotechnologie Végétale**

**Thème**

**Etude écophysiologique, développement et  
importance des plantes médicinales du genre *Mentha*  
dans le Parc National d'El-Kala (Nord-Est Algérie)**

**Présenté par**

Amina BENABDALLAH

**Jury de soutenance :**

<b>Présidente :</b>	Mme Leila Boudour	Pr. Université Frères Mentouri 1 Constantine
<b>Rapporteur:</b>	Mr Chaabane Rahmoune	Pr. Université Frères Mentouri 1 Constantine
<b>Examineur :</b>	Mr Kamel-eddine Bazri	MCA. Université Frères Mentouri 1 Constantine
<b>Examineur :</b>	Malika Kanouni-Rached	MCA. ENSB, Constantine
<b>Examineur :</b>	Mme Ghania Ouahrani	Pr. Université Ferhat Abbas, Sétif
<b>Examineur :</b>	Mme Leila Meksem	Pr. Université Badji Mokhtar Annaba

Année Universitaire 2016 – 2017

## **Dédicace...**

Je dédie cette thèse à la mémoire de mon père....

## Remerciements

Avant tout, je tiens à remercier vivement mon encadreur le Professeur **RAHMOUNE Chaabane**, enseignant à la faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université des Frères Mentouri Constantine 1, de m'avoir toujours encouragé et motivé afin d'aller jusqu'au bout de mes recherches et aboutir à la soutenance de ma thèse. Qu'il trouve ici le témoignage de toute ma gratitude et ma reconnaissance.

Je tiens à remercier aussi madame **BOUDOUR Leila**, Professeur à l'Université des Frères Mentouri Constantine 1, d'avoir répondu favorablement en acceptant de présider mon jury.

Mes vifs remerciements vont également aux examinateurs pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse donnant de leur temps pour la lecture et la discussion de mon travail:

**Monsieur BAZRI Kamel-eddine**, MCA à l'Université des Frères Mentouri Constantine 1,

Madame **KANOUNI-RACHED Malika**, MCA à l'ENSB de Constantine,

Madame **MEKSEM Leila**, MCA à l'Université Badji Mokhtar, Annaba,

Madame **OUAHRANI Ghania**, Professeur à l'Université Ferhat Abbas, Sétif,

Je tiens à remercier monsieur **BOUSSAID Mohamed**, Professeur, à l'INSAT de Tunis, pour m'avoir ouvert les portes de son laboratoire de Biotechnologie Végétale.

Un grand merci à monsieur **MESSAOUD Chokri**, MCA, à l'INSAT de Tunis, pour son aide précieuse dans la réalisation des manipulations et traitement des résultats de ma thèse, ainsi que de m'avoir fait confiance durant mes stages.

Un grand merci à monsieur **BOUMENDJEL Mahieddine**, MCB, à l'Université Chadli Bendjedid, El-Tarf, pour m'avoir aidé durant mes sorties sur terrain, dans l'échantillonnage, les localisations et les identifications des menthes, ainsi que dans la réalisation de ce manuscrit.

Je remercie monsieur **ZAAFOUR Moncef**, MCA, à l'Université Badji Mokhtar, Annaba, pour avoir vérifié et confirmé l'identification botanique des menthes, ainsi que pour la documentation.

Pour terminer, je veux remercier tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin, directement ou indirectement, à la réalisation de ce travail.

## Résumé

Les espèces du genre *Mentha* sont largement utilisées par les habitants de la région d'El-Tarf comme condiment, herbe et aromate dans les préparations culinaires. Elles sont utilisées pour leurs propriétés thérapeutiques comme carminative, sédative, antispasmodique et pour les maux d'estomac. L'objectif de notre travail est en premier lieu d'inventorier et de cartographier les espèces de menthe présentes dans le Parc National d'El-Kala, puis en second lieu d'en évaluer le contenu en polyphénols, flavonoïdes et tanins, ainsi que l'activité antioxydante des extraits méthanoliques et des huiles essentielles des parties aériennes des six espèces sauvages de menthes, à savoir : *M. aquatica*, *M. arvensis*, *M x piperita*, *M. pulegium*, *M. rotundifolia* et *M x villosa*. D'autre part, l'étude qualitative et quantitative des huiles essentielles, obtenues par hydrodistillation, a servi à l'identification de la composition chimique établie par GC/MS et l'évaluation des activités biologiques par la méthode de DPPH, blanchiment du  $\beta$ -carotène et la chélation du fer ainsi que l'activité inhibitrice de l'acétylcholinestérase. Les extraits méthanoliques de nos menthes sont riches en polyphénols, ce qui leur confère une activité antioxydante importante variant de 7.5 $\mu$ g/ml à 44.66  $\mu$ g/ml. L'espèce *M. aquatica* possède la meilleure activité antioxydante corrélée à son contenu phénolique important, suivi de *M. arvensis* et *M. piperita* avec des valeurs très proches, comparativement à *M. pulegium*, *M. rotundifolia* et *M. villosa* avec des valeurs inférieures. Des variations qualitative et quantitative sont observées entre espèces. Le rendement en huile essentielle le plus élevé est enregistré chez *M. pulegium* avec 1.8%. Au total, 27 composés sont identifiés avec la prédominance des monoterpènes oxygénés comme le menthofurane (73.38%), rotundifolone (65.99%), pulegone (59.12%), menthol (49.89%), menthone (20.84%), neomenthol (20.76%), 1.8-cineol (18.16%) et le  $\beta$ -caryophyllène (12.55%). En général, *M. aquatica* a montré la meilleure activité antioxydante avec une  $CI_{50}$  de 0.69 $\pm$ 0.06 mg/ml obtenue par la méthode du DPPH, 0.16  $\pm$ 0.02 mg/ml par le blanchiment du  $\beta$ -Carotène et 1.73 $\pm$ 0.17 mg/ml par la méthode de chélation du fer. Alors que l'espèce *M. arvensis* excelle avec une  $CI_{50}$  de 27.5mg/ml pour l'inhibition de l'acétylcholinestérase. Ces résultats montrent que les espèces du genre *Mentha* du PNEK ont un potentiel important en polyphénols, laissant penser qu'elles pourraient être utilisées comme antioxydant naturel dans la conservation des aliments. En outre, les menthes pourraient être exploitées pour des applications pharmacologiques pour prévenir les maladies liées au stress oxydatif.

### Mots-clés:

*M. aquatica*, *M. arvensis*, *Mx piperita*, *M.pulegium*, *M. rotundifolia*, *M. x villosa*, PNEK, El-Kala, RAMSAR, phénols, flavonoïdes, tanins, huile essentielle, antioxydant, acétylcholinestérase.

## Abstract

*Mentha* species are widely used by native habitants of El-Tarf region, as condiment, flavor or herb in culinary preparations but also used for therapeutic properties as carminative, sedative, antispasmodic and well known to treat stomach pain.

The aim of this work was first to inventory and geolocalisate *Mentha* species of the National Park of El-Kala and then to investigate the total phenolics, flavonoids and tannins content and the *in-vitro* antioxidant activities of methanolic extracts and essential oils, then to evaluate the chemical composition of essential oils obtained from aerial parts of six wild *Mentha* species: *M. aquatica*, *M. arvensis*, *M x piperita*, *M. pulegium*, *M. rotundifolia* and *M x villosa*. Chemical composition was analyzed by GC-MS method and biological activities investigated by DPPH, *B*-carotene bleaching and ion chelating assays for the antioxidant activity, as well as the inhibition of acetylcholinesterase. The methanol extracts of mints were rich in phenolic compounds and exhibited a powerful antioxidant activity ranged from 7.5  $\mu\text{g/ml}$  to 44.66  $\mu\text{g/ml}$ , which varied significantly among species. *M. aquatica* stands out with an efficient antioxidant ability which is correlated to the high total phenolics contents, followed by *M. arvensis* and *M. piperita* with very close values, comparing to *M. pulegium*, *M. rotundifolia* and *M. villosa* with lowest values. Qualitative and quantitative variations were observed among species. The highest yield of oils, obtained by hydrodistillation, was recorded for *M. pulegium* with 1.8%. A total of 27 compounds were identified with the predominance of oxygenated monoterpenes such as menthofurane (73.38%), rotundifolone (65.99%), pulegone (59.12%), menthol (49.89%), menthone (20.84%), neomenthol (20.76%), 1,8-cineol (18.16%) and  $\beta$ -caryophyllene (12.55%). In general, *M. aquatica* exhibited the strongest antioxidant level with  $\text{IC}_{50}$  of  $0.69 \pm 0.06$  mg/ml assessed by DPPH assay,  $0.16 \pm 0.02$  mg/ml by  $\beta$ -Carotene bleaching and  $1.73 \pm 0.17$  mg/ml by ferrous ion chelating method. Whereas *M. arvensis* stood out with  $\text{IC}_{50}$  of 27.5 mg/ml for acetylcholinesterase inhibitory. These results show that *Mentha* species from NPEK have a great potential of polyphenols which can be used as a natural food preservative and antioxidant source. Moreover, mints could be exploited for their pharmacological application in order to prevent induced diseases related to oxidative stress.

### Keywords:

*M. aquatica*, *M. arvensis*, *Mx piperita*, *M. pulegium*, *M. rotundifolia*, *M. x villosa*, NPEK, El-Kala, RAMSAR, phenols, flavonoids, tannins, essential oil, antioxidant, acetylcholinesterase.

## ملخص

تستخدم أنواع النعناع على نطاق واسع من قبل السكان الأصليين لمنطقة الطارف (شمال شرق الجزائر)، وذلك في مختلف المجالات كعشب معطر و مضيق للنكهة في الطهي وكما تستخدم لغايات طبية كمهدء للاعصاب، مخفض للحرارة، طارد للغازات، مضاد للتشنج وآلام المعدة. الهدف من هذه الدراسة هو أولاً التعرف على أصناف النعناع الموجودة في الحظيرة الوطنية للقاللة (PNEK) وإنجاز خارطة لتوزيعها، ثم التحقيق في المحتوى الفينولي، الفلافونويد والعفص وكذا الأنشطة المضادة للأكسدة بثلاث طرق: DPPH، تبييض  $\beta$ -carotène، وترسيب شوارد الحديد، وذلك من المستخلصات الميثانولية والزيت العطرية للستة أنواع النعناع المعثور عليها، الا وهي:

*M. aquatica*, *M. arvensis*, *M. piperita*, *M. pulegium*, *M. rotundifolia*, *M. villosa*.

و كان الهدف أيضا الدراسة الكمية و النوعية للزيوت الطيارة التي تم الحصول عليها من طريق التقطير و تحليل المكونات الكيميائية بتقنية GC-MS، وكذلك تثبيط الأستيل كولين استراز AChE.

وكانت مستخلصات الميثانول من النعناع غنية بمركبات الفينول و تراوح النشاط المضاد للأكسدة من 7.5 مل/مغ الى 44.6 مل/مغ بمختلف الأنواع. كما ابرزت *M. aquatica* أكبر قدرة مضادة للأكسدة مرتبطة بمحتواها الإجمالي للفينولات، تليها *M. arvensis* و *M. piperita* مع قيم متقاربة جدا مقارنة مع *M. pulegium*, *M. rotundifolia*, *M. villosa*. ولوحظت اختلافات كمية ونوعية بين الأنواع الستة. وقد سجل أعلى مردود من الزيوت في *M. pulegium* مع 1.8%.

كما تم التعرف على 27 مركب مع أغلبية monoterpenes المؤكسج مثل menthofurane (73.38%) rotundifolone (65.99%) pulegone (59.12%), Menthol (49.89%),  $\beta$ -caryophyllene (12.55%) و neomenthol (20.76%) 1.8-cinéole (18.16%), menthone (20.84%), أظهرت *M. aquatica* أقوى مستوى مضاد للأكسدة مع  $IC_{50}$  من  $0.06 \pm 0.69$  ملغ / مل (عن طريق DPPH)،  $0.16 \pm 0.02$  ملغ / مل من تبييض الكاروتين و  $0.17 \pm 1.73$  ملغ / مل من تثبيط شوارد الحديد.

في حين أظهرت *M. arvensis* مستوى مضاد للأكسدة مع  $IC_{50}$  من 27.5 ملغ/مل لالمثبطة الأستيل كولين استراز AChE. وتشير نتائج أبحاثنا أن أنواع نعناع الحظيرة الوطنية للقاللة لديها مردود و مستوى فينولي مرتفع مم يمكن استخدامها كمادة حافظة طبيعية للأطعمة ومصدر مضادات الأكسدة. وعلاوة على ذلك، يمكن استغلال النعناع لتطبيقاتها الطبية من أجل الوقاية من الأمراض المرتبطة بالاكسدة العضوية.

**الكلمات المفتاحية:** نعناع الحظيرة الوطنية للقاللة، المحتوى الفينولي، الفلافونويد، العفص، الزيوت العطرية، DPPH، تبييض  $\beta$ -carotène، ترسيب شوارد الحديد، تثبيط الأستيل كولين استراز، *M. aquatica*, *M. arvensis*, *M. piperita*, *M. pulegium*, *M. rotundifolia*, *M. villosa*.

## Liste des figures

Figure 1. Menthe à feuilles rondes : <i>Mentha suaveolens</i> .....	6
Figure 2. Menthe à feuilles longues: <i>Mentha longifolia</i> .....	7
Figure 3. Menthe aquatique : <i>Mentha aquatica</i> L.....	8
Figure 4. Menthe des champs: <i>Mentha arvensis</i> L.....	9
Figure 5. Menthe verte: <i>Mentha spicata</i> L.....	10
Figure 6. Menthe poivrée: <i>Mentha x piperita</i> L.....	14
Figure 7. Les antioxydants synthétiques les plus utilisés.....	37
Figure 8. Les mécanismes possibles de la réaction entre la quercétine comme un flavonoïde et les radicaux DPPH .....	40
Figure 9. L'effet d'un antioxydant (AH) sur le radical DPPH.....	45
Figure 10. Structure chimique de la ferrozine.....	48
Figure 11. Réaction d'hydrolyse de l'acétylcholine.....	50
Figure 12. Réduction de DTNB par la thiocholine .....	51
Figure 13. Figure représentant l'ancien (en haut) et le nouveau zonage (en bas) du P.N.E.K.	53
Figure 14. Carte des formations végétales du Parc National d'El-Kala .....	54
Figure 15. Carte climatique de la région méditerranéenne (Desfontaines in Montgolfier, 2002) .....	55
Figure 16. Carte synthétique des précipitations annuelles moyennes en région méditerranéenne .....	55
Figure 17. Carte altimétrique de la région d'El-Tarf .....	57
Figure 18. Carte climatique de la région d'El-Tarf.....	58
Figure 19. Vue partielle du Lac Bleu - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala .....	60
Figure 20. Vue partielle du Lac des Oiseaux - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala .....	60
Figure 21. Vue partielle de Garaat Estah .....	61
Figure 22. Vue partielle du Lac Oubeira - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala .....	61
Figure 23. Vue partielle du Lac Noir - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala.....	62
Figure 24. Vue partielle du Lac Tonga - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala.....	62
Figure 25. Partie de la biodiversité végétale du Parc National d'El-Kala .....	64
Figure 26. Echantillonnages des menthes en fonction du réseau hydrographique et des sites RAMSAR .....	66



Figure 27. Courbe d'étalonnage de l'Acide gallique .....	67
Figure 28. Courbe d'étalonnage de la Rutine.....	68
Figure 29. Réaction de réduction du DPPH en présence d'un antioxydant .....	69
Figure 30. Courbe d'étalonnage de Trolox .....	70
Figure 31. Courbe d'étalonnage d'EDTA .....	71
Figure 32. Hydrodistillateur de type Clevenger .....	72
Figure 33. Schéma de la chromatographie en phase gazeuse (CPG) .....	73
Figure 34. Couplage chromatographie en phase gazeuse/Spectrométrie de masse .....	74
Figure 35. Courbe d'étalonnage du donépézile.....	76
Figure 36. Sites d'échantillonnage dans la wilaya d'El-Tarf .....	77
Figure 37. Variation des teneurs en polyphénols totaux .....	79
Figure 38. Variation des teneurs en flavonoïdes .....	80
Figure 39. Variation des teneurs en tanins condensés.....	81
Figure 40. Espèces de menthes récoltées. A: <i>M. arvensis</i> / B: <i>M. pulegium</i> / C: <i>Mx piperita</i> / D: <i>M. rotundifolia</i> / E: <i>Mx villosa</i> / F: <i>M. aquatica</i> .....	82
Figure 41. Teneur en polyphénols totaux, flavonoïdes et tanins condensés des menthes.....	83
Figure 42. Variation de l'activité antiradicalaire.....	84
Figure 43. Test de blanchissement $\beta$ -Carotène .....	85
Figure 44. Effet chélateur de fer.....	86
Figure 45. Analyse des composés principales des espèces du genre <i>Mentha</i> .....	87
Figure 46. Rendement des menthes en huile essentielle .....	90
Figure 47. Profil chromatographique GC-MS de la menthe aquatique.....	94
Figure 48. Profil chromatographique GC-MS de la menthe des champs.....	96
Figure 49. Profil chromatographique GC-MS de la menthe poivrée .....	98
Figure 50. Profil chromatographique GC-MS de la menthe pouliot.....	100
Figure 51. Profil chromatographique GC-MS de la menthe à feuilles rondes.....	102
Figure 52. Profil chromatographique GC-MS de la menthe velue.....	104
Figure 53. Dendrogramme de la composition des huiles essentielles des six espèces du genre <i>Mentha</i> .....	106

## Liste des Annexes

Annexe 1. Résultats bruts de l'Analyse en composante principale .....	143
---	-----

## Liste des tableaux

Tableau I. Espèces issues de croisements interspécifiques dans la section <i>Mentha</i> .....	15
Tableau II. Classification résumée de Lamarck .....	17
Tableau III. Classification de Bentham .....	17
Tableau IV. Classification de Wirtgen .....	19
Tableau V. Composition chimique de menthes cultivées. ....	23
Tableau VI. Principaux chémotypes rencontrés dans le genre <i>Mentha</i> .....	25
Tableau VII. Usage thérapeutique des espèces du genre <i>Mentha</i> .....	29
Tableau VIII. Liste des sites RAMSAR de la région d'Annaba et d'El-Kala.....	59
Tableau IX. Présence des six espèces de menthes dans les différents sites du PNEK.....	78
Tableau X. teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes et tanins condensés des menthes .....	83
Tableau XI. Activités antioxydantes des extraits méthanoliques des menthes .....	83
Tableau XII. Coefficients de corrélation (R) entre l'activité antioxydante et les teneurs en polyphénols, flavonoïdes et tanins des extraits méthanoliques des menthes .....	87
Tableau XIII. Composition chimique des huiles essentielles du genre <i>Mentha</i> .....	92
Tableau XIV. Variation chimique de l'huile essentielle de <i>Mentha aquatica</i> L.....	95
Tableau XV. Variation chimique de l'huile essentielle de <i>Mentha arvensis</i> L.....	97
Tableau XVI. Variation chimique de l'huile essentielle de <i>Mentha piperita</i> L. ....	99
Tableau XVII. Variation chimique de l'huile essentielle de <i>Mentha pulegium</i> L. ....	101
Tableau XVIII. Variation chimique de l'huile essentielle de <i>Mentha rotundifolia</i> L.....	103
Tableau XX. Variation chimique de l'huile essentielle de <i>Mentha villosa</i> L. ....	105
Tableau XXI. Activités antioxydante et antiacétylcholinestérase des huiles essentielles des six espèces du genre <i>Mentha</i> .....	108
Tableau XXII. Coefficients de corrélation (R) entre les composés majeurs des huiles et les activités antioxydante et antiacétylcholinestérase .....	111

## Liste des abréviations

### Abréviations botaniques

<b>Benth.</b>	Bentham
<b>Briq.</b>	Briquet
<b>Ehrh.</b>	Ehrhart
<b>Huds.</b>	Hudson
<b>Jacq.</b>	Jacquin
<b>Juss.</b>	A. Laurent de Jussieu
<b>L.</b>	Linné
<b>R. Br.</b>	Robert Brown
<b>Ten</b>	Tenore
<b>Timb.</b>	Timbal-Lagrave
<b>Willd.</b>	Willdenow

### Techniques de chromatographie :

<b>CCM :</b>	Chromatographie sur Couche Mince
<b>CPP :</b>	Chromatographie sur Plaque Préparative
<b>CLHP :</b>	Chromatographie Liquide Haute Performance
<b>GC :</b>	Chromatographie Gazeuse
<b>GC-MS :</b>	Chromatographie Gazeuse Couplé à la Spectrométrie de Masse
<b>ml :</b>	millilitre
<b>min :</b>	minute
<b>l :</b>	litre
<b>R<sub>f</sub> :</b>	Rapport frontal
<b>tr :</b>	temps de rétention
<b>u :</b>	unité

### Détermination structurale :

<b>d :</b>	doublet
<b>Hz :</b>	Hertz
<b>J (Hz) :</b>	constante de couplage exprimée en Hertz
<b>m :</b>	multiplet
<b>MHz :</b>	mégahertz
<b>s :</b>	singulet
<b>SM :</b>	Spectrométrie de Masse
<b>t :</b>	triplet
<b>UV :</b>	Ultra-Violet
<b>µg :</b>	Micro-gramme

### Activité biologique :

<b>ABTS :</b>	2,2'-azinobis-(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonique)
<b>ACh :</b>	acétylcholine
<b>AChE :</b>	Acétylcholinestérase
<b>ATC :</b>	Acétylthiocholine
<b>BChE :</b>	butyrylcholinestérase
<b>BHA :</b>	ButylHydroxyAnisole
<b>BHT:</b>	ButylHydroxyToluène

<b>TBHQ :</b>	<i>tert</i> –butylhydroquinone
<b>DPPH :</b>	1,1-Diphényl-2-PicrylHydrazyl
<b>DTNB :</b>	acide 5,5'- dithiobis-2-nitrobenzoïque
<b>DSTA :</b>	démence sénile du type Alzheimer
<b>EAG :</b>	Equivalent d'acide gallique
<b>EC :</b>	Equivalent Catéchine
<b>EDTA :</b>	Ethylenediaminetetraacetic acide
<b>EQ :</b>	Equivalent de Quercétine
<b>ER :</b>	Equivalent de Rutine
<b>ERO :</b>	Espèces Réactives de l'Oxygène
<b>IC50 :</b>	Concentration Inhibitrice à 50%
<b>I% :</b>	Pourcentage d'Inhibition
<b>MA :</b>	maladie d'Alzheimer
<b>ROS :</b>	Reactif oxygen species
<b>TNB :</b>	thionitrobenzoate

## Table des matières

RESUME.....	I
ABSTRACT .....	II
ملخص .....	III
LISTE DES FIGURES .....	IV
LISTE DES ANNEXES .....	V
LISTE DES TABLEAUX .....	VI
LISTE DES ABREVIATIONS.....	VII
TABLE DES MATIERES .....	IX
INTRODUCTION GENERALE .....	1
CHAPITRE I. LE GENRE <i>MENTHA</i> .....	4
1. Position systématique .....	4
2. Description du genre <i>Mentha</i> .....	4
2.1. <i>Mentha suaveolens</i> Ehrh. (Menthe à feuilles rondes) .....	5
2.2. <i>Mentha longifolia</i> (L.)Huds. (Menthe sauvage).....	6
2.3. <i>Mentha aquatica</i> L. (Menthe aquatique).....	7
2.4. <i>Mentha arvensis</i> L. (Menthe des champs).....	9
2.5. <i>Mentha spicata</i> L. (Menthe verte).....	10
2.5.1. Répartition et caractéristiques botaniques.....	11
2.5.2. Historique de l'origine hybride .....	11
2.6. <i>Mentha x piperita</i> L. (Menthe poivrée).....	12
2.6.1. Répartition et caractéristiques botaniques.....	12
2.7. Autres formes hybrides de la section <i>Mentha</i> .....	14
3. Historique des diverses classifications de la section <i>Mentha</i> .....	16
3.1. Classifications basées sur l'inflorescence .....	16
3.2. Classifications basées sur de nouveaux caractères.....	18

3.3. Classifications et hybrides .....	18
4. Clef de détermination et classification actuelle.....	20
4.1. Clef de détermination des menthes dans Flora Europea (1973).....	20
4.2. Classifications et relations entre espèces basées sur des critères cytogénétiques .....	22
4.3. Classifications basées sur des critères chimiques .....	24
5. L'importance économique des menthes .....	25
5.1. L'utilisation des menthes dans l'industrie alimentaire.....	25
5.2. Utilisation des menthes pour la santé .....	27
<b>CHAPITRE II. ANALYSE DES MELANGES COMPLEXES VOLATILS .....</b>	<b>31</b>
1. Les méthodes de préparation de l'échantillon.....	32
1.1. Hydrodistillation.....	32
2. Les méthodes d'identification des constituants des huiles essentielles.....	33
2.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG) .....	33
2.2. Chromatographie en phase gazeuse/Spectrométrie de masse (CPG/SM) .....	34
<b>CHAPITRE III. ACTIVITES BIOLOGIQUES .....</b>	<b>35</b>
1. Activité antioxydante .....	35
1.1. Antioxydants synthétiques .....	37
1.2. Les antioxydants naturels .....	37
1.2.1. Les flavonoides .....	38
1.2.2. Les acides phénoliques.....	40
1.3. Composition phénolique des menthes.....	41
1.4. Effets antioxydants .....	43
1.5. Tests d'activité antioxydante.....	44
1.5.1. Essai de piégeage des radicaux .....	44
1.5.2. Test du DPPH· .....	45
1.5.3. Chélation des ions ferreux.....	46
1.6. Activité anticholinestérase .....	49

1.6.1. La maladie d'Alzheimer .....	49
Définition .....	49
Histoire .....	49
Traitement .....	49
1.6.2. Mesure de l'activité anticholinestérase .....	50
<b>CHAPITRE IV. PRESENTATION DU PARC NATIONAL D'EL-KALA .....</b>	<b>52</b>
1. Le biome méditerranéen et la mosaïque d'écosystèmes présents dans la région .....	54
2. Les zones humides et aires protégées de la Numidie Orientale .....	58
3. Présentation d'une partie de la flore du Parc National d'El-Kala .....	63
<b>MATERIEL &amp; METHODES .....</b>	<b>65</b>
1. Echantillonnage .....	65
2. Matériel végétal .....	65
3. Les extraits phénoliques des six espèces du genre <i>Mentha</i> .....	66
3.1. Préparation des extraits phénoliques .....	66
3.2. Dosage des polyphénols totaux .....	66
3.3. Dosage des flavonoïdes totaux .....	67
3.4. Dosage Tanins condensés .....	68
3.5. Évaluation des activités antioxydantes .....	69
3.5.1. Test DPPH .....	69
3.5.2. Effet chélateur de fer .....	70
3.5.3. Test de blanchissement de la $\beta$ - carotène .....	71
4. Les huiles essentielles des six espèces du genre <i>Mentha</i> .....	72
4.1. Calcul du rendement en huile essentielle .....	72
4.2. Identification des huiles essentielles par GC-MS .....	72
4.3. Évaluation des activités antioxydantes .....	75
4.3.1. Test DPPH .....	75
4.3.2. Effet chélateur de fer .....	75

4.3.3. Test de blanchissement de la $\beta$ - carotène .....	75
4.4. Activité anticholinestérase .....	75
5. Analyse statistique.....	76
<b>RESULTATS &amp; DISCUSSION.....</b>	<b>77</b>
1. Distribution du genre <i>Mentha</i> .....	77
2. Analyse des extraits méthanoliques de menthes .....	79
2.1. Variation des teneurs en polyphénols totaux.....	79
2.2. Variation des teneurs en flavonoïdes.....	79
2.3. Variation des teneurs en tanins condensés .....	80
2.4. Activité antioxydante des extraits de menthes .....	83
2.5. Variation de l'activité antiradicalaire .....	84
2.6. Test de blanchissement $\beta$ -Carotène.....	84
2.7. Effet chélateur de fer .....	85
2.8. Corrélation entre les activités antioxydantes et le contenu phénolique.....	86
2.9. Différentiation chimique entre les espèces du genre <i>Mentha</i> .....	87
3. Analyse des huiles essentielles des menthes .....	90
3.1. Rendement en huiles essentielles .....	90
4. Variation chimique des huiles essentielles du genre <i>Mentha</i> .....	92
5. Composition chimique des huiles essentielles du genre <i>Mentha</i> .....	94
5.1. <i>Composition chimique de l'espèce Mentha aquatica</i> .....	94
5.2. <i>Composition chimique de l'espèce Mentha arvensis</i> .....	95
5.3. <i>Composition chimique de l'espèce Mentha x piperita</i> .....	98
5.4. <i>Composition chimique de l'espèce Mentha pulegium</i> .....	100
5.5. <i>Composition chimique de l'espèce Mentha rotundifolia</i> .....	102
5.6. <i>Composition chimique de l'espèce Mentha villosa</i> .....	104
6. L'activité antioxydante.....	108
7. Activité antiacétylcholinestérase .....	110



<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>112</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>114</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>143</b>

## Introduction générale

La majorité des plantes aromatiques et médicinales renferme des composés chimiques dotés de propriétés antioxydantes. Plusieurs études qui ont été menées sur certaines plantes ont conduit au développement de formulations d'antioxydants naturels pour l'usage alimentaire, cosmétique et autres applications. Parmi ces composés naturels, les polyphénols constituent un des groupes essentiels des substances issues des plantes agissant comme neutralisant des radicaux libres et donc comme antioxydants.

De nos jours, les recherches scientifiques ont révélé que les propriétés antioxydantes des extraits des plantes procurent un effet bénéfique à la santé humaine. Le pouvoir antioxydant est largement utilisé comme paramètre important pour caractériser la valeur nutritive d'un aliment ou d'une plante ainsi que leurs composants bioactifs essentiels. Récemment, l'intérêt à chercher des ressources antioxydantes naturelles a augmenté dans le but de remplacer les antioxydants synthétiques, dont l'utilisation est de plus en plus limitée à cause de leurs effets secondaires comme la carcinogénèse.

La famille des *Labiatae* comprend environ 220 genres et 3300 espèces qui sont largement utilisées pour diverses fins à travers le monde. Les espèces appartenant à la famille des *Labiatae* sont riches en composés phénoliques et un grand nombre d'entre elles sont renommées pour leur propriété antioxydante.

Le genre *Mentha* appartient à la famille des *Lamiaceae* et comprend 61 espèces divisées en quatre sections, à savoir *Pulegium*, *Tubulosae*, *Eriodontes* et *Mentha* qui sont répandues à travers le monde, spécialement des les régions tempérées. Des hybridations interspécifiques naturelle sont observées avec une haute fréquence tant chez les populations cultivées que chez les espèces sauvages du genre *Mentha*.

Les menthes sont utilisées en parfumerie, en confiserie et en préparations pharmaceutiques. Elles sont aussi employées dans différents traitements thérapeutiques traditionnels comme

## Introduction générale

---

remèdes naturels ainsi que dans l'industrie alimentaire comme additif ou pour rehausser le goût et ce pour leurs propriétés olfactives.

Plusieurs préparations comme l'infusion, la décoction et l'hydrolat des parties aériennes des espèces du genre *Mentha* ont été utilisées pendant des siècles comme agent tonique, carminatif, digestif, stomachique, antispasmodique et anti-inflammatoire en médecine populaire algérienne. Toutes ses propriétés, typiques aux menthes, ont été attribuées à la combinaison des dérivés phénoliques.

En outre, les espèces du genre *Mentha* sont connues pour leur aptitude à neutraliser les radicaux libres aussi bien que leur usage comme antioxydants primaires qui peuvent réagir avec les radicaux libres et limiter le stress oxydant qui attaque les systèmes alimentaire et biologique.

Le genre *Mentha*, dont le nom commun en Algérie est "Naânaâ", est largement utilisé en cuisine et dans la médecine traditionnelle. Il est généralement consommé sous forme d'infusion et ajouté à différentes préparations pour rehausser le goût. Les différentes préparations telles que l'infusion, la décoction et l'hydrolat des parties aériennes de diverses espèces de menthes ont été utilisées pendant des siècles comme agents tonique, carminative, digestive, stomachique, antispasmodique et anti-inflammatoire dans la médecine traditionnelle algérienne.

De nos jours, l'intérêt aux composés bioactifs naturels a augmenté. Ces constituants peuvent préserver la santé humaine des dégâts causés par le stress oxydatif et inhiber les enzymes impliquées dans de multiples maladies. Récemment, des études sur la composition chimique, l'activité antimicrobienne, le pouvoir antioxydant et insecticide de *Mentha pulegium*, *Mentha rotundifolia* et *Mentha spicata* ont été conduites dans la région de Bejaïa. En outre, la composition phénolique, le pouvoir antioxydant et l'effet inhibiteur de la tyrosinase de ces trois espèces ont également été rapportés.

Par ailleurs, les extraits organiques des espèces du genre *Mentha*, évalués précédemment, ont exhibé une activité antioxydante très intéressante corrélée à leur forte teneur en polyphénols.

## Introduction générale

---

Des résultats efficaces sur l'activité anti-acétylcholinestérase par les huiles essentielles du genre *Mentha* ont été enregistrés par une équipe de recherche brésilienne. Toutefois, il n'y a pas d'études précédentes concernant l'inhibition de l'acétylcholinestérase des espèces du genre *Mentha* en Algérie.

Basées sur ces réflexions, nous avons jugé utile d'estimer, en premier lieu, la teneur en polyphénols totaux, flavonoïdes, tanins condensés et les activités antioxydantes des six espèces sauvages appartenant au genre *Mentha*, prospectées et récoltées au Parc National d'El-Kala (PNEK), situé dans la wilaya d'El-Tarf, à savoir : *M. aquatica*, *M. arvensis*, *M. x piperita*, *M. pulegium*, *M. rotundifolia* et *M. x villosa*. Puis, d'établir la composition chimique des huiles essentielles des six espèces de menthes, et d'évaluer l'activité antioxydante par trois méthodes et de tester l'effet inhibiteur de l'acétylcholinestérase de ces six menthes.

Il est à noter qu'aucun travail précédent n'a porté sur ces six espèces de menthes, ni dans le PNEK, ni en Algérie. Ceci est en partie dû à l'absence de signalement de ces six espèces dans les principales sources bibliographiques tels que Quezel et Santa (1963) et Brahmi et al. (2012 ; 2014 ; 2016). Ceci fait de la présente thèse une première sur le plan des inventaires des espèces de menthe en Algérie, en plus des propriétés jamais étudiées auparavant sur ces populations du Parc National d'El-Kala.

## **Chapitre I. Le genre *Mentha***

### **1. Position systématique**

Plusieurs propositions de positions systématique existent dans le monde, nous en présentons à titre d'exemple celle de Bachman (2016) ci-dessous:

<b>Domaine</b>	<i>Eukaryota</i>
<b>Sous-domaine</b>	<i>Bikonta</i>
<b>Règne</b>	<i>Plantae</i>
<b>Division</b>	<i>Magnoliophyta</i>
<b>Classe</b>	<i>Magnoliopsida</i>
<b>Ordre</b>	<i>Lamiales</i>
<b>Famille</b>	<i>Lamiaceae</i>
<b>Genre</b>	<i>Mentha</i> L., 1753

### **2. Description du genre *Mentha***

Le genre *Mentha*, dont les espèces colonisent les cinq continents, est divisé en 5 sections. La section *Audibertia* (Benth) Briq. compte une seule espèce, *M. requienii* Benth. qui est endémique de quelques îles méditerranéennes, la Corse, la Sardaigne, l'île de Montecristo. Cette espèce est la seule menthe protégée. La section *Eriodontes* Benth, inclut les menthes australiennes, *M. satureioides* R. Br. et *M. cunninghamii* Benth.

D'après les études morphologiques et cytologiques, les liens de parenté avec les espèces de l'hémisphère nord restent obscurs. La section *Pulegium* (Miller) DC., originaire d'Europe du sud mais cultivée et dispersée vers le nord, rassemble trois espèces, *M. micrantha* (Benth) Schost.-Desjat., *M. pulegium* L. et *M. gattefossei* Maire. La section *Preslia* (Opiz) Harley. se limite à l'espèce *M. cervina* L. **Harley et Brighton (1977)** ont noté la ressemblance de l'espèce avec certaines formes de *M. gattefossei* du sud ouest de l'Europe. Finalement, la section *Mentha* compte le plus grand nombre d'espèces et d'hybrides. Elle rassemble des espèces légitimes diploïdes, *M. suaveolens* Ehrh., *M. longifolia* (L.) Huds., des polyploïdes, *M. arvensis* L., *M. aquatica* L. et des hybrides dont les plus connus sont *M. spicata* L. et *M. x piperita* L. car commercialement intéressants. L'autogamie (cleistogamie) et l'allogamie (gynodioécie et protandrie) sont communes chez les menthes (**Harley et Brighton, 1977; Hedge, 1992**). De plus, les menthes peuvent se multiplier par

l'intermédiaire d'un puissant système de reproduction végétative (rhizomes), ce qui permet aux hybrides stériles de persister.

### **2.1. *Mentha suaveolens* Ehrh. (Menthe à feuilles rondes)**

Cette espèce a longtemps été connue sous le nom de *M. rotundifolia* (L.) Huds. (**Harley et Brighton, 1977**). Elle est apparue la première fois dans le *Species Plantarum* (1753) de Linné, comme une variété de *M. spicata* (**Harley, 1972**). Trois synonymes sont trouvés dans la littérature de 1753 à nos jours: *M. macrostachya* Ten., *M. rotundifolia* (L.) Huds., *M. rotundifolia* auct., non (L.) Huds. Cette menthe colonise les lieux humides le long des fossés, et le bord des chemins.

*Mentha suaveolens* L. est principalement une plante de plaine de la région méditerranéenne, de l'Afrique du Nord, mais aussi de l'Europe de l'ouest et de l'Europe centrale. *Mentha suaveolens* L. est une menthe vivace à tiges dressées, fermes, tétragones, rameuses au sommet, à rameaux courts, étalés. Les feuilles sont épaisses, arrondies, vertes et pubescentes au dessus, blanches et tomenteuses en dessous (Figure 1).

Les fleurs sont blanches ou roses, en glomérules nombreux, disposés eux-mêmes en épis terminaux allongés, grêles, cylindriques, compactes. L'inflorescence est de type spicaté. Le calice est hérissé de poils blancs. La corolle est glabre en dedans, hérissée en dehors. Les étamines sont saillantes et les fruits lisses. *Mentha suaveolens* L. présente la diversité morphologique la plus faible de toutes les espèces de la section *Mentha*. Le nombre de chromosomes de cette espèce est de 24 (**Harley et Brighton, 1977**).



**Figure 1. Menthe à feuilles rondes : *Mentha suaveolens*<sup>1</sup>**

### **2.2. *Mentha longifolia* (L.)Huds. (Menthe sauvage)**

Cette menthe est appelée vulgairement Baume sauvage et peut également être reconnue sous les synonymes *M. silvestris* L., *M. spicata* L. var. *longifolia* L., *M. incana* Willd. Son odeur est aromatique, forte et pénétrante. Contrairement à *M. suaveolens* Ehrh., *M. longifolia* (L.) Huds., présente une vaste diversité morphologique (Harley et Brighton, 1977), et a été par conséquent, traitée par les taxonomistes comme étant composée de nombreuses sous-espèces, variétés et formes. *Mentha longifolia* (L.) Huds. est une espèce de montagne qui croît dans les lieux humides, sur le bord des ruisseaux, des fossés ou des chemins.

L'espèce est composée d'un nombre de populations plus ou moins isolées dans les régions montagneuses s'étendant des îles Canaries, du Maroc et de l'Europe de l'ouest, excluant l'Angleterre et l'Europe du nord, passant à travers les Alpes et la Méditerranée jusqu'à l'Himalaya, et s'étendant vers le sud en passant par l'Ethiopie et les régions montagneuses du Kenya au Cap de Bonne Espérance (Harley, 1966).

*Mentha longifolia* (L.) Huds. est une plante à tiges dressées, fermes, tétragones, rameuses au sommet, à rameaux courts, étalés, nombreux (Figure 2). Les feuilles sont épaisses, ovales, oblongues ou lancéolées. Les fleurs sont roses pâles ou blanches, toujours réunies en nombreux glomérules, disposés eux-mêmes en épis terminaux, allongés, grêles, cylindriques (Figure 2). L'inflorescence est identique à celle de *M. suaveolens*, c'est-à-dire

---

<sup>1</sup><http://www.flora-phyto.com/plantes/mentha-suaveolens-ehrh-subsp-suaveolens>

de type spicaté. Le calice est couvert de poils, les étamines sont saillantes et les fruits sont verruqueux (**Harley et Brighton, 1977**).



**Figure 2. Menthe à feuilles longues: *Mentha longifolia*<sup>2</sup>**

### **2.3. *Mentha aquatica* L. (Menthe aquatique)**

*Mentha aquatica* (L.) croît sur le bord des eaux, dans les lieux humides et marécageux. *Mentha aquatica* L. est une menthe vivace, à tiges tétragones, simples ou rameuses. Les feuilles sont ovales ou oblongues, couvertes sur les deux faces de poils assez nombreux. Les fleurs sont roses, disposées en glomérules peu nombreux, tous réunis en tête terminale et subglobuleuse (Figure 3).

L'inflorescence est de forme capitée. La corolle est velue à l'intérieur et les fruits sont globuleux et verruqueux. Les comptages chromosomiques de cette espèce ont montré qu'elle était octoploïde soit  $2n = 96$  (**Harley et Brighton, 1977**). Les travaux de **Ruttle (1931)** ont montré que l'espèce *M. aquatica* L. aurait donc une origine allopolyploïde.

---

<sup>2</sup>*Mentha longifolia* (L.) Huds., 18 August 2007, © Beat Bäumler – Soubey (JU)





**Figure 3. Menthe aquatique : *Mentha aquatica* L.<sup>3</sup>**

---

<sup>3</sup>Woluwe-Saint-Pierre, Bruxelles, Belgique - 10/09/2008 - Photographie originale réalisée par Eric Walravens

### 2.4. *Mentha arvensis* L. (Menthe des champs)

Cette espèce se plaît dans les lieux humides, dans les champs, sur le bord des fossés et des chemins. Son aire de répartition s'étend à l'est de l'Europe, dans les zones tempérées et tropicales de l'est de l'Asie et au-delà dans le Nord de l'Amérique. Les formes sauvages ne sont retrouvées qu'en Amérique du nord et en Chine. La lignée *arvensis* aurait évolué entre l'éocène et jusqu'aux dernières glaciations de l'ère quaternaire, périodes auxquelles l'Asie et l'Amérique du nord étaient reliées (Tucker, 1997).

*Mentha arvensis* L. est une menthe vivace, velue, quelquefois presque glabre. Les tiges sont tétragones, simples ou rameuses à feuilles ovales, obtuses (Figure 4). Les fleurs sont disposées en glomérules nombreux, axillaires, tous plus ou moins espacés. La corolle est rose, velue à l'intérieur. Les étamines sont saillantes et les fruits sont lisses. *Mentha arvensis* L. est une espèce hexaploïde, soit  $2n = 72$  chromosomes (Harley et Brighton, 1977). *Mentha arvensis* var. *piperascens* Holmes, cultivée en Asie comme source de menthol, spécimen originaire du Japon, est sans exception octoploïde avec  $2n = 96$ . Contrairement à *M. aquatica* L.



Figure 4. Menthe des champs: *Mentha arvensis* L.<sup>4</sup>

---

<sup>4</sup><https://www.ct-botanical-society.org/Plants/view/380>

### 2.5. *Mentha spicata* L. (Menthe verte)

Dans les jardins, cette menthe est souvent appelée Baume et de nombreux synonymes ont été rapportés: *M. viridis* L., *M. x rotundifolia* (L.) Huds., *M. spicata* var. *rotundifolia* L., *M. niliaca* Juss. Ex Jacq, *M. amaurophylla* Timb-Lagr, *M. x villosa* Huds., *M. x nemorosa* Willd. D'après les données morphologiques, cytologiques et biochimiques (**Schürhoff 1929; Heimans 1938; Harley, 1966**), *M. spicata* L. (Figure 5). a été décrite comme étant l'hybride fertile issu du croisement *M. suaveolens* Ehrh. x *M. longifolia* (L.) Huds., deux espèces diploïdes étroitement apparentées et interfertiles.

Cet hybride se comporte alors comme un allopolyploïde qui, par autofécondation, présente les caractères parentaux dans sa progéniture (**Harley, 1967, 1972**). *Mentha spicata* L. est une espèce extrêmement variable et polymorphe (**Harley, 1966**).



Figure 5. Menthe verte: *Mentha spicata* L.<sup>5</sup>

---

<sup>5</sup><https://florapittsburghensis.files.wordpress.com/2009/09/2009-09-12-mentha-spicata-01.jpg>

### 2.5.1. Répartition et caractéristiques botaniques

*Mentha spicata* L. a été considérée par certains auteurs comme une simple variété de *M. longifolia* (L.) Huds. *Mentha spicata* L. est probablement apparue en culture, étant donné qu'aucune distribution natale n'ait été reconnue. Cette espèce, largement cultivée pour son huile et sa vigueur a été fréquemment acclimatée particulièrement en Europe et aux États-Unis (**Harley, 1972**). Cette menthe est vivace, à tiges dressées, fermes, à feuilles lancéolées (Figure 5). Les fleurs sont roses pâles ou blanches, rassemblées en glomérules disposés eux-mêmes en épis terminaux (**Morton, 1956**).

### 2.5.2. Historique de l'origine hybride

L'origine hybride de *M. spicata* L. a souvent été remise en question au cours du temps. Cependant, **Malinvaud (1898)** avait noté l'existence de cet hybride, appelé à l'époque *M. x villosa* Huds., ainsi que les espèces impliquées dans ce croisement. Ainsi, il a écrit (à l'époque, *M. rotundifolia* et *M. silvestris* étaient synonymes de *M. suaveolens* Ehrh. et *M. longifolia* L., respectivement): « Les *M. rotundifolia* et *silvestris* s'hybrident invinciblement partout où ils sont en société ou au voisinage l'un de l'autre. Nous en sommes encore à découvrir en France une exception à cette règle, et les individus issus de ce croisement se montrent souvent en telle abondance qu'on a pu croire qu'ils représentaient l'espèce légitime ou dominante. Nous avons obtenu expérimentalement les hybrides de cette catégorie. Ils ont une importance singulière, parce qu'ils sont en contradiction avec l'opinion généralement admise sur l'existence accidentelle et, le plus souvent, peu stable des productions hybrides.

La conservation des hybrides est favorisée par le mécanisme d'un puissant système végétatif, assurant, à l'aide de stolons et de drageons, une propagation presque indéfinie de la plante, sans le concours des organes sexuels, qui sont le plus souvent, surtout les mâles, imparfaitement développés. La végétation des individus hybrides, ordinairement plus vigoureuse que celle des parents, parvient même, dans certains cas, à supprimer ceux-ci, et peut devenir prédominante, sinon même exclusive, dans la localité où ils ont pris naissance ». A la même époque, Malinvaud a justifié l'origine hybride de *M. x villosa* Huds. en l'obtenant expérimentalement dans ses cultures, par le croisement *rotundifolia x silvestris*.

En 1923, l'abbé Charbonnel, a noté l'existence abondante de *M. spicata* partout où les *M. rotundifolia* et *M. silvestris* se rencontraient, tantôt en compagnie des deux parents, ou de l'un d'eux seulement, tantôt complètement isolée. Morton (1956) étudia *M. x nemorosa* Willd. (synonyme de *M. spicata*) et confirma le croisement *suaveolens* x *longifolia* pour cette menthe. Cependant, il mentionna l'existence d'un autre hybride, *M. x alopecuroides*, ayant les mêmes parents que *M. x nemorosa*. L'auteur émit une hypothèse basée sur la manière par laquelle les deux hybrides sont apparus, *M. x alopecuroides* étant produit quand *M. suaveolens* est le parent femelle et *M. x nemorosa* quand *M. longifolia* est le parent femelle.

L'origine hybride de *M. spicata* L. a été remise en question par Sobti en 1965. En effet, ce dernier a étudié un hybride qu'il a synthétisé entre un individu *M. suaveolens* Ehrh. d'origine européenne et *M. longifolia* subsp. *Himalaiensis* Briq. qu'il appelait *M. longifolia*. Cependant, cette sous-espèce de *M. longifolia* est restreinte à l'Himalaya et diffère de toutes les autres menthes spicatées, incluant la *M. longifolia* typique, en possédant des feuilles pétiolées. Cet auteur a revendiqué que *M. spicata* L. ne pouvait résulter de l'hybridation entre *M. suaveolens* et *M. longifolia* car selon lui les deux espèces diploïdes sont séparées géographiquement et deuxièmement parce que l'hybride F1 est très différent en apparence de *M. spicata* L.. Selon **Harley et Brighton (1977)**, les conclusions de Sobti étaient mal fondées.

Premièrement, un mauvais croisement était considéré par le fait que l'individu *M. longifolia* n'était pas d'origine européenne mais restreinte à une région géographique particulière, et qu'ils plus possédaient des feuilles sessiles. Deuxièmement, il faisait erreur en pensant que les deux espèces ne se chevauchaient pas géographiquement. Bien que ces deux espèces diploïdes aient des caractéristiques écologiques différentes, *M. suaveolens* Ehrh. est présente dans l'aire de répartition de *M. longifolia* L. et des populations hybrides étendues sont fréquentes. *M. spicata* L., hybride fertile, présente d'autre part, l'aptitude à se croiser avec d'autres espèces de la section *Mentha*.

## **2.6. *Mentha x piperita* L. (Menthe poivrée)**

### **2.6.1. Répartition et caractéristiques botaniques**

La menthe poivrée, *M. x piperita* L., est cultivée dans la plupart de nos jardins. Son odeur est forte, pénétrante et suave. La variété Mitcham, originaire d'Angleterre, est très cultivée

et utilisée en médecine et confiserie. *Mentha x piperita* L. est l'hybride stérile issu du croisement *M. aquatica* L. x *M. spicata* L.. *Mentha x piperita* L. est une menthe vivace à tiges dressées, tétragones, rameuses au sommet. Les feuilles sont d'un vert intense. Elles sont ovales, oblongues ou lancéolées. Les fleurs sont d'un rose violacé, en glomérules plus ou moins nombreux, disposés eux mêmes en épis terminaux, cylindriques-oblongs (Figure 6). Le calice est glabre ainsi que la corolle et les étamines sont saillantes.

La ressemblance entre *M. x piperita* et *M. aquatica* avait conduit Linné, à l'époque, à considérer *M. x piperita* L. comme une forme glabre de *M. aquatica* L. (**Timbal-Lagrave, 1860**). **Schürhoff, en 1929**, affirmait clairement que *M. x piperita* L. était l'hybride de *M. viridis* (synonyme de *M. spicata* à l'époque) et de *M. aquatica* L. La même année, l'abbé Charbonnel publiait un article dont le titre était : « Contre l'hybridité du *Mentha piperita* Huds. ». Celui-ci s'insurgeait de l'interprétation de Schürhoff et argumenta son opinion en se basant sur les caractères morphologiques des deux parents présumés.

Voici son interprétation: «*M. viridis* L. a les dents calicinales ciliées et le calice pubescent dans sa partie supérieure. Il n'existe pas, à ma connaissance, de *M. viridis* L. à calice et à dents complètement glabres. Le *M. aquatica* L. a ses organes pubescents et même velus. Or la combinaison *viridis x aquatica* ne peut donner un produit à calice et à dents complètement glabres, comme la plupart des formes de *M. piperita* Huds. Mes observations ont porté sur une centaine de formes, de localités diverses, de *M. viridis* et *M. aquatica*. Si des collègues mieux informés peuvent me montrer des *M. viridis* L. et des *M. aquatica* L. à calice et à dents calicinales complètement glabres et non ciliés, et en même temps des étamines saillantes à pollens mélangés de *M. piperita* Huds., je leur en serai vivement reconnaissant, et l'hybridité du *M. piperita* Huds, sera un fait démontré.». Des travaux ultérieurs, principalement basés sur des comptages chromosomiques, ont confirmé l'origine hybride de *M. x piperita* L. (**Ruttle, 1931, Sobti, 1965, Harley et Brighton, 1977**).

Mis à part les deux cytotypes les plus couramment rencontrés,  $2n = 66$  et  $2n = 72$ , d'autres nombres chromosomiques ont été rapportés. D'après **Harley et Brighton (1977)**, quelques-uns d'entre eux sont sans aucun doute dus à des erreurs d'identification. Ces auteurs ont d'ailleurs fait germer des graines de *M. x piperita* L. proposées par le commerce, qui n'ont d'une part pas germées, ou alors ont produites des formes variées de *M. spicata* L. Ceci peut expliquer la grande proportion de comptages à  $2n = 48$  pour *M. x piperita* L., notamment par **Sobti (1965)**.



Figure 6. Menthe poivrée: *Mentha x piperita* L.<sup>6</sup>

### 2.7. Autres formes hybrides de la section *Mentha*

La proximité naturelle ou contrainte par les cultures humaines, des différentes espèces de menthes ou hybrides, entraîne des fécondations interspécifiques et des rétrocroisements. Autant les croisements interspécifiques au sein de la section *Mentha* sont fréquents autant les croisements naturels entre sections dans le genre *Mentha* sont impossibles (**Harley et Brighton, 1977**). Des études ont tenté d'obtenir des hybridations entre la section *Pulegium* et la section *Mentha*. Quelques individus stériles, très sensibles aux pathogènes ont été obtenus. Ces résultats suggèrent une relation phylogénétique assez proche entre les deux genres.

La puissance du système de reproduction végétative des menthes ainsi que la vigueur des hybrides, conduisent à la propagation des individus hybrides le plus souvent stériles. A cause de leurs qualités organoleptiques et pharmaceutiques, certains ont été cultivés dans des jardins privés ou sur de plus larges parcelles depuis l'antiquité. Les espèces *M. spicata* L., *M. x microphylla* L. et *M. x piperita* L. par exemple, gagnant ainsi leur statut d'espèces. Certains ont été naturalisés mais hors du contexte où ils sont apparus, ce qui rend la recherche de leur origine difficile.

Les analyses morphologiques des formes hybrides peuvent apporter quelques éléments, des études de descendance de croisements orientés également. Ces dernières se montrent souvent décevantes à cause de l'échantillonnage qui ne peut pas être exhaustif et de la forte

---

<sup>6</sup>[https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/2/25/Starr\\_070906-8848\\_Mentha\\_x\\_piperita.jpg](https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/2/25/Starr_070906-8848_Mentha_x_piperita.jpg)

## Revue de littérature : Analyse des mélanges complexes

hétérozygotie des parents. La plasticité phénotypique de la plupart des espèces est aussi un handicap à la reconnaissance systématique des hybrides, renforcé par les rétrocroisements et l'introgession de caractères parentaux.

Il s'établit ainsi des gradients morphogénétiques comme cela a été supposé entre *M. longifolia* L., *M. suaveolens* Ehrh., *M. x spicata* L. et *M. x microphylla* C. Koch dans les Balkans entre les zones de montagne et de plaine (**Harley et Brighton, 1977**). Le tableau I résume les hybrides reconnus par *Flora europaea* et leur origine, le triple hybride *M. x smithiana* (*M. aquatica* x *M. arvensis* x *M. x spicata*) doit également être mentionnée ainsi que *M. x tutinii* (*M. x piperita* x *M. suaveolens*). La diversité des formes et des noms est d'un autre coté alimentée par la reconnaissance de variétés et cultivars obtenus ponctuellement au cours de la domestication, comme par exemple *M. x piperita citrata* ou *M. arvensis* var. *piperascens*.

**Tableau I. Espèces issues de croisements interspécifiques dans la section *Mentha***

Espèces	<i>M. longifolia</i>	<i>M. suaveolens</i>	<i>M. aquatica</i>	<i>M. arvensis</i>
<i>M. suaveolens</i>	<i>M. x spicata</i> <i>M. x microphylla</i> <i>M. x rotundifolia</i> (L.) Huds.			
<i>M. aquatica</i>	<i>M. x dumetorum</i>	<i>M. x maximiliana</i> F. W. Schultz		
<i>M. arvensis</i>	<i>M. x dalmatica</i>	<i>M. x muellerana</i> F. W. Schultz	<i>M. x verticillata</i> L.	
<i>M. spicata</i>	<i>M. x villosonervata</i> Opiz	<i>M. x villosa</i> Hudson	<i>M. x piperita</i> L.	<i>M. x gentilis</i> L.
<i>M. x microphylla</i>		<i>M. x digenea</i> Briq.ex Petrak	<i>M. x pyramidalis</i> Ten.	Hybridation forcée possible

L'étude des différentes espèces de la section *Mentha* a abouti à un grand nombre de descriptions qui s'est accompagnée au cours du temps de l'établissement de diverses classifications basées tout d'abord sur des critères morphologiques, puis cytologiques et enfin chimiques. Il apparaît intéressant de retracer l'historique des classifications majeures de la menthe à travers quelques exemples, pour comprendre l'évolution du choix des caractères pris en compte. Cet aperçu historique montre d'une part la complexité de la botanique des menthes mais aussi la difficulté de retracer les liens phylogénétiques entre les espèces.



### **3. Historique des diverses classifications de la section *Mentha***

Les auteurs anciens des XVI<sup>ème</sup> et XVII<sup>ème</sup> siècles étudiaient et classaient les menthes sur la base de leurs odeurs et de leurs vertues thérapeutiques (**Pérard, 1876**). La valeur économique de la menthe a incité d'importantes études tant au niveau botanique, cytologique, phytochimique que génétique. C'est ainsi que dès le commencement du XVIII<sup>ème</sup> siècle, plusieurs classifications des menthes virent le jour, basées uniquement sur des caractéristiques botaniques.

#### **3.1. Classifications basées sur l'inflorescence**

Au commencement du XVIII<sup>ème</sup> siècle, en 1719, Tournefort (botaniste français) réunit dans ses *Institutiones rei herbariae*, toutes les menthes dans un seul groupe ou genre *Mentha*. Linné, botaniste suédois poussa plus loin la réforme commencée par Tournefort, et caractérisa par un seul nom chaque espèce du genre *Mentha*. Il divisa ce dernier, dans son *Species* (1763), en trois sections : *Menthae spicatae*, *capitatae* et *verticillatae*, selon la forme de l'inflorescence.

A la fin de ce XVIII<sup>ème</sup> siècle, le genre *Mentha* ne renfermait qu'un très petit nombre d'espèces. Lamarck (1778) divisa ensuite le genre *Mentha* en deux sections principales, selon la disposition des fleurs mais aussi selon le caractère sessile ou pétiolé des feuilles, le tableau II résume sa classification. En 1797, dans le *Systemavegetabilium* de Murray, une quinzaine d'espèces de menthes est répertoriée, simplement décrites méthodiquement et successivement. Aucune division du genre n'apparaît dans ce *Systema*.

Le système de Lamarck a servi de base à la plupart des travaux botaniques portant sur la menthe. Cependant, quelques botanistes n'ont pas voulu admettre la réunion des menthes ayant l'inflorescence en épi ou en tête terminale, proposée par Lamarck. Ainsi en 1813, un botaniste belge, M. Lejeune, qui a étudié avec soin les menthes de Belgique, revient à la division Linnéenne avec la forme de l'inflorescence : *Spicatae*, *Capitatae* et *Verticillatae*. En 1832-1836, Bentham, dans son *Genera et Species Labiatarum*, décrit les espèces du genre *Mentha* en les énumérant successivement dans un certain ordre, mais sans établir de section.

## Tableau II. Classification résumée de Lamarck

1° Fleurs disposées en tête ou en épi	Feuilles		Espèces actuelles*
Feuilles pétiolées	Feuilles ovales, épi court et en tête		<i>M. aquatica</i> L.
	Feuilles lancéolées, épi grêle et allongé		<i>M. spicata</i> L.
	Feuilles vertes et glabres des deux côtés		<i>M. spicata</i> L.
Feuilles sessiles	Feuilles blanchâtres et cotonneuses	ridées	<i>M. spicata</i> L.
		non ridées	<i>M. longifolia</i> L.
2° Fleurs disposées en verticilles axillaires	Feuilles		Espèces actuelles
Feuilles sessiles et linéaires			<i>M. cervina</i> L.
	Feuilles petites et obtuses		<i>M. pulegium</i> L.
Feuilles pétiolées, lancéolées ou ovales	Feuilles pointues au sommet	Tiges et feuilles velues	<i>M. arvensis</i> L.
		Tiges et feuilles glabres	<i>M. exigua</i> L.

\* Synonymes des espèces actuelles utilisés par Lamarck: *M. viridis* = *M. spicata*; *M. silvestris* = *M. longifolia*.

Ce même auteur en 1848, a publié dans le *Prodomus regni vegetabilis*, une classification générale des menthes en quatre sections, basée sur la forme de l'inflorescence et des feuilles, sessiles ou pétiolées, caractères proposés en 1778 par Lamarck (Tableau II). Il a appelé Terminales les menthes dont les verticilles de fleurs sont en tête ou en épi et comprises dans la première division de Lamarck, et *Arvenses* celles qui ont l'inflorescence en verticilles axillaires. Cependant, il a constitué de plus deux groupes spéciaux; l'un, sous le nom d'*Eriodontes*, contient les espèces australiennes, l'autre les *Pulegia* rassemble *M. pulegium* et *M. cervina*.

## Tableau III. Classification de Bentham

<b>1ère section Terminales</b>	Inflorescence terminant la tige. Glomérules de fleurs supérieurs rapprochés en épi ou en tête terminale	Feuilles sessiles	<i>M. longifolia</i> <i>M. suaveolens</i> <i>M. spicata</i>
		Feuilles pétiolées	<i>M. x piperita</i> <i>M. aquatica</i>
<b>2ème section Arvenses</b>	Verticilles axillaires	Boréales	<i>M. sativa</i> <i>M. arvensis</i> <i>M. gentilis</i>

Synonymes anciens des espèces actuelles: *M. viridis*=*M. spicata*; *M. silvestris*=*M. longifolia*; *M. rotundifolia*=*M. suaveolens*.

### 3.2. Classifications basées sur de nouveaux caractères

Le perpétuel accroissement du nombre de menthes décrites a poussé les botanistes à chercher d'autres caractères pour inférer d'hypothétiques filiations. En 1857, Ph. Wirtgen a proposé une division du genre *Mentha* basée sur des caractères tout à fait nouveaux. Ayant observé tous les passages entre les divers modes d'inflorescence, cet auteur s'est décidé à rejeter complètement ce caractère pour ses sections et en a cherché d'autres. C'est lui qui vit le premier la constance de l'indumentum de la corolle qui est glabre intérieurement dans certains groupes et velue dans d'autres. Il s'est servi de ce caractère pour séparer ces deux sections.

### 3.3. Classifications et hybrides

D'autre part, Wirtgen a plus ou moins constaté, d'après la forme extérieure des plantes, un grand nombre d'hybrides. Ce constat fut bientôt suivi en France par un botaniste français, Timbal Lagrave. Ce dernier publia en 1860, un essai monographique sur les espèces, variétés ou hybrides qui croissent dans les Pyrénées centrales et dans la partie supérieure du bassin sous-pyrénéen. La théorie de l'hybridation des menthes faisait des progrès en France. Timbal-Lagrave a adopté dans son travail les idées allemandes: caractère de l'indumentum intérieur de la corolle de Wirtgen, ainsi que l'hybridation; il a de plus ajouté un nouveau caractère tiré des stolons épigés et feuillés ou hypogés écaillés. Cet auteur a lui divisé le genre *Mentha* en deux sections :

**1ère section :** Plantes se reproduisant de graines sans variations notables (espèces) ;

**2ème section :** Plantes se reproduisant par stolons et rarement par graines, en précisant de notables variations (hybrides).

Timbal-Lagrave a admis comme hybrides les menthes infécondes ou qui portent des graines mal développées. Ce botaniste est le premier à essayer de planter des semis et de soumettre les hybrides à l'épreuve de la culture par graines. A cette époque, une grande divergence d'opinions dans l'esprit de plusieurs botanistes est apparue quant au nombre d'hybrides dans la section *Mentha*. Timbal-Lagrave s'est d'ailleurs exprimé à ce sujet : « Les botanistes modernes qui se sont le plus occupés du genre *Mentha* ne s'accordent pas toujours sur le nom que le même hybride doit porter. Il leur arrive souvent, quoique ayant en vue le même hybride, de donner aux noms des parents une place inverse, tandis que d'autres fois ils sont parfaitement d'accord ; cela tient sans doute à leur manière d'apprécier

## Revue de littérature : Analyse des mélanges complexes

le rôle du père et de la mère, dont la part, il faut le reconnaître, est souvent difficile à déterminer. ».

**Tableau IV. Classification de Wirtgen**

<b>Section A.</b> <b>Mentha</b> Tube de la corolle entièrement glabre	<i>a. Menthae gentiles</i> (akènes glabres)	1. <i>Menthae spicatae</i> (fleurs en épis, axe se terminant sans feuille)	<i>M. spicata</i> <i>M. x piperita</i>
		2. <i>Menthae verticillatae</i> (fleurs verticillées, axe se terminant par une touffe de feuilles)	<i>M. gentilis</i> (Wirtg.) et ses formes
	<i>b. Menthae silvestres</i> (akènes ponctuées, verruqueuses ou hérissées à l'extrémité)	menthes portant des épis	<i>M. suaveolens</i> L. <i>M. longifolia</i> L. et leurs formes
<b>Section B.</b> <b>Trichomenantha</b> Tube de la corolle intérieurement velu	<i>a. M. aquaticae</i> (akènes verruqueuses, rarement aussi barbues à l'extrémité)		<i>M. aquatica</i> L. avec ses variétés et ses hybrides
	b.akènes glabres		<i>M. rubra</i> (Wirtg.) non Smith ( <i>M. Wirtgeniana</i> Schultz) <i>M. arvensis</i> L. avec ses variétés et ses hybrides

Ainsi, l'établissement continu de diverses classifications montre que les auteurs ne réussissent pas à s'accorder sur le choix des caractères à prendre en considération pour édifier la systématique. Il ressort trois écoles principales : La première, suivant Linné et Bentham retient la seule forme de l'inflorescence : *Spicatae*, *Capitatae*, *Verticillatae* ; La seconde avec Lamarck, considère que le caractère de 1er ordre est la forme de l'inflorescence. Le caractère pétiolé ou sessile des feuilles est le caractère de second ordre. La troisième, selon Wirtgen, retient comme caractère de 1er ordre la corolle à gorge pileuse ou glabre. Il utilisa l'aspect des nucules comme caractère de second ordre et la forme de l'inflorescence ne venant qu'en troisième ordre.

### **4. Clef de détermination et classification actuelle**

Au cours du XX<sup>ème</sup> siècle la confusion grandira encore jusqu'à l'apport de nouvelles données (cytologiques et chimiques). Les formes hybrides, la plasticité morphologique des menthes ainsi que les systèmes de déterminations individuels et multiples sont à l'origine des 2300 binômes linnéens dispersés dans la littérature ancienne (**Tucker et al., 1980**). Aujourd'hui, seule une vingtaine d'espèces légitimes ou hybrides sont admises.

L'organisation botanique du genre *Mentha* actuellement reconnue repose sur les travaux de Harley dont la clé de détermination est utilisée dans l'ouvrage de référence *Flora Europaea*(1973). Elle reconnaît 11 espèces et 13 hybrides sans séparation en sections. Un certain nombre de critères pris en considération par Harley reviennent aux travaux de l'abbé Charbonnel qui, en 1921, a établi une classification basée sur une hiérarchie et une coordination nouvelle des caractères. La forme ou plus exactement la longueur relative des feuilles est considérée en première ligne car spécifique à elle seule des groupes *M. suaveolens* et *M. longifolia*.

Le deuxième caractère se porte sur le caractère saillant ou inclus des étamines alors que le mode de ramification, la couleur des tiges, l'absence ou la présence d'un tomentum blanchâtre à la face inférieure des feuilles, la longueur des pétioles foliaires, la forme et la dimension des dents, les dimensions et la forme de l'épi terminal ainsi que des bractées, et enfin la coloration des corolles lui permettent de distinguer toutes les espèces et variétés.

#### **4.1. Clef de détermination des menthes dans Flora Europea (1973)**

*Mentha*L.

Plantes herbacées pérennantes, rarement annuelles, à rhizome rampant et à feuillage odorant. Fleurs hermaphrodites ou femelle sur le même plant ou sur des plants différents. Verticilles habituellement denses et à nombreuses fleurs, formant parfois de longues inflorescences spiciformes ou des têtes terminales.

Calice actinomorphe ou faiblement bilabié, tubulaire ou campanulé, avec 10-13 nervures et 5-(4) dents subégales, rarement inégales. Corolle faiblement bilabiée avec 4 lobes subégaux, les supérieurs habituellement plus larges et habituellement émarginés. Tube de la corolle plus court que le calice.

## Revue de littérature : Analyse des mélanges complexes

Etamines presque égales, exergues (sauf chez *M. pulegium*, quelques hybrides, et chez les fleurs femelles), divergeantes ou ascendantes sous la lèvre supérieure de la corolle. Branches du style subégales. Nucules lisses, réticulées ou tuberculeuses.

Les hybrides sont fréquentes dans la nature (entre toutes les espèces), elles sont habituellement reconnaissables à leurs caractères intermédiaires et à leur stérilité. Les mesures des feuilles se réfèrent à celles du milieu des tiges principales, et les calices sont mesurés au moment de l'anthèse. Toutes les espèces, sauf *M. micrantha*, croissent dans des lieux humides ou franchement mouillés.

- 1 Calice à 4 dents. Bractéoles lobées – digitées. *S W Europe*. ..... **4 cervina**
- 1 Calice à 5 dents. Bractéoles simples.
- 2 Calice poilu à la gorge, à dents distinctement inégales.
- 3 Tiges filiformes, procombantes et formant un tapis. Feuilles 2-7 mm. *Corse, Sardaigne, Montecristo, cultivée et localement naturalisée en W Europe*. ..... **1 requienii**
- 3 Tiges ne formant pas de tapis, quoique parfois procombantes. Feuilles 8-30 mm.
- 4 Plante pérennante. Feuilles poilues au moins dessous. Corolle 4-6 mm. *S, W & C Europe*. ..... **2 pulegium**
- 4 Plante annuelle. Feuilles glabres. Corolle ne dépassant pas 3,5 mm. *Russie*. ..... **3 micrantha**
- 2 Calice glabre à la gorge, à dents ± égales.
- 5 Bractées semblables aux feuilles. Inflorescence terminées par des feuilles ou par de très petits verticilles.
- 6 Plante poilue, vertes, habituellement fertile. Calice 1,5-2,5 mm, largement campanulé, à dents deltoïdes ou largement triangulaires. *Dans une grande partie de l'Europe, mais absent de la plupart des îles*.
- 5 arvensis**
- 6 Plantes glabres ou poilues, souvent teintées de rouge, habituellement stériles. Calice 2-4 mm, étroitement campanulé ou tubulaire, à dents étroitement triangulaires à subulées.
- 7 Calice 2-3,5 mm, campanulé. Dents du calice rarement plus de 1 mm. Plante habituellement glabre. *Fréquemment cultivée et souvent évadée*. ..... **7 x gentilis**
- 7 Calice 3,5-4 mm, tubulaire, ou, si plus court, alors avec des dents de 1-1,5 mm et plantes distinctement poilues.
- 8 Plante subglabre à odeur agréable. Bractées supérieures habituellement suborbiculaires, cuspidées. *Plante se dispersant végétativement, rarement cultivée. Dans une grande partie de l'Europe*. ..... **8 x smithiana**
- 8 Plante distinctement poilue à odeur écoeurante. Bractées supérieures ovales à ovales – lancéolées, non cuspidées. *Dans une grande partie de l'Europe, mais absent de la plupart des îles*. ..... **6 x verticillata**
- 5 Bractées pour la plupart petites et peu remarquables, différentes des feuilles. Fleurs en épis ou tête terminaux.
- 9 Feuilles sessiles, (les inférieures rarement courtement pétiolées). Fleurs formant un épis de 5-15 mm de Ø.
- ..... **11-14 Groupe spicata**
- Feuilles sessiles, ou, les inférieures très courtement pétiolées. Fleurs en épis élançé de 5-15 mm de Ø. Nucules brun rouge à noires, réticulées (sauf chez les variantes glabres de *M. spicata*). **Voir à la fin de la clé, notes relatives aux espèces et hybrides de ce groupe.**
- 1 Tiges et feuilles glabres ou éparsément poilues. *Largement cultivée et naturalisée dans tout l'Europe*. ..... **14 spicata**
- 1 Tiges et feuilles poilues.
- 2 Feuilles ne dépassant pas 45 mm, avec de nombreux poils branchus dessous.
- 3 Feuilles 20-40 mm de large, ovales – oblongues à suborbiculaires, obtuses, parfois finement apiculées, rarement subaiguës. Verticilles groupés, sauf à la base. *S & W Europe, cultivée et naturalisée au C & N Europe*. ..... **11 suaveolens**
- 3 Feuilles 5-20 mm de large, ovales à ovales – lancéolées, habituellement aiguës. Verticilles distants. *S Italie, Sicile, Balkans*. ..... **13 microphylla**
- 2 Feuilles (30)-50-90-(110) mm, poils branchus absents, ou si présents, alors rares sous les feuilles.
- 4 Poils tous simples. Feuilles plus larges vers leur milieu. Anthères fertiles 0,28-0,38 mm. *Dans une grande partie de l'Europe*. ..... **12 longifolia**
- Les plantes d'Autriche et de l'Est de l'Europe, avec des feuilles étroites, des épis étroits et interrompus et des calices plus petits, se rapportent à ..... **M. longifolia ssp grisella**
- 4 Quelques poils branchus habituellement présents sous les feuilles. Feuilles plus larges vers leur base. Anthères fertiles 0,38-0,52 mm. *Largement cultivée et naturalisée dans tout l'Europe*. ..... **14 spicata**
- 9 Feuilles distinctement pétiolées. Fleurs en tête ou épis oblong de 12-20 mm de Ø.
- 10 Fleurs en épis oblong. Feuilles habituellement lancéolées. Plante stérile. *Largement cultivée et naturalisée, parfois spontanée*. ..... **10 x piperita**
- 10 Fleurs en tête, parfois avec 1-3 verticilles en dessous. Feuilles habituellement ovales.
- 11 Feuilles et tube du calice poilus. Plante fertiles. *Toute l'Europe, sauf l'extrême N*. ..... **9 aquatica**

11 Feuilles et tube du calice glabres ou presque. Plante stérile. *Largement cultivée et naturalisée, parfois spontanée.*

### 10 x piperita

#### Les Hybrides

**M. x rotundifolia** : (longifolia x suaveolens). Hybride fertile fréquente.

**M. x villosa** : (spicata x suaveolens). Hybride stérile. Des variantes sont presque indiscernables de spicata et très semblables à suaveolens.

**M. x muellerana** : (arvensis x suaveolens). Hybride stérile. Occasionnelle au voisinage des parents et sans doute confondue avec M. arvensis.

**M. x dalmatica** : (arvensis x longifolia). Hybride stérile, rare. Sans doute confondue avec les formes poilues de M. x gentilis, mais bien distincte par son port plus élancé, ses bractées étroites, ses calices plus petits et son odeur différente.

**6 M. x verticillata** : (aquatica x arvensis). Habituellement stérile mais occasionnellement fertile par « croisement » avec les parents.

**7 M. x gentilis** : (arvensis x spicata). Habituellement stérile mais occasionnellement fertile par « croisement » avec les parents.

**8 M. x smithiana** : (aquatica x arvensis x spicata). Habituellement stérile, mais produisant parfois des graines peu viables. Fréquemment confondue avec M. x gentilis.

**10 M. x piperita** : (aquatica x spicata). Hybride stérile.

**M. x piperita citrata** : cultivar stérile occasionnellement naturalisé. Plante à odeur forte, ressemblant à l'eau de Cologne. Feuilles glabres ou presque, ovales, subcordées. Inflorescence comme aquatica, mais plus petite.

**M. x maximiliana** : (aquatica x suaveolens). Habituellement stérile mais occasionnellement fertile par « croisement » avec les parents. Confusion possible avec M. x dumetorum.

**M. x tutinii** : des Açores, considérée comme un hybride de M. x piperita x suaveolens. Ses feuilles étroites, semble plutôt être une variante de M. aquatica x suaveolens.

**M. x dumetorum** : (aquatica x longifolia). Distribution et fréquence incertaines, peut-être confondue avec les variantes poilues de M. x piperita.

**M. x pyramidalis** : (aquatica x microphylla) est rapportée du *S Italie et de Crète*. L'évolution des outils botaniques avec le perfectionnement des systèmes optiques et le développement des méthodes cytologiques ont permis de retenir d'autres caractères informatifs sur le plan botanique comme par exemple le nombre de chromosomes ainsi que leur comportement durant la méiose. Ces données sont importantes pour mettre en évidence des origines hybrides et polyploïdes et donc des relations phylogénétiques entre groupes d'espèces. Les travaux de Harley et Brighton (1977) ont ainsi établi une classification qui sert aujourd'hui de référence. Le genre *Mentha* est subdivisé en 5 sections, précédemment présentées : *Audibertia*, *Eriodontes*, *Preslia*, *Pulegium* et *Mentha*.

## 4.2. Classifications et relations entre espèces basées sur des critères cytogénétiques

Après les études taxonomiques des menthes basées sur les descriptions botaniques, les premiers résultats des travaux de cytologie apparaissent dès le début des années 1930. La détermination du nombre de chromosomes des espèces et hybrides ainsi que leur description morphologique (taille, présence ou non de constriction primaires et secondaires...) a entraîné la publication d'une quantité importante de nombres chromosomiques avec de nombreuses contradictions (**Ruttle 1931; Heimans, 1938; Morton 1956; Sharma et Bhattacharyya 1959; Harley et Brighton, 1977; Kumar et Sharma, 1985; Tyagi et Ahmad 1989; Ahmad et al., 1992**). Cela s'explique d'une part par la petite taille des chromosomes, de 0.75 à 2µm (**Harley et Brighton, 1977**), le nombre, de 18 à 144 et leur rapprochement en métaphase qui rend les comptages difficiles. De plus, une détermination critique des spécimens étudiés est indispensable à toute étude cytologique, or la classification des menthes en vigueur au début du XX<sup>ème</sup> siècle n'est pas encore unificatrice. Le tableau suivant présente les résultats de travaux de cytologie

## Revue de littérature : Analyse des mélanges complexes

majeurs. Ces études ont permis de déterminer le nombre de chromosomes de base, soit  $x = 6$  avec Morton en 1956 puis  $x = 12$  avec **Harley et Brighton en 1977**. Ces travaux de cytologie ont également montré l'existence de la polyloïdie et de l'aneuploïdie chez les menthes (**Morton, 1956; Sharma et Bhattacharyya, 1958; Harley et Brighton, 1977**). Selon **Sharma et Bhattacharyya (1958)**, et **Morton (1956)**, le rôle le plus important dans le processus de spéciation dans la section *Mentha* est probablement joué par la polyploïdie mais aussi par l'altération structurale des chromosomes.

**Tableau V. Composition chimique de menthes cultivées.**

Espèces	Chémotypes	Composés majoritaires	
<i>M. arvensis</i> $2n = 96$	1	Pulégone, isomenthone, menthone	
	2	Linalol, cis et trans ocimène	
	3	Cis et trans isopulégone, pulégone	
	4	1,8-cinéole, cis et trans ocimène	
	$2n = 72$	1	3-octanol et ses acétates
		2	3-octanone et terpènes acycliques
		3	Géranol et ses acétates
		4	Linalol
	5	Menthone, pulégone et 3-octanol	
	6	Hydrate de trans-sabinène	
	7	Pulégone, 1,8-cinéole, $\alpha$ terpinéol	
	8	Terpènes cycliques hautement oxydés	
<i>M. aquatica</i> **	1	Menthofurane	
<i>M. longifolia</i>	2	Oxyde de pipériténone, cis et trans pipéritone	
	3	Carvone	
<i>M. x piperita</i> *	Américain	Linalol	
<i>M. pulegium</i>		Menthol, Menthone	
	1	Pulégone	
	2	Pipériténone ou pipéritone	
<i>M. spicata</i>	3	Isomenthol et néoisomenthol	
	1	Carvone	
	2	Pipériténone et ou pipéritone, pulégone et menthone	
	3	Oxyde de pipériténone et composés réduits en relation	
<i>M. suaveolens</i>	1	Type oxydes de pipériténone et pipéritone	
	2	Type dihydrocarvone	
	3	Type carvone	

Source : D'après Lawrence, 1980 ; (\*) Lawrence et Shu, 1989 ; (\*\*) Murray et Hefendehl, 1972.



### 4.3. Classifications basées sur des critères chimiques

Les menthes synthétisent et stockent des huiles essentielles dans des structures épidermiques spécialisées : les glandes peltées et capitées, situées sur l'ensemble de la plante à l'exception des racines et principalement sur les feuilles. L'huile essentielle de menthe, composée de monoterpènes et sesquiterpènes, montre une typicité chimique caractéristique de chaque espèce.

En regard de la haute valeur ajoutée de l'huile essentielle de certaines espèces (*arvensis*, *spicata*, *piperita*), de nombreux travaux ont été consacrés à l'étude des mécanismes biochimiques et génétiques de la production des monoterpènes depuis 1950 (**Reitsema, 1958; Murray 1960; Murray et Heffendehl, 1972; Lincoln et Murray 1978**). **Lawrence**, en **1980**, décrit les chémotypes intraspécifiques des menthes les plus cultivées.

Avec ce nouveau classement, il devient possible de définir distinctement la source naturelle d'une huile commercialisée et de révéler les situations de fraudes (**Lawrence et Shu, 1989**). Sur le plan botanique, les profils chimiques ont été utilisés comme outil taxonomique à un niveau intraspécifique pour distinguer des sous-espèces ou nothomorphes. La pertinence de cet outil n'est peut être pas absolue pour plusieurs raisons. Tout d'abord, la sécrétion et l'accumulation des monoterpènes dans les glandes dépendent à la fois de la maturité de la plante et de facteurs environnementaux tels que la photopériode, la température ou l'apport hydrique.

D'autre part, les menthes montrent de très fortes variabilités dans la composition chimique de leurs huiles aux niveaux intra et interspécifiques, un même chémotype pouvant correspondre à plusieurs espèces (**Kokkini, 1991**). L'utilisation du typage chimique d'une sous espèce ou d'un clone demeure néanmoins un outil de choix au niveau de la production industrielle. L'analyse chimique doit cependant répondre à une normalisation rigoureuse. Elle est toujours réalisée sur des huiles essentielles extraites de plantes au même stade développemental et qui ont été soumises à des conditions de culture identiques.

**Tableau VI. Principaux chémotypes rencontrés dans le genre *Mentha***

Espèces	Chémotypes								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
<i>M. pulegium</i>								+	
<i>M. suaveolens</i>			+		+				
<i>M. longifolia</i>		+	+		+				
<i>M. spicata</i>		+	+	+	+			+	
<i>M. aquatica</i>						+			
<i>M. arvensis</i>									
<i>M. x piperita</i>	+	+					+	+	+
<i>M. x gracilis</i>		+	+		+				
<i>M. x villosa</i>			+		+				
<i>M. x villosa nervata</i>			+		+				

1- géranyl/acétate de géranyl ; 2- linalol/acétate de linalyl ; 3- carvone/dihydrocarvone ; 4-pipériténone/pipéritone ; 5- époxyde de pipériténone/époxyde de pipéritone ; 6- menthofurane ; 7- pulégone/cis- et ou trans-pulégone ; 8- pulégone/menthone/isomenthone ; 9- menthone/isomenthone/ isomères de menthol. (D'après Kokkini, 1991).

## 5. L'importance économique des menthes

L'importance économique des menthes, *Mentha*, est aussi évidente que leurs huiles essentielles, les plantes fraîches ou séchées sont utilisées au quotidien en confiserie, dans les boissons, boulangerie, cosmétique, pharmaceutique et pesticides (Shaikh *Et al.*, 2014). Exclusivement en Amérique du Nord 3318 tonnes de *Mx piperita* L., 478 de *M.gracilis* et 346 tonnes de *M.spicata* L. ont été produit en 2004 (Sheldon, 2006).

Plusieurs espèces de menthes sont cultivées partout dans le monde et sont décrites comme drogues officinales dans plusieurs pharmacopées (Mimica-Dukić and Bo zin, 2008). Par exemple, la pharmacopée européenne donne les paramètres de l'identification botanique et le contenu des huiles essentielles de *Menthax piperita* et *M. canadensis*. Les menthes sont des espèces pérennes, qui poussent rapidement et qui tolèrent généralement un large spectre de conditions climatiques distribuées en Europe, Afrique, Asie, Australie et Amérique du nord (Brickell and Zuk, 1997).

### 5.1. L'utilisation des menthes dans l'industrie alimentaire

Les huiles essentielles obtenues des menthes sont connues depuis l'antiquité pour leur utilisation dans l'amélioration de la saveur des aliments, comme en confiseries et liqueurs. L'arome mentholé, isolé de la menthe en épi, la menthe poivrée et la menthe des champs, est probablement le 3<sup>ème</sup> plus important arôme utilisé après la vanille et le citron (Maftai,

1992). De ce fait, les menthes sont parmi les plus importantes herbes commercialisées, cultivées pour la production des feuilles séchées en Allemagne, Espagne, Pologne, Bulgarie, Égypte, Maroc, Grèce, Angleterre, Turquie, Niger et en Chine (**Hayes et al., 2006**).

La saveur de la menthe poivrée est essentiellement basée sur le menthol, le menthone et leurs isomères, menthyl ester et le piperitone (**Tucker, 2006 ; Arctander, 1969**). Le menthol ne confère pas uniquement la note classique mentholée mais il active les récepteurs sensitifs responsables de la sensation de froid dans la cavité orale ce qui produit un effet rafraîchissant (**Salles, 2006 ; Eccles, 1994**). Le menthol est aussi une molécule intéressante qui donne une légère sensation d'amertume, c'est pourquoi il stimule les récepteurs de l'arôme et du goût (**Salles, 2006**). Le menthofurane ajoute un goût de moi distinctif, décrit comme doux avec une odeur mentholée, ce qui réfère parfois à l'odeur lactonée (**Tucker, 2006 ; Arctander, 1969**).

La saveur de la menthe verte est principalement basée sur le carvone, dihydrocarvone, carveol, dihydrocarveol, carvyl et dihydrocarvyl esters, et à degré moindre au limonène.

Le carvone est d'un intérêt particulier parce qu'il existe sous deux formes énantiomériques avec deux propriétés aromatiques distinctes. Le R(-)-, qui confère l'odeur de la menthe en épi, est extrait de l'espèce *Mentha spicata*. L'énantiomère S(+)- ressemble à l'odeur du carvi, représente 50% de l'huile essentielle des graines de carvi (**Parker et al., 2015**).

Le concept de la saveur pouliot est basé sur la présence du pulegone, ses isomères et alcools. La saveur de bergamote et d'orange dans la menthe est due au linalool et linalool acétate (**Tucker, 2006 ; Arctander, 1969**). Bien que les huiles essentielles des menthes soient associées au chewing-gums et aux dentifrices, elles ont aussi d'autres utilisations dans l'aromatization. Les huiles et aromes mentholées qui contiennent généralement des huiles essentielles ou isolats de menthes sont utilisés pour aromatiser les confiseries comme les bonbons, les friandises, les pastilles à la menthe (utilisés pour rafraîchir l'haleine après le dîner ou pour bien respirer) et dans la chocolaterie.

À part la confiserie, les huiles de menthe et leurs isolats sont utilisés dans les boissons alcoolisées et non alcoolisées. On peut également les trouver comme aromatisants dans les produits congelés, comme les glaces, les produits de boulangerie, nappage, glaçage, sauces et garniture. L'huile de menthe verte est utilisée dans la préparation de la gelée de menthe (**Hayes et al., 2006**). Les menthes aussi démontrées une efficacité dans la conservation des aliments en prolongeant la durée de vie de la viande et des produits de chair (**Najeeb et al.,**

2015 ; Kanatt et al., 2008). L'intérêt de l'utilisation de la menthe dans l'industrie alimentaire est aussi reflété par le fait qu'il ya environ 1000 brevets concernant l'utilisation des menthes dans l'aromatization.

### 5.2. Utilisation des menthes pour la santé

Les menthes sont parmi les herbes les plus populaires qui été utilisées pour leurs propriétés médicinales et en aromathérapie depuis l'antiquité. La menthe est mentionnée dans la pharmacopée islandaise depuis le 13<sup>ème</sup> siècle. Sa culture est aussi rapportée en Chine durant la dynasty de Ming (1368-1644) (Dai, 1981). En 1721, *M.x piperita* devient l'article officiel de **Materia Medica** dans la phamacopée londonienne sous le nom de *Mentha piperitis sapore* (Fluckiger and Hanbury, 1879). En Europe, elle demeure d'un usage général comme medicine au milieu du 18<sup>ème</sup> siècle (Kumar et al., 2011 ; Grieve, 1931).

Plusieurs utilisations thérapeutiques des espèces du genre *Mentha* sont listées. Des expériences, *in-vivo*, sur des rats ont démontré l'activité analgésique des huiles essentielles et extraits alcooliques de menthes. Les extraits de *M. arvensis* L. et *M. spicata* L., par exemple, réduisent les contorsions (Biswas et al., 2014 ; Yousuf et al., 2013).

Les études, *in-vitro*, ont montré que l'espèce *M. suaveolens* Ehrh. engendre une diminution significative de l'effet contractile induit par l'histamine, la sérotonine et l'acétylcholine (Moreno et al., 2002). Arumugam et al. (2008) ont évalué, *in-vivo*, l'effet anti-inflammatoire des extraits aqueux, de chloroforme, d'éthyl acétate et hexanique de l'espèce *M. spicata* L. Les deux extraits, aqueux et d'éthyl acétate sont les plus efficaces dans la réduction de l'inflammation aigue et chronique chez les rats.

Par ailleurs, les huiles essentielles de *M.x piperita* (dans l'huile de croton) ont exhibé un potentiel anti-inflammatoire chez un modèle de rat ayant un œdème de l'oreille (Sun et al., 2014). La réduction d'œdème a également été observée par l'utilisation locale des extraits alcooliques de *M. aquatica* L. (Conforti et al., 2008).

Plusieurs études ont indiqué que les menthes contiennent des composants avec des propriétés cytotoxiques, ce qui pourrait être utile dans le développement d'agents anti-cancéreux. Par exemple, les extraits des espèces *M. arvensis* L., *M. longifolia* L., *M. spicata* L. et *M. viridis* ont montré un effet anti-prolifératif vis-à-vis des cellules cancéreuses, *in-vitro* (Sharma et al., 2014).

Les deux espèces *M. longifolia* et *M.x piperita* possèdent également des activités cytotoxiques contre le cancer du sein (Al-Ali et al., 2013), ainsi que le carcinome

epidermoïde laryngien humain (**Abirami and Nirmal, 2014**). De plus, les extraits de *M.x piperita* L. ont montré une activité radioprotectrice contre les radiations de type gamma (**Kaushik et al., 2012 ; Samarth et al., 2003**).

Les radicaux libres tels que le radical hydroxyl et l'anion superoxyde, aussi bien que les radicaux non libres comme le peroxyde d'hydrogène provoquent des dégâts oxydatifs aux molécules organiques à savoir les protéines, les lipides, les acides nucléiques et les hydrates de carbures. La destruction cellulaire ou dégât oxydatif semble être le facteur prédisposant majeur sous-jacent à de nombreuses affections (**Shaikh et al., 2014**).

Plusieurs espèces de menthes, leurs extraits ou leurs huiles essentielles sont dotées d'une activité antioxydante (**Brahmi et al., 2016 ; Benabdallah et al., 2016 ; Brahmi et al., 2015 ; Biswas et al., 2014 ; Teixeira et al., 2012 ; Conforti et al., 2008 ; Dorman et al., 2003**).

L'effet antiallergique des flavonoïdes glycosidiques isolés à partir des parties aériennes de l'espèce *M.x piperita* a été montré par **Inoue et al. (2002)**. Les composés comme l'ériocitrine, narirutine et disomine ont exhibé un effet inhibiteur intéressant sur la libération de l'histamine. D'autre part, les deux espèces *M. longifolia* L. et *M. arvensis* L. ont révélé un effet hépatoprotecteur (**Patil and Mall, 2012**).

En outre, les extraits alcooliques de l'espèce *M. arvensis* L. ont révélé une potentialisation du pentobarbitone qui induit le sommeil (**Verma et al., 2003**).

Les menthes sont fréquemment utilisées dans le traitement des troubles gastro-intestinaux. Par exemple, les huiles essentielles de deux espèces *M.x piperita* et *M. spicata* réduisent les vomissements et nausées provoqués par la chimiothérapie (**Tayarani-Najaran et al., 2013**).

De plus, les extraits de l'espèce *M. pulegium* L. ont un effet antispasmodique, dépendant de la concentration, dans le test de l'iléon isolé du rat (**Estrada-Soto et al., 2010**). Des effets similaires ont été observés par **Naseri et al. (2008)** pour l'espèce *M. longifolia* L.

Les propriétés antivirales ont été approuvées pour plusieurs espèces de menthes. Les huiles essentielles de *M.x piperita* et *M. spicata* ont été évaluées pour leurs activités antivirales contre l'herpès simplex de type-1 (HSV-1) et la para-influenza de type-3. Les deux huiles ont exhibé une activité antivirale plus forte contre l'herpès HSV-1 (**Orhan et al., 2012**).

Les activités antibactériennes et antifongiques des menthes ont été testées sur plusieurs bactéries et champignons (**Brahmi et al., 2016 ; De Sousa Barros et al., 2015 ; Riahi et al., 2013 ; Saikh et al., 2014 ; Peixoto et al., 2009 ; Mimica-Dukic and Bozin, 2008**). Les

## Revue de littérature : Analyse des mélanges complexes

huiles essentielles des menthes possèdent une activité antibactérienne vis-à-vis des souches pathogènes à l'homme, aux plantes et aux aliments (Tyagi and Malik, 2011 ; Hussain et al., 2010 ; Nedorostova et al., 2009 ; Sokovic et al., 2008 ; Iscan et al., 2002 ; Adam et al., 1998). Les études portées sur l'activité antibactérienne ou antifongique des extraits de menthes demeure nettement inférieures aux huiles essentielles. Néanmoins, les extraits de menthes ont révélé un pouvoir antibactérien (Biswas et al., 2014 ; Verma et al., 2013 ; Gulluce et al., 2007) ; et un pouvoir antifongique (Hussain et al., 2010 ; Gulluce et al., 2007).

**Tableau VII. Usage thérapeutique des espèces du genre *Mentha***

Usage thérapeutique	<i>Mentha. sp</i>	Préparation	Références
<b>Tests <i>in-vitro</i></b>			
Analgésique	<i>M.suaveolens</i> Ehrh	Extrait alcoolique	Moreno et al., 2002
Anti-allergique	<i>M.x piperita</i> L. <i>M. spicata</i> L.	Extrait alcoolique	Yamamura et al., 1998
Antibactérien	<i>M. arvensis</i> L.	Extrait alcoolique	Biswas et al., 2014
Antifongique Antifongique	<i>M. longifolia</i> L. <i>M.x piperita</i> L.  <i>M. pulegium</i> L. <i>M.x rotundifolia</i> (L.) Huds <i>M. spicata</i> L.	Huile essentielle Extrait aqueux  Huile essentielle Huile essentielle Huile essentielle	Verma et al., 2013 Ait-Ouazzou et al., 2012 Teixeira et al., 2012 Derwich et al., 2010 Husaain et al., 2010 Mimica-Dukic et al., 2003
Anti-inflammatoire	<i>M.x piperita</i> L.	Extrait alcoolique	Belemkar et al., 2013
Antioxydant	<i>M.x rotundifolia</i> <i>M. pulegium</i> L. <i>Mentha. sp</i>  <i>M. pulegium</i> L. <i>M.x rotundifolia</i> (L.) Huds	Huile essentielle Extrait alcoolique Huile essentielle Extrait alcoolique Huile essentielle Huile essentielle Extrait alcoolique	Brahmi et al., 2016a Brahmi et al., 2016b De Sousa Barros et al., 2015 Ouakouak et al., 2015 Riahi et al., 2013
Anti-acétylcholinestérase	<i>Mentha</i> sp.	Huile essentielle	Miyazawa et al., 2016
Antiviral	<i>M.x piperita</i> L. <i>M. spicata</i> L. <i>M.suaveolens</i> Ehrh	Huile essentielle Huile essentielle	Civitelly et al., 2014 Orhan et al., 2012
Antitumoral cytotoxique	<i>M. arvensis</i> L. <i>M. longifolia</i> L.	Extrait aqueux Extrait alcoolique	Amaral et al., 2015 Sharma et al., 2014
Radio-protecteur	<i>M.x piperita</i> L. <i>M. spicata</i> L.  <i>M.x villosa</i> Huds	Huile essentielle Extrait à l'éther de pétrole Extrait aqueux	Al-Ali et al., 2013 Abirami and Nirmala, 2014 Hajjghasemi et al., 2011 Jain et al., 2011
Spasmolytique	<i>M.longifolia</i> L.	Extrait alcoolique	Shah et al., 2015
<b>Tests <i>in-vivo</i></b>			
Analgésique Analgésique	<i>M. arvensis</i> L. <i>M. longifolia</i> L. <i>M.x piperita</i> L. <i>M. spicata</i> L.	Extrait alcoolique Huile essentielle Huile essentielle Huile essentielle	Biswas et al., 2014 Belemkar et al., 2013 Yousuf et al., 2013 Sousa et al., 2009
Anti-allergique	<i>M.x piperita</i> L.	Extrait alcoolique	Inoue et al., 2002

## Revue de littérature : Analyse des mélanges complexes

Anti-émétique	<i>M.x piperita</i> L. <i>M. spicata</i> L.	Huile essentielle	Tayarani-Najaran et al., 2013
Anti-inflammatoire	<i>M. aquatica</i> L. <i>M. arvensis</i> L.  <i>M.x piperita</i> L. <i>M. spicata</i> L.	Extrait alcoolique Extrait chloroformique  Huile essentielle Extraits hexanique Extrait aqueux	Sun et al., 2014 Arumugam et al., 2008 Conforti et al., 2008 Verma et al., 2003
Antitumoral Cytotoxique Radio-protecteur	<i>M. arvensis</i> L. <i>M.x piperita</i> L. <i>M.x villosa</i> Huds	Extrait alcoolique Huile essentielle Huile essentielle	Amaral et al., 2015 Sun et al., 2014 Kaushik et al., 2012 Samarth et al., 2003
Hépatoprotecteur	<i>M. longifolia</i> L. <i>M. arvensis</i> L.	Extrait alcoolique Extrait chloroformique Extrait aqueux	Patil and Mall, 2012 Mimica-Dukic et al., 1999
Sédatif	<i>M. arvensis</i> L.	Extrait alcoolique	Verma et al., 2003
Spasmolytique	<i>M. longifolia</i> L.  <i>M.x piperita</i> L. <i>M. pulegium</i> L.	Extrait hexanique  Au dichlorométhane Extrait alcoolique Huile essentielle	Estrada-Soto et al., 2010 Naseri et al., 2008 Mizono et al., 2006 Melzer et al., 2004

### Chapitre II. Analyse des mélanges complexes volatils

Les huiles essentielles et la fraction volatile émise par une plante aromatique constituent des mélanges complexes de volatils qui suscitent un intérêt permanent. La valorisation de ces mélanges passe nécessairement par une étape de caractérisation chimique. Pour cela, il apparaît que l'étape de préparation de l'échantillon est tout aussi fondamentale que celle de l'analyse proprement dite des constituants (Muñoz-Olivas., 2004 ; Joulain., 1994) pour plusieurs raisons :

- Ces mélanges volatils sont généralement des mélanges complexes constitués majoritairement de molécules terpéniques (mono- et/ou sesquiterpènes et plus rarement des diterpènes), mais aussi de composés non terpéniques (chaînes linéaires, dérivés phénylpropanoïques, etc.) (Bauer et al., 1990). L'identification de ces molécules nécessite donc des techniques analytiques fiables et efficaces (Joulain, 1994).
- La complexité de ces mélanges vient également du fait qu'ils sont constitués de plusieurs dizaines, voire plusieurs centaines de composés présents à des concentrations parfois extrêmement faibles. Classiquement la concentration perceptible pour les molécules odorantes peut être inférieure au nanogramme par litre, en conséquence les procédures analytiques doivent présenter des sensibilités extrêmement élevées (Takeoka et al., 1998 ; Nagata., 1990), certaines molécules odorantes présentent une instabilité chimique sous l'action de la lumière, de la température, en condition oxydante ou au cours d'une étape de transformation avant commercialisation. Ainsi, à pression atmosphérique le temps de vie d'un monoterpène soumis à une exposition lumineuse est estimé entre moins de 5 min pour l' $\alpha$ -terpinène à 3 h pour l' $\alpha$ - et le  $\beta$ -pinène (Augusto et al., 2003).
- Les procédures de préparation des échantillons doivent être adaptées à la nature des constituants de la matrice à étudier, pour les composés volatils générés à partir de sources biologiques, telles que les plantes ou les animaux, des difficultés analytiques surgissent du fait de la nature dynamique de ces systèmes (Tholl et al., 2006). Le fait que la production et l'émission des composés volatils d'une plante soient affectées par des facteurs comme la lumière, la température, un stress hydrique, une activité enzymatique ou la présence de polluants, introduit des difficultés dans



l'analyse. Ainsi, des procédés analytiques ont été développés permettant l'échantillonnage *in vivo* de la fraction volatile des plantes (Augusto et al., 2002).

### **1. Les méthodes de préparation de l'échantillon**

Nous distinguerons les méthodes d'extraction produisant des matrices liquides telles que les huiles essentielles et les extraits, des méthodes permettant d'échantillonner les analytes dans la phase gazeuse de matrices solides ou liquides.

#### **1.1. Hydrodistillation**

A l'échelle industrielle, l'entraînement à la vapeur d'eau est l'un des procédés les plus anciens, d'extraction ou de séparation de certaines substances organiques, apporté par les Arabes au IX<sup>e</sup> siècle. Cette opération s'accomplit dans un alambic. La méthode est basée sur l'existence d'un azéotrope de température d'ébullition inférieure aux points d'ébullition des deux composés purs pris séparément. Le but est d'entraîner avec la vapeur d'eau les constituants volatils des produits bruts.

La vapeur détruit la structure des cellules végétales, libère les molécules contenues et entraîne les plus volatiles en les séparant du substrat cellulosique. La vapeur, chargée de l'essence de la matière première distillée, se condense dans le serpentin de l'alambic avant d'être récupérée dans un essencier (vase de décantation pour les huiles essentielles). Les parties insolubles dans l'eau de condensation sont décantées pour donner l'huile essentielle surnageant. La partie contenant les composés hydrosolubles est appelée eau de distillation (ou hydrolat) (Roux., 2008).

A l'échelle du laboratoire, les huiles essentielles sont obtenues par hydrodistillation dans un appareil de type Clevenger (Pharmacopée Européenne, 2004), toutefois de nombreuses techniques ont été développées dans le but de limiter le temps d'extraction, la consommation en eau et en énergie, d'augmenter le rendement d'extraction et d'améliorer la qualité de l'huile essentielle en évitant les dégradations thermiques et hydrolytiques.

Des méthodes telles que la distillation-extraction utilisant un appareil de type Lickens-Nickerson (Augusto et al., 2003), de l'extraction par fluide supercritique (Pourmortazavi et Hajimirsadeghi., 2007) et de l'extraction assistée par micro-ondes (Collin et al., 1991 ; Paré et al., 1994) ont été développées, elles ne produisent pas d'huiles essentielles mais elles permettent d'obtenir des extraits contenant les composés volatils d'une plante.

### **2. Les méthodes d'identification des constituants des huiles essentielles**

L'analyse d'un mélange complexe de volatils s'effectue classiquement par le couplage « en ligne » d'une technique chromatographique, généralement la CPG, avec une technique d'identification spectrale, généralement la SM ou, quelques fois, la spectrométrie Infrarouge par Transformée de Fourier (IRTF). Cette procédure est privilégiée lors de la réalisation d'analyse « de routine » d'un échantillon dont les constituants ne présentent pas de difficultés d'identification (**Joulain, 1994**).

Dès lors que l'étape d'identification se complexifie, la procédure nécessite un fractionnement de l'échantillon par chromatographie liquide sur colonne (CLC) ou mieux encore en utilisant la chromatographie flash automatisée (CFA), qui peut se poursuivre jusqu'à la purification d'un constituant. L'objectif étant d'aboutir à son élucidation structurale par les techniques spectroscopiques usuelles : RMN-1H et 13C, SM, IRTF, etc. Chaque constituant est caractérisé par des indices calculés à partir d'une gamme d'alcane ou plus rarement d'esters méthyliques linéaires, à température constante (indice de Kováts IK) ou en programmation de température (indices de rétention, Ir). Cependant, la comparaison des indices de rétention avec ceux de la littérature ne suffit pas à identifier formellement un composé. Le développement des phases stationnaires chirales (colonne dextranes) et de la CPG multidimensionnelle a permis de surmonter certaines difficultés de séparation et d'identification des composés volatils (**Tranchant et al., 1995**). La CPG, est aujourd'hui, un outil incontournable pour l'analyse des composés volatils en mélange.

#### **2.1. Chromatographie en phase gazeuse (CPG)**

La CPG est une méthode d'analyse par séparation qui s'applique aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. C'est la technique de séparation la plus utilisée car elle permet d'effectuer l'individualisation des constituants à partir d'échantillons de l'ordre du milligramme voire du microgramme. La séparation a lieu dans des colonnes capillaires qui possèdent un fort pouvoir résolutif parfaitement adaptée aux mélanges complexes volatils (**Arpino et al., 1995**).

Chaque constituant est caractérisé par des indices calculés à partir d'une gamme d'alcane ou plus rarement d'esters méthyliques linéaires, à température constante (indice de Kováts

IK) ou en programmation de température (indices de rétention, Ir). Cependant, la comparaison des indices de rétention avec ceux de la littérature ne suffit pas à identifier formellement un composé. Le développement des phases stationnaires chirales (colonne dextranes) et de la CPG multidimensionnelle a permis de surmonter certaines difficultés de séparation et d'identification des composés volatils (**Tranchant et al., 1995**). La CPG, est aujourd'hui, un outil incontournable pour l'analyse des composés volatils en mélange.

Depuis 1975, les performances du couplage en ligne n'ont cessé d'évoluer ; nombreux sont les domaines d'application : agroalimentaire (aliments, eau), produits pétroliers (carburants, matières synthétiques), produits naturels (parfumerie, cosmétique, médecine).

### **2.2. Chromatographie en phase gazeuse/Spectrométrie de masse (CPG/SM)**

L'analyseur de masse le plus fréquent pour l'analyse des composés volatils est le « quadripôle » qui utilise la stabilité des trajectoires pour séparer les ions selon le rapport masse sur charge  $m/z$  (**de Hoffman et al., 1999**). Les détecteurs les plus courants sont les channeltrons (multiplicateurs d'électrons) et les photomultiplicateurs ; ils convertissent les impacts ioniques en signaux. Le multiplicateur de photons permet la détection des ions positifs et, dans certains cas, des ions négatifs. L'ordinateur enregistre les signaux visualisés sous forme de pics d'intensités variables, rangés sur une échelle de masses. Le couplage de la chromatographie en phase gazeuse avec la spectrométrie de masse (CPG/SM) permet d'effectuer simultanément la séparation et l'analyse des différents constituants d'un mélange complexe. Pour l'analyse des huiles essentielles, le spectromètre de masse fonctionne selon deux méthodes d'ionisation : l'ionisation par impact électronique (IE) et l'ionisation chimique (IC). Dans ce dernier cas, deux modes sont distingués : l'ionisation chimique positive (ICP) et l'ionisation chimique négative (ICN).

## Chapitre III. Activités biologiques

### 1. *Activité antioxydante*

L'oxydation est le transfert d'électrons d'un atome à l'autre, elle représente un élément essentiel de la vie aérobie et de métabolisme, car l'oxygène est l'accepteur d'électrons final dans le système de flux d'électrons qui produit de l'énergie sous forme d'ATP. Toutefois, des problèmes peuvent survenir lorsque le flux d'électrons est dissocié (transfert d'électrons non appariés simples), générant des radicaux libres. Des exemples de radicaux libres centrés sur l'oxygène, appelés espèces réactives de l'oxygène (ROS), comprennent le superoxyde ( $O_2^{\cdot-}$ ), l'hydroxyle ( $HO^{\cdot}$ ), le peroxyde ( $ROO^{\cdot}$ ), l'alcoxyde ( $RO^{\cdot}$ ) et l'oxyde nitrique ( $NO^{\cdot}$ ) (Davies, 1995).

Les radicaux libres sont très réactifs et attaquent rapidement les molécules dans les cellules voisines, le dommage causé est inévitable et probablement traité par des processus de réparation. Les ROS sont produits par l'utilisation normale du corps de l'oxygène tels que la respiration et certaines fonctions immunitaires à médiation cellulaire. Un radical libre est défini comme une espèce chimique indépendante très instable, possédant un ou plusieurs électrons non appariés (Gülçin, 2006a).

Les ROS sont soit des radicaux qui contiennent au moins un électron non apparié ou des composés non radicaux réactifs, capables d'oxyder les biomolécules. Par conséquent, ces intermédiaires sont également appelés oxydants ou pro-oxydants (Halliwell et Gutteridge, 1989; Sies, 1991). ROS sont produits au cours des événements physiologiques normaux et peuvent facilement ouvrir la peroxydation des lipides membranaires, ce qui conduit à l'accumulation de peroxydes lipidiques. Les ROS sont également capables d'endommager les biomolécules essentielles telles que les acides nucléiques, les lipides, les protéines, les acides gras poly-insaturés et les hydrates de carbone. En outre, elles peuvent provoquer des dommages à l'ADN qui peut conduire à des mutations (Elmastaş et al., 2006; Gülçin, 2010). Si les ROS ne sont pas efficacement balayées par les constituants cellulaires, elles peuvent stimuler des réactions radicalaires en chaîne et endommager par la suite les biomolécules telles que les protéines cellulaires, les lipides et les acides nucléiques, conduisant à des états pathologiques (Halliwell et Gutteridge, 1990).

Les ROS provoquent également le vieillissement, le cancer et d'autres maladies (Aruoma, 1994). En conséquence, ROS ont été impliqués dans plus de 100 maladies, notamment le

paludisme, les syndromes d'immunodéficience acquise, les maladies cardiaques, les accidents vasculaires cérébraux, l'artériosclérose, le diabète et le cancer (**Tanizawa et al., 1992; Hertog et al., 1993; Duh, 1998; Alho et Leinonen, 1999**).

Les cellules sont protégées contre le stress oxydatif par l'interaction d'un réseau d'enzymes antioxydants (**Davies, 1995**). En outre, les enzymes ont été évalués comme nouveaux types d'antioxydants naturels dans certaines applications alimentaires. Ils peuvent être utilisés pour éliminer l'oxygène et les espèces réactives de l'oxygène et de réduire les hydroperoxydes lipidiques (**Frankel, 1998**).

Un antioxydant a été défini comme étant toute substance présente à faible concentration par rapport à celle d'un substrat oxydable retarde ou inhibe l'oxydation de ce substrat de façon significative (**Halliwell et Gutteridge, 1989; Sies, 1993; Halliwell, 1995**). Les antioxydants peuvent neutraliser les radicaux libres et augmenter la durée de vie en retardant le processus de peroxydation lipidique, qu'elle est l'une des principales raisons de la détérioration des produits alimentaires et pharmaceutiques au cours de traitement et de stockage (**Halliwell, 1997**).

Au cours des dernières années, un grand intérêt a été porté sur l'identification des sources alternatives naturelles spécialement d'antioxydants naturels, en particulier d'origine végétale. La consommation de fruits et légumes a été associée à un risque réduit de maladies chroniques, notamment l'athérosclérose coronaire (**Rimm et al., 1996a, b**).

Des études épidémiologiques ont montré une association inverse entre la consommation de fruits et légumes et la mortalité liée aux maladies d'âge, comme les maladies coronariennes et le cancer, qui peut être attribuée à leur activité antioxydante (**Eberhardt et al., 2000; Ganesan et al., 2011**). Les principaux composants bioactifs de ces sources naturelles sont en particulier les composants phénoliques et les flavonoïdes, qui sont responsables de leurs avantages sur la santé (**Bocco et al., 1998**).

Une grande variété de composés phénoliques biologiquement actifs contenant un ou plusieurs cycles aromatiques, se trouvent naturellement dans les aliments végétaux, où ils fournissent une grande partie de la saveur, la couleur et la texture. Les substances phénoliques simples comprennent des monophénols avec un noyau benzénique, tels que le 3-éthylphénol et le 3,4-diméthylphénol qui se trouvent dans les fruits et les graines, le groupe de l'acide hydroxycinnamique, qui contient l'acide caféique, l'acide férulique, les flavonoïdes et leurs glycosides qui comprennent les catéchines, les proanthocyanidines, les anthocyanines et les flavonols. La dose journalière des substances

phénoliques peut être supérieur à 1 g par jour, mais la quantité de flavonoïdes définis dans l'alimentation revient probablement à pas plus de quelques dizaines de milligrammes par jour (Pokorny *et al.*, 2000).

### 1.1. Antioxydants synthétiques

Les antioxydants synthétiques les plus utilisés sont des composés phénoliques tels que le butylhydroxyanisole (BHA), le butylhydroxytoluène (BHT), la *tert*-butylhydroquinone (TBHQ) et le gallate de propyle (PG) (figure 7). Ces antioxydants synthétiques sont les plus couramment utilisés dans des applications alimentaires et pharmacologiques. Ils sont toujours substitués par des alkyles pour améliorer leur solubilité dans les graisses et les huiles (Hudson, 1990).

Toutefois, le BHA et le BHT ont été limités par des règles législatives en raison de doutes sur leurs effets toxiques et cancérogènes (Wichi, 1988). Par conséquent, il y a un intérêt croissant des antioxydants naturels dans les applications alimentaires, et une tendance croissante de préférences des consommateurs vers des antioxydants naturels, qui ont tous donné un nouvel élan aux efforts pour explorer les sources naturelles des antioxydants (Gülçin, 2006b, 2007).

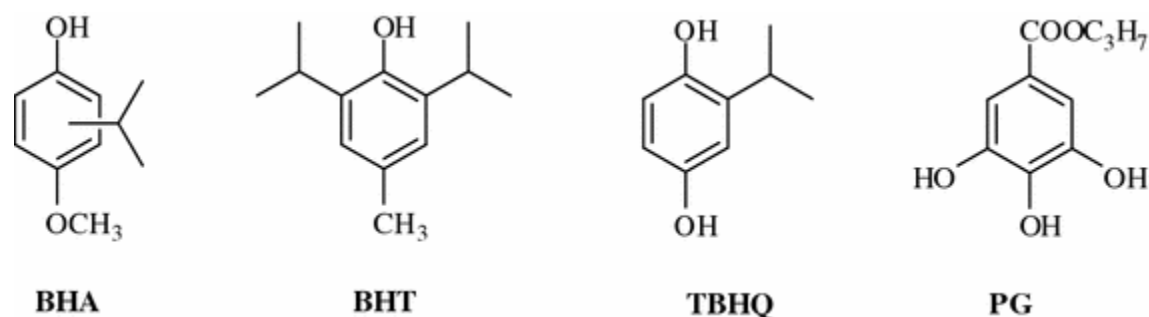


Figure 7. Les antioxydants synthétiques les plus utilisés

BHA et le BHT sont relativement stables à la chaleur, ils sont souvent utilisés pour la stabilisation de matières grasses dans des produits cuits au four. Les produits naturels apparaissent comme plus sains et plus sûrs que les antioxydants synthétiques (Valenzuela et Nieto, 1996).

### 1.2. Les antioxydants naturels

Le régime alimentaire humain contient une matrice de différents composés possédant des activités antioxydantes ou qui ont été suggérées pour piéger les ROS sur la base de leurs propriétés structurales. Les représentants les plus éminents d'antioxydants alimentaires sont la vitamine C, les tocophérols, les caroténoïdes et les flavonoïdes.

L'acide ascorbique (vitamine C) est considéré comme l'un des antioxydants les plus puissants, moins toxiques et naturels. Il s'agit d'une vitamine soluble dans l'eau qui se trouve en concentrations élevées dans de nombreux aliments et plantes diététiques. L'acide ascorbique peut mettre fin à la chaîne de réactions radicalaires par transfert d'électrons (**Bendich *et al.*, 1986; Weber *et al.*, 1996**).

Les principales sources de l'acide ascorbique dans l'alimentation sont les fruits, en particulier les agrumes, les kiwis, les cerises, les melons et les légumes comme la tomate, les légumes verts feuillus, le brocoli, les choux-fleurs et les choux de Bruxelles; son contenu pourrait dépasser 100 mg ascorbate/100 g de poids frais.

Les tocophérols sont une classe de composés chimiques dont beaucoup ont une activité de la vitamine E (**Gülçin *et al.*, 2005a ; ArasHisar *et al.*, 2004**). Ils sont les antioxydants les plus connus et les plus utilisés (**Pokorny, 1987**). Ils peuvent être classés comme des tocophérols et des tocotriénols, et dans chacune de ces deux classes il existe quatre isomères ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  et  $\delta$ ) fait un total de huit isomères de tocophérol.

Le composé  $\alpha$ -tocophérol est une forme courante de tocophérol ajouté à des produits alimentaires. Les antioxydants naturels sont présents dans presque toutes les plantes, les microorganismes, les champignons et même dans les tissus des animaux (**Pokorny, 1999**).

### 1.2.1. Les flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des éléments communs des plantes, plus de 8000 polyphénols, y compris plus de 4000 flavonoïdes ont été identifiés dans différentes espèces végétales, et le nombre ne cesse de croître (**Harborne *et al.*, 1999 ; Beecher, 1999**), ils ont été isolés à partir de presque toutes les parties de la plante: feuilles, tiges, racines, fruits ou graines. La structure de base de ces composés est constituée de deux noyaux aromatiques reliés par une chaîne aliphatique de trois atomes de carbone formant un cycle pyranne ou moins fréquemment un cycle furane (**Harborne, 1986**).

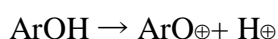
Les flavonoïdes sont des antioxydants très efficaces proposés pour la protection contre les maladies cardio-vasculaires en réduisant l'oxydation de lipoprotéines de basse densité.

Également, les flavonoïdes sont parmi les principaux constituants antioxydants de notre alimentation, leur dose journalière est supérieure à 100 mg (**Dragsted *et al.*, 1997**).

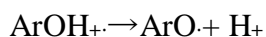
En général, la capacité effective antioxydante de flavonoïdes dépend de certains facteurs, le potentiel de chélation de métal est fortement dépendant de l'arrangement des groupements hydroxyles et un groupement carbonyle dans la molécule, la présence de l'hydrogène ou des substituant donneurs d'électrons capables de réduire les radicaux libres et délocaliser l'électron non apparié qui conduit à la formation d'un radical phénoxy stable.

Généralement, il existe deux mécanismes d'action d'un antioxydant phénolique (généralement ArOH) (**Wright *et al.*, 2001**):

- le transfert de l'atome d'hydrogène (HAT)

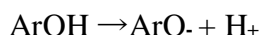


- transfert d'un électron unique suivi par un transfert de proton (SET-PT),



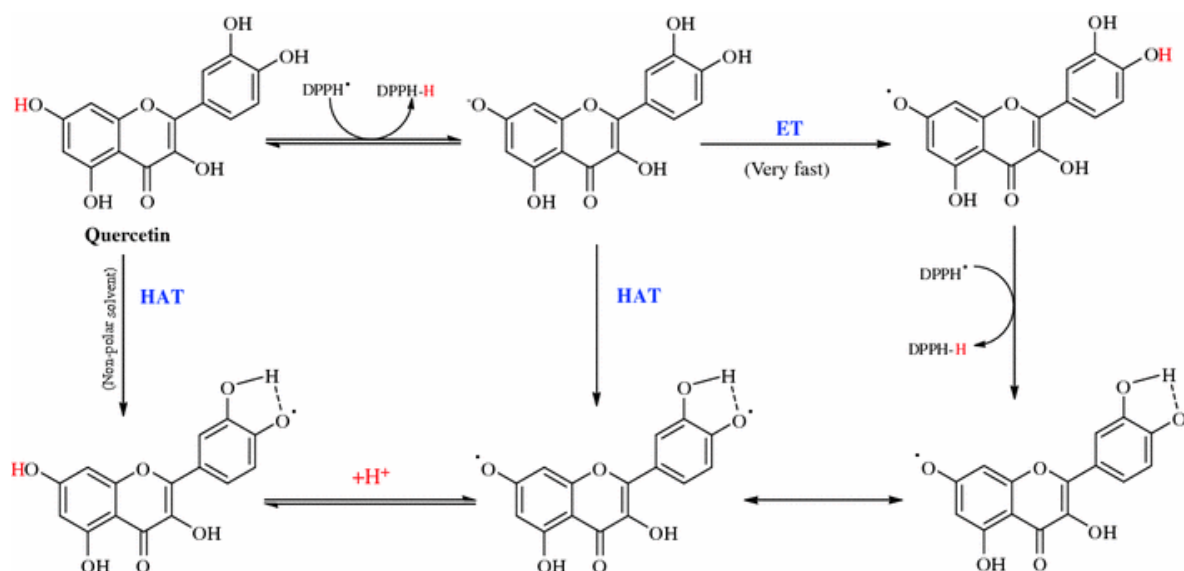
Récemment, un autre mécanisme a été découvert:

- transfert d'électron séquentiel de la perte de protons (SPLET)



Le groupe 7-OH joue un rôle important en tant que site d'ionisation et de transfert d'électrons. Par exemple, les mécanismes possibles pour la réaction de la quercétine avec le radical DPPH $\cdot$  a été donné en figure 8.





**Figure 8. Les mécanismes possibles de la réaction entre la quercétine comme un flavonoïde et les radicaux DPPH**

Cette réaction est fortement accélérée par l'augmentation de la densité d'électrons dans les cycles A et C. De plus, l'itinéraire alternatif est un transfert d'électrons (ET) rapides à partir de l'anion phénolate vers les radicaux DPPH. Le cycle A est fortement électro-attracteur, et sous l'effet de la conjugaison, la partie catéchol du cycle B est le site le plus probable de déprotonation.

En raison de la présence de groupes -OH, de nombreux flavonoïdes sont principalement situés dans la phase aqueuse des systèmes biologiques. Les flavones, les flavonols, les isoflavones, les flavonones et les chalcones, se produisent dans tous types de tissus de parties aériennes de plantes (**Herrmann, 1993 ; White et Xing, 1997**). Les flavones et les flavonols sont trouvés dans presque toutes les parties de plantes, en particulier dans les feuilles et les pétales, ainsi que les flavonols survenant plus fréquemment que les flavones (**Herrmann, 1976**).

### 1.2.2. Les acides phénoliques

L'activité antioxydante des acides phénoliques et leurs dérivés dépend du nombre et de la position des groupements hydroxyle liés au cycle aromatique (**Rice-Evans *et al.*, 1996; Sroka et Cisowski, 2003**). La présence de différents substituants dans le squelette phénol peut modifier les propriétés antioxydantes, en particulier la capacité de donner l'hydrogène.

En général, le phénol non substitué est inactif en tant que donneur d'hydrogène, les monophénols sont des antioxydants moins efficaces que les polyphénols. L'introduction d'un groupement donneur d'électrons tel que le groupement hydroxyle dans la position *ortho* ou *para* augmente l'activité antioxydante du phénol ou de l'acide phénolique (Pokorny, 1988; Chimi *et al.*, 1991).

En outre, la présence d'un groupement carbonyle, tel qu'un acide, un ester, ou une lactone, renforcée son activité antioxydante, cette dernière augmente lorsque le groupe carbonyle est séparé du noyau aromatique. Dans la littérature, la position et le degré d'hydroxylation sont très importantes pour la détermination de l'activité antioxydante (Dziedzic et Hudson, 1984; Chen et Ho, 1997).

### 1.3. Composition phénolique des menthes

Plusieurs études ont démontré la richesse des menthes en composés phénoliques, particulièrement en acides phénoliques et en flavonoïdes (Dorman *et al.*, 2009 ; Fecka and Turek, 2007 ; Kosar *et al.*, 2004). De tous les acides phénoliques, le genre *Mentha* est spécialement riche en acide caféique et ses dérivés. Ce dernier représente 60 à 80% des composés phénoliques totaux (Dorman *et al.*, 2003).

De plus, la forme libre de l'acide, l'isomère glucuronide a été détecté chez l'espèce *M. pulegium* (Taamalli *et al.*, 2015). La présence de l'acide chlorogénique a été trouvée dans plusieurs menthes, citant comme meilleur exemple l'espèce *M. x piperita* (Misan *et al.*, 2011).

Par ailleurs, l'acide rosmarinique est l'acide phénolique le plus abondant chez les espèces de menthes. Son contenu rapporté chez la menthe poivrée est d'environ 30% des polyphénols totaux (Misan *et al.*, 2011 ; Dorman *et al.*, 2009 ; Fecka and Turek, 2007). En outre, il a été détecté dans les espèces sauvages de menthes (Tang *et al.*, 2016 ; Brahmi *et al.*, 2015). Récemment, sept acides salvianoliques ont été décelés chez les menthes (Taamalli *et al.*, 2015 ; She *et al.*, 2010).

En plus de l'acide caféique et de ses dérivés, d'autres acides organiques ont été rapportés. Par exemple l'acide caftarique (Benedec *et al.*, 2013), l'acide cinnamique (Igoumenidis *et al.*, 2016), l'acide p-coumarique (Brahmi *et al.*, 2015 ; Benedec *et al.*, 2013), l'acide férulique (Igoumenidis *et al.*, 2016 ; Benedec *et al.*, 2013), l'acide oléanolique (Igoumenidis *et al.*, 2016 ; Shen *et al.*, 2011) et l'acide vanillique (Igoumenidis *et al.*,

2016 ; Taamalli et al., 2015 ; Papageorgiou et al., 2008) ont été trouvés chez différentes espèces du genre *Mentha*.

Les menthes sont également riches en flavonoïdes, particulièrement en flavones et flavanones, ces derniers représentent 10 à 70% du contenu phénolique total. La lutéoline et ses dérivés sont les flavones majeurs décrits pour les menthes (Pereira and Cardoso, 2013). Par ailleurs, les dérivés glucosidiques comme lutéoline-O-glucoside et lutéoline-O-rutinoside sont souvent décrits comme composés phénoliques majoritaires (Benedec et al., 2013; Misan et al., 2011 ; Hussain et al., 2010).

L'apigénine (Taamalli et al., 2015 ; Bimakr et al., 2011 ; Misan et al., 2011) et ses dérivés comme les glucosides (Stanisavljevic et al., 2012) et les rutinosides (Aksit et al., 2014 ; Reichling et al., 2008; Dorman et al., 2003) peuvent aussi être présents chez les espèces de menthes.

D'autres flavones détectés chez les menthes incluent par exemple l'acacétine et ses glycosides (Taamalli et al., 2015 ; Salin et al., 2011), la diosmine (Taamalli et al., 2015; Brahmi et al., 2015), la salvigénine et la thymonine (Voirin et al., 1999 ; Zaidi et al., 1998).

Les espèces du genre *Mentha* sont riches en flavanones et en composés de cette classe incluant essentiellement les dérivés de l'eriodyctol, naringénine et hespétine. Ces composés apparaissent, fréquemment, comme dérivés du glucoside (Pereira and Cardoso, 2013).

Par exemple, l'hespétidine (hespétine-7-O-rutinoside), eriodyctol-O-glucoside et naringénine-7-O-glucoside ont été détectés dans la menthe poivrée (Misan et al., 2011).

D'autre part, l'eriocitrine (eriodyctol-7-O-rutinoside) est le flavone le plus abondant dans les menthes selon Fecka and Tureck (2007), Dorman et al. (2009, 2003) et Areias et al. (2001).

La narirutine a été également détectée comme composé majoritaire chez l'espèce *M.x piperita* (Dolzhenko et al., 2010; Fecka and Turek, 2007; Inoue et al., 2002). Les flavonols et les dihydroflavonols sont moins rapportés dans les menthes. Néanmoins, le flavonol kaempférol a été détecté chez plusieurs espèces de menthes (Igoumenidis et al., 2016 ; Zaidi et al., 1998), ainsi que ses glucosides, rhamnosides, rutinosides et sophorosides chez *M.x piperita* ou *M.longifolia* (Stanisavljevic et al., 2012 ; Dolzhenko et al., 2010).

En outre la présence de rutine a été décrite par plusieurs auteurs (**Brahmi et al., 2015 ; Benedec et al., 2013 ; Bimakr et al., 2011**). D'autres flavonols ou dihydroflavonols détectés incluant par exemple la quercétine (**Igoumenidis et al., 2016 ; Misan et al., 2011**) et la myricétine (**Bimakr et al., 2011**). Les flavanols rapportés dans les menthes sont par exemple la catéchine (**Igoumenidis et al., 2016 ; Misan et al., 2011**) et l'épicatéchine (**Igoumenidis et al., 2016 ; Bimakr et al., 2011**). Les coumarines détectées sont l'esculetine (**Dobias et al., 2010**) et la scopoletine (**Adam et al., 2009**).

Les anthocynidines cyanidiques, delphinidine, luteolinidine, pelargonidine et petunidine, ont été décelés chez l'espèce *M. x rotundifolia* (L.) Huds. (**Marin Pares, 1983**). Le resveratrol stilbenoïde et le tyrosol phényléthanoïde ont également été trouvés chez l'espèce *M. spicata* (**Igoumenidis et al., 2016**).

### 1.4. Effets antioxydants

Dans les dernières années, l'importance des antioxydants dans la protection des organismes, des tissus, ou des systèmes non vivants contre le stress oxydatif, est devenue évidente. Cette déclaration est appuyée par des études réalisées dans différents domaines, y compris la physiologie, la pharmacologie, la nutrition et même la transformation des aliments (**Magalhaes et al., 2009**). En ce qui concerne les aliments, les antioxydants peuvent être définis comme des substances qui sont capables de retarder ou d'empêcher l'oxydation.

Les activités des antioxydants dépendent non seulement de leurs caractéristiques structurelles, mais aussi de nombreux autres facteurs, tels que la concentration, la température, le niveau de lumière, le type de substrat, et l'état physique du système.

Jusqu'à présent, les méthodes les plus couramment utilisées pour la détermination *in vitro* de l'activité antioxydante sont :

- Anti-radicalaire DPPH
- Chélation des ions ferreux
- Blanchiment du B-carotène

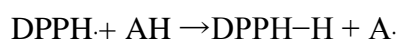
### 1.5. Tests d'activité antioxydante

#### 1.5.1. Essai de piégeage des radicaux

Les piègeurs des radicaux libres peuvent réagir directement pour mettre fin aux réactions en chaîne de peroxydation et améliorer la qualité et la stabilité des produits alimentaires. L'élimination des radicaux libres, un des mécanismes connus en antioxydants. Ce mécanisme standard propose une technique rapide pour le dépistage de l'activité antioxydante de composés spécifiques. Les analyses basées sur l'utilisation des radicaux de DPPH· et d'ABTS·+ dans des méthodes spectrophotométriques plus populaires pour la détermination de la capacité antioxydante des aliments, des boissons et des extraits végétaux (Soares *et al.*, 1997).

Le radical chromogène DPPH· peut réagir directement avec des antioxydants. En effet, la méthode de DPPH· a été utilisée pour évaluer l'activité antioxydante des composés en raison des procédures simples, rapides, sensibles et reproductibles (Özcelik *et al.*, 2003; Gülçin *et al.*, 2005c). Les antioxydants sont soupçonnés d'intercepter la chaîne d'oxydation des radicaux libres, de donner l'hydrogène des groupements hydroxyles phénoliques, et de former un produit final stable qui ne déclenche ou propage l'oxydation des lipides (Amarowicz *et al.*, 2004).

L'activité de piégeage des radicaux est très importante, en raison du rôle délétère des radicaux libres dans les aliments et dans les systèmes biologiques. Diverses méthodes sont actuellement utilisées pour évaluer l'activité antioxydante des végétaux. Les essais chimiques sont basés sur la capacité de piéger les radicaux libres, en utilisant une variété de systèmes générant des radicaux et des méthodes pour la détection de la terminaison d'oxydation. Quand un antioxydant (AH) est ajouté aux radicaux, il existe un degré de décoloration qui inverse la formation du radical DPPH·.



Ces tests ont été appliqués pour déterminer l'activité antioxydante des constituants alimentaires (Köksal *et al.*, 2009). Ils sont rapides, ne nécessitent pas des réactifs onéreux ou des instrumentations sophistiquées. Ces chromogènes sont faciles à utiliser, ont une grande sensibilité et permettent une analyse rapide de l'activité antioxydante d'un grand nombre d'échantillons.

### 1.5.2. Test du DPPH·

Le test du DPPH· est la plus ancienne méthode de détermination de l'activité antioxydante. Il a d'abord été proposé en 1950 pour découvrir H donateurs en matériaux naturels. Plus tard, le test a été quantifié pour déterminer le potentiel antioxydant des composés alimentaires ainsi que des échantillons biologiquement pertinents (**Roginsky et Lissi, 2005**). Le radical DPPH est l'un des rares radicaux organiques azotés stables qui porte une couleur violette foncée. En test DPPH, les antioxydants sont capables de réduire le radical stable DPPH· à la couleur jaune de DPPH-H. Cette méthode est basée sur la réduction du DPPH· en solution alcoolique en présence d'un antioxydant donneur d'hydrogène due à la formation de la forme non-radical DPPH-H dans la réaction.

La capacité de réduire le radical DPPH· par l'antioxydant peut être évaluée en mesurant la diminution de son absorbance. Le test de décoloration largement utilisé a été signalé par **Blois (1958)**. Le DPPH est habituellement utilisé comme réactif pour évaluer l'activité antiradicalaire des antioxydants (**Elmastas et al., 2006b**). Il s'agit d'un radical libre stable montrant une absorption maximale à 517 nm. Lorsque les radicaux DPPH rencontrent un substrat donneur de protons comme un antioxydant, les radicaux seraient trouvés et l'absorbance est réduite (**Blois, 1958; Gülçin et al., 2009**).

Comme on le voit dans la figure 9, le radical chromogène violet (DPPH·) est réduit par des composants antiradicalaires (AH) à l'hydrazine jaune pâle correspondant (DPPH-H) (**Blois, 1958; Elmastas et al., 2006b**). Le test est simple, rapide et ne nécessite qu'un spectrophotomètre UV-VIS à effectuer, ce qui explique probablement son utilisation généralisée dans le dépistage antioxydant.

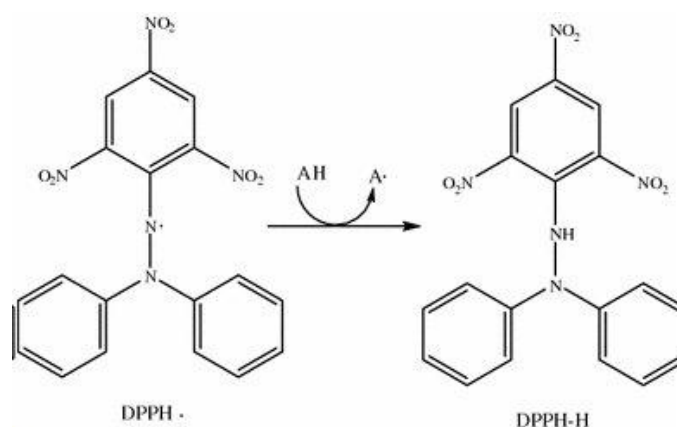
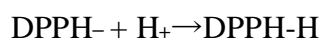
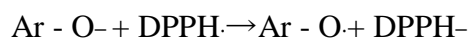
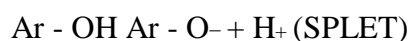
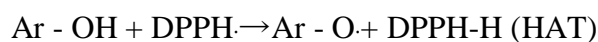


Figure 9. L'effet d'un antioxydant (AH) sur le radical DPPH

Le test du DPPH· est considéré comme fondé principalement sur une réaction de transfert d'électrons et l'abstraction de l'hydrogène, basé sur la mesure de la capacité de réduire l'antioxydant vers DPPH· (**Prior et al., 2005**). Le radical libre stable DPPH· est un réactif utile pour étudier l'activité des phénols, catéchols et anilines à travers deux mécanismes différents: HAT et SPLET (**Musialik et Litwinienko, 2005**).



Une solution de DPPH· fraîchement préparée présente une couleur pourpre foncée avec un maximum d'absorption à 517 nm. Cette couleur pourpre disparaît généralement quand un antioxydant est présent dans le milieu (**Gülçin et al., 2004d, 2006a**). Ainsi, les molécules antioxydantes peuvent éteindre les radicaux libres DPPH· en fournissant des atomes d'hydrogène ou d'électrons (**Gülçin et al., 2007b; Samadi et al., 2011**).

En général, les résultats sont rapportés comme étant la concentration inhibitrice ( $IC_{50}$ ). L' $IC_{50}$  est la quantité d'antioxydant nécessaire pour réduire 50% de la concentration initiale de DPPH· (**Brand-Williams et al., 1995**). Enfin, le test de DPPH· est considéré comme une méthode spectrophotométrique facile et utile en matière de dépistage pour mesurer la capacité de piégeage des radicaux libres des composés purs (**Gülçin et al., 2004d, 2007b, 2008b**), des constituants alimentaires (**Gülçin et al., 2006c, 2011c; Ak et Gülçin, 2008**), des extraits de plantes (**Elmastas et al., 2006b; Büyükkokuroglu et Gülçin, 2009**) et d'autres échantillons tels que les composés synthétisés (**Balaydin et al., 2010**).

### 1.5.3. Chélation des ions ferreux

Les ions ferreux ( $Fe^{2+}$ ) sont des pro-oxydants les plus efficaces dans les systèmes alimentaires, l'effet de chélation serait bénéfique, et la suppression de la libération d'ions de fer de la circulation pourrait être une approche prometteuse pour prévenir les maladies induites par le stress oxydatif. Lorsque l'ion ferreux est chélaté, il peut perdre ses propriétés prooxydantes.

Le fer, dans la nature, peut être trouvé sous forme d'ions ferreux ( $Fe^{2+}$ ) ou d'ion ferrique ( $Fe^{3+}$ ) (forme prédominante dans les aliments). La chélation de fer peut rendre un effet

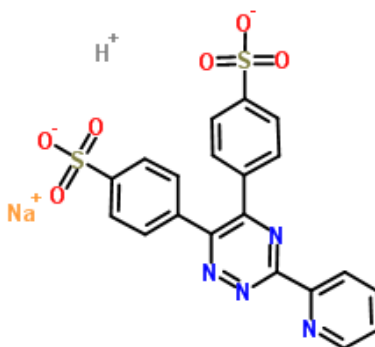
antioxydant important en retardant l'oxydation catalysée par un métal. D'une compilation de données biochimique, humaines et animales, des liens ont été proposés entre l'accroissement des niveaux de fer dans le corps et un risque accru d'une variété de maladies telles que les maladies vasculaires, le cancer et certaines maladies neurologiques (**Berg *et al.*, 2001 ; Siah *et al.*, 2005**).

Le fer est un élément essentiel pour toutes les cellules vivantes, malgré son caractère essentiel, le fer peut être potentiellement toxique lorsqu'il est présent comme ion libre. Sa toxicité peut résulter de sa capacité à participer, en tant que catalyseur dans la formation du radical hydroxyle, une espèce capable d'induire l'oxydation des lipides, des protéines et de l'ADN (**Halliwell et Gutteridge, 1984; Valko *et al.*, 2006**).

Un chélateur d'ions ferreux efficace offre une protection contre les dommages oxydatifs en éliminant le fer. Les ions ferriques ( $\text{Fe}^{3+}$ ) produisent également des radicaux de peroxydes bien que le taux est dix fois inférieur à celui de l'ion ferreux ( $\text{Fe}^{2+}$ ). Pour assurer sa disponibilité et pour protéger les cellules de subir les effets toxiques d'ions de fer libres, le métal est lié à différents peptides et protéines, dont la ferritine est reconnue comme la seule et la plus importante protéine de fer-stockage (**Ponka, 1999**). En fait, la ferritine a été estimée pour pouvoir séquestrer jusqu'à 4500 atomes de fer par molécule, le stockage de ces atomes se produit sous la forme d'un noyau minéral ferrihydrite (**Harrison et Arosio, 1996**).

La ferrozine (figure 10) peut former des complexes avec  $\text{Fe}^{2+}$ , la formation de ces complexes est perturbée en présence des agents chélatants, ce qui entraîne une réduction de la couleur rouge du complexe. La mesure de la réduction de la couleur permet donc l'estimation de l'activité métal-chélateur. La basse absorbance indique un accroissement des activités métal-chélateur. La chélation des métaux est une importante propriété antioxydante (**Kehrer, 2000 ; Gülçin *et al.*, 2003c**).





**Figure 10. Structure chimique de la ferrozine**

Le complexe ferrozine-Fe<sup>2+</sup> produit un chromophore rouge avec une absorbance qui peut être mesurée à 562 nm. La capacité métal-chélatant est significative car il réduit la concentration du métal de transition du catalyseur de la peroxydation lipidique. Il a été rapporté que les agents chélateurs sont efficaces comme antioxydants secondaires, car ils réduisent le potentiel d'oxydoréduction, ce qui stabilise la forme oxydée des ions métalliques.

### 1.6. Activité anticholinestérase

#### 1.6.1. La maladie d'Alzheimer

##### ***Définition***

La maladie d'Alzheimer est une maladie neuro-dégénérative (perte progressive de neurones) incurable du tissu cérébral qui entraîne la perte progressive et irréversible des fonctions mentales et notamment de la mémoire. C'est la forme la plus fréquente de démence chez l'être humain.

##### ***Histoire***

En 1901, le psychiatre et neuropathologiste allemand Alois Alzheimer, identifie le premier cas de la maladie qui portera son nom, chez une patiente de 50 ans (Auguste Deter). Il suivit son cas jusqu'à sa mort en 1906 et décrivit les altérations anatomiques observées sur son cerveau. Durant les cinq années suivantes, onze cas similaires furent rapportés dans la littérature médicale (**Berchtold et Cotman, 1998**).

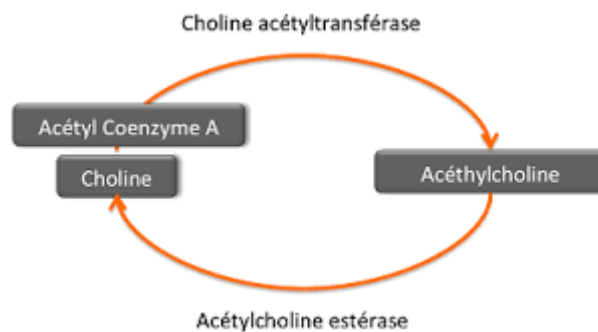
La maladie d'Alzheimer (MA) ou la démence sénile du type Alzheimer (DSTA) est un trouble neurodégénératif progressif mais irréversible provoquée par la perte de neurones et de synapses dans le cortex cérébral et certaines régions sous-corticales. La fréquence de la MA augmente avec l'âge, on estime qu'environ 10% des personnes de plus de 65 ans et 50% de ceux de plus de 85 ans souffrent de MA. Sauf s'il y a de nouveaux traitements développés pour réduire le risque, le nombre de personnes atteintes de la MA aux États-Unis devrait être de 14 millions en 2050 (**Ul-Haq et al., 2010**).

##### ***Traitement***

La maladie d'Alzheimer, connue pour être associée à la perte progressive de la mémoire, est caractérisée par une faible concentration d'acétylcholine dans le cadre de l'hippocampe et le cortex du cerveau. L'inhibition de l'acétylcholinestérase a été utilisée avec succès comme une cible thérapeutique pour traiter la maladie d'Alzheimer, mais la résistance aux médicaments montre que la butyrylcholinestérase reste un sujet de préoccupation dans le traitement de la maladie d'Alzheimer (**Ul-Haq et al., 2010**).

### Les cholinestérases

Les cholinestérases (ChEs) sont une famille d'enzymes qui partagent une homologie étendue de séquence (65%). Les ChEs chez les vertébrés ont été classés en deux types, l'acétylcholinestérase (AChE) et la butyrylcholinestérase (BChE), sur la base des spécificités de substrat et de l'inhibiteur des sensibilités distinctes. L'AChE est un élément clé des synapses cholinergiques du cerveau et des jonctions neuromusculaires. La fonction biologique majeure de l'acétylcholinestérase est à la fin de nerf, propagation de l'influx par hydrolyse rapide (figure 11) du neurotransmetteur acétylcholine cationique (ACh).

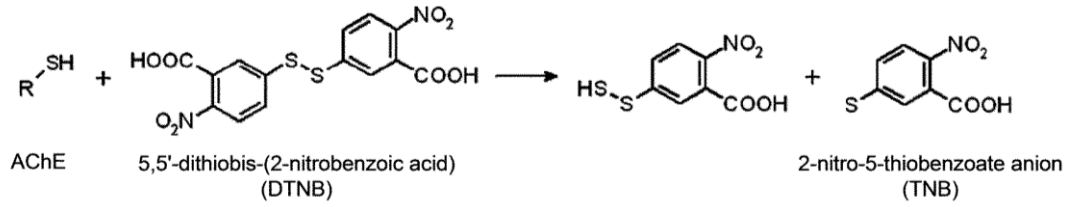


**Figure 11. Réaction d'hydrolyse de l'acétylcholine**

Selon l'hypothèse cholinergique, les troubles de la mémoire chez les patients atteints de DSTA résulte d'une déficience de la fonction cholinergique dans le cerveau (Perry, 1986). Plus précisément, de faibles quantités de l'ACh dans l'hippocampe et le cortex sont généralement considérés comme la cause de la MA (Terry et Buccafusco, 2003).

### 1.6.2. Mesure de l'activité anticholinestérase

La mesure de l'activité cholinestérasique, par la méthode colorimétrique indirecte d'Ellman (Ellman *et al.*, 1961), utilise un analogue de substrat naturel de l'AChE, l'acétylthiocholine (ATC), hydrolysée en acétate et thiocholine. L'acide 5,5'-dithiobis (2-nitrobenzoïque) (DTNB) présent dans le milieu réactionnel est réduit par la thiocholine issue de l'hydrolyse enzymatique, et libère le thionitrobenzoate (TNB-) qui absorbe à une longueur d'onde maximale de 414 nm. À partir de la variation de cette absorbance on peut déterminer l'activité de l'enzyme (figure 12).



**Figure 12. Réduction de DTNB par la thiocholine**

## Chapitre IV. Présentation du Parc National d'El-Kala

Le Parc National d'El-Kala, classé le 23 juillet 1983 en tant que tel par décret n°83-462a été parmi les premiers parcs nationaux du nord algérien et joue un rôle capital dans la conservation du patrimoine naturel et la biodiversité dans la région.

Il a été également classé en tant que réserve de la Biosphère depuis le 17 décembre 1990 dans le cadre du projet MAB de l'UNESCO<sup>7</sup>. Ce dernier visant à instaurer les règles d'une bonne gouvernance des ressources naturelles et les principes d'un développement durable dans sa gestion et son fonctionnement. C'est le plus grand parc national côtier d'Algérie avec ses 76348 hectares et il est occupé par 140000 habitants.

Divisé en trois secteurs de gestion : Secteur de Brabtia ; Secteur d'Oum Teboul ; Secteur de Bougous, il présente également un zonage interne en cinq catégories de zones comme le montre la carte ci-dessous.

Le Parc National d'El-Kala renferme le plus grand nombre de lacs, lagunes, marais, cours d'eau, sites RAMSAR, réserves de la biosphère de la région d'Afrique du Nord.

La région présente des conditions climatiques considérée comme un étage humide à subhumide avec un climat très humide et pluvieux en hivers (précipitations entre 800 à 1000 mm par an) à chaud et humide en été (température pouvant atteindre les 43°C).

Le Parc National d'El-Kala est également connu pour sa végétation luxuriante et sa diversité biologique en termes d'écosystèmes, d'espèces et de variabilité génétique des populations présentes dans la région.

---

<sup>7</sup><http://www.unesco.org/mabdb/br/brdir/directory/biores.asp?code=ALG+02&mode=all>

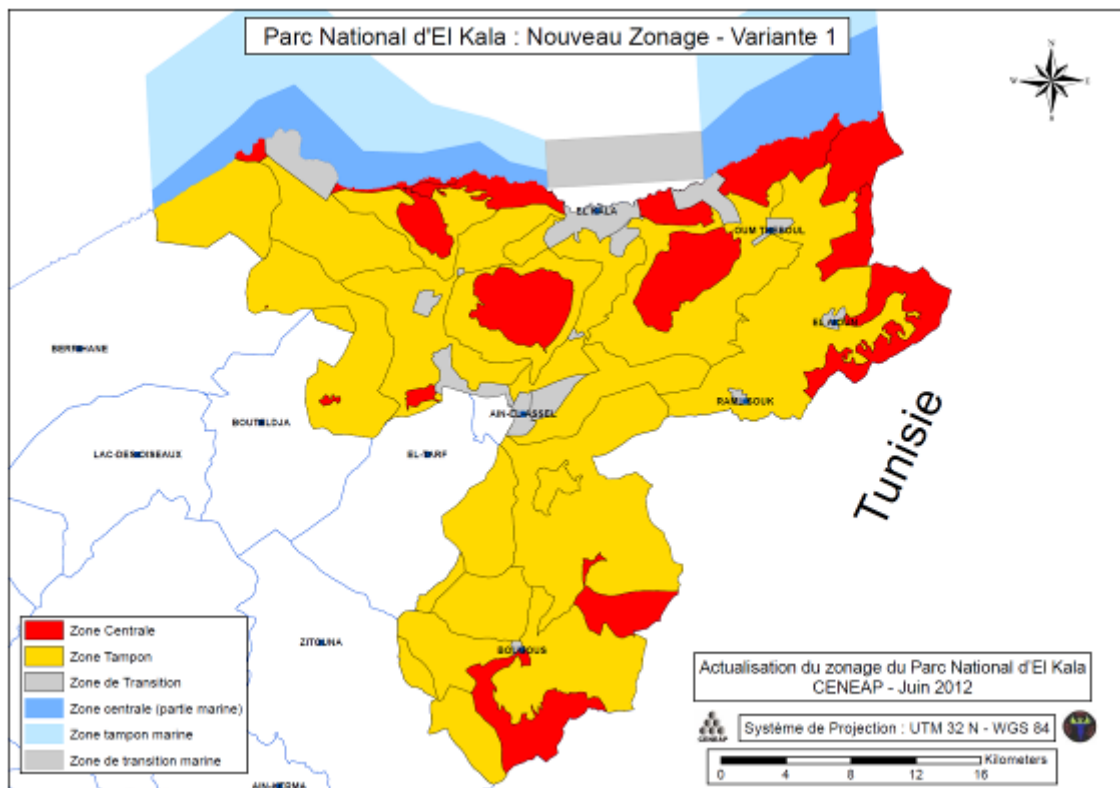
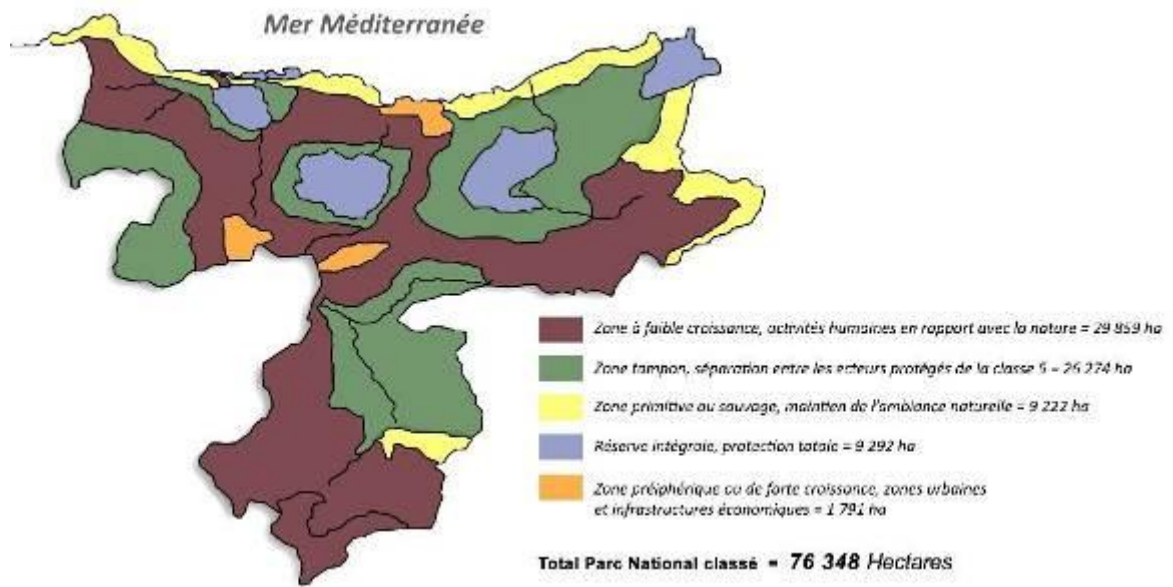


Figure 13. Figure représentant l'ancien (en haut) et le nouveau zonage (en bas) du P.N.E.K.

Plusieurs travaux se sont donc attelés à définir la structure des populations végétales et leur inventaire (voir figure 14).

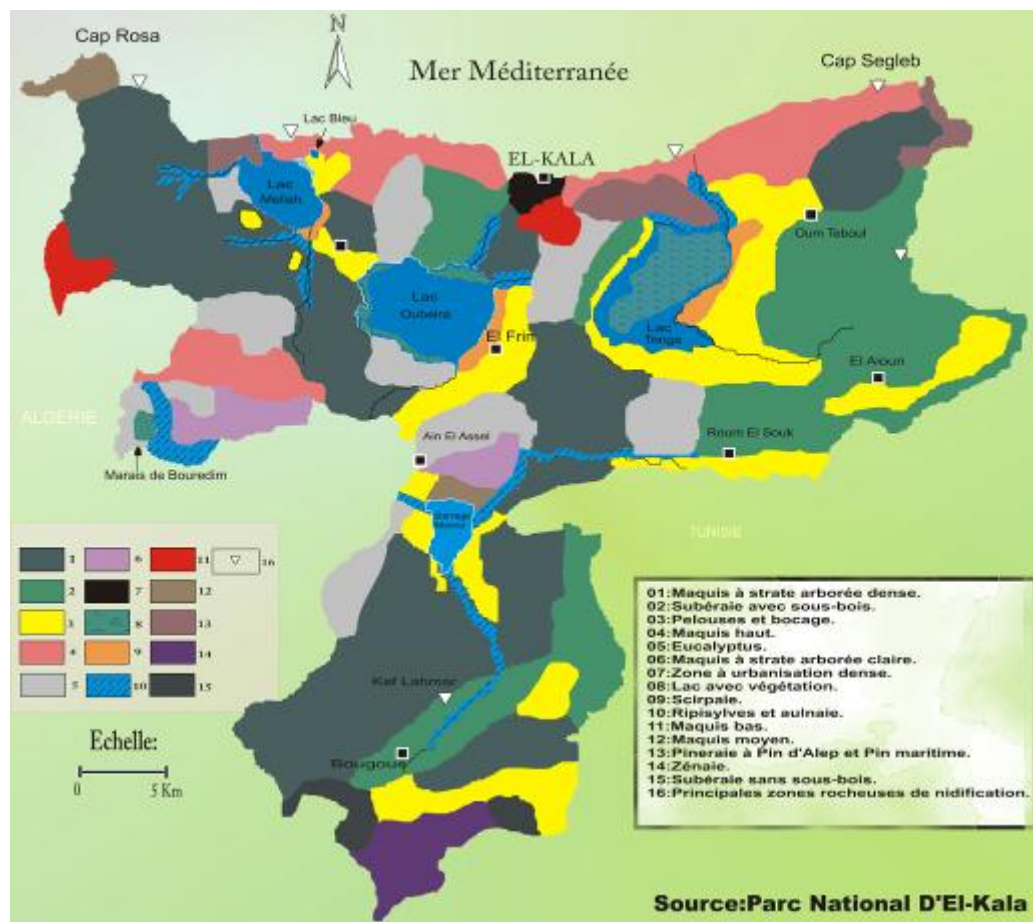


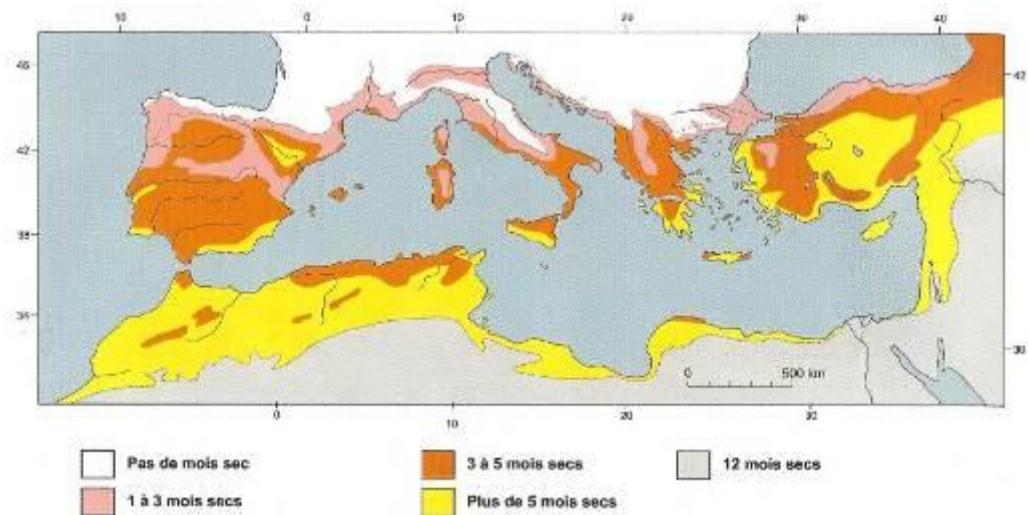
Figure 14. Carte des formations végétales du Parc National d'El-Kala<sup>8</sup>

### **1. Le biome méditerranéen et la mosaïque d'écosystèmes présents dans la région**

La région de Numidie Orientale fait partie du biome Méditerranéen. C'est une région à climat généralement doux en hiver et sec en été avec une pluviométrie générale avoisinant les 1200mm/an. Il appartient à l'étage bioclimatique subhumide chaud.

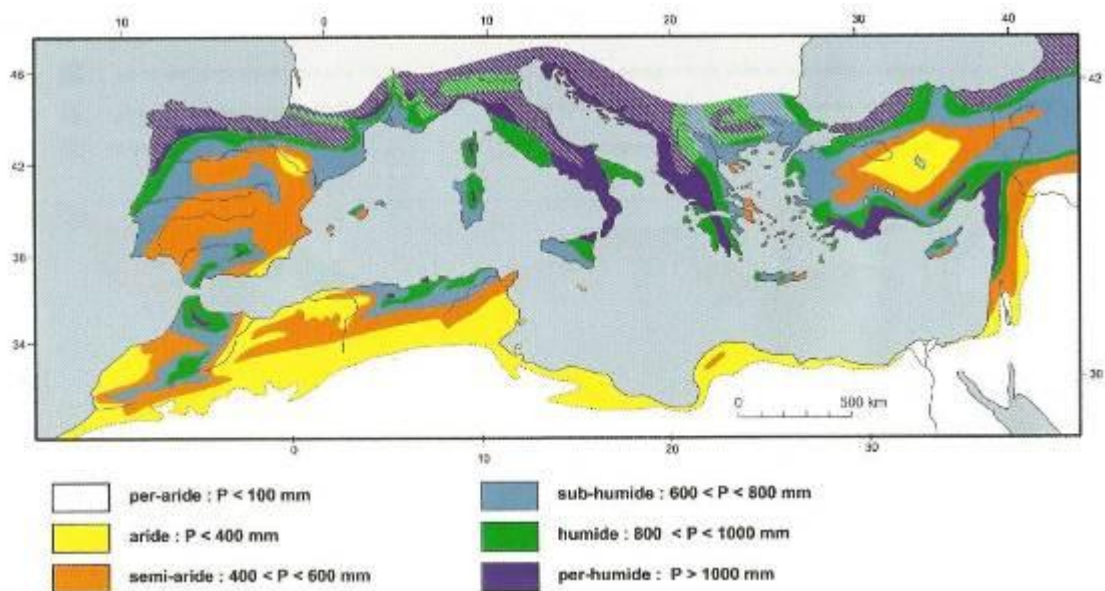
La région connaît une période hivernale douce et pluvieuse et un été chaud et sec de trois à cinq mois. Le taux d'humidité reste très élevé durant toute l'année. En été, l'évaporation de l'eau des lacs en plus de l'évapotranspiration et la proximité de la mer méditerranée font que la région reste chaude et humide durant la période estivale.

<sup>8</sup>PNEK, 2009. Cédérom multimédia de présentation du Parc National d'El-Kala



**Figure 15. Carte climatique de la région méditerranéenne (Desfontaines in Montgolfier, 2002)**

Les températures restent assez élevées en été et peuvent atteindre des records de 49°C à El-Kala. Il en résulte un maintien de l'évaporation de l'eau continentale et marine et le maintien d'une humidité assez élevée<sup>9</sup>. Les précipitations annuelles restent assez importantes et varient d'une région à l'autre mais globalement elles atteignent les 1000 à 1200 mm par an.



**Figure 16. Carte synthétique des précipitations annuelles moyennes en région méditerranéenne**

<sup>9</sup>Tomas F., 1974. Annaba et sa région: organisation de l'espace dans l'extrême Est algérien. Thèse de doctorat à Université de Saint-Étienne. France

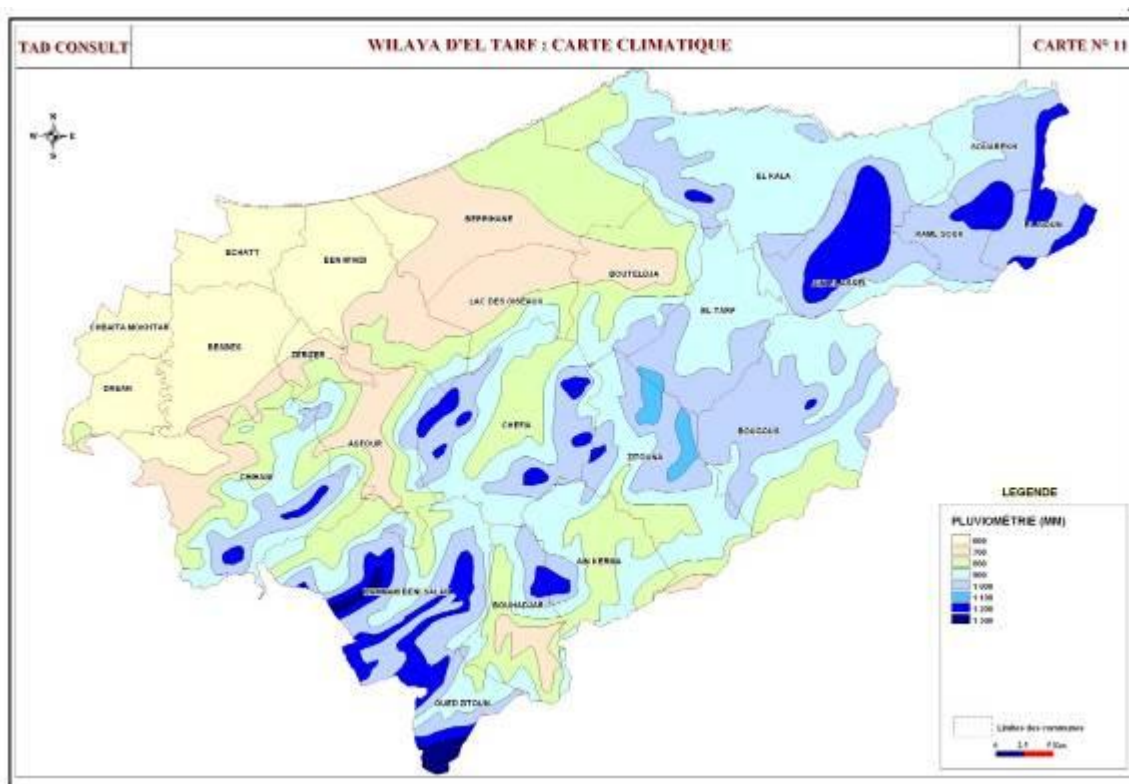


Cet apport en eau assez important, en plus de la structure géologique du sol et des altitudes avoisinantes, a concouru à créer un réseau hydrique très étendu avec plusieurs rivières et cours d'eau, lacs, lagunes, marres, marécages, deltas...etc.

Parmi les sites d'importance écologique, nous pouvons citer :

- L'Oued El Kebir
- L'Oued Messida
- L'Oued Sybousse
- La Forêt de Bourdim
- La Garaat Stah
- La Lagune du Mellah
- Le Barrage de Chefia
- Le Barrage de Mexa
- Le Cap de Fer
- Le Cap de Garde
- Le Cap Rosa
- Le Cap Roux
- Le Cap Takouche
- Le Delta d'El-Battah
- Le Lac Bleu
- Le Lac Bourdim
- Le Lac des Oiseaux
- Le Lac El-Ghorra
- Le Lac Fetzara
- Le Lac Noir
- Le Lac Oubeira
- Le Lac Tonga
- Le Marais de la Mekhada
- Le Marais de Boussedra
- Les Mont de l'Edough
- Les Salines du Chatt





**Figure 18. Carte climatique de la région d'El-Tarf**

La région d'El-Tarf présente plusieurs étages bioclimatiques comme le montre cette carte (figure 18).

### **2. Les zones humides et aires protégées de la Numidie Orientale**

La convention de RAMSAR définit les zones humides comme suit :

« ... les zones humides comprennent une grande diversité d'habitats : marais, tourbières, plaines d'inondation, cours d'eau et lacs, zones côtières telles que les marais salés, les mangroves et les lits de zostères, mais aussi récifs coralliens et autres zones marines dont la profondeur n'excède pas six mètres à marée basse et zones humides artificielles telles que les bassins de traitement des eaux usées et les lacs de retenue. »<sup>10</sup>

La région d'Annaba et de ses environs est justement l'une des régions les plus humides d'Algérie. C'est aussi celle qui recèle le plus de zones humides naturelles et artificielles du pays. Nous pouvons dresser une liste non exhaustive des zones humides de la région.

<sup>10</sup>RAMSAR. Manuel 1 : Utilisation rationnelle des zones humides. Manuel RAMSAR 4<sup>ème</sup> édition. 2010

## Revue de littérature : Présentation du Parc National d'El-Kala

Plusieurs de ces sites sont classés dans le cadre de la convention internationale RAMSAR et sont protégés localement par la loi algérienne.

Sur les 50 sites algériens enregistrés dans le cadre de la convention de RAMSAR, 11 d'entre eux se situent dans la région de la Numidie Orientale.

Ci-dessous un extrait du tableau de la convention de RAMSAR:

**Tableau VIII. Liste des sites RAMSAR de la région d'Annaba et d'El-Kala**

SITE	DATE	RÉGION	SUPERFICIE (HA)	
AULIAIE DE AÏH KHIAR	04/06/03	EL TARF	180	36°40'N 008°20'E
COMPLEXE DE ZONES HUMIDES DE LA PLAINE DE GUERBES-SAIHADJA	02/02/01	SKIKDA	42,100	36°53'N 007°16'E
LA RESERVE NATURELLE DU LAC DES OISEAUX	22/03/99	EL KALA	120	36°42'N 008°07'E
LAC DE FETZARA	04/06/03	ANNABA	20680	36°47'N 007°32'E
MARAIIS DE BOURDIM	18/12/09	EL TARF	11	36°48'N 008°15'E
MARAIIS DE LA MEKHADA	04/06/03	EL TARF	8900	36°48'N 008°00'E
OUM LÂAGAREB	05/06/11	EL TARF	729	36°49'N 008°13'E
RESERVE INTEGRALE DU LAC EL MELLAH	12/12/04	EL TARF	2257	36°53'N 008°20'E
RESERVE INTEGRALE DU LAC OUBEÏRA	04/11/83	EL TARF	3160	36°50'N 008°23'E
RESERVE INTEGRALE DU LAC TOUGA	04/11/83	EL TARF	2700	36°53'N 008°31'E
TOURBIERE DU LAC NOIR	04/06/03	EL TARF	5	36°54'N 008°12'E

Source : <http://www.ramsar.org/>

Le Parc National d'El-Kala, la direction des forêts et la direction de l'environnement des wilayets d'Annaba et d'El-Tarf ont sous leur responsabilité l'administration, la gestion et la protection de l'ensemble de ces sites, chacun dans les limites de ses prérogatives. Le Parc National d'El-Kala occupe à lui seul un tiers de la superficie de la wilaya d'El-Tarf.

Cette dotation factorielle en ressources naturelles peut attirer des touristes désireux de découvrir des paysages naturels restés encore sauvages avec une faune et une flore authentique et endémique. Cette région présente des atouts majeurs puisqu'en plus des ressources biologiques, des écosystèmes lacustres fabuleux, des espèces animales et végétales rares et endémiques, la région présente aussi des atouts culturels avec des sites historiques et préhistoriques renfermant des dolmens et des inscriptions préhistoriques :

- La région est aussi à vocation agricole et possède un tissu industriel très développé. Elle s'est spécialisée dans les cultures maraîchères et arboricoles.
- Elle exporte aussi des produits alimentaires transformés.

## Revue de littérature : Présentation du Parc National d'El-Kala

---

- Elle possède un port et un aéroport très actifs.
- Elle abrite plusieurs dizaines d'hôtels et possède des capacités d'accueil très importantes.



**Figure 19. Vue partielle du Lac Bleu - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala**



**Figure 20. Vue partielle du Lac des Oiseaux - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala**



**Figure 21. Vue partielle de Garaat Estah**



**Figure 22. Vue partielle du Lac Oubeira - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala**



**Figure 23. Vue partielle du Lac Noir - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala**



**Figure 24. Vue partielle du Lac Tonga - Site Ramsar du Parc National d'El-Kala**

### **3. Présentation d'une partie de la flore du Parc National d'El-Kala**

Le Parc National d'El-Kala présente un ensemble de mosaïques d'écosystèmes où une diversité de sols, de microclimat et d'habitats permettant à une grande diversité de plantes de se développer<sup>11</sup>. Près de 900 espèces ont été inventoriés par les équipes de chercheurs de l'université d'Annaba<sup>12</sup>. Le Parc National d'El-Kalaabrite, à lui seul, près d'un tiers de la flore algérienne et constitue donc un sanctuaire pour la végétation méditerranéenne.

---

<sup>11</sup>Radford E.A., Catullo G. et de Montmollin B., 2011. Zones importantes pour les plantes en Méditerranée méridionale et orientale. Sites prioritaires pour la conservation. 134 p.

<sup>12</sup> de Bélair G., 2006. Un foyer de biodiversité floristique : La Numidie algérienne. Communication à l'occasion du 2<sup>ème</sup> séminaire international sur le développement durable : L'apport de la culture et du tourisme dans le développement régional. Annaba.





Figure 25. Partie de la biodiversité végétale du Parc National d'El-Kala

### Matériel & méthodes

#### **1. Echantillonnage**

Nos campagnes d'échantillonnage des menthes se sont étendues de la période de mars 2012 à février 2015. L'échantillonnage a concerné la zone côtière de basse altitude ne dépassant pas 200m d'altitude.

Afin d'élargir l'échantillonnage à toutes les espèces de menthes présentes dans la région d'El-Tarf et dans le Parc National d'El-Kala, nous avons effectué une visite systématique de tous les sites Ramsar de la région. Les espèces rencontrées dans les différents biotopes sont prises en photo, soigneusement déracinées et transportées au laboratoire afin d'être identifiées puis séchées et conservées sous forme d'un herbier.

Une cartographie des espèces est établie sur la base des sorties effectuées à raison d'une sortie mensuelle vers chaque site.

Plusieurs campagnes d'échantillonnage ont permis de suivre le cycle de croissance des espèces géolocalisées, jusqu'à leur période de floraison, afin de s'assurer de leur appartenance aux différents taxons.

#### **2. Matériel végétal**

Pour chaque espèce, les parties aériennes des plantes, au stade de floraison, ont été récoltées du Parc National d'El-Kala, considéré comme un des plus anciens et plus importants parcs nationaux en Algérie. Il est situé dans l'extrême Nord-est du pays (dans la wilaya d'El-Tarf, 36°49'N 8°25'W / pluviométrie : 910-1200mm/an).

Parmi les dix sites d'échantillonnages, sept sont classés aires protégées RAMSAR et la moitié font partie du Parc National d'El-Kala, comme illustré en figure ci-dessous avant de procéder aux analyses, les échantillons ont été séchés à température ambiante (20-25°C) pendant deux semaines.

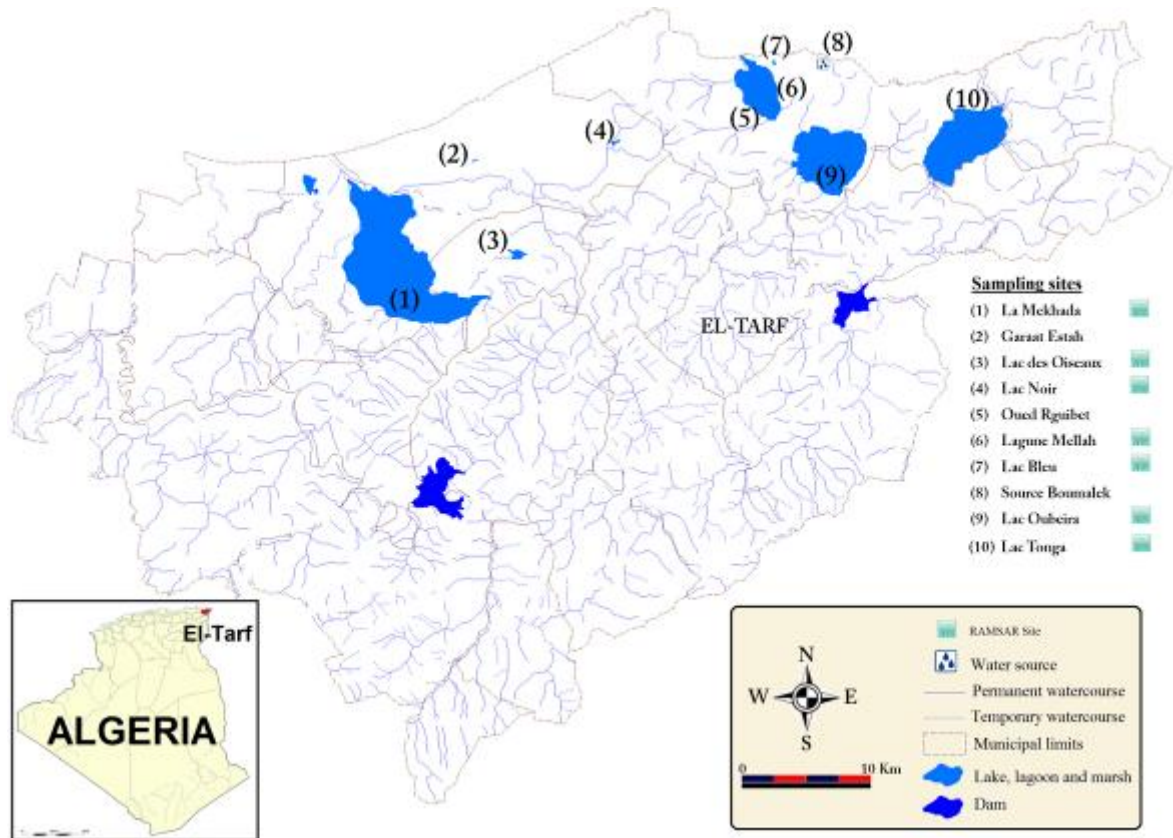


Figure 26. Echantillonnages des menthes en fonction du réseau hydrographique et des sites RAMSAR

### 3. Les extraits phénoliques des six espèces du genre *Mentha*

#### 3.1. Préparation des extraits phénoliques

Pour chaque espèce, 2g de la poudre des parties aériennes séchées et broyées à l'aide d'un mortier, ont fait l'objet d'une macération avec 50ml de méthanol (80% v/v) pendant 24h à température ambiante. L'extrait est ensuite filtré à l'aide d'un filtre 0.45mm Millipore et conservé dans un flacon en verre teinté à 4°C jusqu'à son utilisation dans le dosage des composés phénoliques et l'évaluation de ses activités biologiques (Messaoud et al., 2011).

#### 3.2. Dosage des polyphénols totaux

La teneur en polyphénols totaux est déterminée par spectrophotométrie en utilisant la méthode de Folin-Ciocalteu (Ben El Hadj Ali et al., 2014). L'ensemble de ces composés est oxydé par le réactif de Folin -Ciocalteu. Ce dernier, de couleur orange, est constitué

## Matériel & méthodes

par un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique qui sont réduits lors de l'oxydation des phénols en mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration bleue produite est proportionnelle au taux de composés phénoliques et possède une absorption maximale aux environs de 765nm.

Pour chaque dosage, 500 µl d'extrait convenablement dilué sont mélangés à 2ml de Folin-Ciocalteu (dilué 10fois dans de l'eau distillée) et incubés à l'obscurité pendant 5 minutes. Après incubation, 2.5ml de carbonate de sodium (7,5%) sont ajoutés. Le mélange est remis à l'obscurité et incubé pendant 90 min à température ambiante. La lecture de la densité optique est effectuée à 760 nm. Pour chaque échantillon l'expérience est répétée trois fois. Les teneurs en polyphénols des différents extraits sont exprimées en équivalent acide gallique par g de matière sèche (mg EAG/g MS). Une courbe d'étalonnage d'acide gallique, à différentes concentrations allant de 100 µg /ml à 3,125 µg /ml, a été utilisée (figure 27).

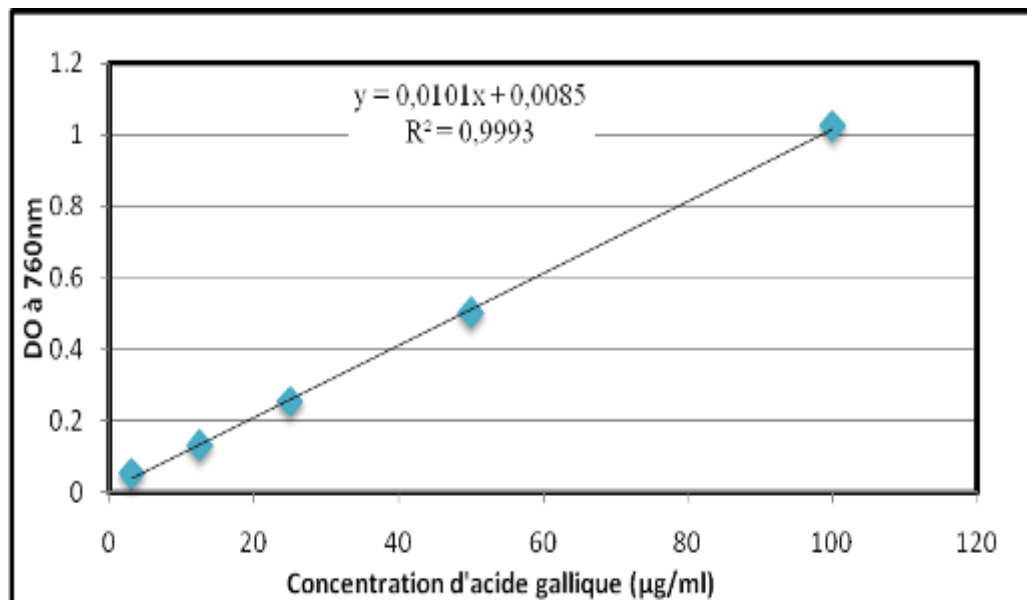


Figure 27. Courbe d'étalonnage de l'Acide gallique

### 3.3. Dosage des flavonoïdes totaux

La quantité des flavonoïdes a été estimée par la méthode colorimétrique en utilisant une solution de chlorure d'aluminium ( $AlCl_3$ ). Le dosage est basé sur la formation d'un complexe coloré (jaune) entre les flavonoïdes et le chlorure d'aluminium qui absorbe à une

## Matériel & méthodes

longueur d'onde 430 nm. L'intensité de la couleur jaune est proportionnelle à la concentration des flavonoïdes contenus dans les extraits.

Pour ce faire, 500µl de l'extrait dilué sont mélangés avec 500 µl de AlCl<sub>3</sub> (2% dans du méthanol) puis incubés à l'obscurité pendant 40 minutes à température ambiante. L'absorbance est mesurée à 430 nm (Koolen et al., 2013). La teneur en flavonoïdes est exprimée en équivalent rutine par gramme de matière sèche (mg ER /g MS) à partir d'une gamme étalon préparée avec des concentrations variables de rutine allant de 50 µg/ml jusqu'à 3,125 µg/ml (Figure 28).

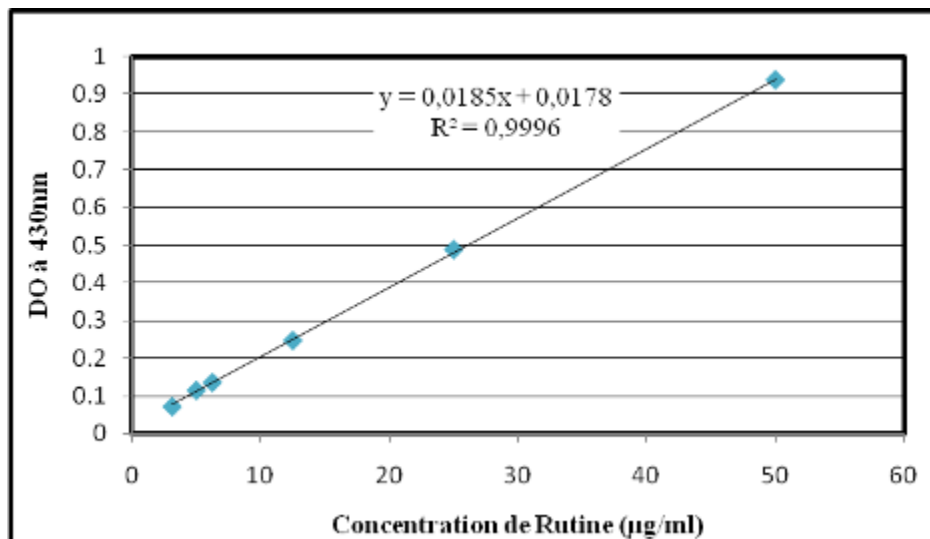


Figure 28. Courbe d'étalonnage de la Rutine

### 3.4. Dosage Tanins condensés

La quantité de tanins condensés présents dans les extraits méthanoliques a été déterminée par un test de vanilline-HCl selon la méthode décrite par Priet **Rebaya et al. (2015)**, avec quelques modifications. La méthode se base sur la réactivité de la vanilline en milieu acide avec les tanins condensés pour former des anthocyanidols qui sont des chromophores de couleur rouge détectables par spectrophotométrie.

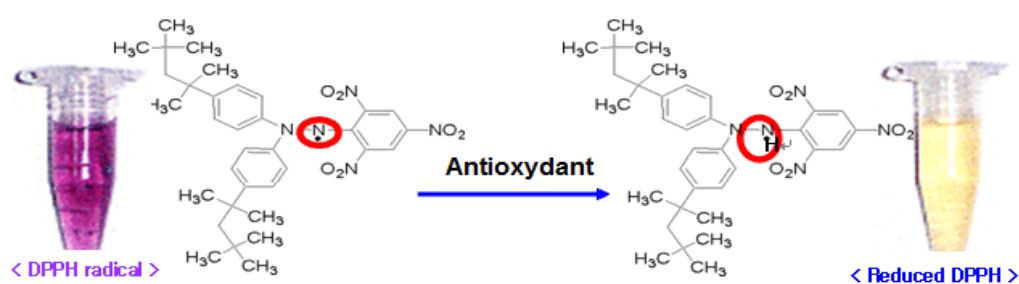
Dans ce test, 12,5µl d'extrait sont ajoutés à 750µl de vanilline (4% dans le méthanol) et 375µl HCl concentré. L'ensemble est mélangé et incubé pendant 15 minutes à température ambiante et l'absorbance est mesurée à 500 nm. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent catéchine par gramme de matière sèche (mg EC/g MS).

### 3.5. Évaluation des activités antioxydantes

Le pouvoir antioxydant des extraits méthanoliques a été estimé par trois méthodes, à savoir : le test du piégeage du radical DPPH, test de blanchissement de la  $\beta$ -carotène et le pouvoir chélateur. Ces trois méthodes sont largement reconnues pour évaluer le pouvoir antioxydant des extraits.

#### 3.5.1. Test DPPH

En présence des piègeurs de radicaux libres, le DPPH (2,2 diphenyl-1-picryl-hydrazyl) de couleur violette se réduit en 2,2 Diphenyl 1 picryl hydrazine de couleur jaune (Figure 29).



**Figure 29. Réaction de réduction du DPPH en présence d'un antioxydant**

Ainsi, l'addition d'un antioxydant dans une solution de DPPH conduit à une décoloration de ce dernier qui peut être suivie par spectrophotométrie en mesurant la diminution de l'absorbance à 517 nm et qui est directement proportionnelle à la capacité antioxydante du produit ajouté (Suh et al., 2014).

L'activité du balayage du radical DPPH a été mesurée selon le protocole suivant : Dans des tubes on introduit 300 $\mu$ l de l'extrait dilué et 900 $\mu$ l DPPH (0,4mM), après agitation par un vortex, les tubes sont placés à l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes. La lecture est effectuée par la mesure de l'absorbance à 517 nm contre un témoin (sans extrait).

Les résultats peuvent être exprimés en tant qu'activité anti-radicalaire ou l'inhibition des radicaux libres en pourcentages (I %) en utilisant la relation suivante :

$$I\% = \frac{DO \text{ témoin} - DO \text{ extrait}}{DO \text{ témoin}} \times 100$$

Avec : I% : pourcentage d'inhibition ; DO témoin : absorbance du témoin ; DO extrait : absorbance de l'extrait testé.

## Matériel & méthodes

La capacité antiradicalaire des extraits est exprimée en :

-concentration d'inhibition à 50% ou IC<sub>50</sub>ug/ ml, puis comparé à celle d'un témoin positif le BHT et le trolox (un antioxydant de synthèse) (Figure 30).

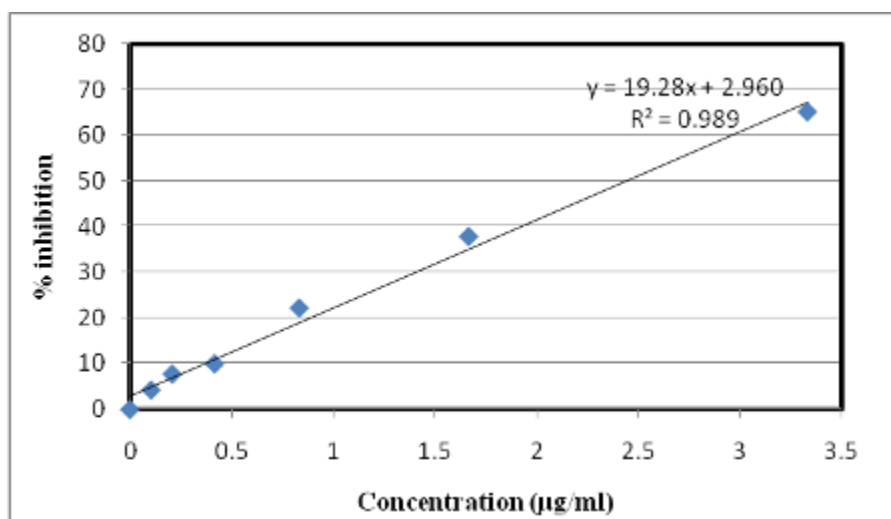


Figure 30. Courbe d'étalonnage de Trolox

### 3.5.2. Effet chélateur de fer

C'est un test colorimétrique basé sur la chélation de l'ion ferreux Fe<sup>2+</sup> par la ferrozine. Une intense couleur magenta apparaît lorsque le complexe est formé. Le complexe formé avec Fe<sup>2+</sup> absorbe à 562 nm. Ainsi la capacité de décoloration du complexe (fer/ ferrozine) traduit le pouvoir chélateur des extraits. L'effet chélateur de fer a été estimé selon la méthode de **Messaoud et al.(2012)**.

En effet, 300µl de l'échantillon sont mélangés à 300µl FeSO<sub>4</sub> .6H<sub>2</sub>O (0.1 mM) après agitation, et incubation 10 minutes à température ambiante 300µl de ferrozine (0.25mM) sont ajoutés au mélange et le tout est incubé pendant 10 minutes à température ambiante. La lecture de l'absorbance est effectuée à 562 nm contre un témoin (sans extrait).

Le pouvoir chélateur des extraits est déterminé selon l'équation suivante :

$$\text{Effet chélateur (\%)} = (\text{DOc} - \text{DO extrait} / \text{DO test}) \times 100$$

Avec : DOc : absorbance du contrôle (sans extrait) ; DO test : absorbance de l'extrait à tester ;

Les résultats sont exprimés en mg équivalent EDTA par g de matière sèche au moyen d'une courbe d'étalonnage d'EDTA (Ethylene Diamine Tetra-Acétique) réalisée à différentes concentrations (figure 31)

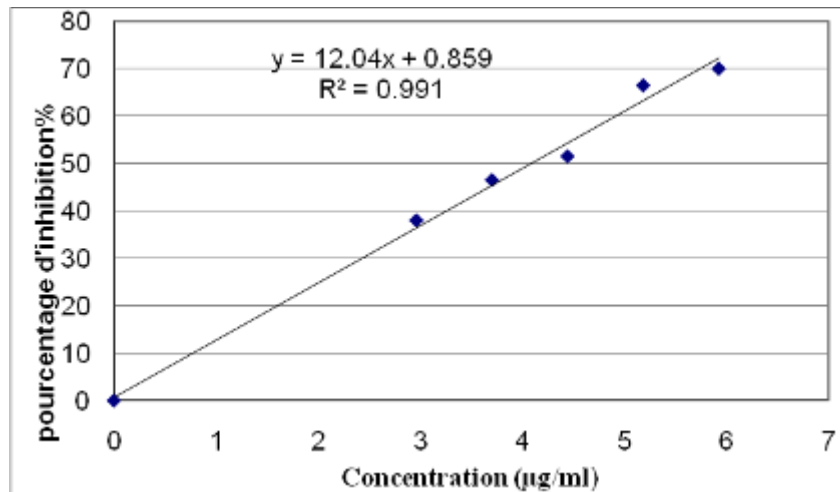


Figure 31. Courbe d'étalonnage d'EDTA

### 3.5.3. Test de blanchissement de la $\beta$ - carotène

Cette technique de spectrophotométrie dans l'ultraviolet consiste à mesurer, à 470 nm, la décoloration du  $\beta$ -carotène résultant de son oxydation par les produits de décomposition de l'acide linoléique. L'addition d'antioxydants purs ou sous forme d'extraits végétaux induit un retard de la cinétique de décoloration du  $\beta$ -carotène (Mata et al., 2007). 2 mg de  $\beta$ -carotène ont été dissous dans 20 ml de chloroforme. On prélève 2ml de cette solution qui est ajouté à un ballon contenant préalablement 20 mg d'acide linoléique et 200 mg de Tween 40. Après mélange des deux phases, le chloroforme a été complètement évaporé à 40° à l'aide d'un rotavapeur sous vide.

Par la suite, 50 ml d'eau distillée saturée en oxygène ont été ajoutés au mélange précédent avec agitation rigoureuse. 750 µl de l'émulsion obtenue ont été additionnés à une série de tubes contenant 50 µl ml de l'extrait à tester ou de BHT (antioxydant de contrôle) ou du méthanol (témoin). Les tubes ont été placés, à l'obscurité, dans une étuve à 50°C pendant 120 minutes. Deux lectures de DO sont effectuées, une première à t=0 min (pour le témoin) et une seconde après t=120 min (pour les extraits et le témoin). L'activité antioxydante des extraits a été déterminée selon la relation suivante et les résultats ont été exprimés en CI<sub>50</sub>.

$$I\% = \frac{DO(E120) - DO(C120)}{DO(C0) - DO(C120)} \times 100$$

Avec : I% : pourcentage d'inhibition ; DO (E120) : Absorbance de l'extrait à t=120min ; DO (C120) : absorbance du témoin à t=120 min ; DO (C0) : absorbance du témoin à t= 0min.



### **4. Les huiles essentielles des six espèces du genre *Mentha***

Pour chaque espèce, les parties aériennes ont été récoltées du PNEK, en plein floraison. Une fois séchées, à température ambiante et à l'abri de la lumière, et broyées à l'aide d'un mortier, la poudre obtenue a fait l'objet d'une hydrodistillation de type Clevenger pendant 3 heures (figure 32).



**Figure 32. Hydrodistillateur de type Clevenger**

#### **4.1. Calcul du rendement en huile essentielle**

Le rendement en huiles essentielles s'exprime par le rapport entre la quantité d'huile extraite et la quantité de matière végétale utilisée pour l'extraction. Il est déterminé selon la formule suivante (Messaoud et al., 2011):

$$R(\%) = \left( \frac{M_{HE}}{M_{MV}} \right) \times 100$$

Avec  $M_{HE}$  et  $M_V$  masses respectives de l'huile essentielle obtenue et de la matière végétale utilisée (en g).

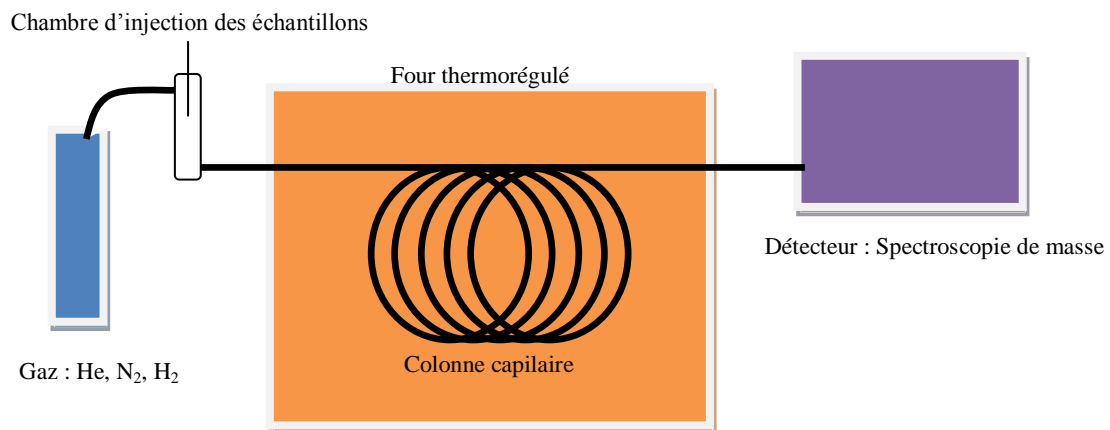
#### **4.2. Identification des huiles essentielles par GC-MS**

Le couplage de la chromatographie en phase gazeuse avec la spectrométrie de masse (CPG/SM) permet d'effectuer simultanément la séparation et l'analyse des différents constituants d'un mélange complexe. La chromatographie en phase gazeuse (CPG), est une méthode d'analyse par séparation qui s'applique aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition. C'est la technique de séparation la plus

## Matériel & méthodes

utilisée dans le domaine des huiles essentielles car elle permet d'effectuer l'individualisation des constituants à partir d'échantillons de l'ordre du milligramme voire du microgramme. En CPG, l'échantillon sous forme d'un liquide volatil est injecté au sommet de la colonne, l'élution est assurée par un flux de gaz inerte qui sert de phase mobile (figure 33).

Le principe de séparation repose sur une différence de répartition des composés d'un mélange entre deux phases, la phase mobile et la phase stationnaire (imprégné dans la colonne). Les composants du mélange injecté dans la colonne et poussé dans celle-ci par le gaz vecteur interagissent différemment avec la phase stationnaire et de ce fait leur progression dans la colonne ne se fera pas à la même vitesse. Ce phénomène d'interaction provoque ainsi la séparation des constituants du mélange. Un système de détection adéquate en sortie de colonne permet de créer un signal qui est enregistré sous forme de "pics chromatographiques" (Messaoud et al., 2012).



**Figure 33. Schéma de la chromatographie en phase gazeuse (CPG)**

La spectrométrie de masse permet de transformer des molécules de leur état naturel en ions à l'état gazeux et d'obtenir leur masse moléculaire en analysant leur rapport de masse/charge, noté  $m/z$ . Dans le secteur particulier des huiles essentielles, le couplage CPG/SM est, aujourd'hui, la technique de référence.



**Figure 34. Couplage chromatographie en phase gazeuse/Spectrométrie de masse**

### 4.3. Évaluation des activités antioxydantes

Pour l'évaluation des activités antioxydantes des huiles essentielles des six espèces du genre *Mentha*, nous avons opté pour les memes méthodes utilisées pour les extraitsméthanoliques des menthes.

#### 4.3.1. Test DPPH

(Voir3.5.1. p69-70).

#### 4.3.2. Effet chélateur de fer

(Voir 3.5.2. p70-71).

#### 4.3.3. Test de blanchissement de la $\beta$ - carotène

(Voir3.5.3. p71-72).

### 4.4. Activité anticholinestérase

Les activités inhibitrices de l'acétylcholinestérase (AChE) ont été mesurées en modifiant légèrement la méthode spectrophotométrique d'Eldeen et al. (2005).L'enzyme AChE étulisée provient de l'anguille électrique tandis que l'iodure d'acétylthiocholine a été utilisé comme substrat de la réaction avec l'acide 5,5'-dithio-bis 2-nitrobenzoïque (DTNB), pour la mesure de l'activité anticholinestérase.

L'acétylcholinestérase (AChE) lyophilisée est dissoute dans un mélange A (50mM Tris HCl à pH8.0) pour avoir 500U/ml de solution stock. Ce mélange sera dilué avec un mélange B (50mM Tris HCl à pH8.0, contenant 0.1% de serum d'albumine bovine) afin d'obtenir 0.28 U/ml. Les huiles essentielles testées sont dissoutes dans du méthanol (5% dans le mélange B).

Par la suite, 20 $\mu$ l de chaque huile essentielle est mélangé avec 25 $\mu$ l de l'AChE (0.28 U/ml) et incubé pendant 15 min à 37°C. En conséquence, 100 $\mu$ l de 0.15mM d'ATCI dans l'eau, 500 $\mu$ l de 0.3 mM DTNB dans le mélange C (50 mM Tris-HCl, pH 8.0, contenant 0.1 M NaCl, 0.02 M Mg Cl<sub>2</sub>-6H<sub>2</sub>O) et 355  $\mu$ l du mélange B sont ajoutés puis incubés pendant 30 min à 37°C. L'absorbance est mesurée à 405nm. Le pourcentage d'inhibition de l'enzyme AChE est déterminée en comparant le taux relatif de réaction des échantillons à l'échantillon témoin (5% methanol ou au mélange B) en utilisant la formule suivante :

$$I (\%) = (E - S)/E \times 100$$

## Matériel & méthodes

Avec E : l'activité de l'enzyme sans huile essentielle

S : l'activité de l'enzyme à la présence de l'huile essentielle

Les expériences sont exprimées en  $CI_{50}$  ( $\mu\text{g/ml}$ ), ils ont été réalisées en *triplicata*, et le donépézile a été utilisé comme composé de référence.

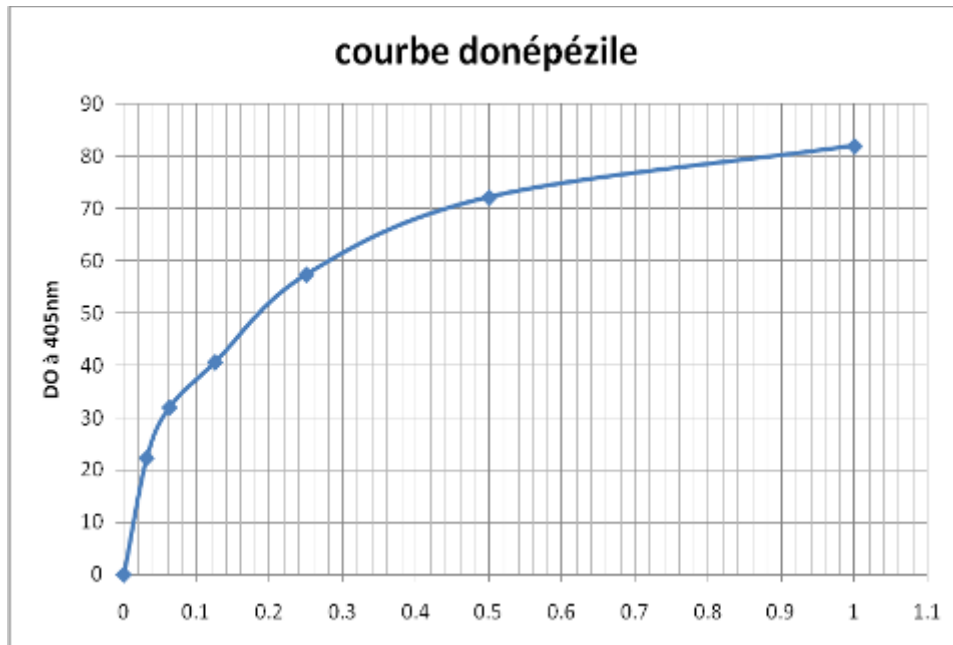


Figure 35. Courbe d'étalonnage du donépézile

### 5. Analyse statistique

Pour chaque analyse, les résultats sont exprimés en moyenne  $\pm$  déviation standard (SD). Une comparaison des moyennes entre les espèces a été effectuée en utilisant l'analyse de la variance (ANOVA) suivie du test Duncan's en utilisant le logiciel SAS v. 9.1.3. Les corrélations entre la teneur en polyphénols et les activités antioxydantes, ainsi qu'entre les composés chimiques des huiles essentielles ou/et les activités biologiques ont été établies par la procédure CORR PROC en utilisant le même programme. La différenciation chimique entre les six espèces de menthes a été évaluée par l'analyse des composantes principales (ACP) en utilisant le programme MVSP. La différence significative est considérée à  $P < 0.05$ .

### Résultats & Discussion

#### 1. Distribution du genre *Mentha*

Nous présentons ci-dessous la carte de distribution des espèces par site d'échantillonnage.



Figure 36. Sites d'échantillonnage dans la wilaya d'El-Tarf

- #1 : Marais de la Mekhada (berge sud)
- #2 : Garaat Estah
- #3 : Lac des Oiseaux
- #4 : Tourbière du Lac Noir
- #5 : Oued Rguibet (Réserve Intégrale du Lac Mellah)
- #6 : Lagune Mellah (Réserve Intégrale du Lac Mellah)
- #7 : Lac Bleu (Réserve Intégrale du Lac Mellah)
- #8 : Source Boumalek
- #9 : Lac Oubeira
- #10 : Lac Tonga

## Résultats & discussion

Effectivement, les six espèces de menthe ont été retrouvées dans différents sites visités avec différentes associations comme le montre le tableau IX :

**Tableau IX. Présence des six espèces de menthes dans les différents sites du PNEK**

Nom du site	Statut du site	Espèces
Marais de la Mekhada	RAMSAR	<i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. villosa</i> ; <i>M. pulegium</i>
Garaat Estah	Sans statut particulier	<i>M. arvensis</i> ; <i>M. piperita</i> ; <i>M. pulegium</i> ; <i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. villosa</i>
Lac des Oiseaux	RAMSAR	<i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. villosa</i> ; <i>M. pulegium</i>
Lac Noir	PNEK, RAMSAR	<i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. villosa</i> ; <i>M. pulegium</i>
Oued Rguibet	PNEK	<i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. villosa</i> ; <i>M. pulegium</i>
Lagune Mellah	PNEK, RAMSAR	<i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. villosa</i> ; <i>M. pulegium</i>
Lac Bleu	PNEK, RAMSAR	<i>M. aquatica</i> ; <i>M. piperita</i> ; <i>M. pulegium</i> ; <i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. villosa</i>
Source Boumalek	PNEK	<i>M. aquatica</i> ; <i>M. piperita</i> ; <i>M. pulegium</i> ; <i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. villosa</i>
Lac Oubeira	PNEK, RAMSAR	<i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. pulegium</i> ; <i>M. villosa</i>
Lac Tonga	PNEK, RAMSAR	<i>M. pulegium</i> ; <i>M. rotundifolia</i> ; <i>M. villosa</i>

Sur ce tableau, nous remarquons l'omniprésence de *M. rotundifolia*, *M. pulegium* et *M. villosa* sur tous les sites visités.

La menthe poivrée, *M. piperita*, est quant à elle présente sur trois sites seulement.

La menthe aquatique reste très rare avec une présence uniquement dans deux des dix sites explorés.

La menthe des champs est la plus rare de toutes les espèces rencontrées avec une présence uniquement sur un seul site parmi les dix visités.

### 2. Analyse des extraits méthanoliques de menthes

#### 2.1. Variation des teneurs en polyphénols totaux

Les extraits méthanoliques de nos six menthes étudiées montrent une variation significative entre les teneurs en composés phénoliques selon les espèces (Tableau X). En effet, *M. aquatica* est l'espèce la plus riche en composés phénoliques (43.21 mg EAG/g. MS), suivie des extraits de l'espèce *M. arvensis* (32.9 mg EAG/gMS), et de l'espèce *Mx piperita* (31.4 mg EAG/gMS) qui présentent des teneurs importantes. Alors que les extraits des espèces *M. pulegium* (17 mg EAG/gMS), *M. rotundifolia* (15.1 mg EAG/gMS) et *Mx villosa* exhibent des teneurs moindres en polyphénols.

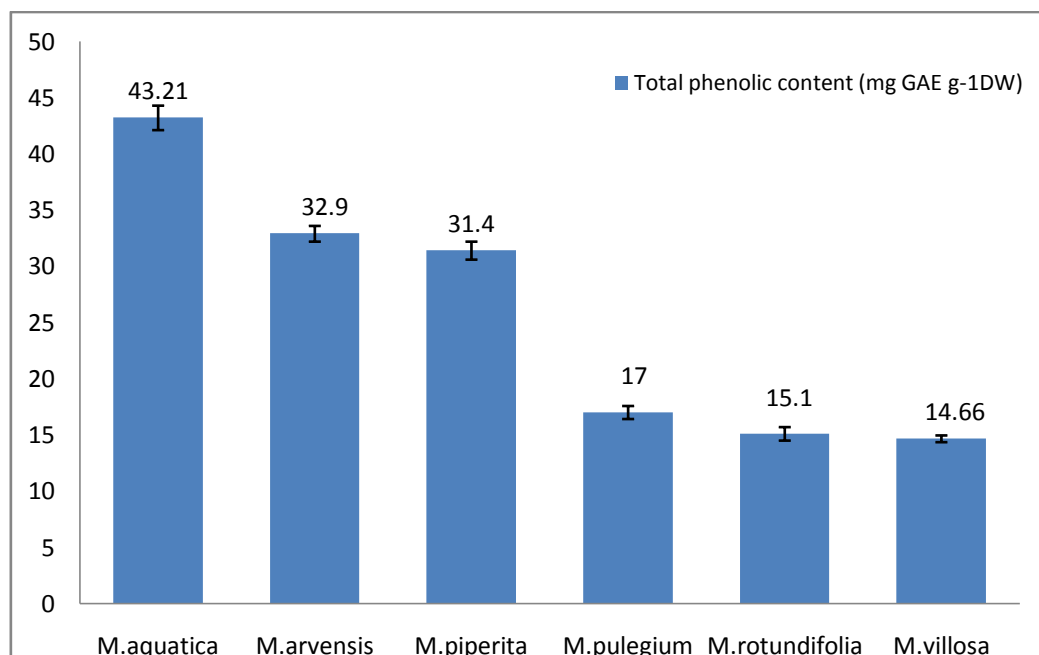


Figure 37. Variation des teneurs en polyphénols totaux

#### 2.2. Variation des teneurs en flavonoïdes

Concernant la teneur en flavonoïdes des extraits méthanoliques de nos six menthes étudiées montrent une variation significative entre les teneurs en composés phénoliques selon les espèces (Tableau X). *M. aquatica* est l'espèce la plus riche en flavonoïdes (31.77 mg ER/gMS), suivie des extraits des cinq autres espèces avec des teneurs inférieures. L'espèce *M. arvensis* (18.2mg ER/gMS), *Mx.piperita* (15.7mg ER/gMS), suivies des extraits des



## Résultats & discussion

espèces *M. pulegium*(13.72mg ER/gMS), *M. rotundifolia*(12.3 mg ER/gMS) et *Mx villosa*(9.9 mg ER/gMS) qui présentent des teneurs inférieures en flavonoïdes.

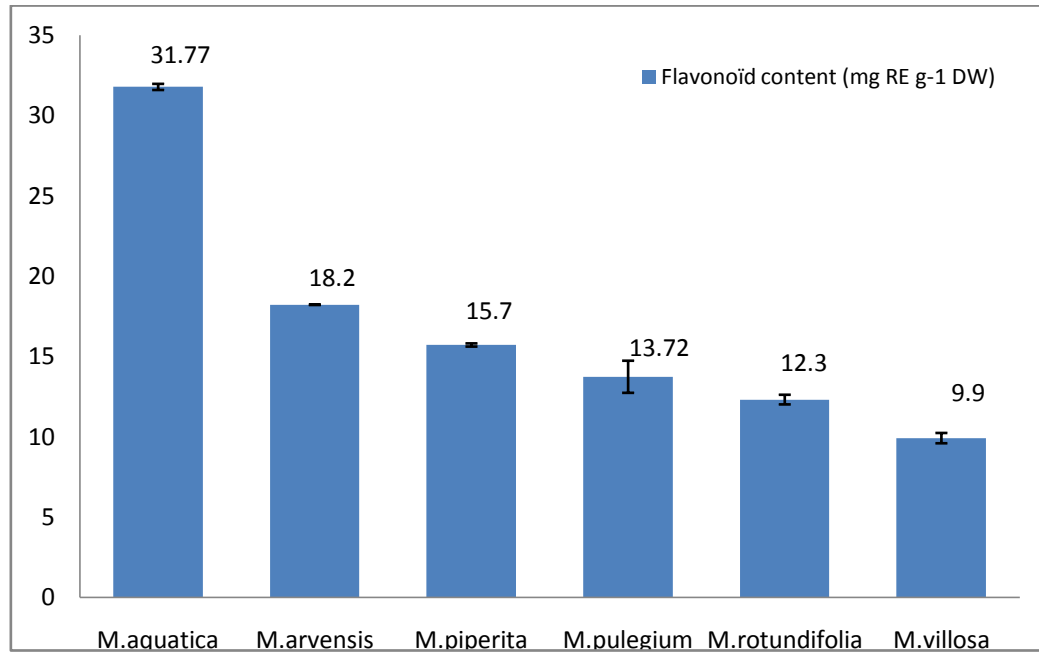
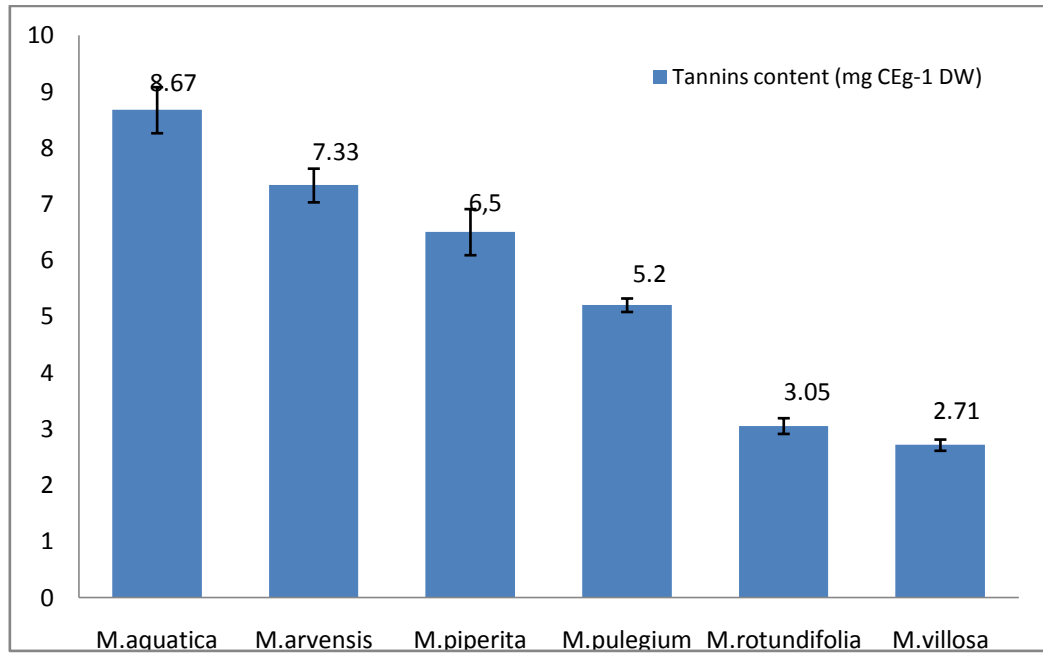


Figure 38. Variation des teneurs en flavonoïdes

### 2.3. Variation des teneurs en tanins condensés

Les teneurs en tanins sont également en relation étroite avec la variation des espèces de menthes. La teneur moyenne en tanins condensés dans les espèces de *M. aquatica* (8.67 mg EC/g MS) et *M.arvensis* (7.33 mg EC/g MS), sont relativement importantes. Suivi de *Mx piperita* (6.5 mg EC/g MS) et de *M. pulegium* (5.2 mg EC/g MS) avec des teneurs moyennes. Cependant, *M. rotundifolia* (2.71mg EC/g MS) et *M. villosa* (2.71 mg EC/g. MS) montrent les teneurs les plus faibles en tanins condensés.



**Figure 39. Variation des teneurs en tanins condensés**

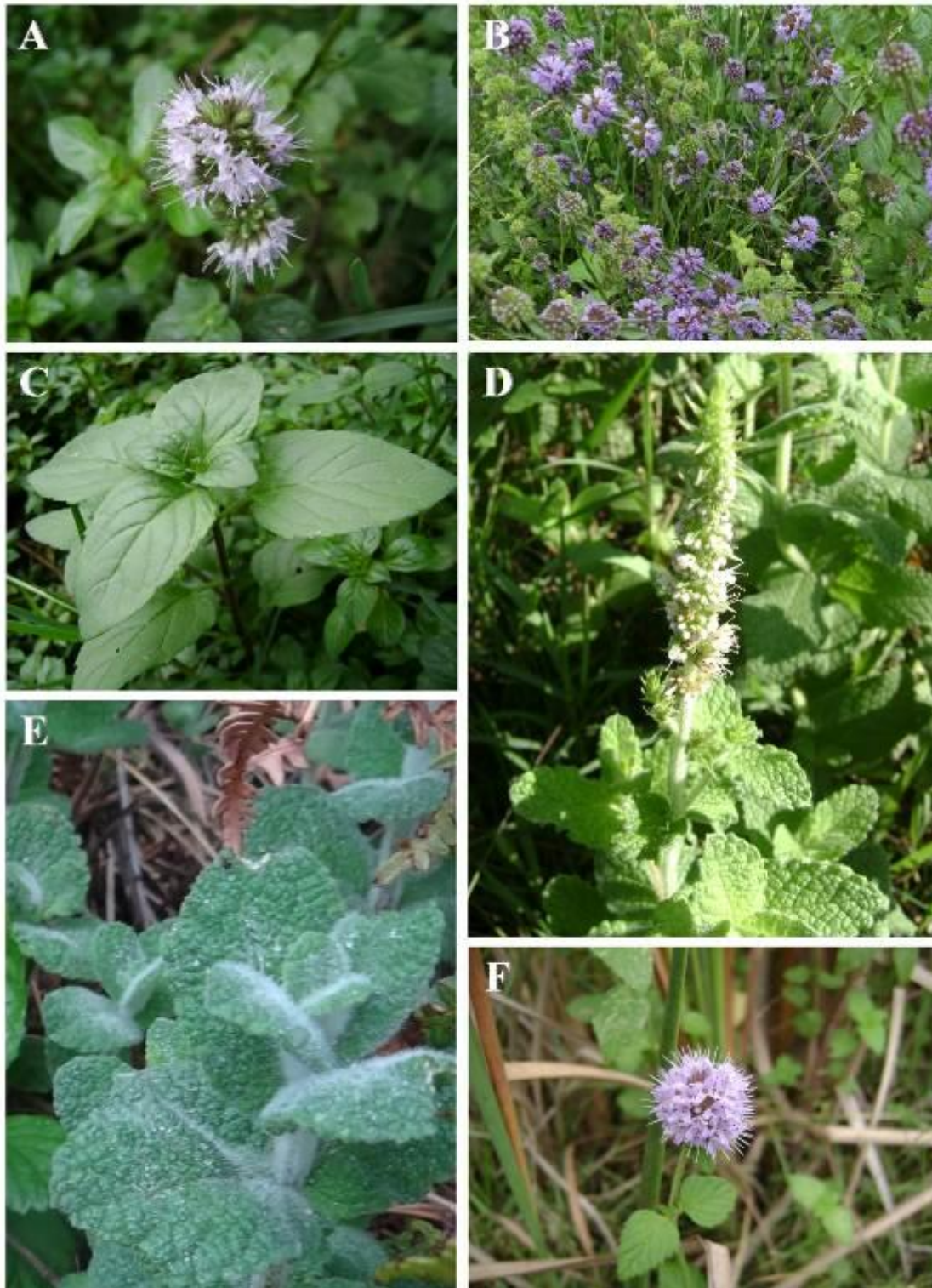
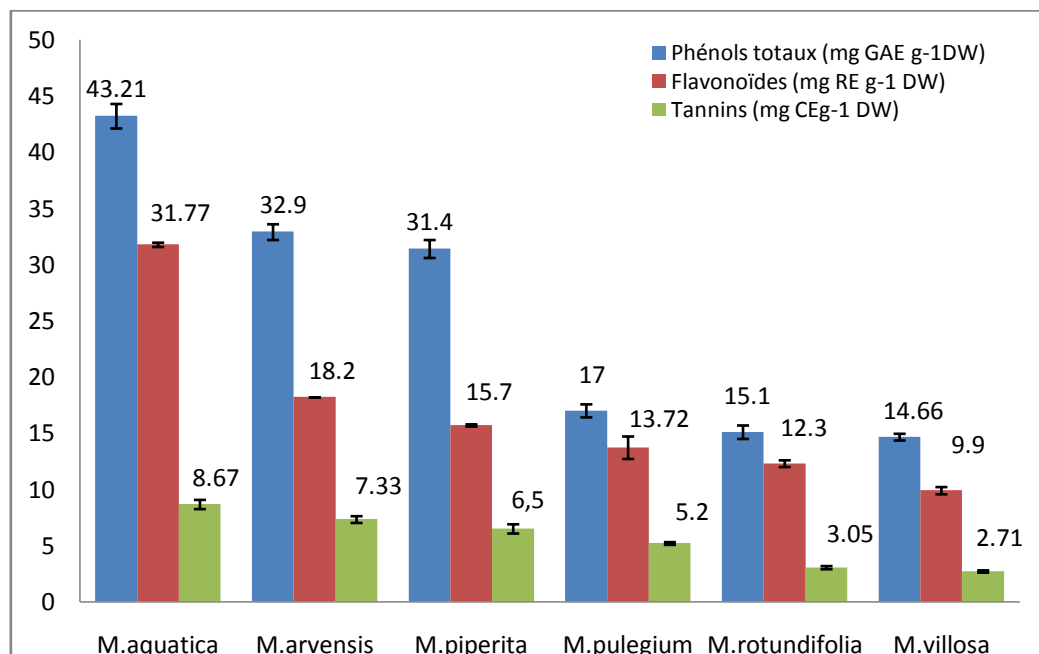


Figure 40. Espèces de menthes récoltées. A: *M. arvensis*/ B: *M. pulegium*/ C: *Mx piperita*/ D: *M. rotundifolia* / E: *Mx villosa* / F: *M. aquatica*

## Résultats & discussion

**Tableau X. teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes et tanins condensés des menthes**

	<i>Mentha.sp</i>					
	<i>aquatica</i>	<i>arvensis</i>	<i>piperita</i>	<i>pulegium</i>	<i>rotundifolia</i>	<i>Villosa</i>
Teneur en polyphénols totaux (mg EAG/gMS)	43.21 <sup>a</sup> ±1.09	32.9 <sup>b</sup> ±0.7	31.4 <sup>b</sup> ±0.8	17 <sup>c</sup> ±0.58	15.1 <sup>c</sup> ±0.6	14.66 <sup>c</sup> ±0.3
Teneur en flavonoïdes (mg ER/g MS)	31.77 <sup>b</sup> ±0.19	18.2 <sup>a</sup> ±0.	15.7 <sup>c</sup> ±0.1	13.72 <sup>d</sup> ±1	12.3 <sup>d</sup> ±0.3	9.9 <sup>e</sup> ±0.32
Teneur en tanins condensés(mgEC/g Ms)	8.67 <sup>b</sup> ±0.41	7.33 <sup>a</sup> ±0.3	6.5 <sup>c</sup> ±0.41	5.2 <sup>c</sup> ±0.12	3.05 <sup>d</sup> ±0.14	2.71 <sup>d</sup> ±0.1



**Figure 41. Teneur en polyphénols totaux, flavonoïdes et tanins condensés des menthes**

### 2.4. Activité antioxydante des extraits de menthes

L'étude du pouvoir antioxydant a été réalisée par trois tests, l'activité antiradicalaire (DPPH), test de blanchissement de la  $\beta$ -carotène et l'effet chélateur de fer, dans le but de déterminer l'activité antioxydante des extraits méthanoliques des six espèces de menthes.

**Tableau XI. Activités antioxydantes des extraits méthanoliques des menthes**

	<i>Mentha.sp</i>					
	<i>aquatica</i>	<i>arvensis</i>	<i>piperita</i>	<i>pulegium</i>	<i>rotundifolia</i>	<i>Villosa</i>
DPPH IC <sub>50</sub> ( $\mu$ g/ml)	7.5±0.16	13.33±1.07	17±0.88	25.66±1.5	31.66±2.16	44.66±0.19
Blanchissement $\beta$ -carotene IC <sub>50</sub> ( $\mu$ g/ml)	425 <sup>d</sup> ±0	466 <sup>g</sup> ±0.9	516 <sup>g</sup> ±0.25	599 <sup>g</sup> ±0.38	763 <sup>g</sup> ±0.7	939 <sup>g</sup> ±0.7
Chélation duferIC <sub>50</sub> ( $\mu$ g/ml)	700±0.8	800 <sup>h</sup> ±0.7	873 <sup>h</sup> ±0.1	1000 <sup>d</sup> ±0.2	1300 <sup>i</sup> ±0.6	1500 <sup>b</sup> ±0.09

Dans chaque ligne, les valeurs suivies par des lettres différentes sont significativement différentes (p<0.05)

### 2.5. Variation de l'activité antiradicalaire

Le pouvoir antiradicalaire des différents extraits de menthes a été étudié par le test de la capacité inhibitrice du radical libre à différentes concentrations d'extrait. Les résultats obtenus ont permis de déterminer la concentration d'inhibition à 50% (CI<sub>50</sub>). Les valeurs de la concentration moyenne d'inhibition à 50% (CI<sub>50</sub>) des extraits de *M. aquatica* sont les plus faibles (7.5 µg/ml), correspondant à la capacité antiradicalaire la plus importante. Les extraits de *M. arvensis* (13.33 µg/ml) et *M. piperita* (17µg/ml), présentent des valeurs moyennes tandis que les extraits des trois espèces, à savoir *M. pulegium* (25.66 µg/ml), *M. rotundifolia* (31.66 µg/ml) et *M. villosa* (44.66 µg/ml) révèlent des valeurs de CI<sub>50</sub> les plus élevées, ce qui correspond à l'activité antiradicalaire la moins importante.

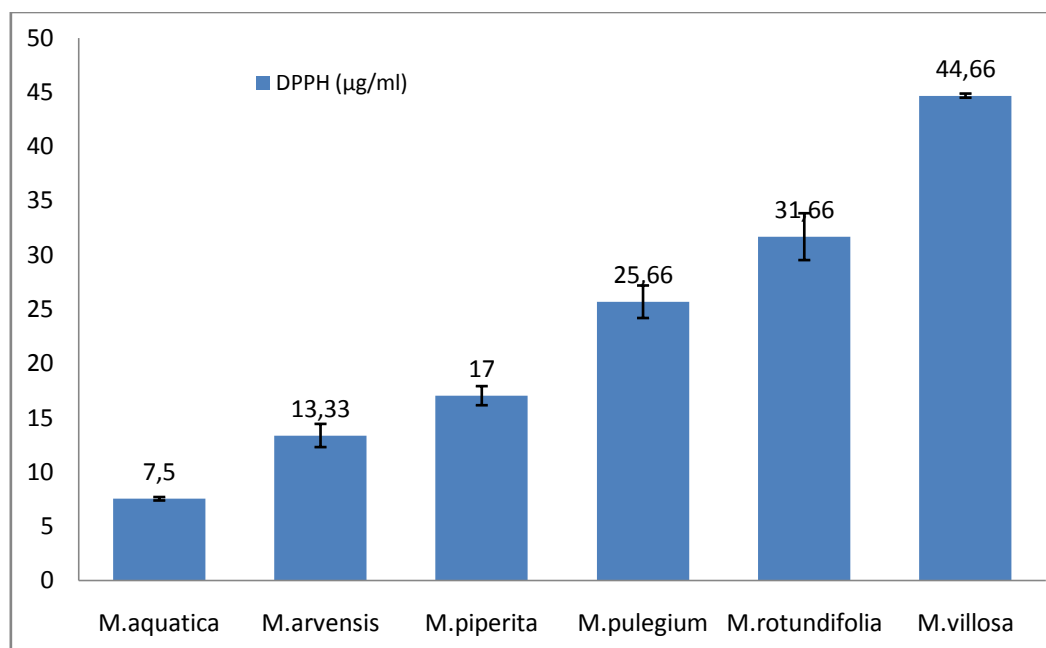


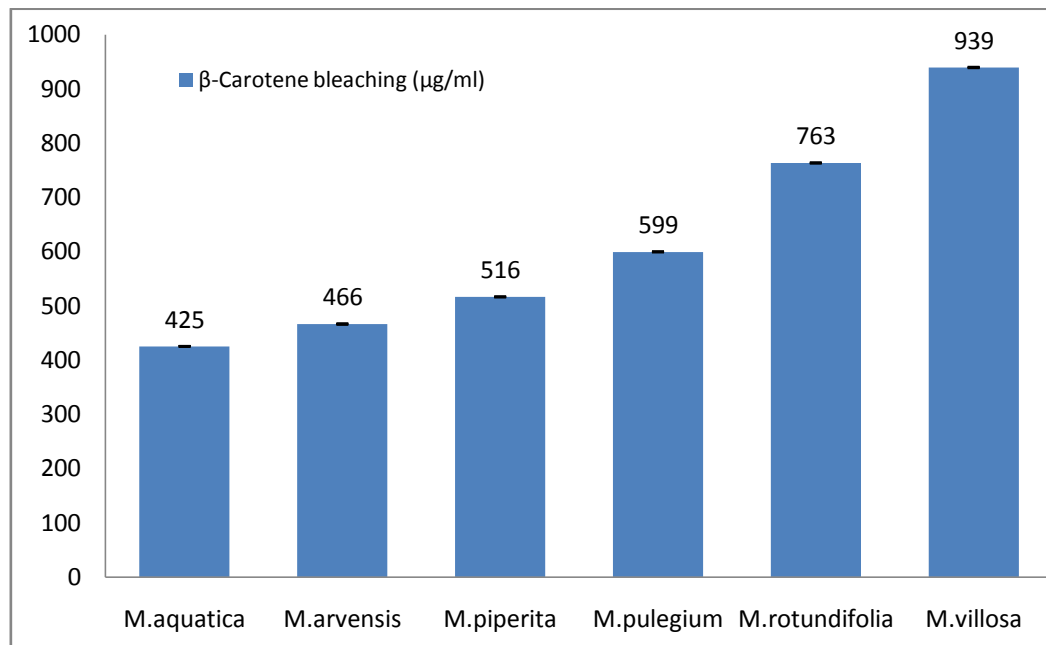
Figure 42. Variation de l'activité antiradicalaire

### 2.6. Test de blanchissement β-Carotène

Dans ce système, les radicaux libres découlent de l'oxydation de l'acide linoléique qui attaque les molécules insaturées de la β-carotène, ce qui se traduit par une diminution importante de l'absorbance. En outre la présence de molécules antioxydantes qui neutralisent les radicaux formés peuvent réduire le blanchissement de la β-carotène (Godevac et al., 2008).

## Résultats & discussion

L'activité antioxydante déterminée par la capacité du système émulsifiant  $\beta$ -carotène/l'acide linoléique est estimée spectrophotométriquement par la diminution de la couleur orange caractéristique du  $\beta$ -carotène, qui est relié à la capacité à inhiber la formation des radicaux libres. Le test de blanchissement du  $\beta$ -carotène montre également que l'espèce *M. aquatica* est dotée d'une meilleure activité antioxydante avec une  $CI_{50}$  relativement faible (425  $\mu\text{g/ml}$ ), suivie des espèces *M. arvensis* (466  $\mu\text{g/ml}$ ), *M. piperita* (516  $\mu\text{g/ml}$ ) et *M. pulegium* (599  $\mu\text{g/ml}$ ). Les deux espèces *M. rotundifolia* et *M. villosa* sont les moins efficaces avec des  $CI_{50}$  de 763  $\mu\text{g/ml}$  et 939  $\mu\text{g/ml}$ , respectivement.



**Figure 43. Test de blanchissement  $\beta$ -Carotène**

### 2.7. Effet chélateur de fer

La transition du fer est capable de générer des radicaux libres par la réaction de Fenton. Le ferrozine peut former un complexe avec le  $\text{Fe}^{2+}$ . En présence d'autres agents chélateur, la formation de ce complexe est perturbée, qui est observé par la diminution de la couleur rouge. Le pouvoir chélateur du fer est significatif quand l'extrait réduit la concentration de la transition métallique. Cette activité est déterminée par la mesure de l'absorption du complexe ferrozine- $\text{Fe}^{2+}$  à 562nm (Biswas et al., 2014).

## Résultats & discussion

L'examen du tableau X, montre des variations significatives dans le pouvoir chélateur des différents extraits de menthes. En effet, l'espèce *M. aquatica* est la plus efficiente (700µg/ml), suivie de *M. arvensis* (800µg/ml), *Mx piperita* (873µg/ml) et *M. pulegium* (1000µg/ml) avec un effet chélateur plus faible. Cependant les deux espèces *M. rotundifolia* (1300µg/ml) et *Mx villosa* (1500µg/ml) sont les moins importantes.

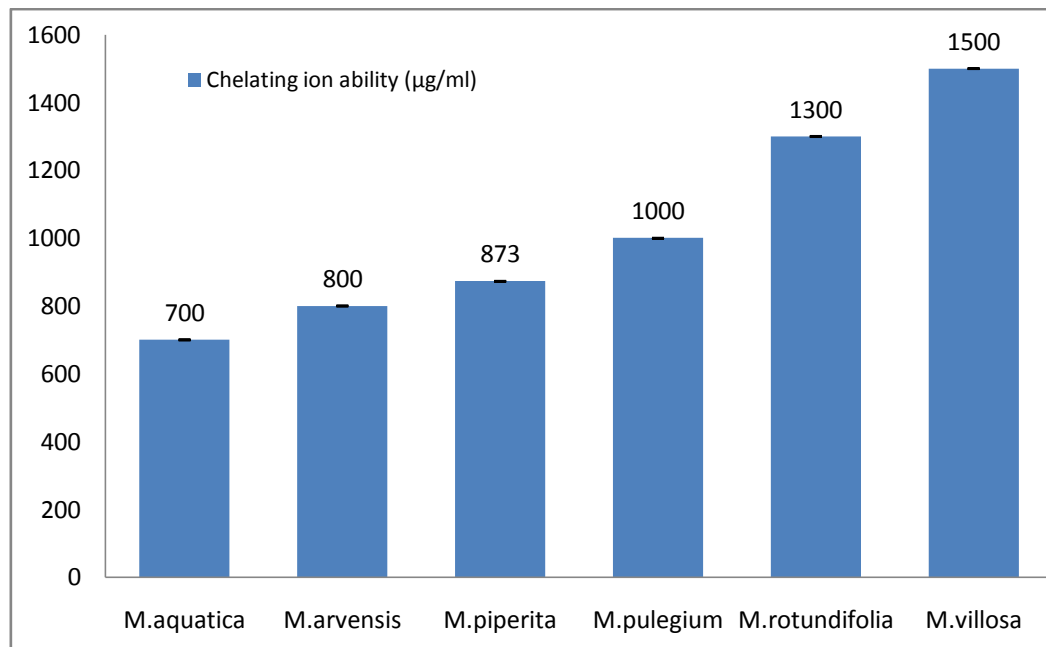


Figure 44. Effet chélateur de fer

### 2.8. Corrélation entre les activités antioxydantes et le contenu phénolique

Le coefficient de corrélation (R) entre teneur phénolique et activité antioxydante des six menthes est montrée dans le tableau ci-dessous, la teneur en tanins condensés a révélé une forte corrélation avec les trois méthodes utilisées pour évaluer l'activité antioxydante ( $P < 0.05$ ), exprimé par le coefficient le plus élevé en valeur absolue. Les polyphénols totaux sont significativement et négativement corrélés aux valeurs des  $CI_{50}$  ( $P < 0.05$ ), par conséquent, ils augmentent le pouvoir antioxydant. Tandis que la teneur en flavonoides a montré une corrélation significative ( $P < 0.05$ ) spécialement avec le test du DPPH (Tableau XI).

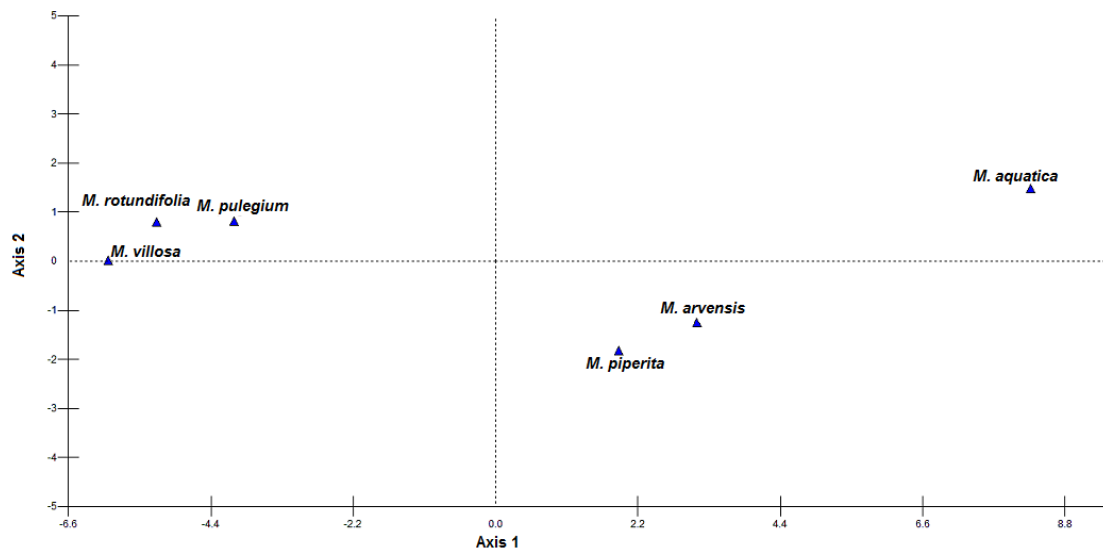
## Résultats & discussion

**Tableau XII. Coefficients de corrélation (R) entre l'activité antioxydante et les teneurs en polyphénols, flavonoïdes et tanins des extraits méthanoliques des menthes**

	Polyphénols	Flavonoïdes	Tanins
<b>DPPH</b>	R= -0.908030 P= 0.0123	R= -0.82322 P= 0.0441	R= -0.96399 P= 0.0019
<b>Blanchissement du <math>\beta</math>-carotène</b>	R= -0.85249 P= 0.0310	R= -0.75215 P= 0.0845	R= -0.95288 P= 0.0033
<b>Effet chélateur du fer</b>	R= -0.87778 P= 0.0215	R= -0.78105 P= 0.0667	R= -0.97320 P= 0.0011

### 2.9. Différentiation chimique entre les espèces du genre *Mentha*

La structure chimique des six menthes a été évaluée par une ACP réalisée à partir des teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes et tanins condensés (figure 44). Les deux premiers axes, qui expliquent 99.75% de la variation, sont définis par les polyphénols totaux (axe 1) et les flavonoides (axe 2).



**Figure 45. Analyse en composante principale des espèces du genre *Mentha***

Les espèces étudiées ont été ségréguées en trois groupes sur la base de leur richesse en composés phénoliques (figure 45). Le premier groupe est défini par les trois espèces, à savoir *M. pulegium*, *M. rotundifolia* et *M. villosa*. Le deuxième groupe comprend les deux espèces *M. arvensis* et *M. piperita* alors que l'espèce *M. aquatica* constitue le troisième agrégat.



## Résultats & discussion

---

D'après notre étude, on note que les extraits des six espèces spontanées du genre *Mentha* du PNEK sont relativement riches en polyphénols, flavonoïdes et tanins condensés ce qui confère une activité antioxydante très intéressante.

A la lumière de nos résultats, il en ressort que l'espèce *M. aquatica* révèle la meilleure activité antioxydante, et ce pour les trois tests étudiés, ce qui est corrélé à sa forte teneur en polyphénols. Suivi de *M. arvensis* et *M. piperita* avec des valeurs très proches, alors que les espèces *M. pulegium*, *M. rotundifolia* et *M. villosa* présentent de faibles valeurs.

D'autre part, le coefficient de corrélation entre la teneur en polyphénols et le pouvoir antioxydant des six menthes suggère que l'activité antioxydante des menthes est essentiellement corrélée à la présence de tanins et de polyphénols et moins aux flavonoïdes. La forte corrélation entre les teneurs en phénols des les extraits des plantes et l'activité antioxydante a été signalée (**Borneo et al., 2008 ; .Waheed et al., 2014**). En outre, **Luximun-Ramma et al. (2002)** a trouvé une corrélation linéaire entre l'activité antioxydante et la teneur en phénols des extraits des plantes.

Nos résultats corroborent avec ceux de **Nickavar (2008)** qui a rapporté que *M. piperita* avait la plus forte teneur en polyphénols totaux suivi de *M. pulegium* et *M. rotundifolia*, pour les espèces de menthes poussant en Iran.

Le même auteur a aussi remarqué que le résultat de l'activité est en relation étroite avec la teneur en composés phénoliques, ce qui confirme que les phénols sont essentiellement responsables de l'effet antiradicalaire d'où l'activité antioxydante. Des résultats similaires ont aussi été observés par **Dorman et al. (2003)**, qui a étudié la composition et l'activité antioxydante des extraits aqueux des espèces hybrides, variétés et cultivars du genre *Mentha*.

Cependant, les informations issues de la littérature concernant la teneur phénolique du genre *Mentha* sont généralement dispersées à travers les articles et les informations requises sont difficiles à comparer à cause des différences entre les méthodes utilisées (**Brahmi et al., 2015**). Par exemple, **Ebrahimzadeh et al. (2010)**, qui ont utilisé la méthode de percolation pour obtenir des extraits hydro-éthanoliques de menthes, a trouvé que *M. aquatica* (156.15 mg EAG/g. MS, 17.05 EQ/g. MS) avait une teneur en polyphénols totaux plus forte que son hybride *M. piperita* (13.4 mg EAG/g. MS, 122.3 EQ/g. MS) et plus faible contenu en flavonoïdes, respectivement.

**Brahmi et al. (2015)**, qui ont travaillé sur les extraits éthanoliques de deux espèces de menthes dans la région de Bejaia, a rapporté que l'espèce *M. pulegium* (6.1mg EAG/g.

## Résultats & discussion

---

MS, 0.85 EQ/g. MS) était plus riche que l'espèce *M.rotundifolia* pour les polyphénols totaux, or la teneur de cette dernière était plus élevée en flavonoïdes ( $3.3 \pm$  EQ/g. MS).

L'activité antioxydante des polyphénols est majoritairement due à leur capacité d'agir comme donneur potentiel d'hydrogène, agents réducteur et dans la neutralisation des radicaux libres. Cette aptitude est généralement dépendante de la teneur en polyphénols totaux.

En effet, l'extrait méthanolique de *M.aquatica*, qui comporte la plus forte teneur en polyphénols, flavonoïdes et tanins condensés, est doté de la meilleure activité antioxydante. Par ailleurs, on devrait prendre en considération que la capacité antioxydante d'une plante donnée pourrait être attribuée à la structure chimique de ses composés, aussi bien qu'à l'effet de synergisme ou d'antagonisme des constituants présents dans l'extrait. Par conséquent, la variation de l'activité antioxydante entre les espèces du genre *Mentha*, observée dans notre étude, pourrait être expliquée par leur contenu phénolique.

### 3. Analyse des huiles essentielles des menthes

#### 3.1. Rendement en huiles essentielles

Les rendements en huiles essentielles varient selon l'espèce, la provenance et le stade de développement de la plante (Hopkins, 1999). L'extraction des huiles essentielles des menthes, par hydrodistillation, a montré des huiles jaunâtres, ambrées dont l'odeur est très intense caractéristique des menthes. Le rendement de l'huile est déterminé en pourcent de la masse de la matière végétale initialement utilisée.

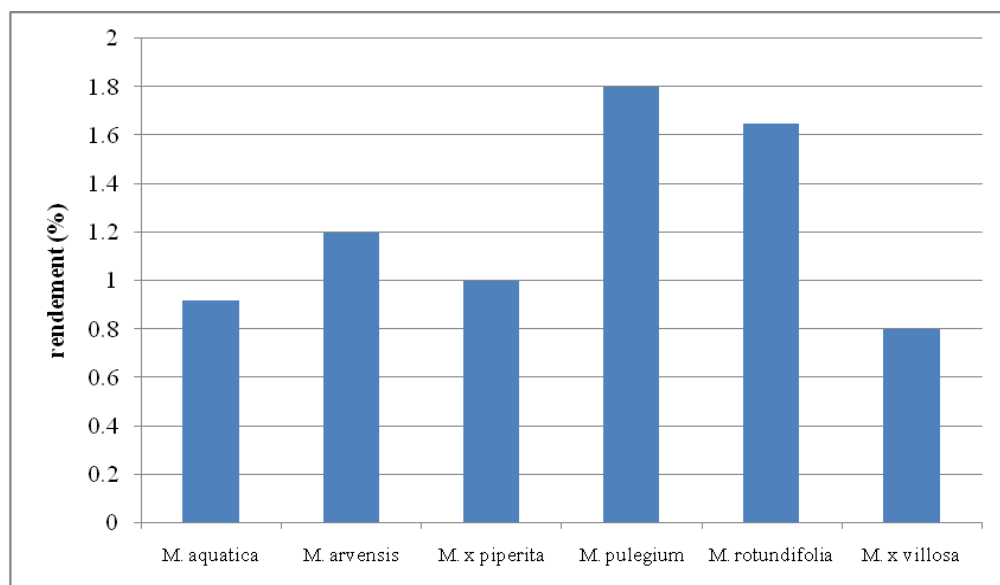


Figure 46. Rendement des menthes en huile essentielle

Une variation du rendement en huile essentielle en fonction des espèces a été observée (figure 46). Le rendement le plus élevé a été obtenu chez l'espèce *M. pulegium* avec un pourcentage important de 1.8%, suivie de l'espèce *M. rotundifolia* avec un rendement intéressant de 1.65%. En outre, l'espèce *M. arvensis* qui a donné un pourcentage considérable de 1.2%, suivie de *M. piperita* avec 1.0%. Cependant, un faible rendement a été enregistré chez les deux espèces *M. aquatica* et *M. x villosa*, avec 0.92% et 0.8%, respectivement, en comparaison avec les autres menthes.

L'espèce *M. pulegium* de notre région a aussi montré un rendement plus élevé à celui des études ultérieures menées dans différentes régions dans le monde. Ainsi, la menthe pouliot collectée en Iran avec un rendement de 0.65% (Kamkar et al., 2010), en Portugal avec 0.7% (Mata et al., 2007) et en Turquie, où le rendement obtenu varie de 0.3 à 1.2% (Başer

## Résultats & discussion

---

**et al.,2012**). Néanmoins, le rendement obtenue est inférieur à celui de l'espèce collectée au Maroc avec 2.7% (**Ait-Ouazzou et al., 2012**).

En ce qui concerne l'espèce *M. rotundifolia*, le rendement considerable de 1.65%, est supérieur aux pourcentages de la Tunisie (**Riahi et al., 2013**) et du Maroc (**Kesrati el al., 2015**), avec 1.26% et 1.17, respectivement. Or, nos résultats sont inférieurs à ceux de la menthe à feuilles rondes, qui provient de la région de Khemis Meliana (Algérie), avec un pourcentage de 1.8% (**Brada et al., 2007**) et du Maroc 4.33% (**Benayad et al., 2012**).

Le rendement en huile essentielle de l'espèce *M. arvensis* d'El-Tarf est d'environ 1.2% (figure 46). Des valeurs similaires de 0.6-1% % ont été obtenues en Inde(**Singh et al., 2005**). Toutefois, **Sharma et al. (2009)**, qui a travaillé sur la même espèce et dans le même pays, a noté des rendements moins importants qui varient de 0.31 à 0.38%, pour différentes régions en Inde.

Dans le cas de l'espèce *M. piperita*, on a collecté des valeurs comparables à ceux de la menthe poivrée issue du Maroc 1.02% (**Derwich et al., 2010**), du Pakistan 1.2% (**Hussein et al., 2010**) et de l'Iran avec le pourcentage de 1.38% (**Moghaddam et al., 2013**).

Le résultat obtenu pour l'huile essentielle de l'espèce *M. aquatica* est de 0.92%, ce qui est similaire à celui rapporté pour la même espèce issue du Brésil 0.93% (**Agostini et al., 2009**) et la Serbie 0.94% (**Jerkovic and Mastelic., 2001**). **Dhifi et al. (2011)** a observé un meilleur rendement pour l'espèce tunisienne (1.2%). Cependant, un pourcentage plus faible de 0.69% a été noté pour la menthe aquatique de Yougoslavie (**Mimica-dukic et al., 2003**).

L'huile essentielle de l'espèce *M. villosa* révèle le rendement de 0.8% (figure 46), un pourcentage comparable de 0.83% a été noté pour l'espèce de la République Tchèque (**Nedorostova et al., 2009**). **Teles et al. (2013)**, qui a mené sa recherche sur la menthe velue du Portugal, a obtenu des rendements relatifs qui varient de 0.68 to 1.79%. Alors que les échantillons du Brésil ont donné des pourcentages inférieurs de 0.1% et 0.5%, selon **Lima et al. (2014)** et **Sousa Barros et al. (2009)**, respectivement.

## Résultats & discussion

### 4. Variation chimique des huiles essentielles du genre *Mentha*

Le tableau XIII présente la composition chimique des huiles essentielles du genre *Mentha*, identifiée par GC-MS

Tableau XIII. Composition chimique des huiles essentielles du genre *Mentha*

Composés chimiques	<i>M. aquatica</i>	<i>M. arvensis</i>	<i>M x piperita</i>	<i>M. pulegium</i>	<i>M x rotundifolia</i>	<i>M. villosa</i>
$\alpha$ -pinene	0.2	0.83	2.09	-	-	-
$\beta$ -pinene	0.86	2.19	1.59	0.44	-	-
$\alpha$ -limonene	1.72	1.75	2.97	0.91	0.57	0.27
Camphene	-	0.23	-	-	-	-
Cis-carane	0.36	0.4	4.99	0.66	-	-
$\Delta$ 4(8)menthene	-	-	0.42	-	-	-
<b>Monoterpènes hydrocarbonés</b>	<b>3.14</b>	<b>5.4</b>	<b>12.06</b>	<b>2.01</b>	<b>0.57</b>	<b>0.27</b>
1.8-cineole	10.26	18.16	6.73	0.23	0.14	-
piperitone oxide	-	-	-	-	-	2.5
Cis-jasmone	-	0.36	-	-	1.1	2.72
Trans-isopulegone	-	-	-	1.55	-	-
$\beta$ -fenchol	-	3.01	-	-	-	-
p-menth-1-en-8-ol	-	-	-	-	0.68	2.08
Bornyl acetate	0.58	-	-	-	-	-
Borneol	-	3.64	-	-	0.29	2.63
Isopulegol	-	-	0.41	0.3	-	-
$\alpha$ -terpineol	1.37	0.44	-	0.57	0.13	2.13
Piperitone	-	-	-	0.44	-	-
Piperitenone	-	-	-	-	1.37	2.09
Rotundifolone	-	0.86	-	0.19	65.99	52.17
Menthofurane	73.38	29.69	-	-	0.26	-
Pulegone	0.45	2.72	0.42	59.12	1.34	3.78
Al canphor	-	-	-	0.15	-	-
Menthol	-	-	49.89	-	-	-
Neomenthol	-	-	-	20.76	-	-
Isomenthone	-	-	7.25	2.13	-	-
p-menthone	-	0.17	20.84	6.59	-	-
<b>monoterpènes oxygénés</b>	<b>86.04</b>	<b>59.05</b>	<b>85.54</b>	<b>92.03</b>	<b>71.3</b>	<b>70.1</b>
Bicyclogermacrene	-	0.42	-	-	0.47	-
$\alpha$ -copaene	-	-	-	-	0.9	0.82
$\Delta$ -cadinene	-	0.6	-	-	1.16	1.93
$\alpha$ -caryophyllene	0.67	2.06	-	0.34	-	-
$\alpha$ -gurjunene	0.29	0.54	-	-	0.26	-
$\beta$ -caryophyllene	4.57	12.55	-	0.21	2.51	5.14
$\beta$ -bourbonene	-	0.22	-	-	0.21	-
$\gamma$ -Muurolene	1.95	5.48	-	-	6.19	3.14
Aromadendrene	-	0.19	-	-	-	1.03
$\beta$ -farnesene	-	-	-	-	5.12	3.45
$\beta$ -elemene	-	0.49	-	-	0.42	0.39
Germacrene D	-	-	-	0.2	-	0.89
<b>Sesquiterpènes hydrocarbonés</b>	<b>7.48</b>	<b>22.55</b>	<b>-</b>	<b>0.75</b>	<b>17.24</b>	<b>16.79</b>
Spathulenol	-	0.19	-	-	0.91	1.01
Caryophyllene epoxide	-	0.72	-	0.19	0.3	1.96
$\Delta$ -cadinol	1.98	7.5	-	0.64	1.55	-
1.6-Germacradien-5-ol	-	0.24	-	-	-	-
<b>Sesquiterpènes oxygénés</b>	<b>1.98</b>	<b>8.65</b>	<b>-</b>	<b>0.83</b>	<b>2.76</b>	<b>2.97</b>
<b>Total identifié (%)</b>	<b>98.64</b>	<b>95.65</b>	<b>97.6</b>	<b>95.62</b>	<b>91.87</b>	<b>90.13</b>

## Résultats & discussion

---

La composition chimique des huiles essentielles obtenues des parties aériennes des six menthes a été analysée par CG-SM. Les composés identifiés ainsi que leur pourcentage sont listés en Tableau XIII. Une variation qualitative et quantitative significative a été observée pour les composés des huiles essentielles des espèces étudiées.

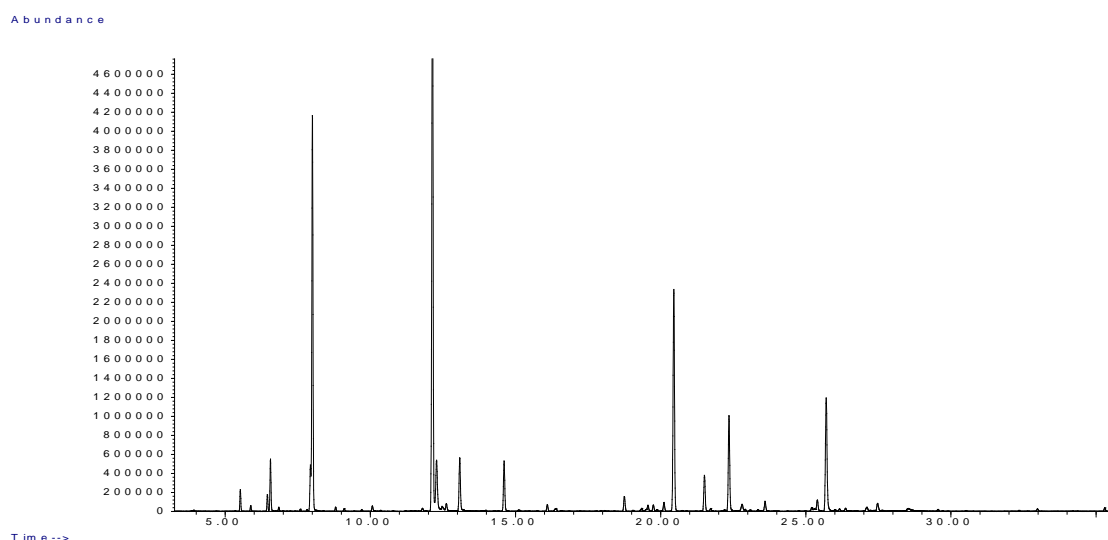
Les composés identifiés des huiles essentielles variant entre 11 et 27, avec des pourcentages de 90.13% à 98.64%. Les espèces du genre *Mentha* de notre région sont riches en monoterpènes oxygénés tels que le menthofurane, le rotundifolone (oxyde de pipéritone), le pulégone, le menthol, le menthone, le neomenthol, le  $\beta$ -caryophyllène et le 1.8-cineole (eucalyptole).

### 5. Composition chimique des huiles essentielles du genre *Mentha*

#### 5.1. Composition chimique de l'espèce *Mentha aquatica*

L'huile essentielle de *M. aquatica* présente 14 composés représentant 98.64% de la composition totale de l'huile qui est caractérisée par le menthofurane (73.38%), suivi du 1.8-cineole (10.26%) et du  $\beta$ -caryophyllène (4.57%) comme composés majoritaires. Alors que le  $\Delta$ -cadinol (1.98%),  $\gamma$ -muurolène (1.95%),  $\alpha$ -limonène (1.72%) et  $\alpha$ -terpineol (1.37%) sont présents en faibles teneurs (Tableau XIII).

Nos résultats corroborent avec **Sutour et al. (2011)** et **Bhat et al. (2002)** qui ont aussi observé que le menthofurane est le composé majoritaire dans l'huile essentielle de la menthe aquatique étudiée en Corse (50.7%) et en Inde (40%), respectivement. Cependant, pour l'espèce de la Tunisie et du Brésil, on approuve la présence en majorité du menthone (27.69%-77.76%) et du pulegone (39.36 %-14.39%), respectivement (**Dhifi et al., 2011; Agostini et al., 2009**).



**Figure 47. Profil chromatographique GC-MS de la menthe aquatique**

D'autres travaux menés au Brésil ont révélé une composition totalement différente à celle rapporté précédemment. En effet, **Sousa Barros et al. (2015)**, ont noté une teneur élevée en carvone (58.79%) et en limonène (28.29%). Cependant, **Dai et al. (2015)** ont rapporté la présence de nouveaux chémotypes pour la menthe aquatique du Vietnam, à savoir l'épi-bicyclosesquiphellandrene (58.9%) et le 3-octanol (21.1%).

## Résultats & discussion

Tableau XIV. Variation chimique de l'huile essentielle de *Mentha aquatica* L.

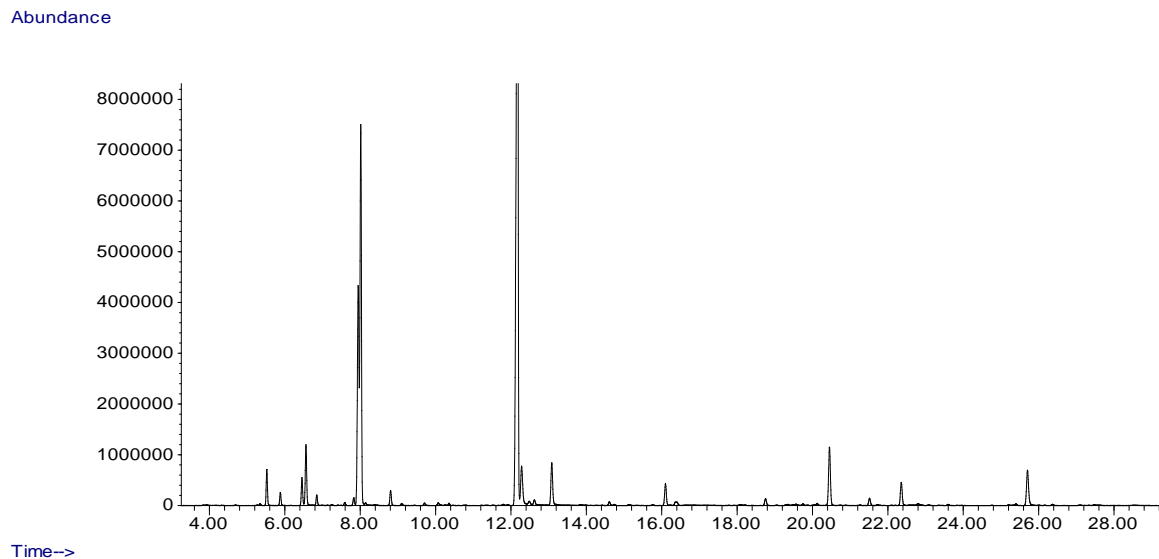
Composés chimiques	El-Tarf	Brésil (Agostini et al., 2009)	Tunisie (Dhifi et al., 2011)	Brésil (Sousa barros et al., 2015)	Vietnam (Dai et al., 2015)	Corse (Sutour et al., 2011)
<i>α</i> -pinene	0.2	-	0.79	1.09	0.8	2.2
<i>β</i> -pinene	0.86	-	0.93	1.38	0.9	1.6
Sabinene	-	0.90		0.82	0.4	0.9
Myrcene	-	-	0.25	1.21	1.2	0.9
3-octanol	-	-	-	0.24	<b>21.1</b>	-
Limonene	1.72	-	-	<b>28.29</b>	-	5.3
Camphene	-	-	1.11	-	-	2.4
Cis-dihydrocarvone	-	-	-	1.56	-	-
Trans-carveol	-	-	-	0.33	2.1	-
<i>a</i> - humulene	-	-	-	-	1.6	-
Carvone D	-	-	-	<b>58.79</b>	-	-
1.8-cineole	<b>10.26</b>	1.49	<b>7.57</b>	-	-	5.9
<i>β</i> -felandrene	-	-	0.43	-	-	-
Epi-bicyclosesqui- phellandrene	-	-	-	-	<b>58.9</b>	-
Borneol	-	-	<b>6.36</b>	-	-	3.5
<i>α</i> -terpineol	1.37		0.26	-	-	0.6
3-Carvo-menthone	-	-	1.09	-	-	-
<i>piperitenone</i>	-	-	1.88	-	-	-
Menthofurane	<b>73.38</b>	-			0.1	<b>50.7</b>
Pulegone	0.45	<b>14.39</b>	<b>39.36</b>	-	-	2.3
Linalool	-	2.01	-	-	-	-
Menthol	-	-	7.19	-		1.7
Dihydrocarvyl acetate	-	-	-	-	2.4	-
Cis-dihydrocarvone	-				1.6	
menthone	-	<b>77.76</b>	<b>27.69</b>	-	-	2.6
<i>β</i> -bourbonene				1.08		
Bicyclogermacrene	-	0.19			3.0	
<i>β</i> -caryophyllene	4.57	0.87	2.19			2.9
<i>Trans- β</i> - caryophyllene				1.93		
<i>γ</i> -Muurolene	1.95					
Germacrene D	-		0.44	1.72		2.0
<i>viridiflorol</i>				0.60		3.5
<i>α</i> -cadinol	-	-	1.72			0.1
<i>Δ</i> -cadinol	1.98	-				
Rendement (%)	0.92	0.93	1.2	0.26		

### 5.2. Composition chimique de l'espèce *Mentha arvensis*

Pour l'espèce *M. arvensis*, nous avons obtenus 27 constituants qui représentent 95.65% de la composition totale de l'huile essentielle avec le menthofurane (29.69%), 1.8-cineole (18.16%) et le *β*-caryophyllene (12.55%) comme composés majoritaires. Tandis que le *Δ*-cadinol (7.5%), *γ*-muurolene (5.48%), borneol (3.64%), *β*-fenchol (3.01%) et le pulegone (2.72%) sont considérés comme composés minoritaires.



## Résultats & discussion



**Figure 48. Profil chromatographique GC-MS de la menthe des champs**

Un pourcentage similaire d'eucalyptolou 1.8-cinéol (10.04%) a été noté par de **Sousa Barros et al. (2015)**, pour l'espèce récoltée au Brésil. Toutefois, le même auteur a mentionné la présence du pourcentage considérablement élevé du linalool (34.57%), qui est en accord aux résultats obtenus par **Gracindo et al. (2006)**, dans le même pays, qui a approuvé la présence du linalool avec un pourcentage assez important 78.5%, pour l'espèce *M. arvensis*.

D'une autre part, **Sharma et al. (2009)**, qui ont analysé la même espèce collectée dans trois régions de l'Inde, à différentes altitudes, ont rapporté que le menthone (29.41%) et le menthol (21.33%), représentent les composés majoritaires. En outre, **Singh et al. (2005)**, qui ont travaillé sur six cultivars de la même espèce, cultivée dans six régions différentes dans le même pays, ont noté le chémotype menthol qui atteint le pourcentage important de 84.6%.

De même pour **Hussain et al. (2010)**, qui ont étudié la variation de la composition chimique de l'huile essentielle de *M. arvensis* du Pakistan, selon les saisons (hiver –été) dont le chémotype est le menthol (78.9-81.3%).

## Résultats & discussion

Tableau XV. Variation chimique de l'huile essentielle de *Mentha arvensis* L.

Composés chimiques	El-Tarf	Brésil (Sousa Barros et al., 2015)	Inde (Sharma et al., 2009)	Pakistan (Hussain et al., 2010)	Himalaya (Singh et al., 2005)
<i>β</i> -pinene	2.19	1.37	1.13	-	-
Limonene	1.75	0.80	1.47	0.93-1.18	-
<i>Trans</i> -carane	-	-	-	1.54-1.58	-
1-8-cineole	<b>18.16</b>	10.04	6.91	-	-
b-felandrene			3.20	-	-
<i>β</i> -fenchol	3.01	-	-	-	-
Borneol	3.64	-	-	-	-
<i>α</i> -terpineol	0.44	2.38	0.42	0.67-0.71	0.6
<i>rotundifolone</i>	0.86	-	3.62	-	-
Menthofurane	<b>29.69</b>	-	-	-	-
Pulegone	2.72	-	-	0.35-0.75	-
Linalool	-	<b>34.57</b>	2.20	0.17-0.37	-
Menthol	-	-	<b>21.33</b>	<b>78.9-81.3</b>	<b>84.6</b>
Neomenthol	-	-	4.70	-	2.1
Isomenthone	-	-	6.98	6.35-9.19	3.7
menthone	0.17	-	<b>29.41</b>	1.38-4.42	3.1
<i>α</i> -caryophyllene	2.06	-		-	
<i>β</i> -caryophyllene	<b>12.55</b>	-		-	
<i>γ</i> -Muurolene	5.48	-		-	
<i>elemol</i>	-	1.10		-	
<i>piperitone</i>	-	-		1.0-1.01	
Linalyl acetate	-	<b>39.72</b>		-	
Geranyl acetate	-	1.28		-	
<i>Δ</i> -cadinol	7.5	-		-	0.9
Rendement (%)	1.2	0.10	0.38	0.7-1.7	0.7

### 5.3. Composition chimique de l'espèce *Mentha x piperita*

L'espèce *M. x piperita* comprend 11 composés avec un pourcentage de 97.6% de la composition totale de l'huile essentielle caractérisée essentiellement par le menthol (49.89%) et le menthone (20.84%). Les composés chimiques isomenthone (7.25%), 1,8-cineole (6.73%) et le *cis*-carane (4.99%) représentent les composés minoritaires (Tableau XV).

Abundance

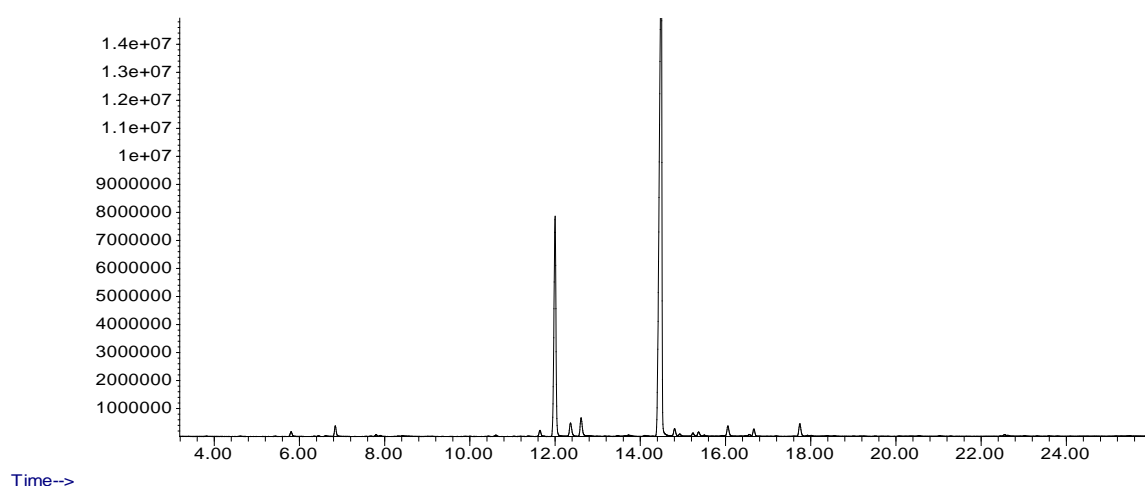


Figure 49. Profil chromatographique GC-MS de la menthe poivrée

La présence du menthol et du menthone comme composés majoritaires de la menthe poivrée est aussi appréciée par d'autres auteurs. Selon **Moghaddam et al. (2013)** et **Hussain et al. (2010)**, le menthone représente un pourcentage élevé pour l'Iran (30.63%) et le Pakistan (28.13%).

Le menthol a aussi été trouvé comme constituant important pour l'huile essentielle de menthe poivrée qui provient de l'Iran (25.16%), tandis qu'il a été détecté en faible quantité pour l'huile du Pakistan (4.83%). En outre, **Iscan et al. (2002)**, ont noté les mêmes proportions pour le menthol (27.5%) et le menthone (27.9%), et ce concernant la menthe poivrée collectée en Turquie.

Cependant, l'espèce du Brésil a montré une composition chimique totalement différente, avec le d-carvone (58.79%) et le limonene (28.29%) comme composés majoritaires (**Sousa Barros et al., 2015**). En outre, l'espèce *M. piperita* de la Colombie, est riche considérablement en pulegone avec un pourcentage élevé de 44.54% et en *iso*-menthone avec 26.15% (**Roldan et al., 2010**).

## Résultats & discussion

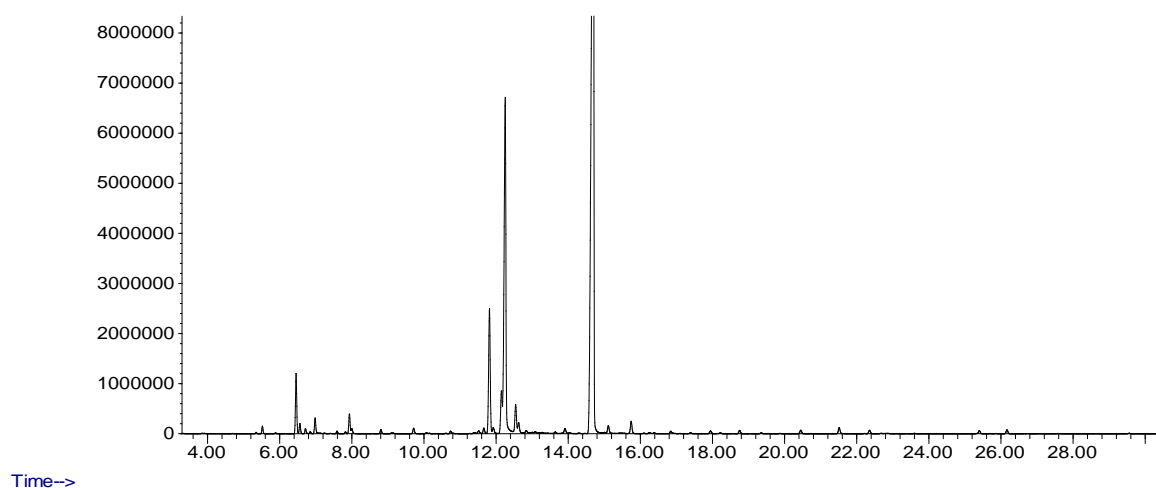
Tableau XVI. Variation chimique de l'huile essentielle de *Mentha piperita* L.

Composés	El-Tarf (2016)	Iran (Moghaddam et al., 2013)	Maroc (Derwich et al., 2011)	Turquie (Iscan et al., 2002)	Colombie (Roldan et al., 2010)	Brésil (Sousa Barros et al., 2015)
<i>α</i> -pinene	2.09	0.85	1.56	-	0.26	1.08
<i>β</i> -pinene	1.59	1.26	1.25	-	0.19	1.50
3-octanol	-	-	-	-	2.81	-
<i>α</i> -limonene	2.97	-	2.10	1.9	2.24	37.18
sabinene	-	-	1.13	-	-	0.81
Cis-carane	4.99	-	-	-	-	-
myrcene	-	-	1.07	-	-	1.21
1.8-cineole	6.73	2.15	2.40	5.3	0.28	2.41
<i>β</i> -phellandrene	-	5.59	-	-	-	-
<i>Trans</i> sabinene hydrate	-	1.53	-	-	-	-
terpineol					7.23	0.30
Pulegone	0.42	4.39	1.12	6.4	44.54	
carvone					1.4	49.27
piperitone					2.81	1.19
borneol				2.4		
neomenthol	-	2.83				
Menthol	49.89	25.16	5.58	27.5	0.74	0.84
Isomenthone	7.25	4.74	2.12	3.5	26.15	
menthofurane	-	6.47	3.01	5.5		
p-menthone	20.84	30.63	29.01	27.9		
Menthol acetate	-	4.61	3.34	-		
chrysanthenone					8.07	
linalool				2.5		
<i>Trans-β</i> - caryophyllene						1.16
<i>β</i> -bourbonene						1.0
<i>β</i> -caryophyllene	-	3.05	-	4.2	0.63	
Germacrene D	-	1.87	1.50		0.24	0.59
Rendement (%)		1.38	1.02		0.1	0.10

### 5.4. Composition chimique de l'espèce *Mentha pulegium*

Dans l'huile essentielle extraite de l'espèce *M. pulegium*, 19 composés ont été identifiés, correspondant à 95.62% de l'huile totale. Le pulegone (59.12%) et le neomenthol (20.76%) ressortent avec des pourcentages élevés, suivi du menthone (6.59%). Tandis que l'isomenthone (2.13%) et le trans-isopulegone (1.55%) ont été enregistrés avec de faible teneur.

Abundance



**Figure 50. Profil chromatographique GC-MS de la menthe pouliot**

En Algérie, la menthe pouliot collectée dans la région de Bejaïa a également montré des proportions importantes en pulegone (70.4%) et en neomenthol (13.4%) (**Brahmi et al., 2016**). De même pour l'espèce poussant dans la région de l'Oued, qui a révélé un taux de pulegone élevé (46.31%), cependant le pipéritenone constitue un élément important avec le pourcentage de 23.3% et l'absence totale du neomenthol a été remarquée (**Ouakouak et al., 2015**).

Le pulegone a également été observé comme constituant majeur chez l'espèce *M. pulegium*, provenant de différents pays, avec des proportions importantes. Pour la menthe pouliot issue du Maroc, le pulegone varie de 33.65% à 69.8% (**Cherrat et al., 2014; Ait-Ouazzou et al., 2012**) ; pour celle originaire de l'Égypte, un pourcentage de 43.5% a été enregistré. Alors que le contenu en pulegone le plus élevé, variant de 85% à 95%, a été enregistré pour l'espèce *M. pulegium* récoltée en Inde (**Bhat et al., 2002**).

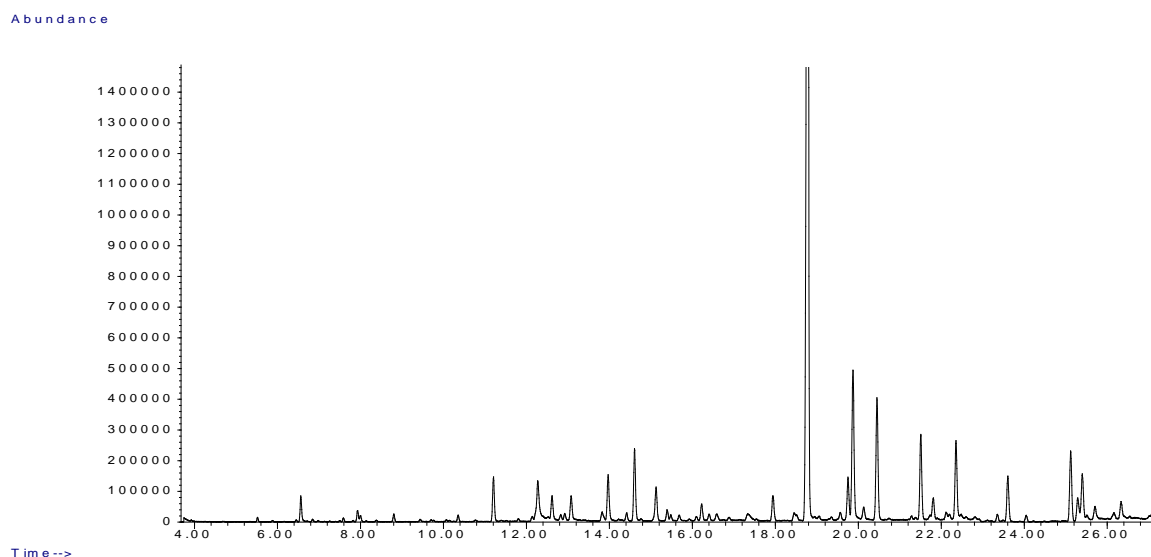
## Résultats & discussion

Tableau XVII. Variation chimique de l'huile essentielle de *Mentha pulegium* L.

composés	El Tarf 2016	Bejaia Brahmi et al., 2016	El Oued Ouakouak et al., 2015	Cherrat et al., 2014	Égypte (El-Ghorab et al., 2006)
<i>α</i> -pinene	-	0.4	0.62	5.34	0.103
<i>α</i> -limonene	0.91	0.9	4.7	-	1.31
1.8-cineole	0.23	0.1	0.3	10.53	0.285
<i>carvone</i>	-	-	1.5	-	-
<i>Trans</i> -isopulegone	1.55	1.0	-	-	-
Neomenthol acetate	-	3.5	-	-	-
<i>α</i> -terpineol <i>α</i> -terpenyl acetate	0.57	-	-	24.29	-
piperitone	0.44	0.2	2.63	-	12.198
piperitenone	-	0.2	23.3	-	-
Phenyl ethyl alcohol	-	-	-	-	2.345
Pulegone	59.12	70.4	46.41	33.65	43.45
Thymol acetate	-	-	-	-	1.621
2-cyclohexe-1-one-2-hydroxy-3-methyl-6-methyl ethyl-2.73	-	-	-	-	2.73
Bicyclo[3.1.0]hexane,6-isopropylidene-1-methyl-(CAS)	-	-	-	12.59	-
Neomenthol	20.76	13.4	-	-	-
Carvacrol acétate	-	-	-	-	2.567
Isomenthone	2.13	0.5	-	-	-
<i>p</i> -menthone	6.59	2.7	6.2	-	-
<i>γ</i> -elemene	-	-	-	-	3.637
1-hydroxy- <i>p</i> -menth-3-one	-	-	-	-	1.029
<i>γ</i> -gurjunene	-	-	-	-	1.235
<i>Δ</i> -cadinene			1.93		
<i>α</i> -caryophyllene	0.34			2.93	
<i>p</i> -menthane-1.2.3-triol					6.512
<i>β</i> -selinene					1.781
<i>γ</i> -Muurolene					1.234
Guaiene ( <i>cis-β</i> )					3.027
Humulene epoxyde II		1.1			
<i>α</i> -humulene		1.0		5.58	
Bicyclogermacrene					1.220
<i>n</i> -hexadecanoic acid					1.321
Caryophyllene epoxyde	0.19	0.8		2.30	
<i>α</i> -calacorene		-	1.18	-	-
Heptocosane		-	-	-	2.186

### 5.5. Composition chimique de l'espèce *Mentha rotundifolia*

L'huile essentielle de l'espèce *M. rotundifolia* présente 22 composés avec un pourcentage de 91.87% de l'huile totale, avec le rotundifolone 65.99%, comme élément majeur. Les composés tels que le  $\gamma$ -Muuroolene 6.19%,  $\beta$ -farnesene 5.12% et le  $\beta$ -caryophyllene 2.51% représentent les éléments mineurs.



**Figure 51. Profil chromatographique GC-MS de la menthe à feuilles rondes**

Nos résultats sont en accord avec les travaux ultérieurs menés en Argentine (**Gende et al., 2014**) et au Brésil (**Gracido et al., 2006**) où le rotundifolone est rapporté comme composé majoritaire avec des teneurs élevées de 63.3% et 79%, respectivement. Néanmoins l'analyse chimique de la menthe à feuille ronde récoltée dans les montagnes de Bejaïa, a révélé une composition totalement différente avec le transpipéritone epoxyde comme composé majoritaire (30.2%), suivi du pipéritone oxyde (8.7%) et du thymol (4.5%), enregistrés comme composés minoritaires (**Brahmi et al., 2016**).

**Riahi et al. (2013)**, qui a étudié les espèces tunisiennes, a constaté qu'il y a une différence significative dans la composition chimique entre la localité de Béja située dans le Nord-ouest de la Tunisie, où le  $\beta$ -caryophyllene (26.67%) a été considéré comme élément majeur. Alors que la menthe à feuille ronde issue de Bizerte, dans le Nord-est de la Tunisie, avait le pulegone (32.9%) comme chémotype. Ce qui est en accord avec les échantillons du Maroc constitués de 85.5% de pulegone (**El-Arch et al., 2003**).

## Résultats & discussion

Tableau XVIII. Variation chimique de l'huile essentielle de *Mentha rotundifolia* L.

<i>Composés</i>	El-Tarf (Benabdallah et al., 2016)	Bejaïa (Brahmi et al., 2016)	Argentine Gende et al., 2014	Maroc (El- Arch et al., 2003)	Tunisie (Riahi et al., 2013)
<i>α</i> -pinene	-	0.7	1.0	0.22	-
<i>β</i> -pinene	-	1.9	1.7	-	0.24
<i>β</i> -ocimene	-	1.1	0.3	-	-
<i>Myrcene</i>	-	-	4.7	0.28	0.33
<i>α</i> -limonene	0.57	0.8	2.7	0.62	0.11
1.8-cineole	0.14	0.1	9.8	-	1.58
transpiperitone epoxyde	-	30.2	-	-	-
<i>Cis</i> -jasmone	1.1	-	-	-	0.91
Borneol	0.29	-	-	-	1.12
<i>α</i> -terpineol	0.13	2.7	0.7	-	-
Bicyclosquiphellandrene	-	-	0.3	-	4.45
Piperitenone	1.37	-	0.3	-	-
Rotundifolone	65.99	8.7	63.6	-	3.41
<i>p</i> -cymen-8-ol	-	-	-	-	1.22
Pulegone	1.34	-	-	85.47	2.36
Amyl vinyl carbinol	-	-	-	-	2.16
Menthol	-	-	0.5	1.77	-
<i>p</i> -menthone	-	-	-	1.03	-
Acetate de menthyl	-	-	-	1.96	-
Bicyclogermacrene	0.47	-	-	-	1.62
Germacrene D	-	-	-	-	12.31
<i>Δ</i> -cadinene	1.16	-	-	-	-
<i>β</i> -caryophyllene	2.51	-	2.3	-	26.67
<i>Carveol</i>	-	-	-	-	7.38
<i>γ</i> -Muurolene	6.19	-	-	-	3.17
<i>β</i> -farnesene	5.12	-	0.3	-	-
<i>Bornyl acetate</i>	-	-	-	-	3.34
Calamenene	-	-	-	-	1.86
Viridiflorol	-	-	-	-	3.82
<i>Δ</i> -cadinol	1.55	-	-	-	1.22
<i>Naphtalene</i>	-	-	-	-	2.07
<i>α</i> -humulene	-	-	-	-	3.87



### 5.6. Composition chimique de l'espèce *Mentha villosa*

Concernant l'identification chimique de l'espèce *M. villosa*, 19 composés avec 90.13% de l'huile totale ont été enregistrés (Tableau XIX). Le rotundifolone constitue plus de la moitié de la composition avec le pourcentage important de 52.17%. Le  $\beta$ -caryophyllene 5.14%, pulegone 3.78%,  $\beta$ -farnesene 3.45% et le  $\gamma$ -Muuroleone 3.14% sont présents ont de faibles proportions.

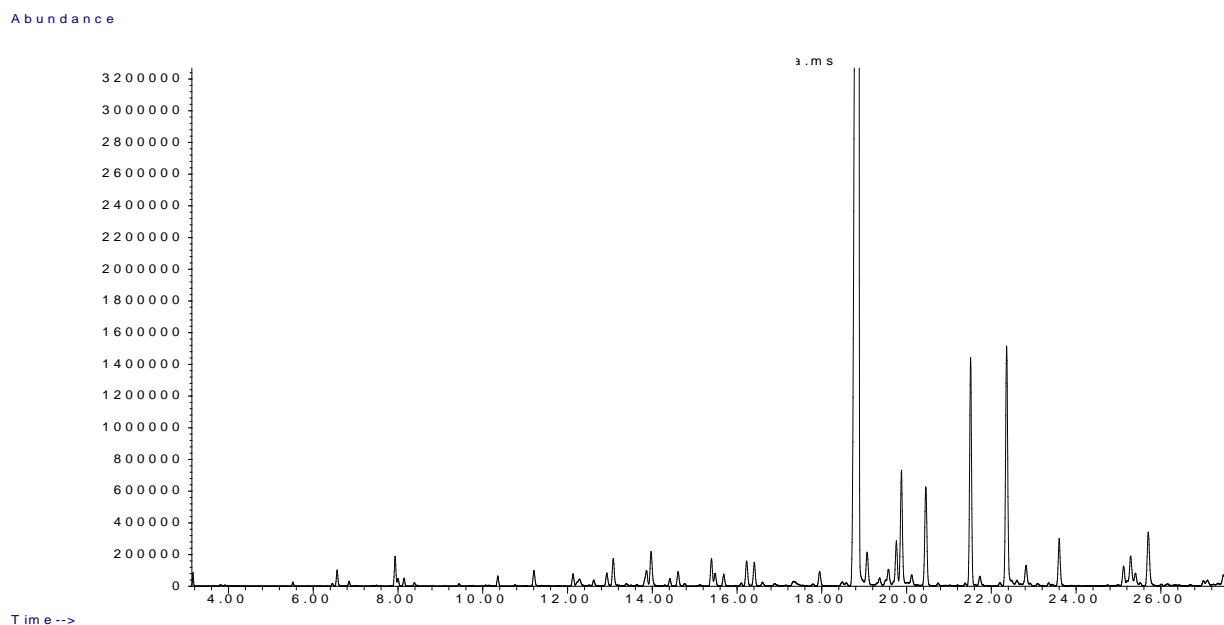


Figure 52. Profil chromatographique GC-MS de la menthe velue

Des valeurs similaires ont été signalées par **Sousa Barros et al. (2009)**, où l'huile essentielle des feuilles de la menthe velue a révélé une forte concentration en rotundifolone (79.03%), tandis que le  $\beta$ -caryophyllene (2.82%) et le  $\gamma$ -muuroleone (2.18%) se trouvaient en faible teneur. **Lima et al. (2014)**, a également noté le pourcentage élevé du rotundifolone (70.96%), pour l'espèce *M. villosa* issue du Brésil. Néanmoins le limonene (8.75%), germacrene D (3.81%), myrcene (3.10%), *trans*-caryophyllene (1.46%) est d'autres composés constituaient les éléments mineurs.

En outre, **Teles et al. (2013)**, qui a conduit ses analyses sur la menthe velue récoltées dans trois régions différentes du Portugal, a aussi observé le contenu important en rotundifolone (69-72%) et la présence minoritaire du  $\gamma$ -Muuroleone (1.50-2.60%). Cependant les résultats des analyses de la composition chimique des huiles essentielles de trois populations de l'espèce *M x villosa* aux États-Unis, ont démontré la présence majoritaire du carvone (44.2-

## Résultats & discussion

68.1%), dihydrocarvyl acetate (18.0%) et du *cis*-dihydrocarvone (14.1%) (Lawrence, 1978).

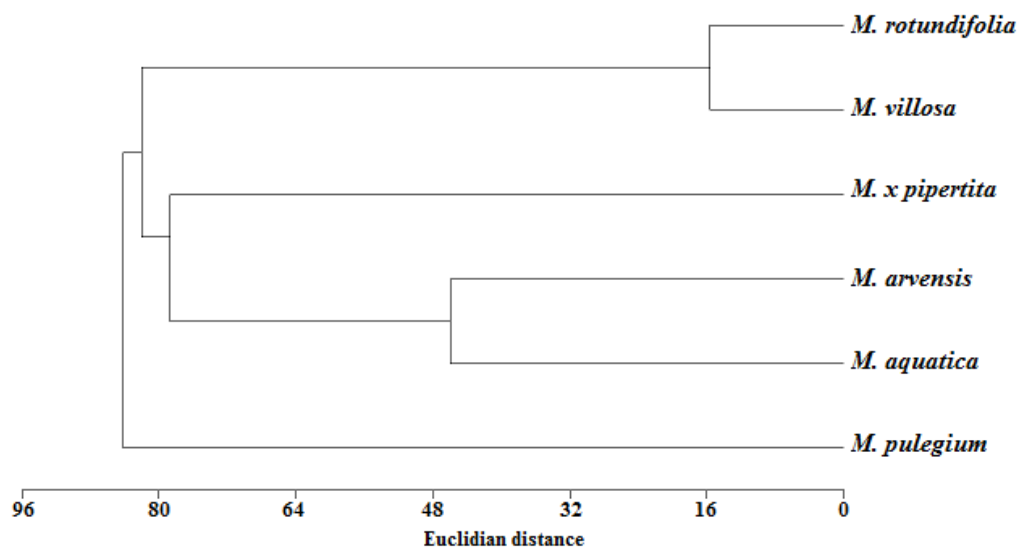
**Tableau XIX. Variation chimique de l'huile essentielle de *Mentha villosa* L.**

composés	El-Tarf (Benabdallah et al., 2016)	Brésil (Lima et al., 2014)	USA (Lawrence., 1981)	Grèce (Kokkini et al., 1983)
myrcene	-	3.10	0.1-1.2	0.35-0.50
$\beta$ - pinene	-	0.81	0.3-0.8	1.38-1.85
$\alpha$ -limonene	0.27	8.75	1.0-6.8	1.18-2.02
1.8-cinéole	-	-	0.2-4.3	5.93-7.31
Cis-sabinène hydrate	-	-	0.0-1.5	-
terpinolene	-	-	0.0-1.0	-
linalool	-	-	0.7-2.6	-
Trans-sabinene hydrate	-	-	0.0-1.5	-
Piperitone oxyde	2.5	-	-	-
Cis-jasmone	2.72	-	-	-
1-octen-3-ol	-	-	0.0-9.1	-
p-menth-1-en-8-ol	2.08	-	-	-
menthone	-	-	0.0-2.1	0.10-1.02
borneol	2.63	-	-	-
Terpinen-4-ol	-	-	0.0-1.8	0.19-0.28
$\alpha$ - terpineol	2.13	-	0.2-1.8	-
piperitenone	2.09	-	-	-
rotundifolone	52.17	70.96	-	0.15-61.18
Cis-carveol	-	-	0.6-1.4	0.18-0.30
pulegone	3.78	-	0.0-0.4	-
Dihydrocarvyl acetate	-	-	1.7-18.0	-
Neodihydrocarveol	-	-	4.0-6.2	-
carvone	-	-	44.2-68.1	-
$\Delta$ - cadinene	1.93	-	0.95	-
$\beta$ - bourbonene	-	-	0.7-2.6	0.15-0.24
$\beta$ - caryophyllene	5.14	-	0.6-1.2	2.95-4.51
$\gamma$ - muurolene	3.14	-	-	-
aromadendrene	1.03	-	-	-
$\beta$ - farnesene	3.45	-	-	-
Trans-caryophyllene	-	1.46	-	-
Germacrene D	0.89	3.81	-	-
spathulenol	1.01	-	-	-
Caryophyllene epoxyde	1.96	-	-	-

## Résultats & discussion

La variation dans la composition chimique est fortement corrélée aux facteurs environnementaux, à savoir le climat, le type de sol (Brada et al., 2007), le génotype et les conditions agronomiques (Burt, 2004). La méthode du séchage, la technique d'extraction (Singh et al., 2012) ainsi que la période de récolte peuvent influencer la composition chimique des huiles essentielles (Giray et al., 2008).

En effet, le contenu en huile essentielle dépend tant des facteurs biotiques (Bhat et al., 2002) que des facteurs abiotiques qui affectent la croissance des plantes (Boukhebt et al., 2011). La composition chimique des huiles essentielles pourrait être très intéressante pour établir la chémotaxonomie entre espèces (Messaoud and Boussaid., 2011).



**Figure 53. Dendrogramme de la composition des huiles essentielles des six espèces du genre *Mentha***

Le dendrogramme de la composition chimique des huiles essentielles du genre *Mentha* est illustré en figure 53. Les distances observées sur le dendrogramme, montrent la présence de 2 classes ; la première regroupe les espèces *M. rotundifolia*, *M. villosa*, *M. piperita*, *M. arvensis* et *M. aquatica*, tandis que la deuxième comprend l'espèce *M. pulegium*. Ce regroupement est fortement associé à la taxonomie du genre *Mentha*. En effet, les cinq premières espèces représentent la section *Mentha* alors que la position de l'espèce *M. pulegium* seule sur la deuxième branche est représentative de la section *Pulegium*.

L'analyse de nos résultats (figure 53) indique une forte proportion de partage des composés chimiques entre les espèces étudiées.

## Résultats & discussion

---

Le premier groupe, qui constitue la section *Mentha* est subdivisé en trois sous-groupe distincts. Le premier comprend *M. rotundifolia* avec *M. villosa*, au niveau hiérarchique supérieur, qui est relié à la présence du rotundifolone comme composé majoritaire.

D'autre part, l'espèce *M.x villosa* est un hybride issu de l'hybridation des deux espèces fondamentales, à savoir *M. rotundifolia* (*M. suaveolens*) et *M. spicata*. Le deuxième sous-groupe est formé par l'espèce *M. piperita*, alors que les deux espèces *M. arvensis* et *M. aquatica* sont étroitement liées l'une à l'autre dans le troisième sous-groupe.

Conformément à nos résultats (tableau XII), *M x piperita*, qui constitue le deuxième sous-groupe (Figure 53), est la seule espèce riche en menthol (49.89%) et menthone (20.84%), donc chimiquement très différente des autres espèces. En outre, *M. x piperita* est issue du croisement de l'espèce *M. spicata* avec *M. aquatica*. Le troisième sous-groupe comprend *M. arvensis* et *M. aquatica*, ces deux espèces sont riches en menthofurane et sont d'une grande ressemblance morphologique.

Des études ultérieures ont tenté de décrire la relation génétique entre les espèces du genre *Mentha* en utilisant les caractéristiques cytologiques (Gobert et al., 2002), morphologiques (Šarić-Kundalić et al., 2009), et génétiques (Wang et al., 2013a; Attiya et al., 2012).

En conséquence, la composition chimique des huiles essentielles n'est pas une analyse totalement fiable afin d'être utilisée seule pour faire la différence entre les espèces et les hybrides du genre *Mentha*, et ne peut pas refléter, à elle-même, la véritable évolution et la relation phylogénétique au sein des menthes.

### 6. L'activité antioxydante

Toutes les huiles essentielles de nos six menthes ont exhibé une activité antioxydante intéressante, et ce par les trois méthodes utilisées ; à savoir le pouvoir antiradicalaire (DPPH), l'effet chélateur du fer et le test du blanchissement du  $\beta$ -Carotene (tableau XX).

**Tableau XX. Activités antioxydante et antiacétylcholinestérase des huiles essentielles des six espèces du genre *Mentha***

	<i>M. aquatica</i>	<i>M. arvensis</i>	<i>M. x piperita</i>	<i>M. pulegium</i>	<i>M. rotundifolia</i>	<i>M. villosa</i>
<b>Neutralisation du radical DPPH</b>	0.69 <sup>a</sup> ±0.06	0.76 <sup>b</sup> ±0.2	4.75 <sup>b</sup> ±0.14	0.97 <sup>c</sup> ±0,01	1.5 <sup>d</sup> ±0.05	1.86 <sup>e</sup> ±0.06
<b>Blanchissement du <math>\beta</math>-Carotene</b>	0.16 <sup>a</sup> ±0.02	0.22 <sup>a</sup> ±0.01	1.25 <sup>b</sup> ±0.006	0.625 <sup>c</sup> ±0.02	0.54 <sup>c</sup> ±0.03	0.62 <sup>d</sup> ±0.02
<b>Effet chélateur du fer</b>	1.73 <sup>a</sup> ±0.17	1.72 <sup>b</sup> ±0.35	2.39 <sup>b</sup> ±0.07	2.64 <sup>c</sup> ±0.28	4.03 <sup>d</sup> ±0.02	1.72 <sup>e</sup> ±0.35
<b>Activité Antiacétylcholinestérase</b>	32.583 <sup>a</sup> ±0.22	27.5 <sup>a</sup> ±0.29	63.916 <sup>b</sup> ±2.07	108.75 <sup>c</sup> ±0.83	52.5 <sup>d</sup> ±1.44	137.5 <sup>d</sup> ±1.44

Les résultats sont calculés en valeur  $\pm$  SD (n=3). Les valeurs dans chaque colonne suivies de lettres différentes sont différents significativement (P<0.05). Les valeurs CI<sub>50</sub> du Trolox: 3.77  $\pm$  0.12  $\mu$ g/ml (activité de neutralisation du DPPH). Les valeurs CI<sub>50</sub> du BHT: 29  $\pm$  0.11  $\mu$ g/ml (inhibition du  $\beta$ -carotene). Les valeurs CI<sub>50</sub> pour l'EDTA: 6.5  $\pm$  0.2  $\mu$ g/ml (Chélation du fer). Les valeurs CI<sub>50</sub> pour le Donepezil: 18 $\pm$ 0.4 $\mu$ g/ml (Antiacétylcholinestérase).

Pour le test du DPPH, la CI<sub>50</sub> varie de 0.69 à 4.75 mg/ml. L'espèce *M. aquatica* est la plus efficace avec une CI<sub>50</sub> de 0.69 $\pm$  0.06 mg/ml, suivie de l'espèce *M. arvensis* (0.76 $\pm$ 0.2 mg/ml) et de l'espèce *M. pulegium* (0.97  $\pm$ 0.01mg/ml). La CI<sub>50</sub> de *M. rotundifolia* et *M. villosa* est de 1.5 $\pm$ 0.05 et 1.86 $\pm$ 0.06 mg/ml, respectivement. Alors que l'espèce *M. x piperita* est la moins efficace avec une CI<sub>50</sub> de 4.75 $\pm$ 0.14 mg/ml.

Toutes nos huiles essentielles témoignent d'une forte capacité à inhiber la formation de radicaux libres à partir de l'oxydation de l'acide linoléique dans le test du  $\beta$ -Carotene. En effet, l'espèce *M. aquatica* se démarque avec une valeur de CI<sub>50</sub> de 0.16 $\pm$ 0.02mg/ml, suivie de *M. arvensis* et *M. rotundifolia* avec des valeurs de CI<sub>50</sub> de 0.22 $\pm$ 0.01 et 0.54 $\pm$ 0.03mg/ml, respectivement. Les espèces *M. pulegium* et *M. villosa* ont présenté la même valeur de CI<sub>50</sub> 0.62 $\pm$ 0.02mg/ml, tandis que l'espèce *M. x piperita* était la moins performante avec une CI<sub>50</sub> de 1.25 $\pm$ 0.006mg/ml.

Les huiles essentielles des espèces du genre *Mentha* ont également montré d'une importante capacité à chélater les ions ferreux avec une valeur de CI<sub>50</sub> qui varie de 1.72 $\pm$ 0.35 à 4.03 $\pm$ 0.02 (Tableau XX). Les deux espèces *M. arvensis* et *M. villosa* ont exhibé la

## Résultats & discussion

---

capacité à chelater le fer la plus élevée avec la même valeur de  $CI_{50}$  de  $1.72 \pm 0.35$  mg/ml, suivis de l'espèce *M. aquatica* avec une valeur très proche de  $CI_{50}$  de  $1.73 \pm 0.17$  mg/ml. Les deux espèces *M. x piperita* et *M. pulegium* ont témoigné des taux acceptables de  $2.39 \pm 0.07$  et  $2.64 \pm 0.28$  mg/ml. Or, l'espèce *M. rotundifolia* a présenté la valeur la plus élevée donc l'activité la plus faible avec une  $CI_{50}$  de  $4.03 \pm 0.02$  mg/ml.

Plusieurs chercheurs ont évalué l'activité antioxydante des espèces de menthe soit uniquement par la méthode antiradicalaire, test du DPPH (**Derwich et al., 2011; Ouakouak et al., 2015**), ou bien en combinaison avec la méthode du  $\beta$ -carotène-acide linoléique (**Mata et al., 2007; Kamkar et al., 2010; Cherrat et al., 2014; de Sousa Barros et al., 2015**). L'activité antioxydante des huiles essentielles pourrait être associée à leur composition chimique, principalement à leurs composés majoritaires (**Derwich et al., 2011**).

Selon nos résultats reportés dans le tableau XX, l'activité antioxydante pourrait être attribuée à la forte teneur en monoterpènes oxygénés dans toutes les espèces, en majorité le menthofurane, 1.8-cineole, rotundifolone, menthol et le pulegone. Ceci est concordant avec **Mimica-Dukic et al. (2003)** et **Yadegarinia et al. (2006)**, qui ont constaté que les monoterpènes oxygénés sont les plus efficaces à neutraliser les radicaux libres. Néanmoins, **Ruberto and Baratta (2000)** ont noté que les monoterpènes hydrocarbonés avaient la capacité antioxydante la plus importante.

Dans de nombreux cas, l'activité antioxydante pourrait être attribuée aux éléments mineurs des huiles essentielles plutôt qu'aux composés majoritaires (**Mukazayire et al., 2011**). Par ailleurs, aussi bien les constituants mineurs que majeurs pourraient agir en synergie pour créer une mixture chimique qui pourrait contribuer à une meilleure activité antioxydante des huiles essentielles (**Miyazawa et al. 1998; Wang et al., 2008**).

La capacité antioxydante d'une huile essentielle pourrait être associée à différents systèmes comme elle possède une mixture chimique comprenant divers groupes fonctionnels, de la polarité et du comportement chimique (**Rodrigo and Bosco, 2006; Tepe et al., 2006**) et les recherches sur l'activité antioxydante évaluée par différents tests ne sont pas nécessairement en accord (**Candan et al., 2003; Trouilla et al., 2003; Sachetti et al., 2005; Tepe et al., 2005**).

### **7. Activité antiacétylcholinestérase**

Les huiles essentielles des espèces du genre *Mentha* ont également été testées pour leur propriété anticholinestérase. L'acétylcholinestérase (AChE) est l'enzyme responsable de l'hydrolyse de l'acétylcholine, impliqué dans le développement de la maladie d'Alzheimer (Younsi et al., 2016).

Toutes nos huiles essentielles possèdent un pouvoir inhibiteur de l'acétylcholinestérase (tableau XX). Cependant, des différences significatives des propriétés inhibitrices de l'enzyme AChE ont été décelées entre les six espèces de menthes, et les valeurs des  $CI_{50}$  variant de 27.5 à 137.5  $\mu\text{g/ml}$ . L'espèce *M. arvensis* s'est avérée la plus efficace avec  $27.5 \pm 0.29 \mu\text{g/ml}$ , suivie de *M. aquatica*  $32.583 \pm 0.22 \mu\text{g/ml}$ , *M. rotundifolia* et *M. piperita* ont démontré une activité inhibitrice de l'AChE modérée avec  $52.5 \pm 1.44 \mu\text{g/ml}$  et  $63.916 \pm 2.07 \mu\text{g/ml}$ , respectivement. Alors que des valeurs plus faibles ont été enregistrées pour *M. pulegium* avec  $108.75 \pm 0.83 \mu\text{g/ml}$  et *M. villosa*  $137.5 \pm 1.44 \mu\text{g/ml}$ .

Nos résultats sont en accord avec les travaux de Miyazawa et al. (1998) et Miyazawa et al. (2016), qui ont également étudié le pouvoir inhibiteur de l'acétylcholinestérase par les huiles essentielles des espèces du genre *Mentha* provenant du Japon. Les auteurs ont observé une activité inhibitrice de l'acétylcholinestérase très importante essentiellement due aux monoterpènes oxygénés tels que le menthofurane, rotundifolone, menthol et pulegone. Ces éléments représentent les composés majoritaires des huiles essentielles de nos menthes. D'autre part, Öztürk (2012) et Savelev et al. (2003), qui ont mené leurs travaux de recherche sur d'autres espèces de la même famille des *Lamiaceae* (*Satureja thymbra* et *Salvia lavandulaefolia*, respectivement), ont noté des propriétés anticholinestérase d'autres composés terpéniques, comme  $\alpha$ -pinene, eucalyptol, camphre, linalool, etc.

Néanmoins, de Sousa Barros et al. (2015), qui ont testé les huiles essentielles des menthes issues du Brésil, n'ont pas enregistré une activité inhibitrice de l'acétylcholinestérase pour le pulegone et le menthol, connus comme inhibiteurs puissants. En outre, Mata et al. (2007) ont également rapporté une activité inhibitrice de l'AChE modérée pour les monoterpènes oxygénés des menthes du Portugal.

L'activité antiacétylcholinestérase des huiles essentielles pourrait être expliquée par leur richesse en monoterpènes qui pourraient agir comme inhibiteurs compétitifs (ou non) par leur hydrophobie et leur capacité d'interagir avec le pôle hydrophobe de cet enzyme (Aazza et al., 2011). La variation observée de l'activité antiacétylcholinestérase entre les espèces de

## Résultats & discussion

menthes pourrait être attribuée à la variation de leur composition chimique, principalement au composé 1,8-cinéole (Tableau XIII).

**Tableau XX. Coefficients de corrélation (R) entre les composés majeurs des huiles et les activités antioxydante et antiacétylcholinestérase**

	<b>DPPH</b>	<b><math>\beta</math>-Carotene bleaching</b>	<b>Chelating ability</b>	<b>Antiacetylcholinesterase</b>
Rotundifolone	-0.147	0.006	0.540	0.339
Menthofurane	-0.423	-0.693	-0.488	-0.618
Pulegone	-0.236	0.062	0.128	0.458
Menthol	0.963**	0.854*	0.010	-0.073
1,8-cinéole	-0.107	-0.417	-0.542	-0.749*
$\beta$ -caryophyllène	-0.464	-0.673	-0.490	-0.399
Neomenthol	-0.220	0.075	0.145	0.428
$\gamma$ -Muuroolène	-0.505	-0.531	0.283	-0.361

En conséquence, il est difficile d'attribuer la propriété inhibitrice de l'acétylcholinestérase à un seul constituant présent en grande quantité dans l'huile essentielle, mais il serait préférable de prendre en compte aussi bien la présence des composés majeurs que mineurs qui pourraient interagir en synergie ou en antagonisme.



### Conclusion générale

Les espèces du genre *Mentha* sont largement utilisées par les habitants de la région d'El-Tarf comme condiment, herbe et aromate dans les préparations culinaires. Elles sont utilisées pour leurs propriétés thérapeutiques comme carminative, sédatrice, antispasmodique et pour les maux d'estomac.

Notre étude a porté sur les espèces du genre *Mentha*, prospectées et collectées dans le PNEK, situé dans la wilaya d'El-Tarf (Nord-Est Algérie). Les campagnes de collecte d'échantillon ont démontré la présence de six espèces, avec différentes associations, sur la quasi-totalité des sites suivis durant les années 2012 ; 2013 ; 2014 et 2015. L'espèce la plus rare est la menthe des champs, suivie de la menthe aquatique puis de la menthe poivrée. Les trois autres espèces (Menthe vellue, Menthe pouliot et Menthe à feuilles rondes) sont présentes dans tous les sites visités.

L'analyse qualitative et quantitative des extraits méthanoliques et huiles essentielles a été réalisée. Les extraits phénoliques de menthes ont exhibé un pouvoir antioxydant considérable corrélé à leur forte teneur en polyphénols. Le rendement, la composition chimique, l'activité antioxydante et l'effet inhibiteur de l'acétylcholinestérase évalués à partir des parties aériennes des menthes, variant selon les espèces.

Les extraits méthanoliques de nos menthes sont riches en polyphénols, ce qui leur confère une activité antioxydante importante variant de 7.5 µg/ml à 44.66 µg/ml. L'espèce *M. aquatica* possède la meilleure activité antioxydante corrélée à son contenu phénolique important, suivi de *M. arvensis* et *M. piperita* avec des valeurs très proches, comparativement à *M. pulegium*, *M. rotundifolia* et *M. villosa* avec des valeurs inférieures. Des variations qualitative et quantitative sont observées entre espèces. Le rendement en huile essentielle le plus élevé est enregistré chez *M. pulegium* avec 1.8%. Au total, 27 composés sont identifiés avec la prédominance des monoterpènes oxygénés comme le menthofurane (73.38%), rotundifolone (65.99%), pulegone (59.12%), menthol (49.89%), menthone (20.84%), neomenthol (20.76%), 1.8-cineol (18.16%) et le  $\beta$ -caryophyllène (12.55%). En général, *M. aquatica* a montré la meilleure activité antioxydante avec une  $CI_{50}$  de  $0.69 \pm 0.06$  mg/ml obtenue par la méthode du DPPH,  $0.16 \pm 0.02$  mg/ml par le blanchiment du  $\beta$ -Carotène et  $1.73 \pm 0.17$  mg/ml par la méthode de chélation du fer. Alors que l'espèce *M. arvensis* excelle avec une  $CI_{50}$  de 27.5 mg/ml pour l'inhibition de

## Conclusion générale

---

l'acétylcholinestérase. Ceci peut être due à la présence de menthofurane comme composé majoritaire, ou bien due à l'effet de synergie ou d'antagonisme que pourrait avoir tant les éléments mineurs que majeurs.

Selon nos résultats, les espèces sauvages du genre *Mentha* pourraient être considérées comme source prometteuse d'antioxydants et d'agents neuroprotecteurs à travers leur variabilité chimique et leurs propriétés fonctionnelles.

Une étude ultérieure optant pour la caractérisation du profil phénolique de ces menthes, avec l'application des tests de l'activité antioxydante *in-vivo*, serait aussi requise pour renforcer l'étude du pouvoir antioxydant de nos menthes ; ce qui pourrait être utilisé dans la conservation des aliments, aussi bien que dans la phytothérapie, que comme produits pharmaceutiques dans le traitement des infections humaines, animales et végétales.

Des études plus approfondies des tests *in-vivo* de cytotoxicité des huiles essentielles de ces menthes sont requises dans le but d'exploiter à grande échelle cette phytoressource dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique. La présente étude fournit des informations additionnelles supportant l'utilisation des espèces spontanées du genre *Mentha* comme infusion ou additif dans l'alimentation ou la médecine traditionnelle pour le traitement des maladies infectieuses.

Pour fournir des informations pertinentes concernant la conservation de ces plantes médicinales, l'analyse de la variabilité génétique est nécessaire au sein et entre les populations du genre *Mentha* basée conjointement sur plusieurs traits tels que l'aspect morphologique, la composition chimique et les marqueurs moléculaires.

### Références bibliographiques

- [01]. Aazza, S., Lyoussi, B., Miguel, M.G., 2011. Antioxidant and antiacetylcholinesterase activities of some commercial essential oils and their major compound. *Molecules*. 16, 7672-7690. doi:[10.3390/molecules16097672](https://doi.org/10.3390/molecules16097672)
- [02]. Abirami SKG, Nirmala P., 2014. A comparative – in vitro study of anticancer effect of mentha piperita, ocimum basilicum and coleus aromaticus against human laryngeal epidermoid carcinoma (HEP-2) cell lines. *J. Med. Plants Res.*, 2(1): 6-9.
- [03]. Adam, K., Sivropoulou, A., Kokkini, S., Lanaras, T. and Arsenakis, M., 1998. Antifungal activities of *Origanum vulgare* subsp. *hirtum*, *Mentha spicata*, *Lavandula angustifolia*, and *Salvia fruticosa* essential oils against human pathogenic fungi. *J. Agr. Food Chem.*, 46(5): 1739-1745.
- [04]. Adam, M., Dobias, P., Eisner, A. and Ventura, K., 2009. Extraction of antioxidants from plants using ultrasonic methods and their antioxidant capacity. *J. Separ. Sci.* 32: 288-294.
- [05]. Agostinho, P., Cunha, R.A., Oliveira, C., 2010. Neuroinflammation, oxidative stress and the pathogenesis of Alzheimer's disease. *Curr. Pharm. Des.* 16, 2766–2778.
- [06]. Agostini, F., Atti Dos Santos, A.C., Rossato, M., Pansera, M.R., Dos Santos, P.L., Atti Serafini, L., Molon, R., Moyna, P., 2009. Essential oil yield and composition of *Lamiaceae* species growing in southern Brazil. *Brazilian Archives Biol. Technol.* 52(2): 473-478. <http://dx.doi.org/10.1590/S1516-89132009000200026>.
- [07]. Ahmad T., Tyagi B. R., Raghuvanshi S. S. et J. R. Bahl., 1992. Variation of nuclear DNA content in the genus *Mentha* L. (*Lamiaceae*). *Cytologia* 57: 359-367.
- [08]. Ait-Ouazzou, A., Loran, S., Arakrak, A., Laglaoui, A., Rota, C., Herrera, A., Pagan, R., Conchello, P., 2012. Evaluation of the chemical composition and antimicrobial activity of *Mentha pulegium*, *Juniperus phoenicea*, and *Cyperus longus* essential oils from Morocco. *Food Res. Int.* 45, 313–319. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2011.09.004>

## Références bibliographiques

---

- [09]. Ak T, Gulçin I., 2008. Antioxidant and radical scavenging properties of curcumin. *Chem.Biol. Interact.*, **174**: 27-37.
- [10]. Aksit, H., Celi, S. M., Sen, O., Erenler, R., Demirtas, I., Telci, I. and Elmastas, M., 2014. Complete isolation and characterization of pollar portion of *Menthadumetorum* water extract. *Rec.Nat.Prod.*, 8 (3): 277-280.
- [11]. Al-Ali, K.H., El-Beshbishy,H.A., El-Badry, A.A., Alkhalaf,M., 2013.Cytotoxicactivity of methanolicextractof *Mentha longifolia* and *Ocimum basilicum* against human breast cancer.*Pak.J.Biol.Sci.*16(23),1744–1750.
- [12]. Alho H, Leinonen J., 1999. Total antioxidant activity measured by chemiluminescence methods. *Method Enzymol*, **299**: 3-15.
- [13]. Al-Owaisi M, Al-Hadiwi N, Khan SA., 2014. GC-MS analysis, determination of total phenolics, flavonoid content and free radical scavenging activities of various crude extracts of *Moringa peregrina* (Forssk.) Fiori leaves. *Asian Pac J Trop Biomed* :4(12): 964-970
- [14]. Amarowicz R, Pegg RB, Rahimi-Moghaddam P, Barl B, Weil JA., 2004. Free-radical scavenging capacity and antioxidant activity of selected plant species from the Canadian prairies. *Food Chem.*, **84**: 551-562.
- [15]. ArasHisar S, Hisar O, Beydemir S, Gulçin I, Yanık T., 2004. Effect of vitamin E on carbonic anhydrase enzyme activity in rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) erythrocytes *in vitro* and *in vivo*. *Acta Vet Hung.*, **52**: 413-422.
- [16]. Arctander, S., 1969. Perfume and Flavor Chemicals (Aroma Chemicals). Montclair, New Jersey: S. Arctander.
- [17]. Areias, F. M., Valentao, P., Andrade, P. B., Ferreres, F. and Seabra, R. M., 2001. Phenolic fingerprint of peppermint leaves. *FoodChem.*, 73(3): 307-311.
- [18]. Arpino P., Pervot A., Serpinet J., Tranchant J., Vergnol A., Witier P., 1995. Manuel pratique de chromatographie en phase gazeuse, Ed. Masson, Paris, p. 700.
- [19]. Arumugam, P., Priya, N. G., Subathra, M. and Ramesh A., 2008. Anti-inflammatory activity of four solvent fractions of ethanol extract of *Menthaspicata* L. investigated on acute and chronic inflammation induced rats. *Environ.Toxicol.Phar.*, 26(1): 92-95.

## Références bibliographiques

---

- [20]. Aruoma OI., 1994. Nutrition and health aspects of free radicals and antioxidants. *Food Chem Toxicol.*, **62**: 671-683.
- [21]. Attiya, J., Bin, G., Bilal, H. A., Zabta, K.S., Tariq, M., 2012. Phylogenetics of selected *Mentha* species on the basis of rps8, rps11 and rps14 chloroplast genes. *J.Med. Plants Res.* 6(1), 30-36. DOI: 10.5897/JMPR11.658
- [22]. Augusto F., Leite e Lopes A., Zini C.A., 2003. Sampling and sample preparation for analysis of aromas and fragrances. *Trends Anal. Chem.* **22**, 160-169.
- [23]. Augusto F., Valente A.L.P., 2002. Applications of solid-phase microextraction to chemical analysis of live biological samples, *Trends Anal. Chem.* **21**, 428-438.
- [24]. Bachman, S. 2016. State of the World's Plants Report. Royal Botanic Gardens, Kew, p. 7/84.
- [25]. Balaydın HT, Gulçin I, Menzek A, Goksu S, Sahin E., 2010. Synthesis and antioxidant properties of diphenylmethane derivative bromophenols including a natural product. *JEnzyme Inhib Med Chem.*, **25**: 685-695.
- [26]. Baser, K.H.C., Kurkcuoglu, M., Demirci, B., Ozek, T., Tarımcılar, G., 2012. Essential oils of *Mentha* species from Marmara region of Turkey. *J. Essent. Oil. Res.* 24, 265–272. <http://dx.doi.org/10.1080/10412905.2012.676775>
- [27]. Bauer, K., Garbe D., Surburg, H., 1990. Common Fragrance and Flavor Materials, Preparation, Properties and Uses, *Verlag Chemie Int.* Second Edition, New-York.
- [28]. Beecher, GR., 1999. In antioxidant food supplements in human health. In: Packer L, Hiramatsu M, Yoshikawa T (eds) Academic Press, New York.
- [29]. Ben El Hadj Ali I, Bahri R, Chaouachi M, Boussaid M, Harzallah-Skhiri F. Phenolic content, antioxidant and allelopathic activities of various extracts of *Thymus numidicus* Poir. *Organs. Industrial Crops and Products.* 2014; **62**: 188-195.
- [30]. Ben Mansour A, Porter EA, Kite GC, Simmonds MS, Abdelhedi R, Bouaziz M., 1990. Phenolic profile characterization of Chemlali olive stones by liquid chromatography-ion trap mass spectrometry. *J Agric Food Chem.* 2015; **63**(7):5.
- [31]. Benabdallah, A., Rahmoune, C., Boumendjel, M., Aissi, O., Messaoud, C., 2016. Total phenolic content and antioxidant activity of six wild *Mentha* species

## Références bibliographiques

---

- (Lamiaceae) from northeast of Algeria. *Asian Pac J Trop Biomed.* 6(9). <http://dx.doi.org/10.1016/j.apjtb.2016.06.016>
- [32]. Benayad, N., Ebrahim, W., Hakiki, A., Mahjouba Mosaddak, M., 2012. Chemical characterization and insecticidal evaluation of the essential oil of *Mentha suaveolens* L. and *Mentha pulegium* L. growing in Morocco. *Sci. Study Res.* 13 (1), 027–032.
- [33]. Bendich, A., Machlin, L.J., Scandurra, O, Burton, G.W., Wayner, D.D.M., 1986. The antioxidant role of vitamin C. *Free Radical Bio Med.*, **2**: 419-444.
- [34]. Benedec, D., Vlase, L., Oniga, I., Mot, A. C., Silaghi---Dumitrescu, R., Hanganu, D., Tipericiuc, B. and Crisan, G., 2013. LC-MS analysis and antioxidant activity of phenolic compounds from two indigenous species of *Mentha*. Note I. *Farmacia*, 61(2): 262-267.
- [35]. Berchtold NC, Cotman CW. (1998). *Evolution in the conceptualization of dementia and Alzheimer's disease: Greco-Roman period to the 1960s. Neurobiol Aging.*, **19**(3): 173-89.
- [36]. Berg D, Gerlach M, Youdim MBH, Double KL, Zecca L, Riederer P, Becker G., 2001. Brain iron pathways and their relevance to Parkinson's disease. *J Neurochem.*, **79**: 225-236.
- [37]. Bhat, S., Maheshwari, P., Kumar S., Kumar A., 2002. *Mentha* species: *In vitro* regeneration and genetic transformation. *Mol. Biol. Today*, 3(1): 11-23.
- [38]. Bimakr, M., Abdul Rahman, R., Saleena Taip, F., Ganjloo, A., Md Salleh, L., Selamat, J., Hamid, A. and Zaidul, I. S. M., 2011. Comparison of different extraction methods for the extraction of major bioactive flavonoid compounds from spearmint (*Menthaspicata* L) leaves. *FoodBioprod. Process*, 89(1): 67-72.
- [39]. Biswas NN, Saha S, Khadem Ali M., 2014. Antioxidant, antimicrobial, cytotoxic and analgesic activities of ethanolic extract of *Mentha arvensis*L. *Asian Pac J Trop Biomed.*4(10): 792-797
- [40]. Blois M. S., 1958. Antioxidant determinations by the use of a stable free radical. *Nature*, **81**: 1199-1200.

## Références bibliographiques

---

- [41]. Bocco A, Cuvelier ME, Richard H, Berset C., 1998. Antioxidant activity and phenolic composition of citrus peel and seed extracts. *J Agric Food Chem.*, **46**: 2123-2129.
- [42]. Borneo R, Leon EA, Aguirre A, Ribotta P, Cantero J.J., 2008. Antioxidant capacity of medicinal plants from the Province of Cordoba (Argentina) and there *in vitro* testing in model food system. *Food Chem.* **112**: 664-670.
- [43]. Boukhebt, H., Chaker, A.N., Belhadj, H., Sahli, F., Ramdhani, M., Laouer, H., Harzallah, D., 2011. Chemical composition and antibacterial activity of *Mentha pulegium* L. and *Mentha spicata* L. essential oils. *Der Pharmacia Lett.* 3, 267–275.
- [44]. Brada, M., Bezzina, M., Marlier, M., Carlier, A., Lognay, G., 2007. Variabilité de la composition chimique des huiles essentielles de *Mentha rotundifolia* du Nord de l'Algérie. *Biotechnol. Agron. Soc.* 11 (1), 3–7.
- [45]. Brahmi F, Hauchard D, Guendouze N, Madani K, Kiendrebeogo M, Kamagaju L, Stévigny C, Chibane M, Duez P., 2015 Phenolic composition, *in vitro* antioxidant effects and tyrosinase inhibitory activity of three Algerian *Mentha* species: *M.spicata* (L.), *M.pulegium* (L.) and *M.rotundifolia* (L.) Huds (*Lamiaceae*). *Industrial Crops and Products.* **74**:722–730
- [46]. Brahmi, F., Adjaoud, A., Marongiu, B., Falconieri, D., Yalaoui-Guellal, D., Madani, K., Chibane, M., 2016 b. Chemical and biological profiles of essential oils from *Mentha spicata* L. leaf from Bejaia in Algeria, *Journal of Essential Oil Research*, 28(3), 211-220. <http://dx.doi.org/10.1080/10412905.2015.1118411>
- [47]. Brahmi, F., Adjouad, A., Marongiu, B., Porcedda, S., Piras, A., Falconieri, D., Yalaoui-Guellal, D., Elsebai, M-F., Madani, K., Chibane, M., 2016 a. Chemical composition and *in vitro* antimicrobial, insecticidal and antioxidant activities of the essential oils of *Mentha pulegium* L. and *Mentha rotundifolia* (L.) Huds growing in Algeria. *Ind.Crops.Prod.* 88, 96-105. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.03.002>
- [48]. Brahmi, F., Madani, K., Dahmoune, F., Rahmani, T., Bousbaa, K., Oukmanou, S., Chibane, M., 2012. Optimization of solvent extraction of antioxidants (phenolic compounds) from Algerian mint (*Mentha spicata* L.). *Phcog Commn.* **2** (4), 72–86.
- [49]. Brahmi, F., Madani, K., Stévigny, C., Chibane, M., Duez, P., 2014. Algerian mint species: HPTLC quantitative determination of rosmarinic acid and *in vitro* inhibitory

## Références bibliographiques

---

- effects on linoleic acid peroxidation. *J. Coast. Life Med.* 2 (12), 986–992. DOI: [10.12980/JCLM.2.2014APJTB-2014-0027](https://doi.org/10.12980/JCLM.2.2014APJTB-2014-0027)
- [50]. Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E., Berset, C., 1995. Use of free radical method to evaluate antioxidant activity. *Lebensm Wiss Technology*; 28:25-30.
- [51]. Burt, S., 2004. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods—a review. *Int. J. Food Microbiol.* 94, 223–253. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfoodmicro.2004.03.022>
- [52]. Büyükkuroglu M.E., Gulçin I., 2009. In vitro antioxidant and antiradical properties of *Hippophae rhamnoides* L. *Phcog Mag.*, **4**: 189-195.
- [53]. Candan, F., M. Unlu, B. Tepe, D. Daferera, M. Polissiou, A. Sökmen, Akpulat, H.A., 2003. Antioxidant and antimicrobial activity of the essential oil and methanol extracts of *Achillea millefolium* subsp. *millefolium* Afan. (Asteraceae). *J. Ethnopharmacol.* 87: 215–220. [http://dx.doi.org/10.1016/S0378-8741\(03\)00149-1](http://dx.doi.org/10.1016/S0378-8741(03)00149-1)
- [54]. Chen JH, Ho CT., 1997. Antioxidant activities of caffeic acid and its related hydroxycinnamic acid compounds. *J Agric Food Chem.*, **45**: 2374-2378.
- [55]. Cherrat, L., Espina, L., Bakkali, M., Pagan, R., Laglaoui, A., 2014. Chemical composition, antioxidant and antimicrobial properties of *Mentha pulegium*: *Lavandula stoechas* and *Satureja calamintha* Scheele essential oils and an evaluation of their bactericidal effect in combined processes. *Innov. Food. Sci. Emerg.* 22, 221–229. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ifset.2013.12.016>
- [56]. Chimi H, Cillard J, Cillard P, Rahmani M., 1991. Peroxyl and hydroxyl radical scavenging activity of some natural phenolic antioxidants. *J Am Oil Chem Soc.*, **68**: 307-312.
- [57]. Cicchetti E., Merle P., Chaintreau A., 2008. Quantitation in gas chromatography: usual practices and performances of a response factor database, *Flav. Fragr. J.*, **23**, 450-459.
- [58]. Collin G.J., Lord D., Allaire J., 1991. Gagnon D. Huiles essentielles et extraits « micro-ondes ». *Parfums, Cosmét. Arômes*, **97**, 105-112.
- [59]. Conforti, F., Sosa, S., Marrelli, M., Menichini, F., Statti, G. A., Uzunov, D., Tubaro, A., Menichini, F. And Loggia R. D., 2008. *In vivo* anti-inflammatory and



## Références bibliographiques

---

- in vivo* antioxidant activities of Mediterranean dietary plants. *J. Ethnopharmacol.*, 116(1): 144-151.
- [60]. Curutchet, A., Dellacassa, E., Ringuet, J.A., Chaves, A.R., Viña, S.Z., 2014. Nutritional and sensory quality during refrigerated storage of fresh-cut mints (*Mentha piperita* and *M. spicata*). *Food Chem.* **143** : 231–238.
- [61]. Dai, K.M., 1981. A preliminary study on species of genus *Mentha* cultivated in China (author's transl). *YaoXueXueBao*, 16(11): 849–859.
- [62]. Davies KJ., 1995. Oxidative stress: the paradox of aerobic life. *Biochem Soc Symp.*, **61**: 1-31.
- [63]. De Hoffman E., Charrette J., Strootbant V., 1999. Spectrométrie de masse. Librairie Dunod, Paris, p. 339.
- [64]. de Sousa Barros, A., de Morais, S.M., Ferreira, P.A.T., Vieira, G.P., Craveiro, A.A., dos Santos Fontenelle, R.O., de Menezes, J.E.S.A., da Silva, F.W.F., de Sousa, H.A., 2015. Chemical composition and functional properties of essential oils from *Mentha* species. *Ind. Crops Prod.* 76, 557–564.
- [65]. Derwich, E., Benziane, Z., Boukir, A., 2011. Antibacterial activity and chemical composition of the leaf essential oil of *Mentha rotundifolia* from Morocco. *Electron. J. Environ. Agric. Food Chem.*, 9 (1): 19-28.
- [66]. Dhifi, W., Litaïem M., Jelali N., Hamdi N., Mnif W., 2011. Identification of A New Chemotype of the Plant *Mentha aquatica* Grown in Tunisia: Chemical Composition, Antioxidant and Biological activities of its Essential Oil. *Jeobp* 14 (3) 320 – 328. <http://dx.doi.org/10.1080/0972060X.2011.10643941>
- [67]. Diaz-Maroto M.C., Perez-Coello M.S., Cabezudo M.D., 2002. Supercritical carbon dioxide extraction of volatiles from spices. Comparison with simultaneous distillation-extraction, *J. Chromatogr. A*, **947**, 23-29.
- [68]. Dobias, P., Pavlikova, P., Adam, M., Eisner, A., Benova, B. and Ventura, K., 2010. Comparison of pressurised fluid and ultrasonic extraction methods for analysis of plant antioxidants and their antioxidant capacity. *Cent. Eur. J. Chem.*, 8(1): 87-95.

## Références bibliographiques

---

- [69]. Dolzhenko, Y., Berteau, C. M., Occhipinti, A., Bossi, S. and Maffei, M. E., 2010. UV-B modulates the interplay between terpenoids and flavonoids in peppermint (*Mentha×piperita* L.). *J.Photochem.Photobiol.B*, 100(2): 67-75.
- [70]. Dorman, H. J. D., Kosar M, Kahlos, K, Holm Y, Hiltunen R., 2003. Antioxidant properties and composition of aqueous extracts from *Mentha* species, hybrids, varieties, and cultivars. *J. Agric. Food Chem*: **51**:4563–4569. DOI: [10.1021/jf034108k](https://doi.org/10.1021/jf034108k)
- [71]. Dorman, H. J. D., Kosar, M., Baser, K. H. C. and Hiltunen, R., 2009. Phenolic profile and antioxidant evaluation of *Mentha×piperita* L., (Peppermint) extracts. *Nat.Prod.Commun.*, 4(4): 535-542.
- [72]. Doshi, P., Adsule, P., Banerjee, K., Oulkar, D., 2015. Phenolic compounds, antioxidant activity and insulinotropic effect of extracts prepared from grape (*Vitis vinifera* L.) by products. *J. Food Sci. Technol.* 52, 181–190. DOI: [10.1007/s13197-013-0991-1](https://doi.org/10.1007/s13197-013-0991-1)
- [73]. Dragsted LO, Strube M, Leth T., 1997. Dietary levels of plant phenols and other nonnutritive components: could they prevent cancer? *Eur J Cancer Prev.*, **6**: 522-528.
- [74]. Duh PD., 1998. Antioxidant activity of burdock (*Arctium lappa* Linne): its scavenging effect on free radical and active oxygen. *J Am Oil Chem Soc.*, **75**: 455-465.
- [75]. Dziedzic SZ, Hudson B.J.F., 1984. Phenolic acids and related compounds as antioxidants for edible oils. *Food Chem.*, **14**: 45-51.
- [76]. Eberhardt MV, Lee CY, Liu RH., 2000. Antioxidant activity of fresh apples. *Nature*, **405**: 903-904.
- [77]. Ebrahimzadeh MA, Nabavi SF, Nabavi SM, Eslami B., 2010. Antioxidant and antihemolytic activities of *Mentha piperita*. *Pharmacologyonline*; **1**:744-752.
- [78]. Ebrahimzadeh MA, Nabavi SM, Nabavi SF, Eslami B., 2009. Free radical scavenging ability of methanolic extract of *Hyoscyamus squarrosus* leaves. *Pharmacologyonline*. **2**:796-802.

## Références bibliographiques

---

- [79]. Eccles, R., 1994. Menthol and related cooling compounds. *J.Pharm.Pharmacol.*, 46: 618--630.
- [80]. El Arch, M., Satrani, B., Farah, A., Bennani, L., Boriky, D., Fechtal, M., Blaghen, M., Talbi, M., 2003. Composition chimique et activites antimicrobienne et insecticide de lhuile essentielle de *Mentha rotundifolia* du Maroc. *Acta Bot. Gallica* 150, 267--274. <http://dx.doi.org/10.1080/12538078.2003.10515996>
- [81]. Eldeen, I.M.S., Elgorashi, E.E., Van Staden, J., 2005. Antibacterial, anti-inflammatory, anti-cholinesterase and mutagenic effects of extracts obtained from some trees used in South African traditional medicine. *J. Ethnopharmacol.* 102, 457--464. DOI: [10.1016/j.jep.2005.08.049](http://dx.doi.org/10.1016/j.jep.2005.08.049)
- [82]. El-Ghorab, A.H., 2006. The chemical composition of *Mentha pulegium* L. essential oil from Egypt and its antioxidant activity. *J. Essent. Oil Bear. Pl.* 9, 183--195.
- Finney, D.J., 1971. *Probit Analysis*, third ed. Cambridge University Press, Cambridge. <http://dx.doi.org/10.1080/0972060X.2006.10643491>
- [83]. Ellman G. L., Courtney K. D., Andres V., Feather-Stone R. M., 1961. A new and rapid determination of acetylcholinesterase activity. *Biochem pharmacol.*, 7: 88-95.
- [84]. Elmastas M, Gulçin I, Beydemir S, Kufrevioglu OI, Aboul-Enein HY. 2006b. A study on the *in vitro* antioxidant activity of juniper (*Juniperus communis* L.) seeds extracts. *Anal Lett.*, 39: 47-65.
- [85]. Estrada-Soto, S., Gonzalez--Maldonado, D., Castillo--Espana, P., Aguirre-Crespo, F., Sanchez-Salgado, J. C., 2010. Spasmolytic effect of *Menthapulegium* L. involves ionic flux regulation in rat ileum trips. *J.SmoothMuscle. Res.*, 46(2): 107-117.
- [86]. Fecka, I. and Turek, S., 2007. Determination of water soluble polyphenolic compounds in commercial herbal teas from *Lamiaceae*: peppermint, melissa, and sage. *J.Agr.FoodChem.*, 55(26): 10908-10917.
- [87]. Fluckiger, F. A. and Hanbury, D., 1879. *Pharmacographia: a history of the principal drugs of vegetable origin, met with in Great Britain and British India*. London: Macmillan & Co.
- [88]. Frankel EN., 1998. *Lipid oxidation*, Dundee. The Oily Press.

## Références bibliographiques

---

- [89]. Ganesan K, Kumar KS, Rao PVS., 2011. Comparative assessment of antioxidant activity in three edible species of green seaweed, *Enteromorpha* from Okha, Northwest coast of India. *Innov Food Sci Emerg.*, **12**: 73-78.
- [90]. Gende L. B., Mendiara S., Fernández N. J., Van baren C., Di Leo Lira A., Bandoni A., Fritz R., Floris I., Eguaras M. J., 2014. Essentials oils of some *Mentha* spp. and their relation with antimicrobial activity against *Paenibacillus larvae*, the causative agent of American foulbrood in honey bees, by using the bioautography technique. *Bulletin of Insectology*, *67* (1): 13-20.
- [91]. Giray, E.S., Kirici, S., Kayab, D.A., Türk, M., Sönmez, Ö., Inan, M., 2008. Comparing the effect of sub-critical water extraction with conventional extraction methods on the chemical composition of *Lavandula stoechas*. *Talanta* *74*, 930–935. DOI: [10.1016/j.talanta.2007.07.040](https://doi.org/10.1016/j.talanta.2007.07.040)
- [92]. Gobert, V., Moja, S., Colson, M. and Taberlet, P., 2002. Hybridization in the section *Mentha* (*Lamiaceae*) Inferred from AFLP markers. *Am.J.Bot.* *89*(12): 2017--2023. DOI: [10.3732/ajb.89.12.2017](https://doi.org/10.3732/ajb.89.12.2017)
- [93]. Godevac, D., Zdunic, G., Savikin, K., Vajs, V. & Menkovic, N., 2008. Antioxidant activity of nine Fabaceae species growing in Serbia and Montenegro. *Fitoterapia*, *79*, 185 – 187.
- [94]. Gracindo, L.A.M.B., Grisi, M.C.M., Silva, D.B., Alves, R.B.N., Bizzo, H.R., Vieira, R.F., 2006. Chemical characterization of mint (*Mentha* spp.) germplasm at Federal District. Brazil. *Rev. Bras. Pl. Med. Botucatu.* *8*, 5–9, special.
- [95]. Gu R, Wang Y, Long B, Kennelly E, Wu S, Liu B, *et al.*, 2014. Prospecting for bioactive constituents from traditional medicinal plants through ethnobotanical approaches. *Biol Pharm Bull.* **37**(6): 903-915.
- [96]. Gulçin I, Berashvili D, Gepdiremen A., 2005a. Antiradical and antioxidant activity of total anthocyanins from *Perilla pankinensis*. Decne. *J Ethnopharmacol.*, **101**: 287-293.
- [97]. Gulçin I, Beydemir S., Sat I. G., Kufrevioglu., O. I., 2005c. Evaluation of antioxidant activity of cornelian cherry (*Cornus mas* L.). *Acta Aliment Hung.*, **34**: 193-202.
- [98]. Gulçin I, Elias R, Gepdiremen A, Boyer L., 2006a. Antioxidant activity of lignans from fringe tree (*Chionanthus virginicus* L.). *Eur Food Res Technol.*, **223**: 759-767.

## Références bibliographiques

---

- [99]. Gulçin I, Elias R, Gepdiremen A, Taoubi K, Koksal E., 2009. Antioxidant secoiridoids from fringe tree (*Chionanthus virginicus* L.). *Wood Sci Technol.*, **43**: 195-212.
- [100]. Gulçin I, Elmastas M, Aboul-Enein HY., 2007b. Determination of antioxidant and radical scavenging activity of basil (*Ocimum basilicum*) assayed by different methodologies. *Phytother Res.*, **21**: 354-361.
- [101]. Gulçin I, Gagua N, Beydemir S, Bayram R, Bakuridze A, Gepdiremen A., 2011c. Apoptotic, antioxidant, antiradical and antiglaucoma effects of majdine and isomajdine from *Vincaherbacea* Waldst. and Kit. *J Enzyme Inhib Med Chem.*, **27**(4): 587-94.
- [102]. Gulçin I, Mshvildadze V, Gepdiremen A, Elias R., 2006b. Antioxidant activity of a triterpenoid glycoside isolated from the berries of *Hedera colchica*: 3-O-( $\beta$ -D-glucopyranosyl)-hederagenin. *Phytother Res.*, **20**: 130-134.
- [103]. Gulçin I, Mshvildadze V, Gepdiremen A, Elias R., 2006c. Screening of antioxidant and antiradical activity of monodesmosides and crude extract from *Leontice smirnowii* Tuber. *Phytomedicine*, **13**: 343-351.
- [104]. Gulçin I, Oktay M, Kireççi E, Kufrevioglu OI., 2003c. Screening of antioxidant and antimicrobial activities of anise (*Pimpinella anisum* L.) seed extracts. *Food Chem.*, **83**: 371-382.
- [105]. Gulçin I, Sat IG, Beydemir S, Elmastas M, Kufrevioglu OI., 2004d. Comparison of antioxidant activity of clove (*Eugenia caryophyllata* Thunb) buds and lavender (*Lavandula stoechas* L.). *Food Chem.*, **87**: 393-400.
- [106]. Gulçin I, Tel AZ, Kirecci E., 2008b. Antioxidant, antimicrobial, antifungal and antiradical activities of *Cyclotrichium niveum* (Boiss.) Manden and Scheng. *Int J Food Propert.*, **11**: 450-471.
- [107]. Gulçin I., 2007. Comparison of in vitro antioxidant and antiradical activities of L-tyrosine and L-Dopa. *Amino Acids*, **32**: 431-438.
- [108]. Gulçin I., 2010. Antioxidant properties of resveratrol: a structure activity insight. *Innov Food Sci Emerg.*, **11**: 210-218.

## Références bibliographiques

---

- [109]. Gulluce M, Sahin F, Sokmen M, Ozer H, Daferera D, Sokeman A, Polission M, Adiguzel A, Ozkan H., 2007. Antimicrobial and antioxidant properties of the essential oils and methanol extract from *Mentha longifolia* L. ssp. *Longifolia*. *Food Chem.*, 103(4): 1449-1456.
- [110]. Halliwell B, Gutteridge JMC., 1989. *Free radicals in biology and medicine*, 2nd edn.
- [111]. Halliwell B, Gutteridge JMC., 1990. Role of free radicals and catalytic metal ions in human disease: an overview. *Meth Enzymol.*, **186**: 1-85.
- [112]. Halliwell B., 1995. Antioxidant characterization; methodology and mechanism. *Biochem Pharmacol.*, **49**: 1341-1348.
- [113]. Halliwell B., 1997. Antioxidants in human health and disease. *Ann Rev Nut.*, **16**: 33-50.
- [114]. Halliwell B., Gutteridge J.M.C., 1984. Oxygen toxicology, oxygen radicals, transition metals and disease. *Biochem J.*, **219**: 1-4.
- [115]. Harborne JB, Baxter H, Moss GP., 1999. *Phytochemical dictionary: handbook of bioactive compounds from plants*, 2nd edn. Taylor and Francis, London.
- [116]. Harborne JB., 1986. In: Cody V, Middleton E, Harborne JB, Alan R (eds) *Plant flavonoids in biology and medicine*. Liss, New York, pp 15-24.
- [117]. Harkat-Madouri, L., Boudria A, Madani K, Bey-Ould Si Said Z, Rigou P, Grenier D, Allalou H, Remini H, Adjaoud A, Boulekbache-Makhlouf L., 2015. Chemical composition, antibacterial and antioxidant activities of essential oil of *Eucalyptus globulus* from Algeria. *Industrial Crops and Products* 78, 148–153. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.10.015>
- [118]. Harley R. M. et C. A. Brighton., 1977. Chromosome numbers in the genus *Mentha* L. *Botanical Journal of the Linnean Society* 74: 71-96.
- [119]. Harley R. M., 1972. Notes on the genus *Mentha* (Labiatae). *Botanical Journal of the Linnean Society* 65: 250-253.
- [120]. Harley, R. M. 1967. The spicate mints. *Proceedings of the Botanical Society of the British Isles*. **6**: 369-372.

## Références bibliographiques

---

- [121]. Harrison PM, Arosio P., 1996. The ferritins: molecular properties, iron storage function and cellular regulation. *Biochim Biophys Acta*, **1275**: 161-203.
- [122]. Hasan SM, Jamila M, Majumder MM, Akter R, Hossain MM, Mazumder ME., 2009. Analgesic and antioxidant activity of the hydromethanolic extract of *Mikania scandens* (L.) Willd. leaves. *Am J Pharmacol Toxicol.* **4**(1):1-7.
- [123]. Hayes, J. R., Stavanja, M. S. and Lawrence, B. M., 2006. *Mentha*: Biological and toxicological properties of mint oils and their major isolates: safety assessment. In B. M.
- [124]. Heimans J., 1938. Chromosomes in the genus *Mentha*. *Chronica Botanica* 4: 389-390.
- [125]. Herrmann K., 1976. Flavonoids and flavones in food plants: a review. *J Food Technol.*, **11**: 433-448.
- [126]. Herrmann K., 1993. In pflanzlichen lebensmitteln vorkommende flavonoide als antioxidantien. *Gordian*, **93**: 108-111.
- [127]. Hertog M.G.L., Feskens EJM, Hollman PCH, Katan MB, Kromhout D., 1993. Dietary antioxidant flavonoids and risk of coronary heart disease: the zupthen elderly study. *Lancet*, **342**: 1007-1014.
- [128]. Hopkins, W., 1999. *Physiologie végétale*. 22: 451-470.
- [129]. Hudson, J.F., 1990. *Food antioxidants*. Elsevier Applied Science, London.
- [130]. Hussain, A.I., Anwar, F., Nigam, P.S., Ashraf, M., Gilani, A., 2010. Seasonal variation in content, chemical composition and antimicrobial and cytotoxicactivities of essential oils from four *Mentha* species. *J. Sci. Food Agric.* 90,1827–1836. DOI: [10.1002/jsfa.4021](https://doi.org/10.1002/jsfa.4021)
- [131]. Ifeson, BOT, Fashakin, JF, Ebosele, F., 2013. Oyerinde AS. Antioxidant and antimicrobial properties of selected plant leaves. *European J MedPlants.* **3**(3): 465-473.
- [132]. Igoumenidis, P. E., Lekka, E. G. and Karathanos, V. T., 2016. Fortification of white milled rice with phytochemicals during cooking in aqueous extract of *Mentha spicata* leaves. An adsorption study. *LWT-FoodSci.Technol.*, 65: 589-596.

## Références bibliographiques

---

- [133]. Inoue, T., Sugimoto, Y., Masuda, H. and Kamei, C., 2002. Antiallergic effect of flavonoid glycosides obtained from *Menthapiperita* L. *Biol.Pharm.Bull.*, 25(2): 256-259.
- [134]. Iscan, G., Kirimer, N., Kurkcuoglu, M., Baser, K.H.C., Demirci, F., 2002. Antimicrobial screening of *Mentha piperita* essential oils. *J. Agric. Food Chem.*, 50(14): 3943-3946. Ishtiaq S, Ahmad M, Hanif U, Akbar S, Mehjabeen, Kamran S.H., 2014. Phytochemical and *in vitro* antioxidant evaluation of different fractions of *Amaranthus graecizans subsp. silvestris*(Vill.) Brenan. *Asian. Pac. J. Trop. Med.* 7(Suppl 1): S342-S347.
- [135]. Jerkovic, I. and Mastelic, J., 2001. Composition of free and glycosidically bound volatiles of *Mentha aquatica* L. *Croatia Chemica Acta.* 74(2): 431-439.
- [136]. Joulain D., 1994. Method for Analysing Essential Oil. *Modern Analysis Methodologies: Use and Abuse, Parfum. Flavor*, 19, 5-17.
- [137]. Kamkar, A., Javan, A.J., Asadi, F., Kamalinejad, M., 2010. The antioxidative effect of Iranian *Mentha pulegium* extracts and essential oil in sunflower oil. *Food Chem. Toxicol.* 48 (7), 1796–1800. DOI: [10.1016/j.fct.2010.04.003](https://doi.org/10.1016/j.fct.2010.04.003)
- [138]. Kanatt, S. R., Chander, R. and Sharma, A., 2008. Chitosan and mint mixture: A new preservative for meat and meat products. *Food Chem.*, 107(2): 845-852.
- [139]. Kasrati, A., Alaoui Jamali, C., Bekkouche, K., Spooner-Hart, R., Leach, D., Abbad, A., 2015. Chemical characterization and insecticidal properties of essential oils from different wild populations of *Mentha suaveolens* subsp. *timija* (Briq.) Harley from Morocco. *Chem. Biodivers.* 12, 823–831. DOI: [10.1002/cbdv.201400236](https://doi.org/10.1002/cbdv.201400236)
- [140]. Kehrler JP., 2000. The Haber-Weiss reaction and mechanisms of toxicity. *Toxicology*, 149: 43-50.
- [141]. Kew 2010., The Plant list: <http://www.theplantlist.org/tpl/search=Mentha+species>
- [142]. Kokkini, S., 1991. Chemical races within the genus *Mentha* L. In H. F. Liskens and J. F. Jackson (Eds.) *Essential oils and waxes* (pp. 63-78). New York: Springer, Berlin Heidelberg.
- [143]. Köksal E, Gulçin I, Sarıkaya O, Beyza S, Bursal E., 2009. On the *in vitro* antioxidant activity of silymarin. *J Enzyme Inhib Med Chem.*, 24: 395-405.



## Références bibliographiques

---

- [144]. Koolen HHF, da Silva FMA, Gozzo FC, de Souza AQL, de Souza ADL., 2013. Antioxidant, antimicrobial activities and characterization of phenolic compounds from buriti (*Mauritia flexuosa* L. f.) by UPLC–SI-MS/MS. *Food Res Int.* **51**: 467-73.
- [145]. Kosar, M., Dorman, H. J. D., Baser, K. H. C. and Hiltunen, R., 2004. Screening of free radical scavenging compounds in water extracts of *Mentha* samples using a postcolumn derivatization method. *J. Agr. Food Chem.*, 52(16): 5004-5010.
- [146]. Kumar A. et A. K. Sharma., 1985. Chromosome characteristics and DNA content in *Mentha* Linn. *The nucleus* 28: 89-96.
- [147]. Kumar, P., Mishra, S., Malik, A. and Satya, S., 2011. Insecticidal properties of *Mentha* species: A review. *Ind. Crop. Prod.*, 34(1): 802-817.
- [148]. Ladjel S, Gherraf N, Hamada D. Antimicrobial effect of essential oils from the Algerian medicinal plant *Mentha Rotundifolia* L. *J. Appl. Sci. Res.* 2011;**7**:1665–1667.
- [149]. Lawrence B. M. et C. K. Shu., 1989. Peppermint Oil Differentiation. *Perfumer Flavorsit* 14: 21-30.
- [150]. Lawrence, B. M. (Ed.) 1980. *Mint. The genus Mentha. Medical and Aromatic Plants – Industrial Profiles* (pp.422-483). Boca Raton, London, New York: CRC Press, Taylor & Francis Group.
- [151]. Lawrence, B. M., 1978. A study of the monoterpene interrelationships in the genus *Mentha* with special reference to the origin of pulegone and menthofuran. Ph.D. dissertation Groningen University, Groningen, Netherlands.
- [152]. Lee, C.J., Chen, L.G., Chang, T.L., Ke, W.M., Lo, Y.F., Wang, C.C., 2011. The correlation between skin-care effects and phytochemical contents in *Lamiaceae* plants. *Food Chemistry*; **124**:833–841.
- [153]. Lima, T.C., da Silva, T.K.M., Lima Silva, F. L., Barbosa-Filho, J. M., Mayo Marques, M. O., Santos, R.L.C., Cavalcanti, S. C. D.H., de Sousa, D. P., 2014. Larvicidal activity of *Mentha x villosa* Hudson essential oil, rotundifolone and derivatives. *Chemosphere.* 104, 37–43. DOI: [10.1016/j.chemosphere.2013.10.035](https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2013.10.035)

## Références bibliographiques

---

- [154]. Lincoln D. F., Murray M. J., 1978. Monogenic basis for reduction of (+)-pulegone to (-)- menthone in *Mentha* oil biogenesis. *Phytochemistry* 17: 1727-1730.
- [155]. Liu W and B.M. Lawrence, 2007. Production of mints and mint oil in China. In: *Mint: Genus Mentha*. edit. B.M. Lawrence. Taylor & Francis, Boca Raton, FL.
- [156]. Lucchesi M.E., Chemat F., Smadja, J., 2004. Solvent-free microwave extraction of essential oil from aromatic herbs: comparison with conventional hydro-distillation, *J. Chromatogr. A*, **1043**, 323-327.
- [157]. Luximun-Ramma A, Bahorun T, Soobrattee MA, Aruomai OI., 2002. Antioxidant activities of phenolic, proanthocyanidin, and flavonoid components in extracts of *Cassia fistula*. *J. Agric. Food Chem*; **50**:5042–5047.
- [158]. Maftai, M., 1992. Dry culinary herbs: an overview of selected Western European Markets. In N. Verlet (Ed.) *Compte Rendus des 3<sup>e</sup>mes Rencontres Techniques et Economiques Plantes Aromatiques et Me´dicinales* (pp. 249-292). Nyons: C.F.P.P.A
- [159]. Magalhaes, L.M., Santos, M., Segundo, M.A., Reis, S., Lima, J.L.F.C., 2009. Flow injection based methods for fast screening of antioxidant capacity. *Talanta*, **77**: 1559-1566.
- [160]. Mai TT, Fumie N, Chuyen NV., 2009. Antioxidant activities and hypolipidemic effects of an aqueous extract from flower buds of *Cleistocalyx operculatus* (Roxb.) Merr. and Perry. *Journal of Food Biochemistry*; **33**:790–807.
- [161]. Malik F, Hussain S, Sadiq A, Parveen G, Wajid A, Shafat S, et al., 2012. Phytochemical analysis, anti-allergic and anti-inflammatory activity of *Mentha arvensis* in animals. *Afr J Pharm Pharmacol*: **6**: 613-619.
- [162]. Malinvaud, E., 1880. Simple aperçu des hybrides dans le genre *Mentha*. *Bulletin de la Société Botanique de France*. **27**: 332-347.
- [163]. Mata, A.T., Proenc, C., Ferreira, A.R., Serralheiro, M.L.M., Nogueira, J.M.F., Araujo, M.E.M., 2007. Antioxidant and antiacetylcholinesterase activities of five plants used as Portuguese food spices. *Food Chem*. 103, 778–786.

## Références bibliographiques

---

- [164]. Messaoud C, Chograni H, Boussaid M.,2011. Chemical composition and antioxidant activities of essential oils and methanol extracts of three wild *Lavandula* L. species, *Natural Product Research*; **26**(21):1-9.
- [165]. Messaoud, C., Boussaid, M., 2011. *Myrtus communis* berry color morphs: A comparative analysis of essential oils, fatty acids, phenolic compounds, and antioxidant activities. *Chemistry and Biodiversity*, 8, 300–310.DOI: [10.1002/cbdv.201000088](https://doi.org/10.1002/cbdv.201000088)
- [166]. Messaoud, C., Laabidi, A., Boussaid, M., 2012. *Myrtus communis* L. infusions: the effect of infusion time on phytochemical composition, antioxidant, and antimicrobial activities. *J Food Sci.***77**(9): C941-7.DOI: [10.1111/j.1750-3841.2012.02849.x](https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2012.02849.x)
- [167]. Mimica-Dukic, N. and Bozin, B., 2008. *Mentha* L. species (*Lamiaceae*) as promising sources of bioactive secondary metabolites. *Curr. Pharm. Design*, **14**, 3141–3150.
- [168]. Mimica-Dukic, N., Bozin, B., Sokovic, M., Mihajlovic, B., Matavulj, M., 2003. Antimicrobial and antioxidant activities of three *Mentha* species essential oils. *Planta Med* 69:413–419.DOI: [10.1055/s-2003-39704](https://doi.org/10.1055/s-2003-39704)
- [169]. Misan, A. C., Mimica-Dukić, N., Mandic, A. I., Sakac, M. B., Milovanovic, I. L., Sedej, I. J., 2011. Development of a rapid resolution HPLC method for the separation and determination of 17 phenolic compounds in crude plant extracts. *Centr.Eur.J.Chem.*, 9(1): 133-142.
- [170]. Miyazawa, M., Nakahashi, H., Usami, A., Matsuda, N., 2016. Chemical composition, aroma evaluation, and inhibitory activity towards acetylcholinesterase of essential oils from *Gynura bicolor* DC. *J Nat Med.* 70:282–289. DOI: [10.1007/s11418-015-0961-1](https://doi.org/10.1007/s11418-015-0961-1)
- [171]. Miyazawa, M., Watanabe, H., Umemoto, K., Kameoka, H., 1998. Inhibition of acetylcholinesterase activity by essential oils of *Mentha* species. *J. Agric. FoodChem.* 46, 3431–3434. DOI:[10.1021/jf9707041](https://doi.org/10.1021/jf9707041)
- [172]. Moghaddam, M., Poubaiage, M., Tabar, H. K., Farhadi, N., Hosseini, S. M. A., 2013. Composition and antifungal activity of peppermint (*Mentha piperita*) essential oil from Iran. *J. Essent. Oil Bear. Pl.*16(4): 506-512.

## Références bibliographiques

---

- [173]. Moreno L, Bello R, Primo-Yufera E, Esplugues J., 2002. Pharmacological properties of the methanol extract from *Mentha suaveolens* Ehrh. *Phytother. Res.*, 16: 10-13.
- [174]. Morton J. K., 1956. The chromosome numbers of the British *Menthae*. *Watsonia* 3: 244-252.
- [175]. Mukazayire, M.-J., Tomani, J.C., Stevigny Chalchat, J.C., Conforti, F., Francesco Menichini, F., Duez, P., 2011. Essential oils of four Rwandese hepatoprotective herbs: gas chromatography–mass spectrometry analysis and antioxidant activities. *Food Chem.* 129, 753–760. DOI: [10.1016/j.foodchem.2011.05.016](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.05.016)
- [176]. Muñoz-Olivas R., 2004. Screening analysis: an overview of methods applied to environmental, clinical and food analyses, *Trends Anal. Chem.*, **23**, 203-216.
- [177]. Murray M. J. et F. W. Hefendehl., 1972. Changes in monoterpene composition of *Mentha aquatica* produced by gene substitution from *M. arvensis*. *Phytochemistry* 11: 2469-2474.
- [178]. Murray M. J., 1960. The genetic basis for a third ketone group in *Mentha spicata* L. *Genetics* 45: 931-937.
- [179]. Musialik M, Litwinienko G., 2005. Scavenging of dpph\* radicals by vitamin E is accelerated by its partial ionization: the role of sequential proton loss electron transfer. *Org Lett.*, **7**: 4951-4954.
- [180]. Nagata Y., 1990. Measurement of Odor Threshold by Triangle Odor Bag Method, *Bulletin of Japan Environmental Sanitation Center*, **17**, 77-89.
- [181]. Najeeb, A. P., Mandal, P. K. and Pal, U. K., 2015. Efficacy of leaves (drumstick, Mint and curry leaves) powder as natural preservatives in restructured chicken block. *J. Food Sci. Techn.*, 52(5): 3129-3133.
- [182]. Naseri, M. K. G., Naseri, Z. G., Mohammadian, M. And Birgani, M.O., 2008. Ileal Relaxation induced by *Mentha longifolia* (L.) leaf extract in rat. *Pak. J. Biol. Sci.*, 11(12): 1594-1599.
- [183]. Nedorostova, L., Kloucek, P., Kokoska, L., Stolcova, M., Pulkrabek, J., 2009. Antimicrobial properties of selected essential oils in vapour phase against foodborne bacteria. *Food Control* 20, 157–160.

## Références bibliographiques

---

- [184]. Nickavar, B., Alinaghi, A., 2008. Kamalinejad M. Evaluation of the antioxidant properties of five *Mentha* species. *Iran. J. Pharm. Res*; **7**(3):203–209.
- [185]. Orhan, G., Orhan, I., Subutay-Oztekin, N., Ak, F., Sener, B., 2009. Contemporary anticholinesterase pharmaceuticals of natural origin and their synthetic analogues for the treatment of Alzheimer's disease. *Rec. Pat. CNS Drug Discov.* **4**, 43–51. DOI: [10.18052/www.scipress.com/ILNS.39.49](https://doi.org/10.18052/www.scipress.com/ILNS.39.49)
- [186]. Orhan, I. E., Ozcelik, B., Kartal, M. and Kan, Y., 2012. Antimicrobial and antiviral effects of essential oils from selected *Umbelliferae* and *Labiatae* plants and individual essential oil components. *Turk.J.Biol.*, **36**: 239-246.
- [187]. Ouakouak, H., Chohra, M., Denane, M., 2015. Chemical composition, antioxidant activities of the essential oil of *Mentha pulegium* L, South East of Algeria. *Int. Lett. Nat. Sci.* **39**, 49–55.
- [188]. Özcelik B, Lee JH, Min DB., 2003. Effects of light, oxygen and pH on the 2, 2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) method to evaluate antioxidants. *J Food Sci.*, **68**: 487-490.
- [189]. Öztürk, M., 2012. Anticholinesterase and antioxidant activities of Savoury (*Satureja thymbra* L.) with identified major terpenes of the essential oil. *Food Chemistry*, **134**(1), 48-54. DOI: [10.1016/j.foodchem.2012.02.054](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2012.02.054)
- [190]. Papageorgiou, V., Mallouchos, A. and Komaitis, M., 2008. Investigation of the antioxidant behavior of air- and freeze-dried aromatic plant materials in relation to their phenolic content and vegetative cycle. *J.Agric.FoodChem.*, **56**(14): 5743–5752.
- [191]. Paré J.R., Belanger M.R., Stafford S. S. Microwave-Assisted Process (MAPTM): a new tool for the analytical laboratory, *Trends Anal. Chem.*, 1994, **13**, 176-184.
- [192]. Parker, J. K., 2015. Introduction to aroma compounds in food. In J. K. Parker, J. S. Elmore and L. Metheven (Eds.), *Flavour Development, Analysis and Perception in Food Beverages* (pp. 3-30). United Kingdom, Cambridge: Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition.
- [193]. Patil, K. and Mall, A., 2012. Hepatoprotective activity of *Mentha arvensis* Linn. Leaves against CCL4 induced liver damage in rats. *AsianPac.J.Trop.Dis.*, **2**(1): S223-S226.

## Références bibliographiques

---

- [194]. Peixoto, I. T. A, Furlanetti, V. F., Anibal, P. C., Duarte, M. C. T. and Hofling, J. F., 2009. Potential pharmacological and toxicological basis of the essential oil from *Mentha* spp. *Rev.Ciênc.Farm.BasicaApl.*, 30(3): 235-239.
- [195]. Pereira, O. R. and Cardoso, S. M., 2013. Overview on *Mentha* and *Thymus* polyphenols. *Curr.Anal.Chem.*, 9: 382-396.
- [196]. Perry EK., 1986. The cholinergic hypothesis - Ten years on. *Br Med Bull.*, **42**: 63-69.
- [197]. Pharmacopée Européenne, Conseil de l'Europe, Strasbourg, 5ième Edition, 2004, Supplément 5.8.
- [198]. Pokorny J, Yanishlieva N, Gordon M., 2000. Antioxidants in food. Practical applications. Published in North and South America by CRC Press LLC, Corporate Blvd, NW Boca Raton FL 33431, USA.
- [199]. Pokorny J., 1987. Major factors affecting the autoxidation of lipids'. In: Chan HWS (ed). Autoxidation of unsaturated lipids. Academic Press, London, pp 141-206.
- [200]. Pokorny J., 1988. Autoxidation of unsaturated lipids. In: Chan H (ed) Academic Press, London, p 141.
- [201]. Pokorny J., 1999. Antioxidants in food preservation'. In: Shafiur Rahman M (ed) Handbook of food preservation. Marcel Dekker, New York, pp 309-337.
- [202]. Ponka P., 1999. Cellular iron metabolism. *Kidney Int.*, **55**: S2-S11.
- [203]. Pourmortazavi S.M., Hajimirsadeghi S.S., 2007. Supercritical fluid extraction in plant essential and volatile oil analysis, *J. Chromatogr. A*, **1163**, 2-24.
- [204]. Prior RL, Wu XL, Schaich K., 2005. Standardized methods for the determination of antioxidant capacity and phenolics in foods and dietary supplements. *J Agric Food Chem.*, **53**: 4290-4302.
- [205]. Puangpronpitag D, Sittiwet C., 2009. Antimicrobial properties of *Cinnamomum verum* aqueous extract. *Asian J. Biol. Sci.***2**: 49-53.
- [206]. Rebaya, A., Belghith, S.I., Baghdikian, B., Leddet, V.M., Mabrouki, F., Olivier, E., et al., 2015. Total Phenolic, total Flavonoid, Tannin Content, and Antioxidant Capacity of *Halimium halimifolium* Cistaceae). *Journal of Applied Pharmaceutical Science*. **5** (01): 052-057.

## Références bibliographiques

---

- [207]. Reichling, J., Nolkemper, S., Stintzing, F. C. and Schnitzler, P., 2008. Impact of ethanolic *Lamiaceae* extracts on herpesvirus infectivity in cell culture. *Forsch. Komplementmed.*, 15(6): 313-320.
- [208]. Reitsema R. H., 1958. A biogenetic arrangement of mint species. Journal of the American Pharmaceutical Association.
- [209]. Riahi, L., Elferchichi, M., Ghazghazi, H., Jebali, J., Ziadi, S., Aouadhi, C., Chograni, H., Zaouali, Y., Zoghlami, N., Mliki, A., 2013. Phytochemistry: antioxidant and antimicrobial activities of the essential oils of *Mentha rotundifolia* L. in Tunisia. *Ind. Crop. Prod.* 49, 883–889.
- [210]. Rice-Evans CA, Miller NJ, Paganga G., 1996. Structure-antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. *Free Radical Bio Med.*, **20**: 933-956.
- [211]. Rimm EB, Ascherio A, Giovannucci E, Spiegelman D, Stampfer M, Willett W., 1996a. Vegetable, fruits, and cereal fiber intake and risk of coronary heart disease among men. *JAMAJ-Am Med Assoc.*, **275**: 447-451.
- [212]. Rimm EB, Katan MB, Ascherio A, Stampfer MJ, Willett W., 1996b. Relation between intake of flavonoids and risk for coronary heart disease in male health professionals. *Ann Intern Med.*, **125**: 384-389.
- [213]. Rodrigo, R., Bosco, C., 2006. Oxidative stress and protective effects of polyphenols: Comparative studies in human and rodent kidney. A review. *Comparative Biochem. Physiol. Part C*, 142:317–327.
- [214]. Roginsky, V., Lissi, E.A., 2005. Review of methods to determine chainbreaking antioxidant activity in food. *Food Chem.*, **92**: 235-254.
- [215]. Roldan, L. P., Diaz, G. J., Durringer, J. M., 2010. Composition and antibacterial activity of essential oils obtained from plants of the *Lamiaceae* family against pathogenic and beneficial bacteria. *Rev. Colomb. Cienc. Pecu*; 23:451-461
- [216]. Roux D., 2008. Conseil en Aromathérapie, 2ème édition. Editions Pro-Officina, Ruel Malmaison, France
- [217]. Ruberto, G., Baratta, M.T., 2000. Antioxidant activity of selected essential oil components in two lipid model systems. *Food Chem.* 69, 167– 174. [http://dx.doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00247-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00247-2)

## Références bibliographiques

---

- [218]. Ruttle M. L., 1931. Cytological and embryological studies of the genus *Mentha*. *Gartenbauwissenschaft* 44: 428-468.
- [219]. Sachetti, G., Maietti, S., Muzzoli, M., Scaglianti, M., Manfredini, S., Radice, M., et al., 2005. Comparative evaluation of 11 essential oils of different origin as functional antioxidants, antiradicals and antimicrobials in foods. *Food Chemistry*, 91, 621–632. DOI: [10.1016/j.foodchem.2004.06.031](https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.06.031)
- [220]. Salin, O., Tormakangas, L., Leinonen, M., Saario, E., Hagstrom, M., Ketola, R. A., Saikku, P., Vuorela, H. And Vuorela, P. M., 2011. Cornmint (*Mentha arvensis*) extract diminishes acute *Chlamydia pneumoniae* infection *in vitro* and *in vivo*. *J. Agr. Food Chem.*, 59(24):12836-12842.
- [221]. Salles, C., 2006. Odour-taste interactions in flavour perception. In P. Etievant, & A. Voileey (Eds.) *Flavour in Food* (pp. 345-363). United Kingdom, Cambridge: Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition.
- [222]. Samadi A, Soriano E, Revuelta J, Valderas C, Chioua M, Garrido I, Bartolome B, Tomassolli I, Ismaili L, Gonzalez-Lafuente L, Villarroya M, Garcia AG, Oset-Gasque MJ, Marco- Contelles J., 2011. Synthesis, structure, theoretical and experimental *in vitro* antioxidant/pharmacological properties of  $\alpha$ -aryl, N-alkyl nitrones, as potential agents for the treatment of cerebral ischemia. *Bioorg Med Chem.*, **19**: 951-960.
- [223]. Samarth, R. M. and Kumar, A., 2003. Radioprotection of Swiss albino mice by plant extract *Mentha piperita* (Linn.). *J. Radiat. Res.*, 44(2): 101-109.
- [224]. Šarić-Kundalić, B., Fialova, S., Dobeš, C., Olzant, S., Tekelova, D., Grančai, D., Reznicek, G. and Saukel, J., 2009. Multivariate numerical taxonomy of *Mentha* species, hybrids, varieties and cultivars. *Sci. Pharm.* 77(4), 851- 876. DOI: [10.3797/scipharm.0905-10](https://doi.org/10.3797/scipharm.0905-10)
- [225]. Savelev, S., Okello, E., Perry, N.S.L., Wilkins, R.M., Perry, E.K., 2003. Synergistic and antagonistic interactions of anticholinesterase terpenoids in *Salvia lavandulaefolia* essential oil. *Pharmacology Biochemistry and Behavior*. 75(3), 661-668. [http://dx.doi.org/10.1016/S0091-3057\(03\)00125-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0091-3057(03)00125-4).



## Références bibliographiques

---

- [226]. Scalbert, A., Manach, C., Morand, C., Remesy, C., 2005. Dietary of polyphenols and the prevention of diseases. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 45, 287–306. DOI: [10.1080/1040869059096](https://doi.org/10.1080/1040869059096)
- [227]. Schürhoff P. N., 1929. Zytologische und genetische Untersuchungen an *Mentha* und ihre Bedeutung für die Pharmakognosie. *Archiv der Pharmazie*. Berlin 267: 515-526.
- [228]. Shaikh, S., Yaacob, H. B. and Rahim, Z. H. A., 2014. Prospective role in treatment of major illnesses and potential benefits as a safe insecticide and natural food preservative of mint (*Mentha* spp.): a review. *Asian J. Biomed. Pharm. Sci.*, 4(35): 1-12.
- [229]. Sharma A. K. et N. K. Bhattacharyya., 1959. Cytological studies on different species of *Mentha* with special reference to the occurrence of chromosomal biotypes. *Cytologia* 24: 198- 212.
- [230]. Sharma, V., Shabir, H., Moni, G. and Kumar, S. A., 2014. *In vitro* cancer activity of extracts of *Mentha* spp. against human cancer cells. *Indian J. Biochem. Biophys.*, 51(5): 416-419.
- [231]. Sharma, V., Sharma, N., Singh, H., Srivastava, K. D., Pathania, V., Singh, B., Gupta, C. R., 2009. Comparative account on gc-ms analysis of *mentha arvensis* L. corn mint. from three different locations of North India. *INT.J.DRUG DEV & RES.*, 1(1):1-9.
- [232]. She, G. M., Xu, C., Liu, B. and Shi, R. B., 2010. Polyphenolic acids from mint (the aerial of *Menthaplocalyx* Briq.) with DPPH radical scavenging activity. *J.FoodSci.*, 75(4): C359-C362.
- [233]. Sheldon, R. M., 2006. North American mint oil industry: The production and quality control of mint and its commercially important isolates. In B. M. Lawrence (Ed.) *Mint. The genus Mentha. Medical and Aromatic Plants Industrial Profiles* (pp. 347-370). Boca Raton, London, New York: CRC Press, Taylor & Francis Group.
- [234]. Shen, D., Pan, M-H., Wu, Q-L., Park, C-H., Juliani, R., Ho, C-T. and Simon, J. E., 2011. A rapid LC/MS/MS method for the analysis of non volatile anti-inflammatory agents from *Mentha* spp. *J.FoodSci.*, 76(6): C900-C908.

## Références bibliographiques

---

- [235]. Siah CW, Trinder D, Olynyk JK., 2005. Iron overload. *Clin Chim Acta*, **358**: 24-36.
- [236]. Sies H., 1991. Oxidative stress: from basic research to clinical application. *Am J Med.*, **91**: 31-39.
- [237]. Sies H., 1993. Strategies of antioxidant defence. *Eur J Biochem.*, **215**: 213-219.
- [238]. Singh, A.K., Raina, V.K., Naqvi, A.A., Patra, N.K., Kumar, B., Ram, P., Khanuja, S.P.S., 2005. Essential oil composition and chemotaxonomy of menthol mint (*Mentha arvensis* L. f. *piperascens* Malinvaud ex. Holmes) cultivars. *Flavour Fragr J.* 20: 302-305. DOI: [10.1002/ffj.1417](https://doi.org/10.1002/ffj.1417)
- [239]. Singh, H.P., Kaur, S., Negi, K., Kumari, S., Saini, V., Batish, D.R., Kohli, R.K., 2012. Assessment of in vitro antioxidant activity of essential oil of *Eucalyptus citriodora* (lemon-scented Eucalypt; *Myrtaceae*) and its major constituents. *LWT Food Sci. Technol.* 48, 237–241. <http://dx.doi.org/10.1016/j.lwt.2012.03.019>
- [240]. Smolik, M., Rzepka-Plevneš, D., Jadczyk, D., Sękowska, A., 2007. Morphological and genetic variability of chosen *Mentha* species. *Herba Polonica*, 53(3): 90-97.
- [241]. Soares JR, Dins TCP, Cunha AP, Almeida LM., 1997. Antioxidant activity of some extracts of *Thymus zygis*. *Free Radical Res.*, **26**: 469-478.
- [242]. Sobti S. N., 1965. Interspecific hybrids in the genus *Mentha*. I. *Cytologia* 36: 121-125.
- [243]. Soković, M., Marin, P. D., Brkić, D. and Griensven van, L. J. L.D., 2008. Chemical composition and antibacterial activity of essential oils of ten aromatic plants against human pathogenic bacteria. *Food*, 1(1): 220-226.
- [244]. Sousa, P.J.C., Linard, C.F.B.M., Azevedo-Batista, D., Oliveira, A.C., Coelho-de-Souza, A.N., Leal-Cardoso, J.H., 2009. Antinociceptive effects of the essential oil of *Mentha x villosa* leaf and its major constituent piperitenone oxide in mice. *Braz. J. Med. Biol. Res.* 42, 655–659.
- [245]. Sroka Z, Cisowski W., 2003. Hydrogen peroxide scavenging, antioxidant and anti-radical activity of some phenolic acids. *Food Chem Toxicol.*, **41**: 753-758.
- [246]. Stanisavljević, D. M., Stojičević, S. S., Dordević, S. M., Zlatković, B. P., Veličković, D. T., Karabegović, I. T. and Lazić, M. L., 2012. Antioxidant activity, the content of total phenols and flavonoids in the ethanol extracts of

## Références bibliographiques

---

- Mentha longifolia* (L.) Hudson dried by the use of different techniques. *Chem. Ind. & Chem. Eng. Q.*, 18(3): 411-420.
- [247]. Suh SS, Hwang J, Park M, Park HS, Lee TK., 2014. Phenol content, antioxidant and tyrosinase inhibitory activity of mangrove plants in Micronesia. *Asian. Pac. J. Trop. Med.* 531-535.
- [248]. Sun, Z., Wang, H., Wang, J., Zhou, L. and Yang, P., 2014. Chemical composition and anti-inflammatory, cytotoxic and antioxidant activities of essential oil from leaves of *Mentha piperita* grown in China. *PLoS One*, 9(12).
- [249]. Sutour S, Tomi F, Bradesi P, Casanova J., 2011. Chemical composition of the essential oil from Corsican *Mentha aquatica* – combined analysis by GC(RI), GC-MS and <sup>13</sup>C NMR spectroscopy. *Nat. Prod. Commun.* 6:1479-1482.
- [250]. Taamalli, A., Arraez-Roman, D., Abaza, L., Iswaldi, I., Fernandez-Gutierrez, A., Zarrouk, M. and Segura-Carretero, A., 2015. LC-MS-based metabolite profiling of methanolic extracts from the medicinal and aromatic species *Mentha pulegium* and *Origanum majorana*. *Phytochem. Anal.*, 26(5): 320-330.
- [251]. Takeoka G.R., Buttery R.G., Ling L.C., Wong L.Y., Dao L.T., Edwards R.H., Berrios J.J., 1998. Odor thresholds of various unsaturated branched esters, *Lebensm.-Wiss. u-Technol.*, **31**, 443-448.
- [252]. Tang, K. S.C., Konczak, I. and Zhao, I., 2016. Identification and quantification of phenolics in Australian native mint (*Mentha australis* R. Br). *Food Chem.*, 192: 698-705.
- [253]. Tanizawa H, Ohkawa Y, Takino Y, Ueno A, Kageyama T, Hara S., 1992. Studies on natural antioxidants in citrus species. I. Determination of antioxidant activities of *Citrus* fruits. *Chem Pharm Bull.*, **40**: 1940-1942.
- [254]. Tayarani-Najaran, Z., Talasaz-Firoozi, E., Nasiri, R., Jalali, N. and Hassanzadeh, M. K., 2013. Antiemetic activity of volatile oil from *Mentha spicata* and *Mentha × piperita* in chemotherapy-induced nausea and vomiting. *Ecancer medical science*, 7: 290.
- [255]. Teixeira, B., Marques, A., Ramos, C., Batista, I. Serrano, C., Matos, O., Neng, N. R., Nogueira, J. M. F., Saraiva, J. A. and Nunes, M. L., 2012. European pennyroyal

## Références bibliographiques

---

- (*Menthapulegium*) from Portugal: chemical composition of essential oil and antioxidant and antimicrobial properties of extracts and essential oil. *Ind.Crops Prod.*, 36(1): 81-87.
- [256]. Telci I, Kacar O, Bayram E, Arabaci O, Demirtas I, Yilmaz G, Ozcan I, Sonmez C, Goksu E., 2011. The effect of ecological conditions on yield and quality traits of selected peppermint (*Mentha piperita* L.) clones. *Ind. Crop. Prod.* **34**:1193–1197.
- [257]. Teles, S., Pereira, J.A., Santos, C.H.B., Menezes, R.V., Malheiro, R., Lucchese, A.M., Silva, F., 2013. Effect of geographical origin on the essential oil of content and composition of fresh and dried *Mentha x villosa* Hudson leaves. *Ind.Crop. Prod.* 46, 1-7. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.12.009>
- [258]. Tepe, B., Daferera, D., Sokmen, A., Sokmen, M., & Polissiou, M., 2005. Antimicrobial and antioxidant activities of the essential oil and various extracts of *Salvia tomentosa* Miller (Lamiaceae). *Food Chemistry*, 90, 333–340. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.09.013>
- [259]. Tepe, B., Sokmen, M., Akpulat, H. A., Yumrutas, O., & Sokmen, A., 2006. Screening of antioxidative properties of the methanolic extracts of *Pelargonium endlicherianum* Fenzl., *Verbascum wiedemannianum* Fisch. & Mey., *Sideritis libanotica* Labill. subsp. *linearis* (Bentham) Borm., *Centaurea mucronifera* DC. and *Hieracium cappadocicum* Freyn from Turkish flora. *Food Chemistry*, 98, 9–13. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2005.05.046>
- [260]. Terry AV, Buccafusco JJ., 2003. The cholinergic hypothesis of age and Alzheimer's disease related cognitive deficits: Recent challenges and their implications for novel drug development. *J Pharmacol Exp Ther.*, **306**: 821-828.
- [261]. Tholl D., Boland W., Hansel A., Loreto F., Röse U.S.R., Schnitzler J-P., 2006. Practical approaches to plant volatile analysis, *Plant J.*, **45**, 540-560.
- [262]. Tranchant J., 1995. Manuel pratique de chromatographie en phase gazeuse, 4ième édition. Ed. Masson, Paris-Milan-Barcelone, p. 699.
- [263]. Trouilla, P., Calliste, C.-A., Allais, D.-P., Simon, A., Marfak, A., Delage, C., et al., 2003. Antioxidant, anti-inflammatory and antiproliferative properties of sixteen water plant extracts used in the limousine countryside as herbal teas. *Food Chemistry*, 80, 399–407. [http://dx.doi.org/10.1016/S0308-8146\(02\)00282-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0308-8146(02)00282-0)

## Références bibliographiques

---

- [264]. Tucker A. O., Harley R. M., et D. E. Fairbrothers., 1980. The Linnean types of *Mentha* (*Lamiaceae*). *Taxon*. 29: 233-255.
- [265]. Tucker O, RFC Naczi., 2007. *Mentha*: An overview of its classification and relationships. In: *Mint: Genus Mentha*. edit. B.M. Lawrence. Taylor & Francis, Boca Raton, FL.
- [266]. Tyagi B. R. et T. Ahmad., 1989. Chromosome number variation in an F1 interspecific hybrid progeny of *Mentha* (*Lamiaceae*). *Cytologia* 54: 355-358.
- [267]. Tyagi, A. K. and Malik, A., 2011. Antimicrobial potential and chemical composition of *Mentha Piperita* oil in liquid and vapour phase against food spoiling microorganisms. *Food Control*, 22(11): 1707-1714.
- [268]. Ul-Haq Z, Khan W, Kalsoom S, Ansari FL., 2010. In silico modeling of the specific inhibitory potential of thiophene-2,3-dihydro-1,5-benzothiazepine against BChE in the formation of  $\beta$ -amyloid plaques associated with Alzheimer's disease. *Theo Biol Med Model.*, 7-22.
- [269]. Ustun, O., Senol, F.S., Kurkcuoglu, M., Orhana, I.E., Kartal, M., Baser K. H. C., 2012. Investigation on chemical composition, anticholinesterase and antioxidant activities of extracts and essential oils of Turkish Pinus species and pycnogenol. *Industrial Crops and Products* 38, 115– 123.
- [270]. Valenzuela AB, Nieto SK., 1996. Synthetic and natural antioxidants: food quality protectors. *Grasas y Aceites*, **47**: 186-196.
- [271]. Valko M, Rhodes CJ, Moncola J, Izakovic M, Mazura M., 2006. Free radicals, metals and antioxidants in oxidative stress-induced cancer. *Chem Biol Int.*, **160**: 1-10.
- [272]. Verma, S. M., Arora, H. and Dubey, R., 2003. Anti-inflammatory and sedative-hypnotic activity of the methanolic extract of the leaves of *Mentha arvensis*. *Anc. Sci. Life*, 13(2): 95-99.
- [273]. Voirin, B., Bayet, C., Faure, O. and Jullien, F., 1999. Free flavonoid aglycones as markers of parentage in *Mentha aquatica*, *M. citrata*, *M. spicata* and *M.  $\times$  piperita*. *Phytochemistry*, 50(7): 1189-1193.

## Références bibliographiques

---

- [274]. Waheed I, Ahmed M, Syed NH, Ashraf R. Investigation of phytochemical and antioxidant properties of methanol extract and fractions of *Ballota limbata* (Lamiaceae). *Indian J Pharm Sci.* 2014; **76**(3): 251-256.
- [275]. Wang, H. T., Yu, X., Liu, Y., Liang, C.Y., Li, W.L., 2013a. Analysis of genetic variability and relationships among *Mentha* L. using the limonene synthase gene, LS. *Gene*, 524(2): 246---252. <http://dx.doi.org/10.1016/j.gene.2013.04.012>
- [276]. Wang, S.Y., Chen, C.T., Sciarappa, W., Wang, C.Y., Camp, M.J., 2008. Fruit quality, antioxidant capacity and flavonoid content of organically and conventionally grown blueberries. *J. Agric. Food Chem.* 56, 5788–5794. DOI: [10.1021/jf703775r](https://doi.org/10.1021/jf703775r)
- [277]. Weber P, Bendich A, Schalch W., 1996. Vitamin C and human health a review of recent data relevant to human requirements. *Int J Vit Nut Res.*, **66**: 19-30.
- [278]. White PJ, Xing Y., 1997. Antioxidants from cereals and legumes. In: Shahidi F (ed) *Natural antioxidants, chemistry, health effects, applications.* AOCS Press, Champaign, pp 25-63.
- [279]. Wichi H.P., 1988. Enhanced tumour development by butylated hydroxyanisole (BHA) from the perspective of effect on forestomach and oesophageal squamous epithelium. *FoodChem Toxicol.*, **26**: 717-723.
- [280]. Wright JS, Johnson ER, DiLabio GA. (2001). Predicting the activity of phenolic antioxidants: theoretical methods, analysis of substituent effects, and application to major families of antioxidants. *J Am Chem Soc.*, **123**: 1173-1183. Yadegarinia, D., Gachkar, L., Rezaei, M.B., Taghizadeh, M., Astaneh, S.A., Rasooli, I., 2006. Biochemical activities of Iranian *Mentha piperita* L. and *Myrtus communis* L. essential oils. *Phytochemistry* 67, 1249–1255.
- [281]. Younsi, F., Trimech, R., Boulila, A., Ezzine, O., Dhahri, S., Boussaid, M., Messaoud C., 2016. Essential oil and phenolic compounds of *Artemisia herba-alba* (Asso.): composition, antioxidant, antiacetylcholinesterase and antibacterial activities. *International Journal of Food Properties.* 19:1425–1438. <http://dx.doi.org/10.1080/10942912.2015.1079789>

## Références bibliographiques

---

- [282]. Yousuf, P. M. H., Noba, N. Y., Shohel, M., Bhattacharjee, R. and Das, B. K., 2013. Analgesic, anti-inflammatory and antipyretic effect of *Menthaspicata* (Spearmint). *Br.J.Pharm.Res.*, 3(4): 854-864.
- [283]. Zaidi, F., Voirin, B., Jay, M., Viricel, M.R., 1998. Free flavonoid aglycones from leaves of *Mentha pulegium* and *Mentha suaveolens* (Labiatae). *Phytochem.* 48 (6), 991.

## Annexes

### Annexe 1. Résultats bruts de l'Analyse en composante principale

#### PRINCIPAL COMPONENTS ANALYSIS

Imported data

Analysis begun: samedi 11 octobre 2014 12:34:03

Analysing 42 variables x 6 cases

Tolerance of eigenanalysis set at 1E-007

Data standardized

#### Eigenvalues

	Axis 1	Axis 2	Axis 3
Eigenvalues	15.516	12.061	6.458
Percentage	36.944	28.717	15.377
Cum. Percentage	36.944	65.661	81.038

#### PCA variable loadings

	Axis 1	Axis 2	Axis 3
Alpha-pinene	0.161	-0.047	-0.282
Camphene	-0.012	-0.262	0.019
Beta-pinene	0.139	-0.209	-0.103
Alpha-limonene	0.207	-0.081	-0.192
1.8-cineol	0.073	-0.260	-0.045
Isopulegol	0.199	0.131	-0.063
p-menthone	0.188	0.098	-0.197
Isomenthone	0.187	0.097	-0.204
Menthofurane	0.040	-0.143	0.079
Neomenthol	0.088	0.115	0.300
Borneol	-0.139	-0.166	-0.036
Cis-carane	0.181	0.056	-0.256
Alpha-terpineol	-0.147	0.068	0.054
Menthol	0.158	0.062	-0.289
p-menth-1-en-8-ol	-0.217	0.116	-0.086
Delta4(8)menthene	0.158	0.062	-0.289
pulegone	0.077	0.113	0.302
Beta-fenchol	-0.012	-0.262	0.019
Al canphor	0.088	0.115	0.300
Trans-isopulegone	0.088	0.115	0.300
piperitone	0.088	0.115	0.300

piperitenone	-0.227	0.109	-0.086
piperitone oxyde	-0.182	0.111	-0.078
Bornyl acetate	0.045	-0.037	0.071
Rotundifolone	-0.211	0.084	-0.073
Beta-bourbonene	-0.084	-0.203	-0.002
Alpha-copaene	-0.217	0.092	-0.078
Beta-elemene	-0.200	-0.137	-0.052
Cis-jasmone	-0.229	0.083	-0.087
Beta-caryophyllene	-0.097	-0.250	0.015
Alpha-gurjunene	-0.034	-0.275	0.046
Alpha-caryophyllene	0.018	-0.267	0.096
Beta-farnesene	-0.201	0.079	-0.069
Aromadendrene	-0.188	0.064	-0.075
?-Muurolene	-0.176	-0.168	-0.022
Germacrene D	-0.166	0.139	-0.010
Bicyclogermacrene	-0.089	-0.186	-0.005
Delta-cadinene	-0.242	0.036	-0.085
Spathulenol	-0.234	0.062	-0.082
Caryophyllene epoxide	-0.206	0.029	-0.048
1.6-Germacradien-5-ol	-0.012	-0.262	0.019
delta-cadinol	-0.013	-0.280	0.063

correlationFEVG

13:05 Monday, October 11, 2014 1

La procédure CORR

42 Variables :

Apinene	Camphene	Bepinene	limonene
cineol	Isopulegol	menthone	Isomenthone
Menthofurane	Neomenthol	Borneol	carane
terpineol	Menthol	pmenthen	Deltmenthene
pulegone	fenchol	canphor	isopulegone
piperitone	piperitenone	piperitoneoxyde	Bornylacetate
Rotundifolone	Betabourbonene	copaene	Beelemene
jasmone	Betacaryophyllene	Alphgurjunene	Alphcaryophyllene
Betafarnesene	Aromadendrene	gMuurolene	GermacreneD
Bicyclogermacrene	Deltacadinene	Spathulenol	
Caryophylleneepoxide	Germacradienol	deltacadinol	

correlationFEVG

13:05 Monday, October 11, 2014 2

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Apinene	Camphene	Bepinene	limonene	cineol	Isopulegol	menthone
Apinene	1.00000	0.18218	0.72046	0.90870	0.41519	0.62708	0.84052
		0.7298	0.1063	0.0121	0.4130	0.1827	0.0361
Camphene	0.18218	1.00000	0.73982	0.19075	0.81579	-0.31068	-0.25910



# Annexes

Bepinene	0.7298		0.0927	0.7173	0.0478	0.5490	0.6201
	0.72046	0.73982	1.00000	0.79591	0.89693	0.22023	0.35001
	0.1063	0.0927		0.0582	0.0154	0.6750	0.4964
limonene	0.90870	0.19075	0.79591	1.00000	0.58393	0.56537	0.73689
	0.0121	0.7173	0.0582		0.2237	0.2423	0.0947
cineol	0.41519	0.81579	0.89693	0.58393	1.00000	-0.20049	-0.06021
	0.4130	0.0478	0.0154	0.2237		0.7033	0.9098
Isopulegol	0.62708	-0.31068	0.22023	0.56537	-0.20049	1.00000	0.92843
	0.1827	0.5490	0.6750	0.2423	0.7033		0.0075
menthone	0.84052	-0.25910	0.35001	0.73689	-0.06021	0.92843	1.00000
	0.0361	0.6201	0.4964	0.0947	0.9098	0.0075	
Isomenthone	0.84618	-0.26289	0.34907	0.74063	-0.05835	0.92037	0.99974
	0.0337	0.6147	0.4977	0.0922	0.9126	0.0093	<.0001
Menthofurane	-0.11543	0.20391	0.30505	0.25169	0.61800	-0.43751	-0.37485
	0.8276	0.6984	0.5566	0.6304	0.1910	0.3856	0.4641
Neomenthol	-0.30559	-0.20000	-0.22397	-0.22543	-0.37923	0.47697	0.11639
	0.5559	0.7040	0.6697	0.6676	0.4584	0.3388	0.8262
Borneol	-0.05785	0.77141	0.33608	-0.21374	0.45943	-0.51447	-0.43637
	0.9133	0.0724	0.5149	0.6843	0.3593	0.2964	0.3870
carane	0.92851	-0.16895	0.46211	0.83401	0.09470	0.82157	0.97242
	0.0075	0.7490	0.3562	0.0390	0.8584	0.0449	0.0011
terpineol	-0.51901	-0.19918	-0.42121	-0.50312	-0.17499	-0.49426	-0.51003
	0.2914	0.7052	0.4056	0.3090	0.7402	0.3190	0.3013
Menthol	0.92265	-0.20000	0.40938	0.79521	0.05399	0.76577	0.94983
	0.0087	0.7040	0.4202	0.0586	0.9191	0.0759	0.0037
pmenthen	-0.41043	-0.26861	-0.62626	-0.67947	-0.52684	-0.41727	-0.36134
	0.4189	0.6068	0.1834	0.1376	0.2829	0.4104	0.4816
Deltmenthene	0.92265	-0.20000	0.40938	0.79521	0.05399	0.76577	0.94983
	0.0087	0.7040	0.4202	0.0586	0.9191	0.0759	0.0037
pulegone	-0.32770	-0.17926	-0.23388	-0.26056	-0.38380	0.45145	0.08834
	0.5260	0.7340	0.6556	0.6180	0.4526	0.3688	0.8678
fenchol	0.18218	1.00000	0.73982	0.19075	0.81579	-0.31068	-0.25910
	0.7298	<.0001	0.0927	0.7173	0.0478	0.5490	0.6201
canphor	-0.30559	-0.20000	-0.22397	-0.22543	-0.37923	0.47697	0.11639
	0.5559	0.7040	0.6697	0.6676	0.4584	0.3388	0.8262
isopulegone	-0.30559	-0.20000	-0.22397	-0.22543	-0.37923	0.47697	0.11639
	0.5559	0.7040	0.6697	0.6676	0.4584	0.3388	0.8262
piperitone	-0.30559	-0.20000	-0.22397	-0.22543	-0.37923	0.47697	0.11639
	0.5559	0.7040	0.6697	0.6676	0.4584	0.3388	0.8262
piperitenone	-0.46822	-0.30643	-0.71443	-0.74107	-0.59888	-0.47602	-0.41221
	0.3490	0.5547	0.1107	0.0919	0.2091	0.3399	0.4167
piperitoneoxyde	-0.30559	-0.20000	-0.46629	-0.54253	-0.39456	-0.31068	-0.26904
	0.5559	0.7040	0.3513	0.2660	0.4389	0.5490	0.6062

correlationFEVG

13:05 Monday, October 11, 2014 3

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Isomenthone	Menthofurane	Neomenthol	Borneol	carane	terpineol
Apinene	0.84618	-0.11543	-0.30559	-0.05785	0.92851	-0.51901
	0.0337	0.8276	0.5559	0.9133	0.0075	0.2914
Camphene	-0.26289	0.20391	-0.20000	0.77141	-0.16895	-0.19918
	0.6147	0.6984	0.7040	0.0724	0.7490	0.7052
Bepinene	0.34907	0.30505	-0.22397	0.33608	0.46211	-0.42121
	0.4977	0.5566	0.6697	0.5149	0.3562	0.4056
limonene	0.74063	0.25169	-0.22543	-0.21374	0.83401	-0.50312
	0.0922	0.6304	0.6676	0.6843	0.0390	0.3090
cineol	-0.05835	0.61800	-0.37923	0.45943	0.09470	-0.17499
	0.9126	0.1910	0.4584	0.3593	0.8584	0.7402
Isopulegol	0.92037	-0.43751	0.47697	-0.51447	0.82157	-0.49426
	0.0093	0.3856	0.3388	0.2964	0.0449	0.3190
menthone	0.99974	-0.37485	0.11639	-0.43637	0.97242	-0.51003
	<.0001	0.4641	0.8262	0.3870	0.0011	0.3013
Isomenthone	1.00000	-0.37021	0.09529	-0.43533	0.97642	-0.50574
		0.4701	0.8575	0.3883	0.0008	0.3061
Menthofurane	-0.37021	1.00000	-0.28165	-0.01993	-0.24840	0.27459
	0.4701		0.5887	0.9701	0.6351	0.5985
Neomenthol	0.09529	-0.28165	1.00000	-0.33118	-0.10323	-0.12150
	0.8575	0.5887		0.5214	0.8457	0.8186
Borneol	-0.43533	-0.01993	-0.33118	1.00000	-0.35431	0.32702
	0.3883	0.9701	0.5214		0.4908	0.5270
carane	0.97642	-0.24840	-0.10323	-0.35431	1.00000	-0.49240
	0.0008	0.6351	0.8457	0.4908		0.3211
terpineol	-0.50574	0.27459	-0.12150	0.32702	-0.49240	1.00000
	0.3061	0.5985	0.8186	0.5270	0.3211	
Menthol	0.95628	-0.28165	-0.20000	-0.33118	0.99139	-0.46209
	0.0028	0.5887	0.7040	0.5214	0.0001	0.3562
pmenthen	-0.35308	-0.37686	-0.26861	0.39061	-0.36273	0.69331
	0.4924	0.4615	0.6068	0.4439	0.4798	0.1267
Deltmenthene	0.95628	-0.28165	-0.20000	-0.33118	0.99139	-0.46209
	0.0028	0.5887	0.7040	0.5214	0.0001	0.3562
pulegone	0.06710	-0.29995	0.99842	-0.28426	-0.13241	-0.09064
	0.8995	0.5636	<.0001	0.5851	0.8026	0.8644
fenchol	-0.26289	0.20391	-0.20000	0.77141	-0.16895	-0.19918
	0.6147	0.6984	0.7040	0.0724	0.7490	0.7052
canphor	0.09529	-0.28165	1.00000	-0.33118	-0.10323	-0.12150
	0.8575	0.5887	<.0001	0.5214	0.8457	0.8186
isopulegone	0.09529	-0.28165	1.00000	-0.33118	-0.10323	-0.12150
	0.8575	0.5887	<.0001	0.5214	0.8457	0.8186
piperitone	0.09529	-0.28165	1.00000	-0.33118	-0.10323	-0.12150
	0.8575	0.5887	<.0001	0.5214	0.8457	0.8186
piperitenone	-0.40279	-0.42895	-0.30643	0.28317	-0.41380	0.51705
	0.4285	0.3960	0.5547	0.5866	0.4147	0.2935

# Annexes

piperitoneoxyde	-0.26289 0.6147	-0.28165 0.5887	-0.20000 0.7040	0.46547 0.3522	-0.27007 0.6047	0.81065 0.0504
-----------------	--------------------	--------------------	--------------------	-------------------	--------------------	-------------------

correlationFEVG 13:05 Monday, October 11, 2014 4

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6  
Prob > |r| under H0: Rho=0

	Menthol	pmenthen	Deltmenthene	pulegone	fenchol	canphor	isopulegone
Apinene	0.92265 0.0087	-0.41043 0.4189	0.92265 0.0087	-0.32770 0.5260	0.18218 0.7298	-0.30559 0.5559	-0.30559 0.5559
Camphene	-0.20000 0.7040	-0.26861 0.6068	-0.20000 0.7040	-0.17926 0.7340	1.00000 <.0001	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040
Bepinene	0.40938 0.4202	-0.62626 0.1834	0.40938 0.4202	-0.23388 0.6556	0.73982 0.0927	-0.22397 0.6697	-0.22397 0.6697
limonene	0.79521 0.0586	-0.67947 0.1376	0.79521 0.0586	-0.26056 0.6180	0.19075 0.7173	-0.22543 0.6676	-0.22543 0.6676
cineol	0.05399 0.9191	-0.52684 0.2829	0.05399 0.9191	-0.38380 0.4526	0.81579 0.0478	-0.37923 0.4584	-0.37923 0.4584
Isopulegol	0.76577 0.0759	-0.41727 0.4104	0.76577 0.0759	0.45145 0.3688	-0.31068 0.5490	0.47697 0.3388	0.47697 0.3388
menthone	0.94983 0.0037	-0.36134 0.4816	0.94983 0.0037	0.08834 0.8678	-0.25910 0.6201	0.11639 0.8262	0.11639 0.8262
Isomenthone	0.95628 0.0028	-0.35308 0.4924	0.95628 0.0028	0.06710 0.8995	-0.26289 0.6147	0.09529 0.8575	0.09529 0.8575
Menthofurane	-0.28165 0.5887	-0.37686 0.4615	-0.28165 0.5887	-0.29995 0.5636	0.20391 0.6984	-0.28165 0.5887	-0.28165 0.5887
Neomenthol	-0.20000 0.7040	-0.26861 0.6068	-0.20000 0.7040	0.99842 <.0001	-0.20000 0.7040	1.00000 <.0001	1.00000 <.0001
Borneol	-0.33118 0.5214	-0.39061 0.4439	-0.33118 0.5214	-0.28426 0.5851	0.77141 0.0724	-0.33118 0.5214	-0.33118 0.5214
carane	0.99139 0.0001	-0.36273 0.4798	0.99139 0.0001	-0.13241 0.8026	-0.16895 0.7490	-0.10323 0.8457	-0.10323 0.8457
terpineol	-0.46209 0.3562	0.69331 0.1267	-0.46209 0.3562	-0.09064 0.8644	-0.19918 0.7052	-0.12150 0.8186	-0.12150 0.8186
Menthol	1.00000 0.6068	-0.26861 0.6068	1.00000 0.6068	-0.22729 <.0001	-0.20000 0.6649	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040
pmenthen	-0.26861 0.6068	1.00000 0.6068	-0.26861 0.6068	-0.22789 0.6641	-0.26861 0.6068	-0.26861 0.6068	-0.26861 0.6068
Deltmenthene	1.00000 <.0001	-0.26861 0.6068	1.00000 0.6068	-0.22729 0.6649	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040
pulegone	-0.22729 0.6649	-0.22789 0.6641	-0.22729 0.6649	1.00000 0.7340	-0.17926 <.0001	0.99842 <.0001	0.99842 <.0001
fenchol	-0.20000 0.7040	-0.26861 0.6068	-0.20000 0.7040	-0.17926 0.7340	1.00000 0.7040	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040
canphor	-0.20000 0.7040	-0.26861 0.6068	-0.20000 0.7040	0.99842 <.0001	-0.20000 0.7040	1.00000 <.0001	1.00000 <.0001
isopulegone	-0.20000 0.7040	-0.26861 0.6068	-0.20000 0.7040	0.99842 <.0001	-0.20000 0.7040	1.00000 <.0001	1.00000 <.0001
piperitone	-0.20000 0.7040	-0.26861 0.6068	-0.20000 0.7040	0.99842 <.0001	-0.20000 0.7040	1.00000 <.0001	1.00000 <.0001
piperitenone	-0.30643 0.5547	0.95344 0.0032	-0.30643 0.5547	-0.27166 0.6025	-0.30643 0.5547	-0.30643 0.5547	-0.30643 0.5547
piperitoneoxyde	-0.20000 0.7040	0.94598 0.0043	-0.20000 0.7040	-0.15713 0.7662	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040

correlationFEVG 13:05 Monday, October 11, 2014 5

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6  
Prob > |r| under H0: Rho=0

	piperitone	piperitenone	piperitoneoxyde	Bornylacetate	Rotundifolone
Apinene	-0.30559 0.5559	-0.46822 0.3490	-0.30559 0.5559	-0.18806 0.7212	-0.47905 0.3364
Camphene	-0.20000 0.7040	-0.30643 0.5547	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040	-0.30345 0.5588
Bepinene	-0.22397 0.6697	-0.71443 0.1107	-0.46629 0.3513	0.00734 0.9890	-0.72507 0.1030
limonene	-0.22543 0.6676	-0.74107 0.0919	-0.54253 0.2660	0.17589 0.7389	-0.72071 0.1061
cineol	-0.37923 0.4584	-0.59888 0.2091	-0.39456 0.4389	0.28926 0.5782	-0.60366 0.2045
Isopulegol	0.47697 0.3388	-0.47602 0.3399	-0.31068 0.5490	-0.31068 0.5490	-0.49072 0.3230
menthone	0.11639 0.8262	-0.41221 0.4167	-0.26904 0.6062	-0.26904 0.6062	-0.42558 0.4002
Isomenthone	0.09529 0.8575	-0.40279 0.4285	-0.26289 0.6147	-0.26289 0.6147	-0.41601 0.4120
Menthofurane	-0.28165 0.5887	-0.42895 0.3960	-0.28165 0.5887	0.91842 0.0097	-0.43737 0.3858
Neomenthol	1.00000 <.0001	-0.30643 0.5547	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040	-0.31415 0.5443
Borneol	-0.33118 0.5214	0.28317 0.5866	0.46547 0.3522	-0.33118 0.5214	0.11742 0.8247
carane	-0.10323 0.8457	-0.41380 0.4147	-0.27007 0.6047	-0.17907 0.7343	-0.42673 0.3988
terpineol	-0.12150 0.8186	0.51705 0.2935	0.81065 0.0504	0.35653 0.4879	0.22256 0.6717
Menthol	-0.20000 0.7040	-0.30643 0.5547	-0.20000 0.7040	-0.20000 0.7040	-0.31718 0.5402

# Annexes

pmenthen	-0.26861	0.95344	0.94598	-0.26861	0.76557
	0.6068	0.0032	0.0043	0.6068	0.0760
Deltmenthene	-0.20000	-0.30643	-0.20000	-0.20000	-0.31718
	0.7040	0.5547	0.7040	0.7040	0.5402
pulegone	0.99842	-0.27166	-0.15713	-0.22666	-0.29125
	<.0001	0.6025	0.7662	0.6658	0.5755
fenchol	-0.20000	-0.30643	-0.20000	-0.20000	-0.30345
	0.7040	0.5547	0.7040	0.7040	0.5588
canphor	1.00000	-0.30643	-0.20000	-0.20000	-0.31415
	<.0001	0.5547	0.7040	0.7040	0.5443
isopulegone	1.00000	-0.30643	-0.20000	-0.20000	-0.31415
	<.0001	0.5547	0.7040	0.7040	0.5443
piperitone	1.00000	-0.30643	-0.20000	-0.20000	-0.31415
		0.5547	0.7040	0.7040	0.5443
piperitenone	-0.30643	1.00000	0.80416	-0.30643	0.92392
	0.5547		0.0538	0.5547	0.0085
piperitoneoxyde	-0.20000	0.80416	1.00000	-0.20000	0.51566
	0.7040	0.0538		0.7040	0.2951

correlationFEVG 13:05 Monday, October 11, 2014 6

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Betabourbonene	copaene	Beelemene	jasmane	Betacaryophyllene	Alphgurunene
Apinene	-0.08856	-0.48240	-0.26971	-0.41670	-0.08598	-0.06564
	0.8675	0.3325	0.6052	0.4111	0.8713	0.9017
Camphene	0.65425	-0.31572	0.55898	-0.15279	0.88753	0.79258
	0.1586	0.5422	0.2489	0.7726	0.0183	0.0601
Bepinene	0.23832	-0.73608	-0.02587	-0.57294	0.50304	0.51683
	0.6493	0.0953	0.9612	0.2346	0.3091	0.2938
limonene	-0.14979	-0.73365	-0.48323	-0.69601	-0.05528	0.09511
	0.7770	0.0970	0.3316	0.1246	0.9172	0.8578
cinéol	0.36232	-0.61514	0.14325	-0.45509	0.74831	0.78198
	0.4803	0.1937	0.7866	0.3645	0.0870	0.0661
Isopulegol	-0.49104	-0.49044	-0.68831	-0.49116	-0.66983	-0.62420
	0.3226	0.3233	0.1306	0.3225	0.1455	0.1853
menthone	-0.41718	-0.42470	-0.58774	-0.42397	-0.57454	-0.53063
	0.4105	0.4013	0.2199	0.4021	0.2330	0.2788
Isomenthone	-0.41550	-0.41500	-0.58243	-0.41561	-0.57250	-0.52818
	0.4126	0.4132	0.2251	0.4125	0.2351	0.2814
Menthofurane	-0.04923	-0.44109	-0.21546	-0.37737	0.40154	0.56095
	0.9262	0.3813	0.6818	0.4608	0.4301	0.2468
Neomenthol	-0.31610	-0.31572	-0.44309	-0.31618	-0.41837	-0.40182
	0.5416	0.5422	0.3789	0.5415	0.4091	0.4297
Borneol	0.43596	0.14931	0.77937	0.48263	0.87129	0.47417
	0.3875	0.7777	0.0676	0.3323	0.0238	0.3421
carane	-0.34508	-0.42633	-0.51389	-0.41319	-0.44327	-0.39331
	0.5029	0.3992	0.2970	0.4155	0.3786	0.4405
terpéneol	-0.45778	0.29255	0.09732	0.64689	0.20336	-0.19190
	0.3613	0.5737	0.8545	0.1650	0.6992	0.7157
Menthol	-0.31610	-0.31572	-0.44309	-0.31618	-0.44059	-0.40182
	0.5416	0.5422	0.3789	0.5415	0.3819	0.4297
pmenthen	-0.11805	0.81804	0.49638	0.99002	0.04672	-0.34938
	0.8238	0.0467	0.3166	0.0001	0.9300	0.4973
Deltmenthene	-0.31610	-0.31572	-0.44309	-0.31618	-0.44059	-0.40182
	0.5416	0.5422	0.3789	0.5415	0.3819	0.4297
pulegone	-0.30557	-0.29012	-0.40306	-0.27261	-0.38854	-0.39930
	0.5559	0.5770	0.4281	0.6012	0.4465	0.4329
fenchol	0.65425	-0.31572	0.55898	-0.15279	0.88753	0.79258
	0.1586	0.5422	0.2489	0.7726	0.0183	0.0601
canphor	-0.31610	-0.31572	-0.44309	-0.31618	-0.41837	-0.40182
	0.5416	0.5422	0.3789	0.5415	0.4091	0.4297
isopulegone	-0.31610	-0.31572	-0.44309	-0.31618	-0.41837	-0.40182
	0.5416	0.5422	0.3789	0.5415	0.4091	0.4297
piperitone	-0.31610	-0.31572	-0.44309	-0.31618	-0.41837	-0.40182
	0.5416	0.5422	0.3789	0.5415	0.4091	0.4297
piperitenone	0.07761	0.95341	0.58033	0.96092	-0.01049	-0.26677
	0.8838	0.0032	0.2272	0.0023	0.9843	0.6093
piperitoneoxyde	-0.31610	0.58738	0.35447	0.91828	0.10336	-0.40182
	0.5416	0.2203	0.4906	0.0097	0.8455	0.4297

correlationFEVG 13:05 Monday, October 11, 2014 7

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Alphcaryophyllene	Betafarnesene	Aromadendrene	Muurolene	Germacrene D
Apinene	0.07377	-0.46998	-0.27756	-0.34154	-0.38186
	0.8896	0.3469	0.5944	0.5076	0.4551
Camphene	0.94268	-0.30759	-0.01585	0.49611	-0.24992
	0.0048	0.5532	0.9762	0.3169	0.6329
Bepinene	0.73710	-0.71713	-0.33658	-0.04339	-0.52711
	0.0946	0.1087	0.5142	0.9350	0.2826
limonene	0.22027	-0.69781	-0.51774	-0.42370	-0.60523
	0.6749	0.1232	0.2928	0.4025	0.2030
cinéol	0.88555	-0.59824	-0.24908	0.21713	-0.48952
	0.0189	0.2097	0.6341	0.6794	0.3244
Isopulegol	-0.34805	-0.47782	-0.37554	-0.80127	-0.20763
	0.4990	0.3378	0.4632	0.0553	0.6930

# Annexes

menthone	-0.34218	-0.41377	-0.32333	-0.68548	-0.24781
	0.5068	0.4148	0.5319	0.1328	0.6359
Isomenthone	-0.34769	-0.40431	-0.31777	-0.67801	-0.24638
	0.4995	0.4266	0.5394	0.1388	0.6379
Menthofurane	0.47674	-0.42925	-0.24903	0.04723	-0.35194
	0.3391	0.3957	0.6342	0.9292	0.4939
Neomenthol	-0.10452	-0.30759	-0.24175	-0.51581	0.02522
	0.8438	0.5532	0.6444	0.2949	0.9622
Borneol	0.63655	0.06460	0.62023	0.54426	0.39899
	0.1741	0.9032	0.1890	0.2642	0.4333
carane	-0.25526	-0.41536	-0.30741	-0.58395	-0.29922
	0.6254	0.4128	0.5534	0.2236	0.5646
terpineol	-0.10794	0.14869	0.78977	-0.03544	0.79925
	0.8387	0.7786	0.0616	0.9469	0.0564
Menthol	-0.31152	-0.30759	-0.24175	-0.51581	-0.24992
	0.5478	0.5532	0.6444	0.2949	0.6329
pmenthen	-0.41839	0.70372	0.91480	0.27234	0.90360
	0.4090	0.1187	0.0106	0.6016	0.0135
Deltmenthene	-0.31152	-0.30759	-0.24175	-0.51581	-0.24992
	0.5478	0.5532	0.6444	0.2949	0.6329
pulegone	-0.09218	-0.28847	-0.19409	-0.49330	0.06860
	0.8621	0.5793	0.7125	0.3201	0.8973
fenchol	0.94268	-0.30759	-0.01585	0.49611	-0.24992
	0.0048	0.5532	0.9762	0.3169	0.6329
canphor	-0.10452	-0.30759	-0.24175	-0.51581	0.02522
	0.8438	0.5532	0.6444	0.2949	0.9622
isopulegone	-0.10452	-0.30759	-0.24175	-0.51581	0.02522
	0.8438	0.5532	0.6444	0.2949	0.9622
piperitone	-0.10452	-0.30759	-0.24175	-0.51581	0.02522
	0.8438	0.5532	0.6444	0.2949	0.9622
piperitenone	-0.47730	0.88522	0.76296	0.43976	0.75023
	0.3384	0.0190	0.0776	0.3829	0.0858
piperitoneoxyde	-0.31152	0.43536	0.98284	0.06401	0.97444
	0.5478	0.3882	0.0004	0.9041	0.0010

correlationFEVG 13:05 Monday, October 11, 2014 8

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Bicyclogermacrene	Deltacadinene	Spathulenol	Caryophylleneepoxide
Apinene	-0.11895	-0.42870	-0.47158	-0.33621
	0.8224	0.3963	0.3451	0.5147
Camphene	0.57779	-0.00924	-0.16570	0.12522
	0.2298	0.9861	0.7537	0.8131
Bepinene	0.16229	-0.51187	-0.64462	-0.30690
	0.7587	0.2993	0.1670	0.5541
limonene	-0.18612	-0.71344	-0.74322	-0.59182
	0.7240	0.1114	0.0904	0.2159
cineol	0.28636	-0.36911	-0.50741	-0.20341
	0.5822	0.4715	0.3042	0.6991
Isopulegol	-0.49008	-0.58862	-0.55992	-0.45473
	0.3237	0.2190	0.2479	0.3649
menthone	-0.41699	-0.50666	-0.48325	-0.42057
	0.4108	0.3050	0.3315	0.4063
Isomenthone	-0.41469	-0.49807	-0.47379	-0.41667
	0.4136	0.3147	0.3425	0.4112
Menthofurane	-0.07928	-0.38149	-0.42548	-0.29506
	0.8813	0.4555	0.4003	0.5703
Neomenthol	-0.31548	-0.37892	-0.36044	-0.22105
	0.5425	0.4588	0.4828	0.6738
Borneol	0.37153	0.55397	0.33760	0.72511
	0.4683	0.2541	0.5128	0.1030
carane	-0.35074	-0.48052	-0.47032	-0.40922
	0.4955	0.3347	0.3465	0.4204
terpineol	-0.46849	0.51299	0.36821	0.71163
	0.3487	0.2980	0.4726	0.1127
Menthol	-0.31548	-0.37892	-0.36044	-0.34518
	0.5425	0.4588	0.4828	0.5028
pmenthen	-0.09294	0.93117	0.87233	0.89738
	0.8610	0.0069	0.0234	0.0153
Deltmenthene	-0.31548	-0.37892	-0.36044	-0.34518
	0.5425	0.4588	0.4828	0.5028
pulegone	-0.30677	-0.33486	-0.32637	-0.16865
	0.5543	0.5165	0.5278	0.7494
fenchol	0.57779	-0.00924	-0.16570	0.12522
	0.2298	0.9861	0.7537	0.8131
canphor	-0.31548	-0.37892	-0.36044	-0.22105
	0.5425	0.4588	0.4828	0.6738
isopulegone	-0.31548	-0.37892	-0.36044	-0.22105
	0.5425	0.4588	0.4828	0.6738
piperitone	-0.31548	-0.37892	-0.36044	-0.22105
	0.5425	0.4588	0.4828	0.6738
piperitenone	0.12306	0.95355	0.97166	0.77517
	0.8163	0.0032	0.0012	0.0701
piperitoneoxyde	-0.31548	0.81020	0.67476	0.93536
	0.5425	0.0506	0.1415	0.0061

correlationFEVG 13:05 Monday, October 11, 2014 9

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

# Annexes

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Germacradienol	deltacadinol
Apinene	0.18218	0.04671
	0.7298	0.9300
Camphene	1.00000	0.95875
	<.0001	0.0025
Bepinene	0.73982	0.67557
	0.0927	0.1408
limonene	0.19075	0.14729
	0.7173	0.7807
cineol	0.81579	0.84158
	0.0478	0.0357
Isopulegol	-0.31068	-0.44897
	0.5490	0.3718
menthone	-0.25910	-0.40537
	0.6201	0.4253
Isomenthone	-0.26289	-0.40829
	0.6147	0.4216
Menthofurane	0.20391	0.39374
	0.6984	0.4399
Neomenthol	-0.20000	-0.22523
	0.7040	0.6679
Borneol	0.77141	0.65308
	0.0724	0.1597
carane	-0.16895	-0.30295
	0.7490	0.5595
terpineol	-0.19918	-0.21020
	0.7052	0.6893
Menthol	-0.20000	-0.33569
	0.7040	0.5154
pmenthen	-0.26861	-0.36233
	0.6068	0.4803
Deltmenthene	-0.20000	-0.33569
	0.7040	0.5154
pulegone	-0.17926	-0.21240
	0.7340	0.6862
fenchol	1.00000	0.95875
	<.0001	0.0025
canphor	-0.20000	-0.22523
	0.7040	0.6679
isopulegone	-0.20000	-0.22523
	0.7040	0.6679
piperitone	-0.20000	-0.22523
	0.7040	0.6679
piperitenone	-0.30643	-0.35204
	0.5547	0.4938
piperitoneoxyde	-0.20000	-0.33569
	0.7040	0.5154

correlationFEVG

13:05 Monday, October 11, 2014 10

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Apinene	Camphene	Bepinene	limonene	cineol	Isopulegol	menthone
Bornylacetate	-0.18806	-0.20000	0.00734	0.17589	0.28926	-0.31068	-0.26904
	0.7212	0.7040	0.9890	0.7389	0.5782	0.5490	0.6062
Rotundifolone	-0.47905	-0.30345	-0.72507	-0.72071	-0.60366	-0.49072	-0.42558
	0.3364	0.5588	0.1030	0.1061	0.2045	0.3230	0.4002
Betabourbonene	-0.08856	0.65425	0.23832	-0.14979	0.36232	-0.49104	-0.41718
	0.8675	0.1586	0.6493	0.7770	0.4803	0.3226	0.4105
copaene	-0.48240	-0.31572	-0.73608	-0.73365	-0.61514	-0.49044	-0.42470
	0.3325	0.5422	0.0953	0.0970	0.1937	0.3233	0.4013
Beelemene	-0.26971	0.55898	-0.02587	-0.48323	0.14325	-0.68831	-0.58774
	0.6052	0.2489	0.9612	0.3316	0.7866	0.1306	0.2199
jasmone	-0.41670	-0.15279	-0.57294	-0.69601	-0.45509	-0.49116	-0.42397
	0.4111	0.7726	0.2346	0.1246	0.3645	0.3225	0.4021
Betacaryophyllene	-0.08598	0.88753	0.50304	-0.05528	0.74831	-0.66983	-0.57454
	0.8713	0.0183	0.3091	0.9172	0.0870	0.1455	0.2330
Alphgurjunene	-0.06564	0.79258	0.51683	0.09511	0.78198	-0.62420	-0.53063
	0.9017	0.0601	0.2938	0.8578	0.0661	0.1853	0.2788
Alphcaryophyllene	0.07377	0.94268	0.73710	0.22027	0.88555	-0.34805	-0.34218
	0.8896	0.0048	0.0946	0.6749	0.0189	0.4990	0.5068
Betafarnesene	-0.46998	-0.30759	-0.71713	-0.69781	-0.59824	-0.47782	-0.41377
	0.3469	0.5532	0.1087	0.1232	0.2097	0.3378	0.4148
Aromadendrene	-0.27756	-0.01585	-0.33658	-0.51774	-0.24908	-0.37554	-0.32333
	0.5944	0.9762	0.5142	0.2928	0.6341	0.4632	0.5319
gMuurolene	-0.34154	0.49611	-0.04339	-0.42370	0.21713	-0.80127	-0.68548
	0.5076	0.3169	0.9350	0.4025	0.6794	0.0553	0.1328
GermacreneD	-0.38186	-0.24992	-0.52711	-0.60523	-0.48952	-0.20763	-0.24781
	0.4551	0.6329	0.2826	0.2030	0.3244	0.6930	0.6359
Bicyclgermacrene	-0.11895	0.57779	0.16229	-0.18612	0.28636	-0.49008	-0.41699
	0.8224	0.2298	0.7587	0.7240	0.5822	0.3237	0.4108
Deltacadinene	-0.42870	-0.00924	-0.51187	-0.71344	-0.36911	-0.58862	-0.50666
	0.3963	0.9861	0.2993	0.1114	0.4715	0.2190	0.3050
Spathulenol	-0.47158	-0.16570	-0.64462	-0.74322	-0.50741	-0.55992	-0.48325
	0.3451	0.7537	0.1670	0.0904	0.3042	0.2479	0.3315
Caryophylleneepoxide	-0.33621	0.12522	-0.30690	-0.59182	-0.20341	-0.45473	-0.42057
	0.5147	0.8131	0.5541	0.2159	0.6991	0.3649	0.4063
Germacradienol	0.18218	1.00000	0.73982	0.19075	0.81579	-0.31068	-0.25910
	0.7298	<.0001	0.0927	0.7173	0.0478	0.5490	0.6201
deltacadinol	0.04671	0.95875	0.67557	0.14729	0.84158	-0.44897	-0.40537

# Annexes

0.9300 0.0025 0.1408 0.7807 0.0357 0.3718 0.4253

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6  
 Prob > |r| under H0: Rho=0

	Isomenthone	Menthofurane	Neomenthol	Borneol	carane	terpineol
Bornylacetate	-0.26289	0.91842	-0.20000	-0.33118	-0.17907	0.35653
	0.6147	0.0097	0.7040	0.5214	0.7343	0.4879
Rotundifolone	-0.41601	-0.43737	-0.31415	0.11742	-0.42673	0.22256
	0.4120	0.3858	0.5443	0.8247	0.3988	0.6717

correlationFEVG 13:05 Monday, October 11, 2014 11

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6  
 Prob > |r| under H0: Rho=0

	Isomenthone	Menthofurane	Neomenthol	Borneol	carane	terpineol
Betabourbonene	-0.41550	-0.04923	-0.31610	0.43596	-0.34508	-0.45778
	0.4126	0.9262	0.5416	0.3875	0.5029	0.3613
copaene	-0.41500	-0.44109	-0.31572	0.14931	-0.42633	0.29255
	0.4132	0.3813	0.5422	0.7777	0.3992	0.5737
Beelemene	-0.58243	-0.21546	-0.44309	0.77937	-0.51389	0.09732
	0.2251	0.6818	0.3789	0.0676	0.2970	0.8545
jasmone	-0.41561	-0.37737	-0.31618	0.48263	-0.41319	0.64689
	0.4125	0.4608	0.5415	0.3323	0.4155	0.1650
Betacaryophyllene	-0.57250	0.40154	-0.41837	0.87129	-0.44327	0.20336
	0.2351	0.4301	0.4091	0.0238	0.3786	0.6992
Alphgurjunene	-0.52818	0.56095	-0.40182	0.47417	-0.39331	-0.19190
	0.2814	0.2468	0.4297	0.3421	0.4405	0.7157
Alphcaryophyllene	-0.34769	0.47674	-0.10452	0.63655	-0.25526	-0.10794
	0.4995	0.3391	0.8438	0.1741	0.6254	0.8387
Betafarnesene	-0.40431	-0.42925	-0.30759	0.06460	-0.41536	0.14869
	0.4266	0.3957	0.5532	0.9032	0.4128	0.7786
Aromadendrene	-0.31777	-0.24903	-0.24175	0.62023	-0.30741	0.78977
	0.5394	0.6342	0.6444	0.1890	0.5534	0.0616
gMuurolene	-0.67801	0.04723	-0.51581	0.54426	-0.58395	-0.03544
	0.1388	0.9292	0.2949	0.2642	0.2236	0.9469
GermacreneD	-0.24638	-0.35194	0.02522	0.39899	-0.29922	0.79925
	0.6379	0.4939	0.9622	0.4333	0.5646	0.0564
Bicyclogermacrene	-0.41469	-0.07928	-0.31548	0.37153	-0.35074	-0.46849
	0.4136	0.8813	0.5425	0.4683	0.4955	0.3487
Deltacadinene	-0.49807	-0.38149	-0.37892	0.55397	-0.48052	0.51299
	0.3147	0.4555	0.4588	0.2541	0.3347	0.2980
Spathulenol	-0.47379	-0.42548	-0.36044	0.33760	-0.47032	0.36821
	0.3425	0.4003	0.4828	0.5128	0.3465	0.4726
Caryophylleneepoxide	-0.41667	-0.29506	-0.22105	0.72511	-0.40922	0.71163
	0.4112	0.5703	0.6738	0.1030	0.4204	0.1127
Germacradienol	-0.26289	0.20391	-0.20000	0.77141	-0.16895	-0.19918
	0.6147	0.6984	0.7040	0.0724	0.7490	0.7052
deltacadinol	-0.40829	0.39374	-0.22523	0.65308	-0.30295	-0.21020
	0.4216	0.4399	0.6679	0.1597	0.5595	0.6893

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6  
 Prob > |r| under H0: Rho=0

	Menthol	pmenthen	Deltmenthene	pulegone	fenchol	canphor	isopulegone
Bornylacetate	-0.20000	-0.26861	-0.20000	-0.22666	-0.20000	-0.20000	-0.20000
	0.7040	0.6068	0.7040	0.6658	0.7040	0.7040	0.7040
Rotundifolone	-0.31718	0.76557	-0.31718	-0.29125	-0.30345	-0.31415	-0.31415
	0.5402	0.0760	0.5402	0.5755	0.5588	0.5443	0.5443
Betabourbonene	-0.31610	-0.11805	-0.31610	-0.30557	0.65425	-0.31610	-0.31610
	0.5416	0.8238	0.5416	0.5559	0.1586	0.5416	0.5416
copaene	-0.31572	0.81804	-0.31572	-0.29012	-0.31572	-0.31572	-0.31572
	0.5422	0.0467	0.5422	0.5770	0.5422	0.5422	0.5422

correlationFEVG 13:05 Monday, October 11, 2014 12

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6  
 Prob > |r| under H0: Rho=0

	Menthol	pmenthen	Deltmenthene	pulegone	fenchol	canphor	isopulegone
Beelemene	-0.44309	0.49638	-0.44309	-0.40306	0.55898	-0.44309	-0.44309
	0.3789	0.3166	0.3789	0.4281	0.2489	0.3789	0.3789
jasmone	-0.31618	0.99002	-0.31618	-0.27261	-0.15279	-0.31618	-0.31618
	0.5415	0.0001	0.5415	0.6012	0.7726	0.5415	0.5415
Betacaryophyllene	-0.44059	0.04672	-0.44059	-0.38854	0.88753	-0.41837	-0.41837
	0.3819	0.9300	0.3819	0.4465	0.0183	0.4091	0.4091
Alphgurjunene	-0.40182	-0.34938	-0.40182	-0.39930	0.79258	-0.40182	-0.40182
	0.4297	0.4973	0.4297	0.4329	0.0601	0.4297	0.4297
Alphcaryophyllene	-0.31152	-0.41839	-0.31152	-0.09218	0.94268	-0.10452	-0.10452
	0.5478	0.4090	0.5478	0.8621	0.0048	0.8438	0.8438
Betafarnesene	-0.30759	0.70372	-0.30759	-0.28847	-0.30759	-0.30759	-0.30759
	0.5532	0.1187	0.5532	0.5793	0.5532	0.5532	0.5532
Aromadendrene	-0.24175	0.91480	-0.24175	-0.19409	-0.01585	-0.24175	-0.24175
	0.6444	0.0106	0.6444	0.7125	0.9762	0.6444	0.6444
gMuurolene	-0.51581	0.27234	-0.51581	-0.49330	0.49611	-0.51581	-0.51581
	0.2949	0.6016	0.2949	0.3201	0.3169	0.2949	0.2949
GermacreneD	-0.24992	0.90360	-0.24992	0.06860	-0.24992	0.02522	0.02522

# Annexes

	0.6329	0.0135	0.6329	0.8973	0.6329	0.9622	0.9622
Bicyclogermacrene	-0.31548	-0.09294	-0.31548	-0.30677	0.57779	-0.31548	-0.31548
	0.5425	0.8610	0.5425	0.5543	0.2298	0.5425	0.5425
Deltacadinene	-0.37892	0.93117	-0.37892	-0.33486	-0.00924	-0.37892	-0.37892
	0.4588	0.0069	0.4588	0.5165	0.9861	0.4588	0.4588
Spathulenol	-0.36044	0.87233	-0.36044	-0.32637	-0.16570	-0.36044	-0.36044
	0.4828	0.0234	0.4828	0.5278	0.7537	0.4828	0.4828
Caryophylleneepoxide	-0.34518	0.89738	-0.34518	-0.16865	0.12522	-0.22105	-0.22105
	0.5028	0.0153	0.5028	0.7494	0.8131	0.6738	0.6738
Germacradienol	-0.20000	-0.26861	-0.20000	-0.17926	1.00000	-0.20000	-0.20000
	0.7040	0.6068	0.7040	0.7340	<.0001	0.7040	0.7040
deltacadinol	-0.33569	-0.36233	-0.33569	-0.21240	0.95875	-0.22523	-0.22523
	0.5154	0.4803	0.5154	0.6862	0.0025	0.6679	0.6679

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	piperitone	piperitenone	piperitoneoxyde	Bornylacetate	Rotundifolone
Bornylacetate	-0.20000	-0.30643	-0.20000	1.00000	-0.31718
	0.7040	0.5547	0.7040		0.5402
Rotundifolone	-0.31415	0.92392	0.51566	-0.31718	1.00000
	0.5443	0.0085	0.2951	0.5402	
Betabourbonene	-0.31610	0.07761	-0.31610	-0.31610	0.32294
	0.5416	0.8838	0.5416	0.5416	0.5324
copaene	-0.31572	0.95341	0.58738	-0.31572	0.99625
	0.5422	0.0032	0.2203	0.5422	<.0001
Beelemene	-0.44309	0.58033	0.35447	-0.44309	0.61634
	0.3789	0.2272	0.4906	0.3789	0.1926
jasmone	-0.31618	0.96092	0.91828	-0.31618	0.79547
	0.5415	0.0023	0.0097	0.5415	0.0585

correlationFEVG

13:05 Monday, October 11, 2014 13

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	piperitone	piperitenone	piperitoneoxyde	Bornylacetate	Rotundifolone
Betacaryophyllene	-0.41837	-0.01049	0.10336	0.04304	-0.07277
0.4091	0.9843	0.8455	0.9355	0.8910	
Alphgurjunene	-0.40182	-0.26677	-0.40182	0.23962	-0.11872
	0.4297	0.6093	0.4297	0.6475	0.8228
Alphcaryophyllene	-0.10452	-0.47730	-0.31152	0.09640	-0.47917
	0.8438	0.3384	0.5478	0.8558	0.3363
Betafarnesene	-0.30759	0.88522	0.43536	-0.30759	0.99578
	0.5532	0.0190	0.3882	0.5532	<.0001
Aromadendrene	-0.24175	0.76296	0.98284	-0.24175	0.46911
	0.6444	0.0776	0.0004	0.6444	0.3480
gMuurolene	-0.51581	0.43976	0.06401	-0.15573	0.59943
	0.2949	0.3829	0.9041	0.7683	0.2085
GermacreneD	0.02522	0.75023	0.97444	-0.24992	0.45410
	0.9622	0.0858	0.0010	0.6329	0.3657
Bicyclogermacrene	-0.31548	0.12306	-0.31548	-0.31548	0.38745
	0.5425	0.8163	0.5425	0.5425	0.4479
Deltacadinene	-0.37892	0.95355	0.81020	-0.37892	0.85603
	0.4588	0.0032	0.0506	0.4588	0.0296
Spathulenol	-0.36044	0.97166	0.67476	-0.36044	0.96788
	0.4828	0.0012	0.1415	0.4828	0.0015
Caryophylleneepoxide	-0.22105	0.77517	0.93536	-0.34518	0.51909
	0.6738	0.0701	0.0061	0.5028	0.2913
Germacradienol	-0.20000	-0.30643	-0.20000	-0.20000	-0.30345
	0.7040	0.5547	0.7040	0.7040	0.5588
deltacadinol	-0.22523	-0.35204	-0.33569	0.00604	-0.28243
0.6679	0.4938	0.5154	0.9909	0.5876	

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Betabourbonene	copaene	Beelemene	jasmone	Betacaryophyllene	Alphgurjunene
Bornylacetate	-0.31610	-0.31572	-0.44309	-0.31618	0.04304	0.23962
	0.5416	0.5422	0.3789	0.5415	0.9355	0.6475
Rotundifolone	0.32294	0.99625	0.61634	0.79547	-0.07277	-0.11872
	0.5324	<.0001	0.1926	0.0585	0.8910	0.8228
Betabourbonene	1.00000	0.26609	0.77296	0.01774	0.58263	0.77464
		0.6103	0.0715	0.9734	0.2249	0.0705
copaene	0.26609	1.00000	0.61024	0.84228	-0.06674	-0.15929
	0.6103		0.1983	0.0354	0.9000	0.7631
Beelemene	0.77296	0.61024	1.00000	0.61375	0.68459	0.51880
	0.0715	0.1983		0.1950	0.1335	0.2916
jasmone	0.01774	0.84228	0.61375	1.00000	0.15437	-0.23336
	0.9734	0.0354	0.1950		0.7703	0.6563
Betacaryophyllene	0.58263	-0.06674	0.68459	0.15437	1.00000	0.82254
	0.2249	0.9000	0.1335	0.7703		0.0444
Alphgurjunene	0.77464	-0.15929	0.51880	-0.23336	0.82254	1.00000
	0.0705	0.7631	0.2916	0.6563	0.0444	

correlationFEVG

13:05 Monday, October 11, 2014 14

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

# Annexes

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Betabourbonene	copaene	Beelemene	jasmone	Betacaryophyllene	Alphgurjunene
Alphcaryophyllene	0.52182	-0.49176	0.35717	-0.32172	0.87008	0.84052
	0.2883	0.3218	0.4870	0.5341	0.0242	0.0361
Betafarnesene	0.36491	0.98431	0.60153	0.73672	-0.09677	-0.08958
	0.4769	0.0004	0.2065	0.0948	0.8553	0.8660
Aromadendrene	-0.19942	0.53998	0.46696	0.90834	0.27255	-0.26085
	0.7048	0.2688	0.3505	0.0122	0.6013	0.6176
gMuurolele	0.88530	0.56626	0.90577	0.39434	0.64462	0.71114
	0.0190	0.2414	0.0129	0.4392	0.1670	0.1131
GermacreneD	-0.39499	0.52691	0.26007	0.86442	0.00953	-0.50211
	0.4383	0.2828	0.6187	0.0263	0.9857	0.3101
Bicyclogermacrene	0.99528	0.32767	0.76249	0.03874	0.51492	0.73432
	<.0001	0.5261	0.0779	0.9419	0.2959	0.0965
Deltacadinene	0.25171	0.88710	0.77112	0.97191	0.27163	-0.05082
	0.6304	0.0184	0.0726	0.0012	0.6026	0.9238
Spathulenol	0.30772	0.98050	0.71971	0.90965	0.09720	-0.08335
	0.5530	0.0006	0.1068	0.0119	0.8547	0.8753
Caryophylleneepoxide	-0.01389	0.58071	0.61947	0.91721	0.38635	-0.13136
	0.9792	0.2268	0.1897	0.0100	0.4493	0.8041
Germacradienol	0.65425	-0.31572	0.55898	-0.15279	0.88753	0.79258
	0.1586	0.5422	0.2489	0.7726	0.0183	0.0601
deltacadinol	0.72265	-0.30895	0.52870	-0.24316	0.89212	0.92484
	0.1047	0.5513	0.2808	0.6425	0.0168	0.0083

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Alphcaryophyllene	Betafarnesene	Aromadendrene	Muurolele	Germacrene D
Bornylacetate	0.09640	-0.30759	-0.24175	-0.15573	-0.24992
	0.8558	0.5532	0.6444	0.7683	0.6329
Rotundifolone	-0.47917	0.99578	0.46911	0.59943	0.45410
	0.3363	<.0001	0.3480	0.2085	0.3657
Betabourbonene	0.52182	0.36491	-0.19942	0.88530	-0.39499
	0.2883	0.4769	0.7048	0.0190	0.4383
copaene	-0.49176	0.98431	0.53998	0.56626	0.52691
	0.3218	0.0004	0.2688	0.2414	0.2828
Beelemene	0.35717	0.60153	0.46696	0.90577	0.26007
	0.4870	0.2065	0.3505	0.0129	0.6187
jasmone	-0.32172	0.73672	0.90834	0.39434	0.86442
	0.5341	0.0948	0.0122	0.4392	0.0263
Betacaryophyllene	0.87008	-0.09677	0.27255	0.64462	0.00953
	0.0242	0.8553	0.6013	0.1670	0.9857
Alphgurjunene	0.84052	-0.08958	-0.26085	0.71114	-0.50211
	0.0361	0.8660	0.6176	0.1131	0.3101
Alphcaryophyllene	1.00000	-0.47910	-0.14045	0.37661	-0.34181
		0.3363	0.7907	0.4618	0.5073
Betafarnesene	-0.47910	1.00000	0.38638	0.61593	0.37367
			0.4493	0.1929	0.4656

correlationFEVG

13:05 Monday, October 11, 2014 15

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Alphcaryophyllene	Betafarnesene	Aromadendrene	Muurolele	Germacrene D
Aromadendrene	-0.14045	0.38638	1.00000	0.15872	0.94736
	0.7907	0.4493		0.7639	0.0041
gMuurolele	0.37661	0.61593	0.15872	1.00000	-0.05295
	0.4618	0.1929	0.7639		0.9206
GermacreneD	-0.34181	0.37367	0.94736	-0.05295	1.00000
	0.5073	0.4656	0.0041	0.9206	
Bicyclogermacrene	0.44223	0.43327	-0.21318	0.89179	-0.39422
	0.3799	0.3908	0.6851	0.0169	0.4393
Deltacadinene	-0.20383	0.81015	0.82507	0.58983	0.73977
	0.6985	0.0506	0.0432	0.2179	0.0928
Spathulenol	-0.35789	0.94357	0.65740	0.62324	0.60581
	0.4861	0.0047	0.1560	0.1862	0.2024
Caryophylleneepoxide	-0.02459	0.44204	0.97810	0.31188	0.90367
	0.9631	0.3801	0.0007	0.5474	0.0135
Germacradienol	0.94268	-0.30759	-0.01585	0.49611	-0.24992
	0.0048	0.5532	0.9762	0.3169	0.6329
deltacadinol	0.96526	-0.27048	-0.16209	0.58316	-0.39415
	0.0018	0.6042	0.7590	0.2244	0.4394

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Bicyclogermacrene	Deltacadinene	Spathulenol	Caryophylleneepoxide
Bornylacetate	-0.31548	-0.37892	-0.36044	-0.34518
	0.5425	0.4588	0.4828	0.5028
Rotundifolone	0.38745	0.85603	0.96788	0.51909
	0.4479	0.0296	0.0015	0.2913
Betabourbonene	0.99528	0.25171	0.30772	-0.01389
	<.0001	0.6304	0.5530	0.9792
copaene	0.32767	0.88710	0.98050	0.58071



# Annexes

	0.5261	0.0184	0.0006	0.2268
Beelemene	0.76249	0.77112	0.71971	0.61947
	0.0779	0.0726	0.1068	0.1897
jasmone	0.03874	0.97191	0.90965	0.91721
	0.9419	0.0012	0.0119	0.0100
Betacaryophyllene	0.51492	0.27163	0.09720	0.38635
	0.2959	0.6026	0.8547	0.4493
Alphgurjunene	0.73432	-0.05082	-0.08335	-0.13136
	0.0965	0.9238	0.8753	0.8041
Alphcaryophyllene	0.44223	-0.20383	-0.35789	-0.02459
	0.3799	0.6985	0.4861	0.9631
Betafarnesene	0.43327	0.81015	0.94357	0.44204
	0.3908	0.0506	0.0047	0.3801
Aromadendrene	-0.21318	0.82507	0.65740	0.97810
	0.6851	0.0432	0.1560	0.0007
gMuurolene	0.89179	0.58983	0.62324	0.31188
	0.0169	0.2179	0.1862	0.5474

correlationFEVG

13:05 Monday, October 11, 2014 16

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6  
Prob > |r| under H0: Rho=0

	Bicyclogermacrene	Deltacadinene	Spathulenol	Caryophylleneepoxide
GermacreneD	-0.39422	0.73977	0.60581	0.90367
	0.4393	0.0928	0.2024	0.0135
Bicyclogermacrene	1.00000	0.27284	0.35336	-0.03105
		0.6009	0.4920	0.9534
Deltacadinene	0.27284	1.00000	0.95843	0.87661
	0.6009		0.0026	0.0219
Spathulenol	0.35336	0.95843	1.00000	0.71128
	0.4920	0.0026		0.1130
Caryophylleneepoxide	-0.03105	0.87661	0.71128	1.00000
	0.9534	0.0219	0.1130	
Germacradienol	0.57779	-0.00924	-0.16570	0.12522
	0.2298	0.9861	0.7537	0.8131
deltacadinol	0.65690	-0.07790	-0.18699	-0.01682
	0.1564	0.8834	0.7228	0.9748

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6  
Prob > |r| under H0: Rho=0

	Germacradienol	deltacadinol
Bornylacetate	-0.20000	0.00604
	0.7040	0.9909
Rotundifolone	-0.30345	-0.28243
	0.5588	0.5876
Betabourbonene	0.65425	0.72265
	0.1586	0.1047
copaene	-0.31572	-0.30895
	0.5422	0.5513
Beelemene	0.55898	0.52870
	0.2489	0.2808
jasmone	-0.15279	-0.24316
	0.7726	0.6425
Betacaryophyllene	0.88753	0.89212
	0.0183	0.0168
Alphgurjunene	0.79258	0.92484
	0.0601	0.0083
Alphcaryophyllene	0.94268	0.96526
	0.0048	0.0018
Betafarnesene	-0.30759	-0.27048
	0.5532	0.6042
Aromadendrene	-0.01585	-0.16209
	0.9762	0.7590
gMuurolene	0.49611	0.58316
	0.3169	0.2244
GermacreneD	-0.24992	-0.39415
	0.6329	0.4394
Bicyclogermacrene	0.57779	0.65690
	0.2298	0.1564

correlationFEVG

13:05 Monday, October 11, 2014 17

La procédure CORR

Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6  
Prob > |r| under H0: Rho=0

	Germacradienol	deltacadinol
Deltacadinene	-0.00924	-0.07790
	0.9861	0.8834
Spathulenol	-0.16570	-0.18699
	0.7537	0.7228
Caryophylleneepoxide	0.12522	-0.01682
	0.8131	0.9748
Germacradienol	1.00000	0.95875
		0.0025
deltacadinol	0.95875	1.00000
	0.0025	

# Annexes

## PCA case scores

	Axis 1	Axis 2	Axis 3
M.aquatica	0.633	-0.403	0.418
M.arvensis-0.164	-2.886	0.113	
Mxpiperita	2.236	0.684	-1.707
M.pulegium	1.244	1.264	1.769
M.rotundifolia	-1.364	0.121	-0.137
M.villosa -2.585	1.221	-0.457	

correlationIHA

21:19 Monday, February 1, 2015 1

## La procédure CORR

6 Variables : Polyphenols Flavonoids Tannins DPPH Carotene Chelating

### Statistiques simples

Variable	Nb	Moyenne	Écart-type	Somme	Minimum	Maximum
Polyphenols	6	25.71167	11.83943	154.27000	14.66000	43.21000
Flavonoids	6	16.93167	7.80402	101.59000	9.90000	31.77000
Tannins	6	5.57667	2.37652	33.46000	2.71000	8.67000
DPPH	6	23.30167	13.56790	139.81000	7.50000	44.66000
Carotene	6	6.18000	1.97577	37.08000	4.25000	9.39000
Chelating	6	1029	310.20665	6173	700.00000	1500

### Coefficients de corrélation de Pearson, N = 6

Prob > |r| under H0: Rho=0

	Polyphenols	Flavonoids	Tannins	DPPH	Carotene	Chelating
Polyphenols	1.00000	0.90177 0.0140	0.95078 0.0036	-0.90803 0.0123	-0.85249 0.0310	-0.87778 0.0215
Flavonoids	0.90177 0.0140	1.00000	0.86331 0.0267	-0.82322 0.0441	-0.75215 0.0845	-0.78105 0.0667
Tannins	0.95078 0.0036	0.86331 0.0267	1.00000	-0.96399 0.0019	-0.95288 0.0033	-0.97320 0.0011
DPPH	-0.90803 0.0123	-0.82322 0.0441	-0.96399 0.0019	1.00000	0.98715 0.0002	0.98468 0.0004
Carotene	-0.85249 0.0310	-0.75215 0.0845	-0.95288 0.0033	0.98715 0.0002	1.00000	0.99610 <.0001
Chelating	-0.87778 0.0215	-0.78105 0.0667	-0.97320 0.0011	0.98468 0.0004	0.99610 <.0001	1.00000

## PRINCIPAL COMPONENTS ANALYSIS

Imported data

Analysis begun: dimanche 1 février 2015 21:32:03

Analysing 3 variables x 6 cases

Tolerance of eigenanalysis set at 1E-007

### Eigenvalues

	Axis 1	Axis 2	Axis 3
Eigenvalues	197.858	8.342	0.523
Percentage	95.712	4.035	0.253
Cum. Percentage	95.712	99.747	100.000

### PCA variable loadings

	Axis 1	Axis 2	Axis 3
Polyphenols	0.835	-0.518	-0.185
Flavonoids	0.527	0.850	-0.005
Tannins	0.160	-0.094	0.983

### PCA case scores

	Axis 1	Axis 2	Axis 3
M.aquatica	10.250	1.456	-0.123
m.arvensis 3.108	-1.257	0.172	
M.piperita 1.900	-1.825	-0.064	
M.pulegium	-4.036	0.814	0.564
M.rotundifolia	-5.234	0.805	-0.221
M.villosa -5.988	0.008	-0.328	



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique  
Université des Frères Mentouri Constantine 1  
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département de Biologie et Ecologie Végétale

En vue de l'obtention du diplôme de Doctorat es Sciences.

Filière : Biologie Végétale.

Option : Ecophysiologie et Biotechnologie Végétale

**Thème : Etude écophysiologique, développement et importance des plantes médicinales du genre *Mentha* dans le Parc National d'El-Kala (Nord-Est Algérie)**

**Présenté par : Amina BENABDALLAH**

**Devant le jury :**

<b>Président</b>	Mme Leila Boudour	Pr. Université Frères Mentouri 1 Constantine
<b>Encadreur</b>	Mr Chaabane Rahmoune	Pr. Université Frères Mentouri 1 Constantine
<b>Examinateur</b>	MrKamel-eddine Bazri	MCA.Université Frères Mentouri 1 Constantine
<b>Examinateur</b>	Mme Malika Kanouni-Rached	MCA. ENSB, Constantine
<b>Examinateur</b>	Mme Ghania Ouahrani	Pr. Université Ferhat Abbas, Sétif
<b>Examinateur</b>	MmeLeila Meksem	Pr. Université Badji Mokhtar Annaba

Année Universitaire 2016 – 2017

**Résumé de la thèse**

Les espèces du genre *Mentha* sont largement utilisées par les habitants de la région d'El-Tarf comme condiment, herbe et aromate dans les préparations culinaires. Elles sont utilisées pour leurs propriétés thérapeutiques comme carminative, sédative, antispasmodique et pour les maux d'estomac. L'objectif de notre travail est en premier lieu d'inventorier et de cartographier les espèces de menthe présentes dans le Parc National d'El-Kala, puis en second lieu d'en évaluer le contenu en polyphénols, flavonoïdes et tanins, ainsi que l'activité antioxydante des extraits méthanoliques et des huiles essentielles des parties aériennes des six espèces sauvages de menthes, à savoir : *M. aquatica*, *M. arvensis*, *M. x piperita*, *M. pulegium*, *M. rotundifolia* et *M. villosa*. D'autre part, l'étude qualitative et quantitative des huiles essentielles, obtenues par hydrodistillation, a servi à l'identification de la composition chimique établie par GC/MS et l'évaluation des activités biologiques par la méthode de DPPH, blanchiment du  $\beta$ -carotène et la chélation du fer ainsi que l'activité inhibitrice de l'acétylcholinestérase. Les extraits méthanoliques de nos menthes sont riches en polyphénols, ce qui leur confère une activité antioxydante importante variant de 7.5 $\mu$ g/ml à 44.66  $\mu$ g/ml. L'espèce *M. aquatica* possède la meilleure activité antioxydante corrélée à son contenu phénolique important, suivi de *M. arvensis* et *M. piperita* avec des valeurs très proches, comparativement à *M. pulegium*, *M. rotundifolia* et *M. villosa* avec des valeurs inférieures. Des variations qualitative et quantitative sont observées entre espèces. Le rendement en huile essentielle le plus élevé est enregistré chez *M. pulegium* avec 1.8%. Au total, 27 composés sont identifiés avec la prédominance des monoterpènes oxygénés comme le menthofurane (73.38%), rotundifolone (65.99%), pulegone (59.12%), menthol (49.89%), menthone (20.84%), neomenthol (20.76%), 1.8-cineol (18.16%) et le  $\beta$ -caryophyllène (12.55%). En général, *M. aquatica* a montré la meilleure activité antioxydante avec une  $CI_{50}$  de 0.69 $\pm$ 0.06 mg/ml obtenue par la méthode du DPPH, 0.16  $\pm$ 0.02 mg/ml par le blanchiment du  $\beta$ -Carotène et 1.73 $\pm$ 0.17 mg/ml par la méthode de chélation du fer. Alors que l'espèce *M. arvensis* excelle avec une  $CI_{50}$  de 27.5mg/ml pour l'inhibition de l'acétylcholinestérase. Ces résultats montrent que les espèces du genre *Mentha* du PNEK ont un potentiel important en polyphénols, laissant penser qu'elles pourraient être utilisées comme antioxydant naturel dans la conservation des aliments. En outre, les menthes pourraient être exploitées pour des applications pharmacologiques pour prévenir les maladies liées au stress oxydatif.

**Mots-clés:** *M. aquatica*, *M. arvensis*, *M. x piperita*, *M. pulegium*, *M. rotundifolia*, *M. x villosa*, PNEK, RAMSAR, phénols, flavonoïdes, tanins, huile essentielle, antioxydant, acétylcholinestérase.