



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

N° d'ordre :

République Algérienne Démocratique et Populaire

N° de série :

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة الشهيد حمه لخضر الوادي

Université Echahid Hamma Lakhdar EL-OUED

كلية علوم الطبيعة والحياة

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

قسم البيولوجيا الخلوية والجزيئية

Département de Biologie Cellulaire et Moléculaire

## MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de Master Académique

Filière : Sciences Biologiques

Spécialité : Biochimie Appliquée

### THEME

**Étude comparative de l'activité biologique de l'extrait  
d'*Ephedra allata* et la biosynthèse de NPs-ZnO à base  
de l'un ces extraits**

Présenté par :

**HEMMAMI Amira**

Devant le jury composé de :

|              | Membre de jury     | Grade     | Université           |
|--------------|--------------------|-----------|----------------------|
| Président    | MEDILA Ifriqya     | M.A.A     | Université d'El Oued |
| Examinatrice | TLILI Mohamed Laid | M.C.A     | Université d'El Oued |
| Promoteur    | Abdelmalek Zaater  | M.C.B     | Université d'El Oued |
| CO-Promoteur | Abdelatif Aouadi   | Chercheur |                      |

- Année universitaire 2022/2023 -

# Remerciement

*« La connaissance est la seule chose qui s'accroît lorsqu'on la partage ».*

*Avant toute chose, on remercie Allah, le tout puissant, pour nous avoir donné la force et la patience.*

*Ce travail a été entrepris au sein du laboratoire des sciences de la nature et de l'université d'EL OUED sous la direction de M<sup>elle</sup> Gobi sana qui a mis à nos disposition tout le matériel nécessaire et disponible pour bien mener à ce travail.*

*On tient à exprimer notre profonde gratitude et nos sincères remerciements à l'encadreur de ce travail, Dr. ZAATER Abdelmalek, pour son assistance et ses conseils pour assurer le succès de ce travail.*

*On tient à remercier Dr. Aouadi Abdelatif pour son aide et ses efforts qui nous amènent à bien effectuer ce travail.*

*On tient à remercier fortement Monsieur Mr. TLILI Mohamed Laid d'avoir accepté de juger ce travail en qualité d'examineur.*

*Que Dr. MEDIL A Ifriqya reçoit nos chaleureux remerciements pour avoir accepté d'examiner ce présent travail.*

*On adresse nos sincères remerciements à Dr. Zeghoud Soumeia et Dr. Ben Amor Ilham, pour avoir participé de leurs conseils respectifs au long de cette recherche, et leurs discussions toujours enrichissantes.*

*On vous remercie chaleureusement et on espère que vous aller passer une bonne carrière dans ce laboratoire.*

*On remercie également tous nos amis et collègues de la promotion de Biochimie 2022/2023*

*Enfin, on tient à exprimer nos gratitude éternelle à nos familles, parents, frères, tous par leur nom, pour leur patience et leur soutien illimité au cours de nos années scolaires dans les moments difficiles.*

---

# Résumé

*Ephedra alata* est une plante très étudiée de nos jours dans les secteurs alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques. Sa composition chimique dépend de la zone de récolte ce qui reflète la différence de leurs propriétés pharmacologiques particulières. Le but de notre travail est l'extraction des substances bioactives afin de comparer leurs activités biologique et de proposer de nouvelles voies de synthèse des NPs -ZnO efficaces et respectueuses de l'environnement à partir de cet extrait. Nous avons pour cela, sélectionné trois types de *Ephedra alata* provenant de trois régions pédoclimatiques différentes d'el -oued , à savoir guemar , tegzaout et el nekhla . Au préalable, Les résultats d'activité biologique ont révélé que tous ces extraits ont une activité anti- radicalaire. Entre autres, ces extraits sont utilisés en tant qu'agent réducteur des ions métalliques d'oxyde de zinc dans le milieu aqueux.

Ensuite, les nanoparticules fabriquées ont été caractérisées par la spectroscopie UV FTIR ,RX et MEB.

La présente étude a permis de démontrer une activité antibactérienne importante est notée pour les NPs biosynthétisées à l'égard de *Pseudomonas*, *Bacillus* et *Staphylococcus aureus*.

## **Mots clés:**

Extraits de plantes; La synthèse verte . antibactérienne. Antioxydants. Nanoparticules

---

# Abstract

Ephedra alata is a much studied raw material nowadays in the food, cosmetic and pharmaceutical sectors. Its chemical composition depends on the harvest area, which reflects the difference in their particular pharmacological properties. The goal of our work is the extraction of bioactive substances in order to compare their antioxidant activities and to propose new routes for the synthesis of effective NPs -ZnO and environmentally friendly from this extract. For this, we have selected tree types of Ephedra alata from tree different pedoclimatic regions, namely Guemar, tegzaout and el nekhla. Beforehand, the results of biological activity revealed that all these extracts have anti-free radical activity. Among others, these extracts are used as a reducing agent of zinc oxide metal ions in the aqueous medium. Then, the manufactured nanoparticles were characterized by UV, FTIR ,RX , and SEM spectroscopy. The present study has demonstrated significant antibacterial activity, noted for biosynthesized NPs against *Pseudomonas*, *Bacillus* and *Staphylococcus aureus*.

**Keywords:**

Plant extract; Green synthesis; antibacterial; antioxydant; Nanoparticle

---

# ملخص

الإيفيدرا ألاتا نبات مدروس للغاية في الوقت الحاضر في القطاعات المواد الغذائية ومستحضرات التجميل والأدوية. التركيبته الكيميائية تعتمد على منطقة الجني الذي يعكس الاختلاف في خصائصهم الدوائية الخاصة. الغرض من عملنا هو استخراج المواد النشطة بيولوجيا من أجل مقارنة أنشطتها البيولوجية واقتراح طرق جديدة لتوليف ZnO-NPs التي تتسم بالكفاءة وكونها خضراء صديقة للبيئة من هذا المستخلص. لهذا اخترنا ثلاثة أنواع من الإيفيدرا ألاتا من ثلاث مناطق مناخية مختلفة من مدينة الوادي ، وهي القمار ، وتغزوت ، والنخلة ، ونتائج النشاط البيولوجي لها كشفت أن كل هذه المقتطفات لها نشاط بيولوجي معتبر . بإمكان أيضا ، هذه المقتطفات ان تستخدم كعامل اختزال لأيونات أكسيد الزنك المعدنية في الوسط المائي.

بعد ذلك ، تم تمييز الجسيمات النانوية المصنعة بواسطة التحليل الطيفي للأشعة فوق البنفسجية ، والتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء (FTIR) ، وانحراف الأشعة السينية ، والفحص المجهر الإلكتروني أظهرت الدراسة الحالية أن النشاط المضاد للبكتيريا ملحوظ لـ NPs المركب حيويًا ضد *Staphylococcus aureus* و *Bacillus* و *Pseudomonas*.

## الكلمات الدالة:

مستخلصات نباتية؛ التوليف الأخضر مضاد للجراثيم. مضادات الأكسدة. الجسيمات النانوية

## LISTE DES ABREVIATIONS

---

### LISTE DES ABREVIATIONS

| <b>%:</b>                                      | <b>Pourcentage</b>   |
|--|--|
| °C   | Degré Celsius  |
| AlCl <sub>3</sub>                              | Chlorure d'Aluminium   |
| C  | Concentration  |
| C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> NaO <sub>2</sub> | Acétate de sodium  |
| D.O  | Doncité Optique  |
| DMSO   | Diméthylsulfo-oxyde  |
| DPPH   | Le radical stable [2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl]                              |
| EAG  | Equivalent d'acide Gallique  |
| EQ   | Equivalent de la Quercétine  |
| Fe <sup>2+</sup>                               | Ions ferreux   |
| Fe <sup>3+</sup>                               | Ions ferriques   |
| FeCl <sub>3</sub>                              | Trichlorure de fer   |
| FeSO <sub>4</sub>                              | Sulfate de fer   |
| FRAP   | Potentiel Réducteur Ferriques d'Antioxydants                                   |
| g  | gramme   |
| h  | heure  |
| HCl  | Acide chlorhydrique  |
| IC <sub>50</sub>                               | La concentration en extrait de Plants nécessaire pour l'inhibition de 50 % des |
| IR   | Infra-rouge  |
| K <sub>3</sub> Fe(CN) <sub>6</sub>             | Ferricyanure de potassium  |
| MEB  | Microscope Electronique A Balayage   |
| mg   | milligramme  |
| mL   | millilitre   |
| Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>                | Carbonate de sodium.   |
| nm   | nanomètre (1 nm = 10 <sup>-9</sup> m)  |
| NPs  | Nanoparticules   |
| pH   | potentiel Hydrogène  |
| rpm  | retour par minute  |
| TCA  | Acide trichloracétique   |
| TPTZ   | 2, 4, 6- tripyridyl-s-triazine   |
| UFC  | Unité formant colonie.   |
| UV   | Ultraviolet  |
| ZnO  | Oxyde de zinc  |
| λ  | Longueur d'onde  |

---

## LISTE DES ABREVIATIONS

---

|             |             |
|-------------|-------------|
| <b>µg</b>   | Microgramme |
| <b>µl</b>   | Microlitre  |
| <b>µmol</b> | Micromole   |

---

Liste des figures

| N°             | Titre   | Page |
|----------------|---|------|
| Figure (I.1)   | l'Ephedra alata alenda.   | 5    |
| Figure (I.2)   | Les nombreux radicaux libres de l'oxygène et les espèces réactives de l'oxygène | 11   |
| Figure (I.3)   | Quelques antioxydants de synthèse   | 13   |
| Figure (I.4)   | Les dérivés de l'acide p-hydroxybenzoïque                                       | 16   |
| Figure (I.5)   | Les acides hydroxycinnamiques   | 17   |
| Figure (I.6)   | Structure de base des flavonoïdes : la phényl-2 benzopyrone                     | 18   |
| Figure (I.7)   | Structures des différentes classes des flavonoïdes                              | 19   |
| Figure (I.8)   | Exemple de structure hydrolysable de tanin                                      | 20   |
| Figure (I.9)   | Exemple de structure de tanin condensé  | 21   |
| Figure (I.10)  | Mécanisme de l'activité d'un antioxydant vis-à-vis d'un radical d'acide gras    | 22   |
| Figure (I.11)  | Action pro-oxydante des métaux  | 22   |
| Figure (III.1) | Plan d'action détaillé  | 42   |
| Figure (III.2) | Courbe standard de l'acide gallique   | 44   |
| Figure (III.3) | La courbe standard de quercitine  | 45   |
| Figure (III.4) | Réduction du radical libre DPPH   | 49   |
| Figure (III.5) | Particule TPTZ+ Fe <sup>+3</sup>  | 50   |
| Figure (III.6) | Schéma de travail expérimental  | 53   |
| Figure (III.7) | Réduction du radical libre DPPH   | 54   |
| Figure (III.8) | Particule TPTZ+ Fe <sup>3+</sup>  | 55   |
| Figure (IV.1)  | Spectres FTIR pour différents échantillons de plantes                           | 60   |
| Figure (IV.2)  | Spectres UV et visible des échantillons étudiés                                 | 62   |
| Figure (IV.3)  | Courbe d'étalonnage de l'acide Gallique (polyphenole )                          | 64   |
| Figure (IV.4)  | Courbe d'étalonnage de Quercitine (flavonoïde)                                  | 65   |
| Figure (IV.5)  | Chromatogrammes d'extraits d'échantillons A.A.1                                 | 70   |
| Figure (IV.6)  | Chromatogrammes d'extraits d'échantillons A.A.2                                 | 70   |
| Figure (IV.7)  | Chromatogrammes d'extraits d'échantillons A.A.3                                 | 71   |
| Figure (IV.8)  | Courbe d'étalonnage de l'acide gallique(PPM)                                    | 73   |
| Figure (IV.9)  | Courbe d'étalonnage d'acide sulfuriquetriangulaire, (c) en forme                | 77   |

## Liste des figures

---

|                       |   |    |
|-----------------------|---|----|
| <b>Figure (IV.10)</b> | Résumé graphique illustrant le mécanisme de synthétiser des NPs d'oxyde de fer à partir de l'extrait des plantes. | 80 |
| <b>Figure (IV.11)</b> | Spectre d'absorption UV-vis du composite ZnO NPs  | 82 |
| <b>Figure (IV.12)</b> | Spectres infrarouge des nanoparticules de ZnO NPs   | 83 |
| <b>Figure (IV.13)</b> | Diagrammes de diffraction des rayons X à partir de ZnO NPs  | 84 |
| <b>Figure (IV.14)</b> | Une image MEB de ZnO NPs  | 85 |
| <b>Figure (IV.15)</b> | Courbe d'étalonnage de l'acide gallique(PPM)  | 86 |
| <b>Figure (IV.16)</b> | Effet des propriétés antibactériennes du ZnO NPs sur des souches  | 88 |

---

**Liste des tableaux**

| <b>N°</b>              | <b>Titre des tableaux</b>   | <b>Page</b> |
|------------------------|---|-------------|
| <b>Tableau (I. 1)</b>  | Taxinomie d'Ephedra alata alenda.   | 5           |
| <b>Tableau (I. 2)</b>  | présenté Les différentes formes actives de l'oxygène                          | 8           |
| <b>Tableau (I. 3)</b>  | Activités des composés phénoliques en biologie                                | 16          |
| <b>Tableau (II.1)</b>  | Certaines différences entre les structures de ZnO                             | 29          |
| <b>Tableau (II.2)</b>  | Principales caractéristiques cristallographiques du ZnO                       | 30          |
| <b>Tableau (III.1)</b> | Description des échantillons  | 41          |
| <b>Tableau (III.2)</b> | Conditions expérimentales de séparation de composés phénoliques par HPLC      | 47          |
| <b>Tableau (III.3)</b> | Souches bactérienne testées   | 57          |
| <b>Tableau (IV.1)</b>  | Les groupes fonctionnels les plus importants des aides étudiées               | 60          |
| <b>Tableau (IV.2)</b>  | Les rendements en extraits obtenus à partir L'enchantions étudiées            | 62          |
| <b>Tableau (IV.3)</b>  | Taux en polyphénoles totaux des différents extraits                           | 64          |
| <b>Tableau (IV.4)</b>  | Teneur en flavonoïde totaux des différents extraits                           | 66          |
| <b>Tableau (IV.5)</b>  | Composés phénoliques identifiés dans les étalons                              | 69          |
| <b>Tableau (IV.6)</b>  | Composés phénoliques identifiés dans les extraits                             | 71          |
| <b>Tableau (IV.7)</b>  | Résultat de Test d'évaluation Activité antioxydant totale                     | 74          |
| <b>Tableau (IV.8)</b>  | Résultats du test DPPH (mg/ml)  | 76          |
| <b>Tableau (IV.9)</b>  | Résultats du test FRAP (mg/g)   | 78          |
| <b>Tableau (IV.10)</b> | Résultat de Test d'évaluation Activité antioxydant totale                     | 86          |
| <b>Tableau (IV.11)</b> | Résultats du test DPPH (mg/ml)  | 87          |
| <b>Tableau (IV.12)</b> | La zone d'inhibition des ZnO NPs de extrait de Ephedra alata sur les bactérie | 88          |

---

## Table des matières

Remerciement

|  |     |
|--|-----|
| Résumé et mots-clés  |     |
| Liste des figures  | i   |
| Liste des tableaux   | ii  |
| Liste des abréviations   | iii |
| Introduction générale  | 2   |
| <b>Partie I : partie théorique</b>   |     |
| Chapitre I : Généralité sur le plant <i>Ephedra alata</i> ( <i>Ephedra alata</i> D.C.) | 4   |
| I.1.1. Le genre <i>Ephedra</i>   | 4   |
| I.1.2. Description botanique de l'espèce   | 4   |
| I.1.3. Place dans la systématique  | 4   |
| I.1.4. Répartition géographique  | 5   |
| I.1.5. Traitement après récolte  | 5   |
| I.1.6. Utilisation en médecine traditionnelle  | 6   |
| I.2. Activité antioxydant  | 6   |
| I.2.1. Introduction  | 6   |
| I.2.2. Origine des radicaux libres   | 7   |
| I.2.3. Les radicaux libres   | 7   |
| I.2.4. Espèces des radicaux libres   | 7   |
| I.2.5. Les stress oxydatifs  | 9   |
| I.2.6. Les activités antioxydants  | 11  |
| I.2.7. Mécanisme d'action des antioxydants   | 21  |
| I.2.8. Les principales méthodes d'évaluation de l'activité antioxydant                 | 23  |
| Chapitre II : Généralité sur nanoparticules d'oxydes métalliques "cas d'oxyde de zinc" | 25  |
| II.1.1. Les nanomatériaux  | 25  |
| II.1.2. Les nanoparticules métalliques "oxyde de zinc"                                 | 25  |
| II.1.3. Méthodes de synthèse des nanoparticules d'oxydes métalliques                   | 26  |
| II.1.4. Propriétés des nanomatériaux   | 28  |
| II.1.5. Les morphologies de ZnO NPs  | 35  |
| II.1.6. Applications de nanoparticules de ZnO  | 37  |
| <b>Partie II</b>   |     |
| Chapitre III : Matériels et méthodes   | 40  |
| III.1. Matériels   | 40  |
| III.1.1. Matériels   | 40  |

---

## Table des matières

---

|   |    |
|---|----|
| III.1.2. Matériel végétal   | 41 |
| III.2. Méthodes   |    |
| III.2.1. Spectroscopie infrarouge                                       | 42 |
| III.2.2. Protocole utilisé pour l'extraction des composés phénoliques : | 42 |
| III.2.3. Spectrophotomètre UV-vis                                       | 43 |
| III.2.4. Dosage des polyphénols totaux                                  | 44 |
| III.2.5. Dosage des flavonoïdes totale                                  | 45 |
| III.2.6. Technique chromatographie                                      | 45 |
| III.2.7. Evaluation de l'activité antioxydant des extrais de plante     | 47 |
| III.3. La synthèse verte de nanoparticules                              | 51 |
| III.3.1. Matériels végétaux   | 51 |
| III.3.2. Méthodologie   | 51 |
| III.3.3. Techniques de caractérisation" structurales et morphologiques" | 53 |
| III.3.4. Applications de nanoparticules de ZnO " activités biologique " | 54 |
| Chapitre IV : Résultats et discussion                                   | 60 |
| IV.1.1. Analyse infrarouge des échantillons étudiés                     | 60 |
| IV.1.2. Détermination du contenu phénolique et des principes actifs     | 61 |
| IV.1.3. Rendement d'extraction des composés phénoliques                 | 62 |
| IV.1.4. Dosage des composés phénoliques par la méthode colorimétrique   | 63 |
| IV.1.5. Technique d'analyse chromatographique HPLC                      | 66 |
| IV.1.6. Evaluation d'activité antioxydant                               | 72 |
| IV.1.7. Conclusion  | 79 |
| IV.2.1. Phytoréduction des ions de zinc et mécanisme réactionnelle      | 79 |
| IV.2.2. Caractérisation des nanoparticules d'oxyde de Zinc              | 82 |
| IV.2.3. Test d'évaluation d'activité antioxydant totale (PPM)           | 85 |
| IV.2.4. Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH• )                   | 86 |
| IV.2.5. Activités antibactériennes                                      | 87 |
| IV.2.6. Conclusion  | 90 |
| Conclusion  | 92 |

---

---

# *Introduction*

---

### **Introduction**

Les régions géographiques de l'Algérie diffèrent en termes de conditions environnementales, et cela se traduit par une différence de couverture végétale d'un milieu à l'autre en raison de la nature de la plante en s'adaptant d'un milieu à l'autre, où les plantes se propagent selon leurs besoins. et leur capacité d'adaptation, il existe certaines régions caractérisées par des conditions climatiques difficiles et la plupart des plantes ne le font pas. Il peut s'adapter dans ces conditions, mais malgré cela, il existe des plantes qui existent dans ces environnements, comme les plantes en milieu désertique. De l'Algérie, qui se caractérisent par des caractéristiques qui les font s'adapter à ces conditions (Amara et al. 2017).

Les plantes sont considérées comme une pharmacie complète parce qu'elles contiennent des centaines voire des milliers de substances actives disponibles dans des proportions variables, et parce qu'elles interagissent de manière complexe. On ne sait pas en détail comment la plante produit ces substances ni comment elles agissent, mais nous connaissons son intérêt médical (Kubis and Bar-Even 2019) , Les plantes médicinales suscitent un intérêt biologique et industriel en raison du fait que les plantes contiennent des métabolites secondaires qui peuvent être définis comme des molécules indirectement nécessaires à la vie végétale, contrairement aux métabolites primaires qui fournissent des voies de base pour le métabolisme et la vie végétale.

Ainsi ces molécules interviennent très activement dans la tolérance des plantes aux différents stress D'un point de vue applicatif, ces molécules constituent souvent la base des principes actifs des plantes médicinales. Ainsi, l'industrie pharmaceutique s'appuie fortement sur la diversité et les propriétés biologiques des métabolites secondaires des plantes pour développer de nouveaux médicaments (Hosseinifard et al. 2022).

Pour se soigner, l'homme a longtemps recouru aux remèdes populaires à base de plantes médicinales (tisanes, poudres, décoctions), par friction, inhalation, cataplasme, massage ou voie orale. Le nombre d'espèces connues de plantes à fleurs est estimé à environ 500 000, dont environ 34 000 sont encore inconnues et 80 000 ont des propriétés médicinales (Seca and Pinto 2019)

L'Organisation mondiale de la santé a déclaré qu'une grande partie de la population mondiale utilise des herbes comme médicaments et que le pourcentage de médicaments fabriqués à partir de plantes a augmenté, en raison des composés chimiques efficaces contenus dans les plantes, qui sont considérées comme des matières premières dans la production de médicaments (Salmerón-Manzano et al. 2020), Ou Simon, Middle East West.

Puisque les fonctions de l'organisme sont liées à l'oxydation et aux réactions qui conduisent à la production d'espèces actives de l'oxygène et d'antioxydants naturels, l'équilibre entre la production et l'élimination de ces molécules assure le maintien d'une physiologie corporelle normale (Lobo et al. 2010).

Tout cela nous a poussé à étudier l'une des plantes médicinales d'Algérie, qui pousse en milieu désertique, exactement dans la région d'El-Oued, qui est une région désertique située au sud-est de l'Algérie avec la frontière tunisienne, qui est connue sous le nom de *Ephedra alata* appartenant à la famille des éphédraceae .

Elle est connue depuis l'Antiquité, mais sa popularité a décliné avec le temps et l'apparition de plantes médicinales. Cette plante est redevenue célèbre car elle est connue depuis l'Antiquité pour traiter la grippe et renforcer l'immunité, et les gens utilisent généralement cette plante pour renforcer leur immunité contre le cancer, en particulier à ses débuts.

Sur la base de ces propriétés curatives, de nombreuses questions viennent à l'esprit, telles que quels sont les composés chimiques actifs de cette plante ? La plante est-elle affectée par l'évolution des conditions environnementales, ces composés ont-ils un effet inhibiteur sur les radicaux libres ? Est-il biologiquement actif ? Quel est l'intérêt industriel de ce plant ?

Pour répondre à toutes ces questions, nous avons mené une étude pilote sur *F.Ephedra alata* DC. Où nous avons calculé la quantité de substances actives présentes dans la plante et testé leur efficacité antioxydante. Notre étude se compose de trois parties, chaque partie se compose de deux parties : la partie théorique, et partie pratique , en plus des résultats et de leur discussion.

Le mémoire comprenait quatre chapitres :

- le premier chapitre containt : L'étude phytochimique de la plante « *F.Ephedra alata* DC. » dans différentes zones d'échantillonnage
- Chapitre II: Généralité sur nanoparticules d'oxydes métalliques "cas d'oxyde de zinc"
- Chapitre III : méthodes et matériel
- la dernier chapitre basée sur les résultats et discussion et après sa Résultats et discussion conclusion et des recommandations pour l'étude.

---

*Partie 9*

*Partie théorique*

---

---

*Chapitre 9 :*  
*Généralité sur le plant*  
*Ephedra alata*

---

### I.1. Généralité sur les plants *Ephedra alata*:

#### I.1.1. Le genre *Ephedra*:

La famille des éphédracées comprend la plante médicinale connue sous le nom d'éphédra. Il existe plusieurs types d'éphédra, notamment *Ephedra alata*, *Ephedra Sarcocarpa*, *Ephedra Lristanica*, *Ephedra pachyclada*, *Ephedra procera* et *Ephedra strobiliacea* (Rustaiyan et al. 2011). Le genre d'*Ephedra* est caractéristique des gymnospermes, et on pense parfois que le pollen est apparu il y a plus de 200 millions d'années sous forme d'un fossile appelé "éphédroïde" (Huang and Price 2003). Cette espèce est connue pour sa grande tolérance à la rareté de l'eau dans les régions désertiques (Derbel et al. 2010).

L'éphédra est une plante très odorante avec une saveur amère. La partie de l'arbuste utilisée est la tige séchée. Il s'agit d'un ensemble d'arbustes primitifs avancés qui poussent sur des terrains secs, rocaillieux ou sablonneux dans les déserts ou les régions arides (Hegazi and El-Lamey 2011). Plusieurs espèces de la famille ont été utilisées à des fins médicales. Elles ont une longue histoire en tant que toniques et pour le traitement des affections respiratoires. En Chine, ces herbes sont utilisées depuis des millénaires pour traiter l'asthme (Abdel-Kader et al. 2003).

#### I.1.2. Description botanique de l'espèce :

Cette variété, connue pour sa capacité élevée à résister à la sécheresse dans les zones désertiques, est un arbuste mesurant entre 1 et 3 mètres de hauteur. Ses branches sont articulées et fortement ramifiées, de couleur vert-jaunâtre, et elles portent de petites feuilles opposées qui alternent d'un nœud à l'autre. Les fruits sont entourés d'épaisses bractées membraneuses, et les fleurs blanches sont disposées en petites grappes cylindriques avec des fleurs mâles et femelles séparées sur des pieds différents. Elle possède un système de rails latéraux exceptionnellement fort, comme on peut le voir sur la **Figure (I.1)**.

#### I.1.3. Place dans la systématique :

Le site systématique d'*Ephedra Alata* dans le **Tableau (I.1)**:

Tableau (I. 1) : Taxinomie d'*Ephedra alata alenda*.

| Embranchement      | Spermaphytes                |
|--------------------|-----------------------------|
| Sous embranchement | Gymnospermes                |
| Classe             | Gnetopsida                  |
| Ordre              | Ephedrales                  |
| Famille            | Ephedraceae                 |
| Genre              | Ephedra                     |
| Espèce             | <i>Ephedra alata</i>        |
| Sous espèce        | <i>Ephedra alata alenda</i> |



Figure (I.1): l'*Ephedra alata alenda*.

### I.1.4. Répartition géographique

L'espèce *E. alata* est une plante médicinale appartenant à la catégorie *Ephedra*, originaire d'Asie, notamment d'Arabie Saoudite. Elle est répandue dans le Sahara, du Maroc à la Libye, en passant par l'Égypte et l'Arabie. En Algérie, on peut trouver *E. alata* dans le nord et l'ouest du Sahara, sur des terrains sableux, des regs et des lits sablonneux d'oueds. Elle est également présente dans le sable de la zone tropicale et dans la Hamada de Tinghert (Soumaya et al. 2020)..

### I.1.5. Traitement après récolte :

Pour effectuer la récolte, il est conseillé d'utiliser un sécateur ou un couteau. Cela doit être fait lorsque les différentes variétés sont à pleine maturité. Le rendement varie considérablement en fonction de la variété, de la région de production, du type de culture et de l'entretien de cette culture (Al-Qarawi and Abd\_Allah 2010).

### Principes actifs et propriétés :

De nombreuses études prospectives et épidémiologiques ont montré que la consommation d'extraits de plantes, notamment sous forme de jus, réduit le risque de maladies cardiovasculaires, de certaines tumeurs malignes et d'autres maladies chroniques. Certains mécanismes d'action ont été mis en évidence pour expliquer cet effet protecteur ; la teneur en antioxydants des fruits et légumes peut jouer un rôle dans cela (Hegazi et al. 2020).

### I.1.6. Utilisation en médecine traditionnelle

L'éphédra a été utilisée dans la médecine traditionnelle chinoise pour traiter les réactions allergiques, l'asthme, les frissons, le coryza, la rhinite allergique, la toux, la rétention d'eau, la fièvre, la grippe, les céphalées et la congestion des voies nasales (Al-Rimawi et al. 2017). Au Japon, Ephedra est utilisée comme antitussif, expectorant, analgésique, antipyrétique et bronchodilatateur (Amakura 2017). Pendant de nombreux siècles, la plante a également été traditionnellement utilisée en Russie pour traiter les problèmes respiratoires et les douleurs rhumatismales. Plusieurs espèces d'Ephedra eurasiennes contenant de l'éphédrine et de la pseudoéphédrine sont utilisées pour traiter la toux, l'asthme et la bronchite (Caveney et al. 2001). Les autochtones et les colons espagnols du sud-ouest américain ont utilisé l'Ephedra à différentes fins thérapeutiques, notamment pour traiter les infections sexuellement transmissibles (Al-Snafi 2017). *L'Ephedra alata* est largement cultivée en Palestine. Elle est utilisée dans la médecine traditionnelle locale pour les mêmes objectifs que dans la médecine traditionnelle chinoise. Cette plante possède également des propriétés antimicrobiennes et anticancéreuses (Al-Rimawi et al. 2017). En Arabie Saoudite, l'émanation de *L'Ephedra alata* est agréable et elle est utilisée comme fourrage pendant le pacage des bêtes. En Algérie, l'infusion ou la respiration des feuilles ou des branches d'*Ephedra alata* est utilisée pour apaiser ou traiter le rhume, la grippe et les problèmes respiratoires (Ould El Hadj et al. 2003).

### I.2. Activité antioxydant :

#### I.2.1. Introduction :

Chaque cellule du corps humain, composée d'environ un billion ( $10^{12}$ ) de cellules, est exposée à environ 10 000 radicaux libres par jour. Ces radicaux libres attaquent principalement le matériel génétique, ce qui entraîne une augmentation du taux de mutation. Le taux de mutation cellulaire chez les personnes âgées est environ 9 fois plus élevé que chez les enfants, et ces mutations augmentent le risque de cancer. De plus, les membranes cellulaires, les protéines et les graisses sont également attaquées par les radicaux libres. Au cours d'une vie humaine moyenne de plus de soixante-dix ans, le corps produit l'équivalent d'environ dix-sept tonnes (17 000 kg) de radicaux libres. Par conséquent, le corps humain a besoin de mécanismes de défense antioxydants efficaces en permanence.

L'élimination des radicaux libres par les antioxydants semblent être importants pour la santé et la vie humaine, cependant, nous ne pouvons pas vivre sans les radicaux libres. Le corps utilise les radicaux libres pour détruire les bactéries, en plus d'être utilisé pour produire

de l'énergie, de sorte que les antioxydants alimentaires aidant à rétablir l'équilibre (Lobo et al. 2010).

### I.2.2. Origine des radicaux libres :

#### I.2.3. Les radicaux libres :

Les radicaux libres sont produits lors de réactions chimiques dans le corps et peuvent également être générés par des facteurs environnementaux tels que la pollution, le tabagisme, l'exposition aux rayonnements et le stress. Certains processus métaboliques normaux du corps, tels que la respiration et la production d'énergie, produisent également des radicaux libres (Boveris 1998).

Les types de radicaux libres, y compris ceux qui contiennent une charge d'un électron et d'atomes neutralisés tels que l'hydrogène, l'azote, le fluor, le chlore, le brome et l'iode, et les radicaux des  $(\text{CH}_3)^\bullet$  Et éthyle  $(\text{C}_2\text{H}_5)^\bullet$  phényle  $(\text{C}_6\text{H}_5)^\bullet$  et les radicaux hydroxyles  $(\text{OH})^\bullet$  et peroxydes  $(\text{COOH})^\bullet$  comme contenant deux électrons solidairement ou plus (pas de double) et l'expédition neutralisé tel qu'un atome d'oxygène  $(:\text{O}:)$  racines  $(\text{NH})^\bullet$  et les racines de méthylène  $(\text{CH}_2)^\bullet$  où ont appelé ces racines (di radicaux) et être ancrés plus efficace et moins des racines de premier type, les radicaux libres positifs et la charge négative sont les racines de très efficace et très courte âge (Phaniendra et al. 2015).

#### I.2.4. Espèces des radicaux libres :

##### I.2.4.1. Les radicaux libres oxygénés :

La source de vie des organismes aérobies est l'oxygène. Pourtant, l'oxygène peut également servir de source d'agression pour ces organismes. Les espèces productrices d'oxygène actives lors du métabolisme de l'oxygène sont des messagers secondaires impliqués dans l'activation de plusieurs voies de signalisation intracellulaires. Ces espèces, produites en trop grande quantité, vont attaquer les constituants de la cellule et menacer son intégrité (Vatansever et al. 2013).

Le **tableau (I.2)** énumère les nombreux types d'oxygène actifs, les petites molécules non carbonatées.

**Tableau (I.2):** présenté Les différentes formes actives de l'oxygène.

| Espaces              | Réaction        | Ref   |                                 |
|----------------------|-----------------|---|---------------------------------|
| Anion super-oxyde    | $O_2^{\circ}$   | $2O_2^{\circ} + 2H^+ \rightarrow O_2 + H_2O_2$                    | (Lubec 1996)                    |
| radical hydroxyle    | $HO^{\circ}$    | $H_2O_2 + O_2^{\circ-} \rightarrow HO^{\circ} + O_2 + HO^{\circ}$ | (Gardès-Albert and Jore 2005)   |
| radical peroxyde     | $ROO^{\circ}$   | $R^{\circ} + O_2 \rightarrow RO_2^{\circ}$                        | (Kruidenier and Verspaget 2002) |
| Oxyde nitrique       | $NO^{\circ}$    | $H_2O_2 + O_2^{\circ-} \rightarrow HO^{\circ} + O_2 + HO^{\circ}$ | (Turrens et al. 1985)           |
| Peroxynitrite        | $ONOO^{\circ}$  | $NO^{\circ} + O_2^{\circ-} \rightarrow ONOO^{\circ-}$             | (Turrens et al. 1985)           |
| radical nitrosyle    | $ONOOH^{\circ}$ |   | (Turrens et al. 1985)           |
| Oxygène singlet      | $^1O_2$         | $O^{\circ} - O^{\circ} \rightarrow ^1O_2$                         | (Tang et al. 2021)              |
| Peroxyde d'hydrogène | $H_2O_2$        | $H_2O_2 + Fe^{2+} \rightarrow HO^{\circ} + Fe^{3+} + HO^{\circ}$  | (Papazian and Roch 2008)        |

#### I.2.4.2. Les radicaux libres non oxygénés :

Les espèces libres non oxygénées sont les produits des réactions de certaines molécules avec les espèces réactives déviées de l'oxygène (ERO).

Les produits de certaines molécules réagissant avec des espèces réactives dérivées de l'oxygène (ERO) sont les espèces exemptes d'oxygène.

Ils peuvent, à un moment donné, réagir avec d'autres molécules et être à l'origine de la multiplication des réactions d'oxydation et des dommages oxydatifs.

Nous utiliserons à titre d'illustration les acides gras peroxydés, qui résultent de l'action d'espèces oxygénées sur les membranes biologiques.

De plus, les protéines, les amines et les acides nucléiques peuvent interagir avec l'ERO généralement observé dans les molécules réactives (Sifer et al. 2011; Lesgards 2000).

### I.2.5. Les stress oxydatifs :

La définition du stress oxydatif est un déséquilibre entre les substances qui produisent des radicaux libres (pro-oxydants) et les substances qui se défendent contre les radicaux libres (antioxydants). Les cibles privilégiées de ces oxydations sont l'ADN, les lipides membranaires ou encore les protéines.

Ce déséquilibre est causé soit par une surproduction d'espèces radicalaires, soit par un affaiblissement des défenses anti-radicalisation de l'organisme (Rehman et al. 1999).

#### a) Oxydation des protéines :

Toute altération de la constitution structurale complexe d'une protéine, en particulier l'oxydation, a un impact significatif sur son activité et sa fonction. Les protéines qui ont été oxydées sont souvent inactives.

Dans ces circonstances, l'accumulation de protéines entraîne des dommages cellulaires observés dans diverses maladies.

#### b) Oxydation de l'ADN :

L'ADN est sensible aux dommages oxydatifs, tout comme les protéines, mais il existe des mécanismes enzymatiques sophistiqués pour réparer les dommages de l'ADN (Boiteux and Jinks-Robertson 2013).. Sans de tels mécanismes, la stabilité monétaire serait très mauvaise.

La majorité des dommages oxydatifs à l'ADN sont donc réparés sans entraîner de maladie, mais les dommages à l'ADN peuvent être utilisés comme marqueur du stress oxydatif. Les dommages à l'ADN peuvent prendre la forme d'altérations de base, d'enchaînements protéiques croisés et de cassures de taches brunes.

Chacune de ces réactions a le potentiel d'être mutagène et a la capacité d'empêcher la réplication de l'ADN. Ces facteurs peuvent aider à expliquer en partie le risque accru observé chez les patients diabétiques et cancéreux.

#### Oxydation lipidique :

Le processus de peroxydation des lipides (lipoperoxydation) provoqué par la dégradation oxydative des AGPI est un phénomène de radicaux libres agissant comme agents

## **Généralité sur le plant *Ephedra alata* (*Ephedra alata* D.C.)**

---

thérapeutiques. Ce phénomène est causé par un mécanisme de réaction en chaîne qui se traduit par la libération d'aldéhydes et de lipoperoxydes instables à l'intérieur de la membrane. Ils sont capables de poursuivre une agression sévère dans le temps et à distance. Ces produits d'oxydation peuvent être cytotoxiques, chimiquement réactifs et avoir d'autres effets nocifs (CHELGHOU M 2015).

Il est crucial de rappeler que la peroxydation des lipides est un processus biochimique qui se produit normalement dans les cellules saines dans des conditions physiologiques.

Elle fonctionnerait comme un régulateur de la division cellulaire. Cependant, ses effets parfois destructeurs et déstabilisants sur les phospholipides membranaires cellulaires entraînent de nombreuses altérations aux effets parfois irréversibles.

Les modifications apportées par la lipoperoxydation comprennent :

- ❖ Altération de la bicouche phospholipidique.
- ❖ Altération des membranes cellulaires et des organes.
- ❖ Altération du métabolisme et du comportement.

Le processus de lipoperoxydation consiste en la radicalisation d'une molécule d'acide gras par sa déshydrogénation (via la capture d'atomes d'hydrogène, d'électron et de proton), suivie de la fixation d'une molécule d'oxygène entretenue par la présence d'oxygène (Catalá 2010).



avant que des odeurs indésirables et un processus de détérioration lent ne se produisent(Lourenço et al. 2019).

Cependant, pour que les antioxydants soient efficaces, ils doivent être inclus le plus tôt possible dans le processus de fabrication. Ils ne peuvent pas réellement inverser la réaction d'oxydation ; ils ne peuvent que le ralentir ou l'arrêter(Lobo et al. 2010).

### **I.2.6.2. Classification des antioxydants :**

#### **a) Les antioxydants synthétiques :**

Parce qu'ils sont efficaces et plus abordables que les antioxydants naturels, les antioxydants synthétiques comme le butylhydroxyanisole (BHA), le butylhydroxytoluène (BHT), le gallate propylée (PG) et la tétrabutylhydroquinone (TBHQ) sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire. Cependant, en raison de la nécessité de rechercher des matériaux de remplacement à base de sources naturelles, tels que les antioxydants alimentaires, leur sécurité est vivement contestée(Wang et al. 2003).Cependant, il a été démontré que ces antioxydants synthétiques peuvent être toxiques(Yu et al. 2000).En effet, en augmentant la séquestration des enzymes hépatiques et extra-hépatiques, le BHA transformerait certains composés ingérés en molécules cancérigènes ou toxiques.Le rat ressentirait les effets cancérigènes du BHT (Ito et al. 1985).

#### **❖ Le Butylhydroxyanisole (BHA) :**

C'est un produit qui ne se trouve pas dans la nature mais qui est produit par la butylation du produit paraméthoxyphénol.

Le BHA a deux formes (**Figure I.3**), et chaque forme émet une odeur phénolique et se dépose dans les lipides. L'une des principales caractéristiques de ces produits est leur capacité à agir comme agent antioxydant même lorsqu'ils sont chauffés à haute température. En conséquence, certains pays autorisent l'ajout de BHA à des concentrations allant jusqu'à 200 ppm(Abeyrathne et al. 2021).

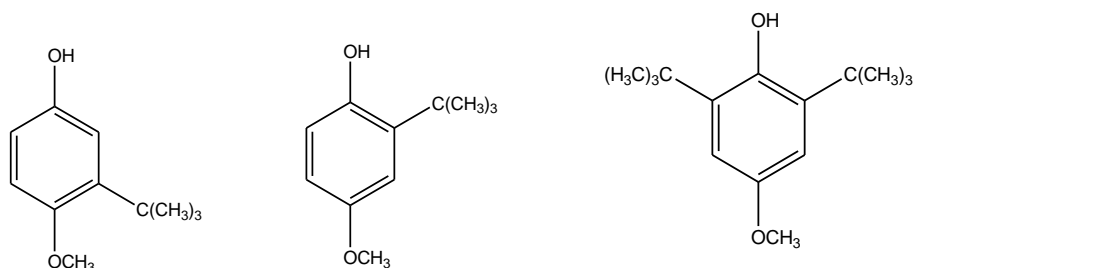
#### **❖ Le Butylhydroxytoluène (BHT) :**

C'est un produit qui n'existe pas dans la nature et qui est fabriqué pour être utilisé dans les produits pétroliers, les produits alimentaires et d'autres produits avant d'être vendu sur le marché.

## Généralité sur le plant *Ephedra alata* (*Ephedra alata* D.C.)

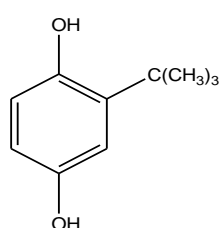
---

Le BHT est un sous-produit de couleur blanche que l'on pense être une substance cristallisée sans odeur. Il ne se dissout pas dans l'eau mais le fait dans d'autres solvants organiques et liquides à la place.

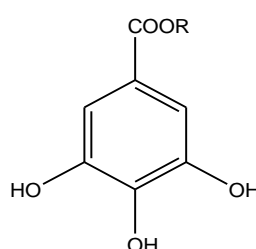


**Tertiobutyl hydroxyanisole (BHA)**

**tert-butyl hydrox toluène (BHT)**



**Tertiobutyl hydroquinone (TBHQ)**



**Esters de l'acide gallique**

**R=C<sub>3</sub>H<sub>7</sub> galate de propyle**

**R=C<sub>8</sub>H<sub>17</sub> gallate d'octyle**

**R=C<sub>12</sub>H<sub>25</sub> gallate de dodécyle**

**Figure (I.3):** Quelques antioxydants de synthèse.

### **b) Les antioxydants aux sources naturelles :**

L'utilisation empirique d'antioxydants naturels est une pratique très ancienne pour la préservation du vivant. Depuis quelques années, on assiste à un regain d'intérêt pour la recherche de nouveaux antioxydants naturels depuis la génération actuelle d'antioxydants synthétiques, tels que le BHT et le BHA, ne serait pas à l'abri de la toxicité.

Les nombreux bienfaits des fruits et légumes pour la santé sont liés à leur faible teneur en calories et à leur richesse en fibres, minéraux, vitamines et autres micronutriments. Certains de ces micronutriments commencent à se démarquer comme étant plus cruciaux pour la santé de notre corps car ils aident à le protéger contre les maladies dégénératives comme le cancer, les maladies cardiovasculaires et autres. C'est le cas des antioxydants, dont les fruits et légumes sont l'une des principales sources alimentaires. Environ un gramme de polyphénols est consommé quotidiennement par l'homme via l'alimentation, soit dix fois plus que la

vitamine C ou D, et on estime que les fruits et légumes représentent la moitié de ces apports(Cuendet 1999).

### **❖ La vitamine C ou l'acide ascorbique :**

C'est une espèce chimique hydrosoluble, ou soluble dans l'eau. Elle fonctionne comme un antioxydant particulièrement efficace contre les dommages causés à l'organisme par les radicaux libres. Même si la majorité des mammifères sont capables de synthétiser cette vitamine, le corps humain a perdu cette capacité avec le temps. Il est donc nécessaire de l'incorporer quotidiennement dans des aliments comme les fruits et légumes. Certains fruits et légumes, en particulier ceux qui sont sous leur forme brute, sont très riches en vitamine C. Les exemples incluent le pavot rouge, l'orange, le cédrat, le pamplemousse, la framboise, le brocoli frais, la tomate, etc. En plus de ses propriétés anti-oxydantes, la vitamine C est un micronutriment essentiel (Carr and Maggini 2017).

### **Les tocophérols :**

Les quatre molécules qui composent le tocophérol - l'alpha-tocophérol (le plus actif), le bêta-tocophérol, le gamma-tocophérol et le delta-tocophérol - sont considérées comme des composés de vitamine E liposolubles (solubles dans un corps gras). La vitamine E antioxydante aide à neutraliser les radicaux libres qui peuvent s'accumuler dans les tissus adipeux et les membranes lipidiques de l'organisme, et elle joue également un rôle crucial dans la protection de la membrane cellulaire. D'une manière générale, les bonnes sources de vitamine E comprennent les huiles végétales, les noix, céréales et légumes à feuilles vertes(Lakhan et al. 2021).

### **Les éléments minéraux :**

Il existe un certain nombre d'éléments minéraux présents dans les grains et les baies d'argousier, dont au moins 24 dans le jus, notamment l'azote, le phosphore, l'aluminium, le calcium, le fer et le manganèse....

#### *Le Fer :*

Est un antioxydant puissant qui a un rôle protecteur pour le système cardiovasculaire et est essentiel pour le fonctionnement du cerveau. De plus, cela affecte les muscles, le foie et même la production de sperme. Cet oligo-élément est votre allié dans la lutte contre le stress, le cancer, les maladies cardiovasculaires et autres maladies. Il renforce également l'immunité

## Généralité sur le plant *Ephedra alata* (*Ephedra alata* D.C.)

et protège contre les cataractes dans les yeux. Il prévient le vieillissement général de l'organisme et neutralise les radicaux libres et les toxines, y compris celles produites par la consommation d'alcool et de tabac.

### *LE Zinc:*

Ce minéral a un rôle crucial dans notre système immunitaire, notre système nerveux, notre sexualité, notre santé générale et notre fertilité. Les aliments riches en zinc comprennent : le bœuf, le soja, les crustacés, les fruits de mer, les viandes, le pain complet, les œufs jaunes, les amandes, les noix et les noisettes.

### ❖ Les composés phénoliques :

Les composés phénoliques sont un groupe de molécules largement distribuées dans le règne végétal. Ils peuvent être trouvés dans toutes les plantes, des racines aux fruits.

L'expression "composés phénoliques" fait référence à une variété de produits chimiques regroupés en une famille. Différents composés appartenant à une même famille se distinguent les uns des autres par la nature et l'emplacement des substitués qui se fixent sur un squelette aromatique commun. Les deux principales catégories sont des composés qui ne sont pas des flavonoïdes et des flavonoïdes. **Tableau (I.3)** résume les principales Activités biologiques des composés phénoliques et là plus connu à partir la médecine traditionnelle et médecine moderne.

**Tableau (I. 3) :** Activités des composés phénoliques en biologie.

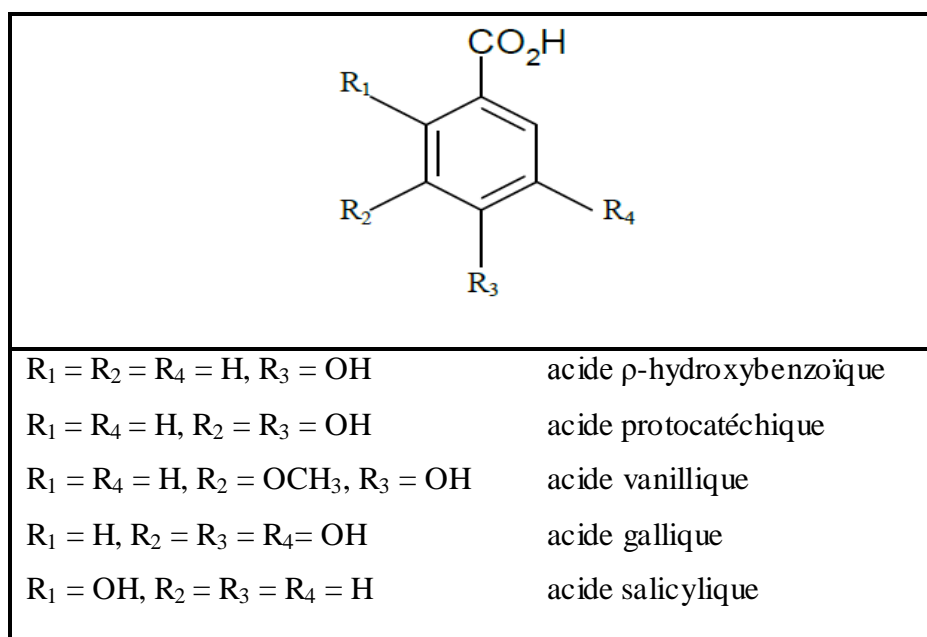
| POLYPHENOLS                             | ACTIVITES  |
|---|--|
| <b>Acides Phénoliques</b>               | Antibactériennes, Antifongiques et Antioxydantes   |
| <b>Coumarines</b>                       | Protectrices vasculaires et antioedémateuses   |
| <b>Flavonoïdes</b>                      | Antitumorales, Anticarcinogènes, Anti-inflammatoires, Antioxydantes, Antidiabétiques et diurétiques      |
| <b>Anthocyanes</b>                      | Protectrices capillaro-veineux   |
| <b>Proanthocyanidines</b>               | Effets stabilisants sur le collagène, Antioxydantes, Antitumorales, Antifongiques et Anti-inflammatoires |
| <b>Tannins galliques et catéchiques</b> | Antioxydantes  |

❖ Les composés non flavonoïdes :

Les acides phénoliques et stilbènes sont inclus dans la catégorie des composés qui ne sont pas des flavonodes. Ils n'ont pas de squelettes de flavones.

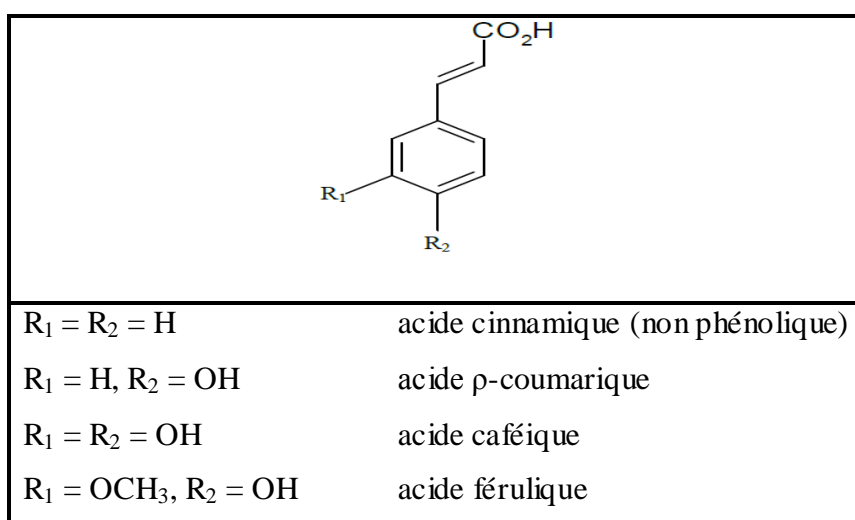
*Les acides phénoliques :*

Les premiers dérivés du benzoïque, qui est constitué d'un squelette de sept atomes de carbone, sont distingués (**Figure I.4**).



**Figure (I.4):** Les dérivés de l'acide  $\rho$ -hydroxybenzoïque.

D'autres composés phénoliques sont également présents, comme les dérivés d'acides hydroxycinnamiques structurés en C6-C3 (**Figure (I.5)**), largement distribués dans les végétaux supérieurs, l'acide  $\rho$ -coumarique étant le plus important.



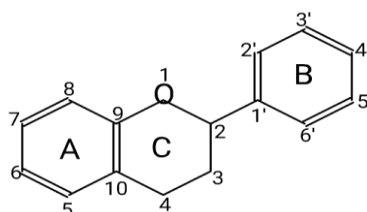
**Figure (I.5):** Les acides hydroxycinnamiques.

L'ester quinique de l'acide caféine, dit acide chlorogénique, fait partie des hydroxycinnamiques qui ont été estérifiés et sont largement distribués dans les fruits. Cette substance a un rôle dans les mécanismes de brunissement enzymatique. La sa quinone est très réactive et capable de répondre par une voie d'oxydation fermée (Geng et al. 2023).

Les acides hydroxybenzoïques (squelette (C6-C1) (**Figure.II.3**)) se trouvent rarement dans les fruits mais peuvent être détectés après dégradation des flavonoïdes, et notamment après déglycosylation. Ces substances sont fréquemment présentes sous forme liée et peuvent contribuer à la formation de structures complexes, telles que des tanins hydrolysables. Les esters de l'acide gallique se retrouvent dans certains fruits notamment la galatte d'épicatéchine qui entra dans la composition des tanins condensés du raisin(Ow and Stupans 2003).

### ❖ Les composés flavonoïdes :

Un squelette de base composé de dix atomes de carbone (C6-C3-C6) avec deux cycles benzéniques A et B reliés par une chaîne de trois atomes de carbone (correspondant à la phényl-2 benzopyrone) caractérise les flavonoïdes; la numérotation notée sera utilisée pour les différentes sous-classes de flavonoïdes. Ces derniers se distinguent par le degré d'oxydation du cycle pyrane; ils comprennent les anthocyanes, les flavonols, les flavanols et d'autres classes comprenant les flavones, les flavanones et les dihydrochalcones.

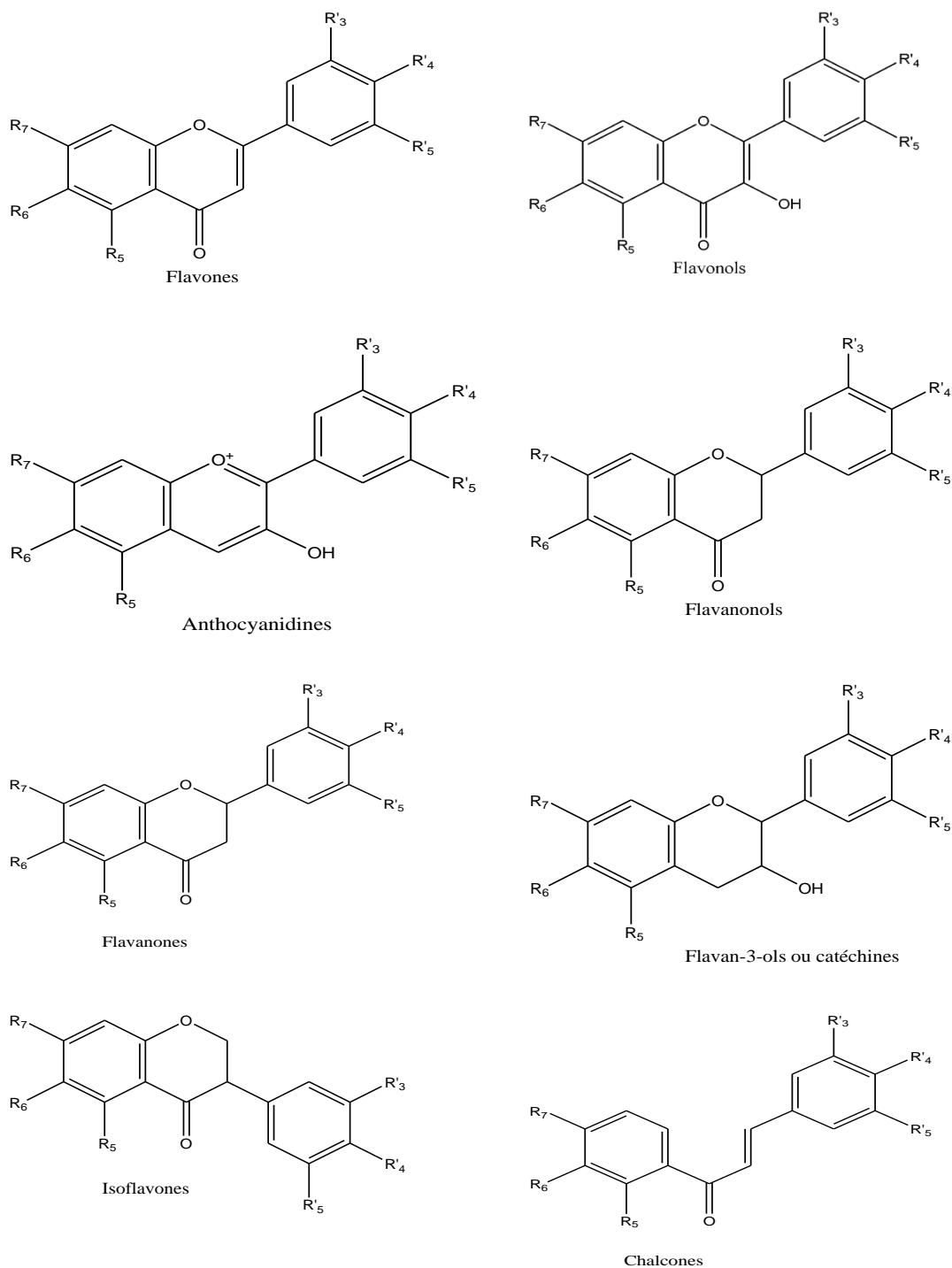


**Figure (I.6):** Structure de base des flavonoïdes : la phényl-2 benzopyrone.

Le nom de « flavonode », d'abord utilisé par Geissman et Hinreiner (Lisco et al. 2023), désigne tout composé dont les structures sont basées sur celles de la flavone, la phényl-2 benzopyrone (**Figure I.6**). Leur précurseur commun, la 4, 2, 4', 6'-tétrahydroxychalcone, sert de base à leur biosynthèse (**Figure I.6**). Cette chalcone subit une conversion enzymatique en plusieurs classes de flavonodes ; la structure varie en fonction du degré d'oxydation du squelette de base et du placement des substitués sur le noyau central(De Gubernatis 2011).

## Généralité sur le plant *Ephedra alata* (*Ephedra alata* D.C.)

Les plus importants sont les flavones et les flavonols, les pigments jaunes, les anthocyanidines, les pigments bleus et rouges des fruits et des fleurs, les catéchines, les flavanones, les flavanols, les chalcones, les isoflavones, etc. **Figure (I.7).**



**Figure (I.7):** Structures des différentes classes des flavonoïdes.

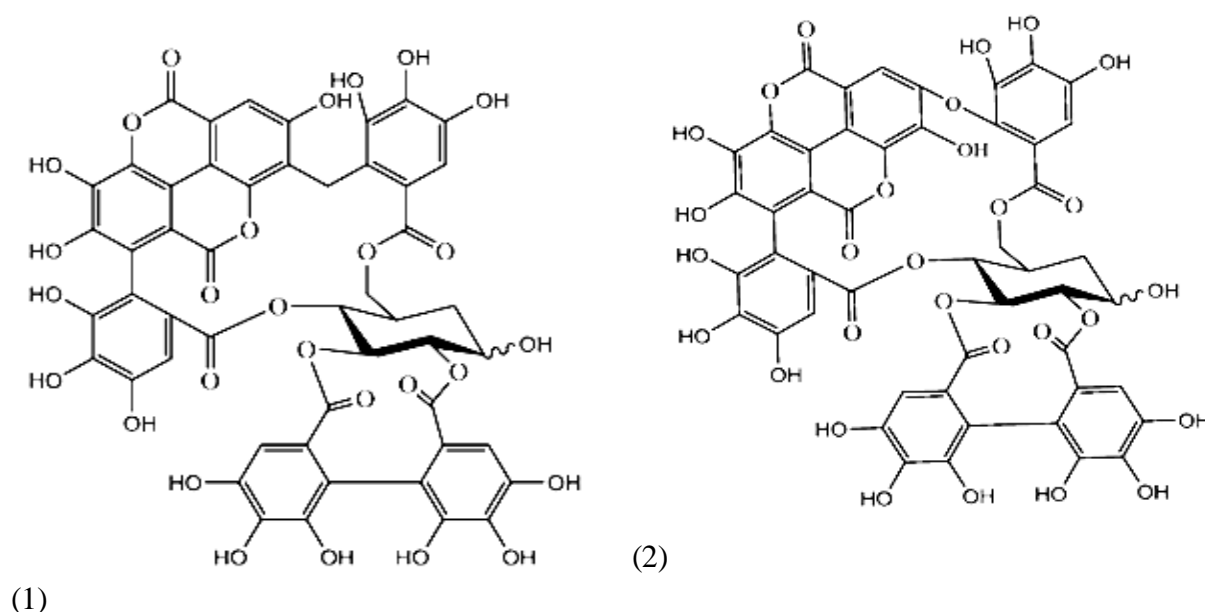
❖ Les tanins :

Le mot tanin vient de la capacité d'un ingrédient à tanner la peau animale, la transformant en cuir. Les tanins sont une classe de polyphénols de haut poids moléculaire. Associés aux glucides, aux protéines et aux enzymes digestives, les tanins, molécules fortement hydroxylées, peuvent créer des complexes insolubles qui diminuent la digestibilité des aliments. Ils peuvent être liés à la cellulose et à une variété de composants minéraux(Ref'at et al. 2008).

La distinction se fait entre tanins hydrolysables et condensés.

*Les tanins hydrolysables :*

Ces tanins sont des dérivés de l'acide gallique qui ont été condensés sur un dérivé glycosylé. Ils contiennent à la fois de l'acide gallique et les produits de condensation de son dimère, l'acide hexahydroxydiphénylacétique (1,2). Comme leur nom l'indique, ces tanins subissent facilement une hydrolyse acide et basique ; ils le font en étant hydrolysés par des enzymes et de l'eau chaude(Conrad et al. 1998).

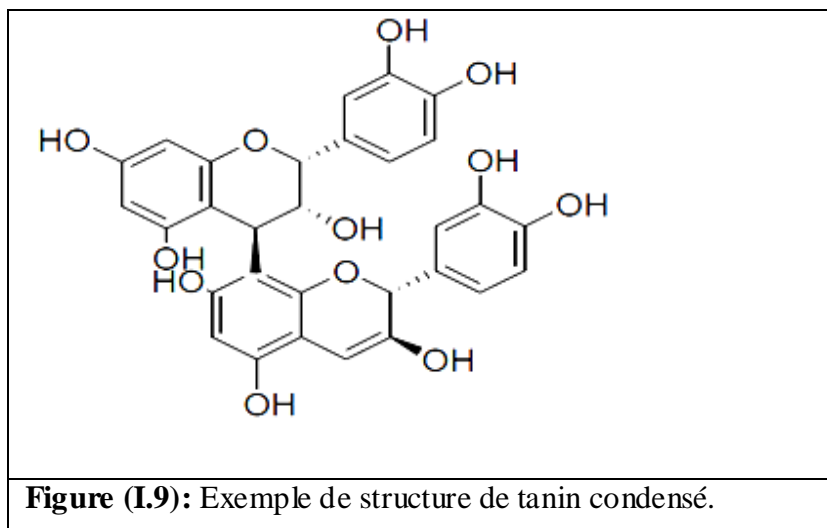


**Figure (I.8):** Exemple de structure hydrolysable de tanin.

*Les tanins condensés :*

Les proanthocyanidols, souvent appelés tanins concentrés, sont une sorte de polymère flavonoïde. Ils sont constitués d'unités de flavan-3-ols reliées entre elles par des liaisons

carbone-carbone le plus souvent 4→ 8 ou 4→ 6, qui se forment lorsqu'un flavanyle dérivé d'un flavan-4-ol ou d'un flavan-3,4 -diol se couple à une position nucléophile (C-8, plus rarement C-6) d'une autre unité, généralement un flavan-3-ol(Conrad et al. 1998).



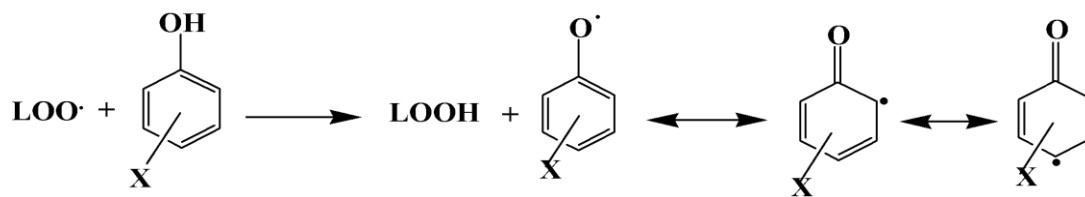
### I.2.7.Mécanisme d'action des antioxydants :

#### ❖ Antioxydants de rupture de chaînes :

La catégorie des antioxydants à l'origine des ruptures de chaîne est celle qui est la plus fréquemment évoquée dans les mécanismes d'oxydation. Ce sont des produits (BH) capables d'arrêter la réaction d'antioxydation en agissant comme donneurs d'hydrogène sur un radical formé lors de la phase de propagation du procédé (ROO<sup>·</sup> ou allyle R<sup>·</sup>), conduisant à un radical stable (B<sup>·</sup>).



Il est crucial de garder à l'esprit que l'apport d'oxygène à un radical R<sup>·</sup> lors de la réaction d'antioxydation se fait extrêmement rapidement, favorisant la réaction (2). Les antioxydants les plus importants, ceux de type phénolique, réagissent selon ce mécanisme. L'antioxydant phénolique décompose un atome d'hydrogène pour créer un radical intermédiaire stable qui se réorganise ensuite pour créer une structure quinonique(Madhavi et al. 1995).



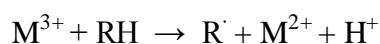
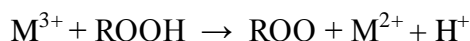
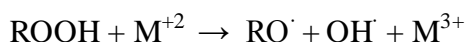
**Figure (I.10):** Mécanisme de l'activité d'un antioxydant vis-à-vis d'un radical d'acide gras.

❖ **Synergisme** (du mot grec synergos, qui signifie «travailler ensemble»): est le phénomène dans lequel une combinaison de deux ou plusieurs composés produit plus d'activité physiologique que ce qui serait prédit sur la base de l'efficacité des composants individuels. Bien que le rôle précis de la synergie des antioxydants soit inconnu, nombre de ces effets seraient causés par des agents tels que les désactivateurs de métaux ou les agents chélatants qui éliminent ou réduisent les effets des métaux qui catalysent l'antioxydation des lipides.

❖ **Action pro oxydante :**

Les produits chimiques pro-oxydants augmentent la probabilité d'initiation de la chaîne, ce qui favorise la génération de radicaux. La majorité d'entre eux sont des traces métalliques sous forme de sels. Ces métaux vont orienter l'évolution de l'hydroperoxyde vers la réaction de scission O-O-, conduisant à la génération de radicaux qui joueront le rôle de catalyseurs de la réaction d'autooxydation.

❖ Il existe plusieurs façons pour un métal de revenir à son état initial, et chacune d'elles produit des radicaux libres qui déclenchent la réaction d'oxydation(Phaniendra et al. 2015).



**Figure (I.11) :**Action pro-oxydante des métaux.

Cependant, gardez à l'esprit que la nature du métal, ainsi que le type de composant organique auquel il est relié par une liaison ionique, influent sur l'activité prooxydante.

### I.2.8. Les principales méthodes d'évaluation de l'activité antioxydant :

Numerous methods exist for assessing the antioxidative properties of substances, which can either be qualitative or quantitative. The relatively few qualitative methods for determining the antioxidative activity of compositions often include the coloring or desaturating of a particular reaction in the presence of antioxidizing substances. Chromatography on thin-layer (CCM) and high-performance liquid chromatography (HPLC), which produce colored reactions in the presence of such substances, are two of the most used methods for detecting antioxydants (Benayoun et al. 2019).

The majority of methods rely on the use of systems that produce a wide range of radicaux. It mostly involves "d'inhibition" techniques that include a chemical species that can produce free radicals and a material that can recognize those chemical species. The instrument used to measure the antioxidative power of the substance can prevent the production of radicals. A unique method that might reflect the antioxydant profile of an échantillon does not exist due to the complexity of oxydation processes. This is why many tests to measure antioxidative power are conducted (Belkheiri 2010).

Recently, electrochemical methods have been described for testing antioxidative properties due to the ability to provide quantitative and qualitative information on electrochemical processes in order to comprehend their behavior. It is a good method for studying reactions involving electron transfers because it makes it possible to obtain oxidized or reduced species without adding oxidizing or reducing agents.

Cependant, les méthodes électrochimiques seules (voltampérométrie cyclique, onde carrée, chronoampérométrie...etc.) (BELALEM et al.).

Une mesure efficace de l'activité antioxydante peut être effectuée à l'aide de la voltamétrie cyclique. Elle ne demande pas de procès. La méthode offre un voltammogramme reproductible qui peut être obtenu en quelques minutes. Il est possible de calculer l'activité antioxydante à l'aide d'une formule simple (Midoun 2011).

---

*chapitre 99 :*  
*Généralité sur*  
*nanoparticules d'oxydes*  
*métalliques*

---

### **II.1. Généralité sur nanoparticules d'oxydes métalliques "cas d'oxyde de zinc"**

Les nanotechnologies ont récemment gagné en importance en tant que branche essentielle de la science moderne, marquant une nouvelle ère dans le domaine de la recherche sur les matériaux. En raison de leur large éventail d'applications, elles suscitent l'intérêt de nombreux scientifiques à travers le monde. Les bionanomatériaux sont préparés en utilisant diverses techniques et méthodes physiques, chimiques et biologiques. De nombreuses nanoparticules de différents métaux et oxydes métalliques sont produites par des systèmes biologiques tels que les champignons, les bactéries, les actinomycètes, les levures, les virus et les plantes. Parmi tous ces matériaux, les nanoparticules d'oxyde de zinc biocompatibles (ZnO NPs), obtenues par biosynthèse à l'aide de matériaux, semblent être une plateforme de production et d'application très efficace pour créer des produits rapides, propres, non toxiques et respectueux de l'environnement.

Notre étude se concentre sur l'exploration des propriétés des ZnONPs, approfondissant ainsi notre compréhension de cette substance.

#### **II.1.1. Les nanomatériaux**

Les nanomatériaux ont émergé comme une classe fascinante de matériaux, comprenant une vaste gamme d'exemples dont au moins une dimension se situe dans la plage de 1 à 100 nm. Grâce à la conception rationnelle des nanomatériaux, il est possible d'obtenir des surfaces exceptionnellement élevées. Ces nanomatériaux peuvent présenter des propriétés magnétiques, électriques, optiques, mécaniques et catalytiques remarquables, qui diffèrent considérablement de celles de leurs homologues en vrac. Les propriétés des nanomatériaux peuvent être ajustées selon les besoins en contrôlant précisément leur taille, leur forme, les conditions de synthèse et leur fonctionnalisation appropriée.

#### **II.1.2. Les nanoparticules métalliques " oxyde de zinc "**

Des scientifiques spécialisés dans les matériaux ont synthétisé et développé des nanoparticules de ZnO (oxyde de zinc) en tant que forme de nanotechnologie. Les ZnO NPs présentent plusieurs caractéristiques distinctives, notamment leurs propriétés optiques, électriques, photocatalytiques et antimicrobiennes. Ces caractéristiques uniques permettent l'utilisation du ZnO dans diverses applications environnementales et sanitaires. (Moghaddas et al. 2020). Les nanoparticules de ZnO (ZnO NPs) ont l'avantage d'avoir une faible toxicité et d'être biodégradables. Cela en fait d'excellents supports nanométriques pour la délivrance de divers médicaments. Grâce à leur taille réduite et à leurs propriétés particulières, les ZnO NPs peuvent être utilisées pour encapsuler, transporter et libérer efficacement des médicaments dans des applications médicales. Cette capacité de délivrance ciblée offre de nouvelles

opportunités pour améliorer l'efficacité thérapeutique et réduire les effets secondaires indésirables. (Hu et al. 2011; Kalpana and Devi Rajeswari 2018). Les nanoparticules de ZnO (ZnO NPs) possèdent une énergie de liaison de 60 meV et une bande d'énergie de 3,37 eV, ce qui leur confère une excellente stabilité chimique, électrique et thermique. Leurs propriétés uniques peuvent être facilement modifiées en ajustant la morphologie des ZnO NPs à travers différentes méthodes de synthèse, l'utilisation de différents matériaux de départ ou de modificateurs lors de la fabrication de ces nanomatériaux. (Kalpana and Devi Rajeswari 2018). En raison de son abondance, de sa faisabilité et de son accessibilité, le zinc et l'oxyde de zinc jouent un rôle essentiel dans de nombreuses transformations organiques. Ils sont largement utilisés comme catalyseurs dans une variété de réactions de formation de liaisons telles que les réactions C-N, C-O et C-S. Grâce à leurs propriétés catalytiques, le zinc et l'oxyde de zinc facilitent ces réactions chimiques en favorisant la formation de nouvelles liaisons entre les atomes de carbone et d'autres éléments tels que l'azote, l'oxygène et le soufre. Cela ouvre la voie à la synthèse de composés organiques importants dans divers domaines de la chimie et de la recherche. (Kumar and Chen 2008). Récemment, les nanoparticules de ZnO (ZnO NPs) suscitent l'attention des chercheurs en raison de leur contribution potentielle à la résolution des problèmes environnementaux. Cependant, des efforts supplémentaires doivent être déployés pour la synthèse des ZnO NPs, ce qui nécessite la réduction de l'énergie de la bande interdite du photocatalyseur par le dopage avec des métaux ou des non-métaux. Ce processus de dopage permet de modifier les propriétés du matériau, notamment ses propriétés photocatalytiques, afin d'améliorer son efficacité dans des applications environnementales telles que la dégradation des polluants et la purification de l'eau. En explorant différentes méthodes de dopage, il est possible d'optimiser les performances des ZnO NPs en tant que photocatalyseurs, ouvrant ainsi la voie à des avancées significatives dans le domaine de la résolution des problèmes environnementaux. (Sanakousar et al. 2022). Les nanoparticules de ZnO (ZnO NPs) ont montré une forte activité antibactérienne contre des pathogènes alimentaires courants tels que *Listeria monocytogenes*, *E. coli*, *Campylobacter jejuni* et *Salmonella* spp. Elles ont donc un fort potentiel en tant que conservateurs alimentaires. (Dizaj et al. 2014). Les nanoparticules de ZnO (ZnO NPs) ont été approuvées comme sûres par la Food and Drug Administration (FDA). (Cornu 2019).

### **II.1.3. Méthodes de synthèse des nanoparticules d'oxydes métalliques**

Il existe deux principales techniques de synthèse des nanoparticules d'oxydes métalliques : l'approche physique, également appelée approche descendante, et l'approche chimique, connue sous le nom d'approche ascendante. Dans l'approche descendante, on part d'un

matériau en vrac et on cherche à le décomposer en objets à l'échelle nanométrique à l'aide de méthodes physiques. En revanche, dans l'approche ascendante, on construit la structure à partir des composants de base, tels que les atomes, les molécules ou les groupes de clusters, en les assemblant progressivement à partir d'une solution. Cette technique a séduit de nombreux chercheurs en raison de sa simplicité et de sa faisabilité au niveau du laboratoire, permettant ainsi de mener facilement des expériences.

Cependant, l'adaptation de ce processus à la production de grandes quantités de poudres à l'échelle industrielle n'est pas aussi simple. Néanmoins, une caractéristique avantageuse du traitement en solution est la possibilité de générer des nanoparticules encapsulées en utilisant des agents tensioactifs comme coque protectrice. Cela permet d'obtenir des nanoparticules présentant une grande homogénéité et une dispersion efficace dans le milieu. (Oskam 2006).

### **II.1.3.1. Synthèse des NPs par Sol-Gel**

Ces dernières années, le procédé sol-gel a été largement étudié pour la production de nanostructures d'oxydes métalliques dans divers domaines technologiques et d'ingénierie, en raison notamment de la maîtrise de la taille et de la forme des produits obtenus. Depuis la première fabrication de gel de silice par Ebelman en 1846, cette technologie s'est continuellement développée, et les matériaux sol-gel fabriqués ont trouvé de nombreuses applications présentant d'excellentes propriétés magnétiques, optiques, thermiques, électriques et mécaniques (Pierre, 2020).

La synthèse des solides implique souvent des réactions chimiques en milieu humide et une chimie colloïdale en solution, basées sur la conversion de précurseurs moléculaires en un réseau d'oxydes par hydrolyse et condensation. La morphologie joue un rôle essentiel dans l'amélioration des propriétés de tout matériau en optimisant le rapport surface/volume élevé, et le contrôle de la forme, de la taille et de la structure des particules dans les matériaux revêt une importance cruciale dans la conception de la prochaine génération de dispositifs et de matériaux thérapeutiques. La technologie sol-gel se révèle être un outil prometteur en chimie des matériaux pour la fabrication de nanostructures d'oxydes métalliques à structure contrôlée. Les oxydes métalliques synthétisés par le procédé sol-gel présentent d'excellentes propriétés électriques et optiques. L'examen des nanostructures d'oxydes métalliques obtenues grâce à la technologie sol-gel nous permet de mieux comprendre les facteurs qui influencent la taille et la forme des particules. En général, les additifs, les solvants, le temps de vieillissement et les traitements thermiques ultérieurs sont des paramètres importants pour contrôler la forme et la taille des éléments constitutifs des matériaux fabriqués (Pierre, 2020).

### II.1.3.2. Synthèse des NPs par processus hydrothermal

La synthèse hydrothermale est une approche basée sur les réactions en solution. Elle englobe la fabrication de matériaux en utilisant des solutions à des températures allant de l'ambiante jusqu'à des températures élevées. Cette méthode permet de contrôler la morphologie des matériaux à préparer en ajustant les conditions de basse pression ou de haute pression en fonction de la pression de vapeur de la composition principale dans la réaction. De nombreux types de nanomatériaux ont été avec succès synthétisés grâce à cette approche. La méthode hydrothermale présente des avantages significatifs par rapport à d'autres méthodes de synthèse. Elle permet la fabrication de nanomatériaux qui ne sont pas stables à des températures élevées. De plus, les nanomatériaux à haute pression de vapeur peuvent être produits par cette méthode avec une perte minimale de matériaux. La synthèse hydrothermale offre également un bon contrôle des compositions des nanomatériaux à synthétiser en utilisant des réactions chimiques en phase liquide ou multiphasées (Li et al., 2016).

### II.1.3.3. Synthèse des NPs par chimie verte

Pour surmonter ces limitations, une nouvelle ère d'approches et de méthodes de "synthèse verte" attire de plus en plus l'attention dans la recherche et le développement de la science et de la technologie des matériaux. La synthèse verte des nanomatériaux, réglementée par des processus de contrôle, de nettoyage et de remédiation, vise principalement à améliorer leur respect de l'environnement. Les principes fondamentaux de la synthèse verte peuvent être expliqués à travers plusieurs composants, tels que la minimisation des déchets, la réduction de la pollution et l'utilisation de solvants plus sûrs ou non toxiques, ainsi que de matières premières renouvelables.

Les méthodes de synthèse verte sont nécessaires pour éviter la production de sous-produits indésirables ou nocifs, en mettant en place des procédures de synthèse fiables, durables et respectueuses de l'environnement. L'utilisation de systèmes de solvants et de ressources naturelles idéales, tels que les systèmes organiques, est essentielle pour atteindre cet objectif.

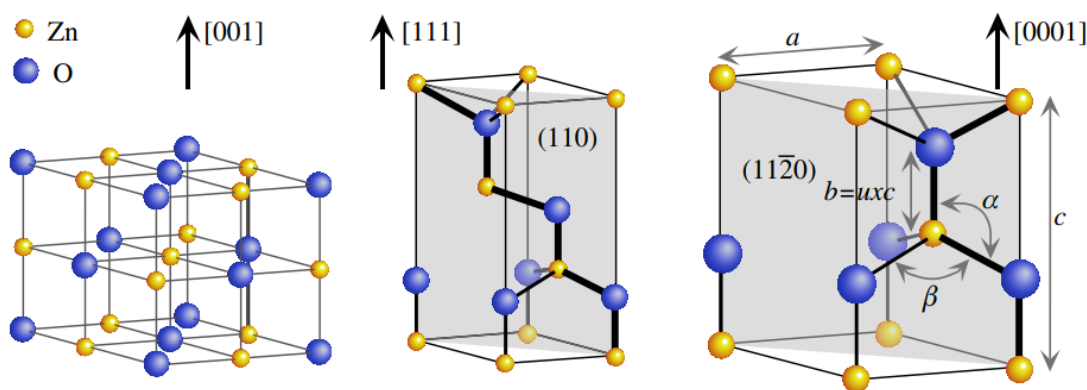
La synthèse verte des nanoparticules métalliques a adopté l'utilisation de divers matériaux biologiques, tels que des bactéries, des champignons, des algues et des extraits de plantes. Parmi les méthodes écologiques disponibles pour la synthèse de nanoparticules d'oxydes métalliques, l'utilisation d'extraits de plantes est un processus relativement simple et facile permettant de produire des nanoparticules à grande échelle par rapport à la synthèse médiée par des bactéries ou des champignons. Ces produits sont communément appelés nanoparticules biogéniques (Li et Anastas, 2012; Anastas, 2013).

## II.1.4. Propriétés des nanomatériaux

Le passage des matériaux de l'état agrégé à l'état nanostructuré entraîne l'émergence de nouvelles propriétés spécifiques. Dans cette étude, nous souhaitons présenter un aperçu succinct des propriétés catalytiques, antimicrobiennes, optiques, magnétiques et vibrationnelles des nanoparticules. Nous mettrons en évidence quelques résultats sélectionnés issus d'études antérieures (Wu et al., 2020)

### II.1.4.1. Propriétés structurales

L'oxyde de zinc présente généralement trois structures cristallines : la structure hexagonale connue sous le nom de Würtzite, la structure blende et la structure du chlorure de sodium (Rock Salt) (Khan et al., 2011). La Figure (II.1) illustre ces différentes structures.



**Figure (II.1):** Les structures des cristaux d'oxyde de zinc comprennent la (a) NaCl (Rocksalt) (b) Zinc blende et (c) Würtzite (Yang 2008).

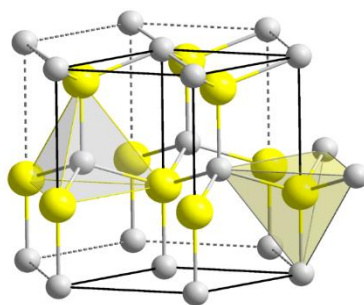
La structure würtzite (hexagonale) est la plus stable thermodynamiquement à température ambiante, la structure Blende (cubique) peut être déposée sur certains substrats de symétrie cubique, et la structure sel gemme est obtenue lorsque la structure würtzite est sous pression hydrostatique (10 - 15 GPa) La dernière étape est considérée comme stable et peut se poursuivre à pression atmosphérique (Yang 2008). Le **Tableau (II.1)** montre la différence entre les compositions de la blende de zinc et de la würtzite .

**Tableau (II.1):** Certaines différences entre les structures de ZnO (Yang 2008).

|                    | Paramètres de maille (Å°) | Coordination (Z) | Densité (g/cm <sup>3</sup> ) | Group spatial | Condition d'apparition (kpa) |
|--------------------|---------------------------|------------------|------------------------------|---------------|------------------------------|
| <b>Vurtzite</b>    | a= 3.2498<br>c=5 .2066    | 2                | 5.7                          | P63mc         | Pression atmosphérique       |
| <b>Zine blende</b> | A=4.28                    | 4                | 6.9                          | Fm3m          | Pression p≥100               |

## Généralité sur nanoparticules d'oxydes métalliques "cas d'oxyde de zinc"

Structure hexagonale compacte de type Würtzite décrite par deux réseaux hexagonaux compacts ; L'un  $Zn^{+2}$  et l'autre est déplacé de  $O^{-2}$  par le vecteur  $u = 0,379 c$ , qui correspond à la translation de courant entre les deux sous-réseaux. Il en résulte une structure avec un empilement de tétraèdres  $ZnO_4$  imbriqués les uns dans les autres. La **Figure (II.2)** montre le réseau primitif de la structure hexagonale Würtzite  $ZnO$  dont les paramètres de réseau sont :  $a = 3,2498 \text{ \AA}$  et  $c = 5,2066 \text{ \AA}$ .



**Figure (II.2):** Structure cristalline de  $ZnO$  (Würtzite)(Grotel et al. 2018).

En réalité, dans l'oxyde de zinc, l'atome de zinc se trouve à une distance de 0,11 du centre précis du tétraèdre, parallèlement à l'axe  $c$ . Contrairement à ce que l'on pourrait attendre d'un cristal entièrement ionique, les molécules d'oxygène conservent un certain degré d'individualité. Ce phénomène est causé par l'homopolymérisation des liaisons  $Zn-O$ . En ce qui concerne les principales caractéristiques structurales de l'oxyhydroxyde de zinc, comme indiqué dans le Tableau (II.2), la structure est sensiblement ouverte. En effet, les atomes de zinc et d'oxygène ne représentent qu'environ 40% du volume du cristal, laissant des espaces vides dans la plage de 0,95-  $\text{\AA}$ . Dans des circonstances particulières, les atomes de zinc en excès peuvent se déposer dans ces interstices ou occuper des positions interstitielles. Cette caractéristique explique plusieurs propriétés uniques de l'oxyde de zinc, telles que sa semiconductivité, sa photoconductivité, les phénomènes de luminescence, ainsi que ses propriétés catalytiques et chimiques.

**Tableau (II.2):** Principales caractéristiques cristallographiques du  $ZnO$ (Grotel et al. 2018).

| Réseau               | Hexagonale wurtzite      |                         |              |
|----------------------|--------------------------|-------------------------|--------------|
|                      | $a=3.2499\text{\AA}$     | $c=5.2060$              | $c/a=1.6019$ |
| Paramètres de maille | Suivant l'axe $c$        | $d=1.98\text{\AA}$      |              |
| Distance entre O     | Pour les autres voisins  | $d=1.98\text{\AA}$      |              |
| Rayon atomique       | $Zn^{+2}=0.60\text{\AA}$ | $O^{2-}=1.38\text{\AA}$ |              |

### II.1.4.2. Propriétés piézoélectriques

La piézoélectricité est la capacité de certains types de cristaux à se polariser électriquement sous l'influence d'une contrainte mécanique. Cette polarisation induite change de signe avec la contrainte mécanique appliquée et est proportionnelle à celle-ci. Ce phénomène est un exemple de piézoélectricité directe. L'introduction d'un champ électrique extérieur provoque une déformation mécanique du cristal, qui est l'effet piézoélectrique inverse. Les deux principaux avantages de la structure würtzite sont l'absence de centre de symétrie et la polarité des surfaces. De ce fait, la surface de ZnO peut être décrite comme une alternance de plans constitués des ions  $O^{2-}$  et  $Zn^{2+}$  selon l'axe C. Les surfaces chargées positivement (0001) en Zn et négativement (0001) en O résultent de l'antagonisme des paires d'ions. C'est ce qui provoque une polarisation spontanée selon l'axe C et la création d'un moment dipolaire. L'oxyde de zinc appartient à la catégorie des matériaux piézoélectriques. L'effet piézoélectrique le plus élevé de tout semi-conducteur est démontré par ZnO (constante diélectrique relative égale à 8,75) (Ha et al. 2005).

### II.1.4.3. Propriétés catalytiques

La catalyse est l'une des premières applications des nanoparticules. Depuis de nombreuses années, divers éléments et matériaux tels que l'aluminium, le fer, le dioxyde de titane, les argiles et la silice ont été utilisés comme catalyseurs à l'échelle nanométrique. Cependant, la compréhension adéquate de leur remarquable comportement catalytique n'a pas encore été entièrement réalisée. La grande surface des nanoparticules a un impact direct positif sur la vitesse de réaction et peut également expliquer leur activité catalytique. La structure et les propriétés de forme des matériaux à l'échelle nanométrique peuvent également influencer l'activité catalytique. L'ajustement précis des nanocatalyseurs en termes de composition (bimétallique, noyau-coquille ou supports), de forme et de taille permet une sélectivité accrue. Ainsi, il est important de comprendre comment les propriétés physiques des nanoparticules influencent leurs propriétés catalytiques et comment les paramètres de fabrication peuvent également affecter ces propriétés physiques. En comprenant mieux ces aspects, les scientifiques peuvent concevoir des nanocatalyseurs hautement actifs, sélectifs et durables. Ces avantages permettront d'utiliser plus efficacement les ressources, de réduire la consommation d'énergie et de minimiser la production de déchets dans les réactions chimiques industrielles, contribuant ainsi à atténuer l'impact environnemental de nos processus chimiques (Xie et al., 2007). Les nanoparticules sont reconnues comme les catalyseurs industriels les plus importants et leur application est étendue, allant de la fabrication de produits chimiques à la conversion et au stockage de l'énergie. L'activité

catalytique variable et spécifique des nanoparticules est attribuée à leur hétérogénéité et à leurs différences individuelles de taille et de forme.

### II.1.4.4. Propriétés magnétiques

Les nanoparticules magnétiques (MNPs) ont fait l'objet de nombreuses études au cours des cinquante dernières années et continuent de susciter l'intérêt en raison de leur utilisation potentielle dans divers domaines tels que le stockage de données haute densité et les applications biomédicales. Les propriétés uniques des MNPs découlent de leur taille nanométrique, qui diffère des matériaux en vrac en raison de leur rapport surface/volume élevé. Malgré la publication de nombreuses revues sur les MNPs, il manque une analyse mettant l'accent sur l'optimisation de leurs propriétés pour des applications spécifiques. L'objectif de ce rapport est de fournir une matrice de paramètres permettant de moduler et d'ajuster les propriétés des MNPs en fonction de leur utilisation finale. Ces dernières années, la synthèse des MNPs de différentes tailles, formes, compositions et structures noyau-enveloppe a considérablement progressé.

Cette revue se concentre sur les facteurs qui contribuent au contrôle et à l'optimisation des propriétés magnétiques clés des MNPs, notamment la magnétisation à saturation ( $M_s$ ), la coercivité ( $H_c$ ), la température de blocage (TB) et les temps de relaxation ( $t_N$  et  $t_B$ ). Les MNPs ont déjà trouvé des applications dans le domaine biomédical.

Pour illustrer le lien étroit entre la structure des MNPs et leurs propriétés, nous pouvons prendre l'exemple d'une application spécifique telle que la biodétection. Les MNPs présentant une magnétisation à saturation plus élevée sont préférées car elles offrent une sensibilité et une efficacité supérieures. Plusieurs études ont montré que l'augmentation de la taille des MNPs entraîne une augmentation linéaire de la magnétisation à saturation jusqu'à ce qu'elle atteigne une valeur maximale. L'impact de la géométrie sur les propriétés magnétiques est également étudié pour des applications en biocapture, bien que la corrélation entre l'aimantation et la forme soit moins directe. Des recherches récentes ont souligné la sensibilité croissante des MNPs cubiques en tant que plateforme de biocapteurs en raison de leur surface de contact accrue par rapport aux sphères.

La composition joue également un rôle crucial dans les propriétés magnétiques des MNPs. Cependant, en raison des préoccupations liées à la toxicité des éléments ou des composés utilisés, l'effet de la variation de composition a été principalement étudié pour des applications *ex vivo*. Par conséquent, les données relatives aux applications impliquant un contact biologique sont limitées.

Pour les biocapteurs implantables, tels que les systèmes de surveillance de la glycémie, la biocompatibilité constitue un défi majeur. Ces préoccupations ont été abordées en encapsulant les MNPs dans un revêtement approprié. La nature de ce revêtement est essentielle dans les MNPs à structure noyau-enveloppe, car il peut améliorer ou réduire significativement les propriétés magnétiques du noyau en fonction de l'interaction entre le ligand et la surface de la nanoparticule, de l'épaisseur relative du noyau et de l'enveloppe, ainsi que de la taille de la nanoparticule enrobée.

Dans cette revue, nous nous concentrons sur les paramètres suivants, qui peuvent être facilement modulés pour ajuster les propriétés magnétiques des MNPs en utilisant des méthodes de synthèse appropriées : (1) taille, (2) forme, (3) composition et (4) structure noyau-enveloppe. Cependant, pour donner un contexte, la section suivante présente brièvement les principes fondamentaux du nanomagnétisme (Garcia et al. 2007; Yoon et al. 2003; Fukumura et al. 2001).

### **II.1.4.5. Propriétés optiques**

Les nanomatériaux sont la pierre angulaire des nanosciences et des nanotechnologies. La taille pertinente des composants de nanomatériaux est de l'ordre de quelques centaines à quelques centaines de nm (Djurišić and Leung, 2006). Au niveau fondamental, il existe un réel besoin de mieux comprendre les propriétés des matériaux à l'échelle nanométrique. Sur le plan technologique, il existe une forte demande pour développer de nouvelles techniques permettant de fabriquer et de mesurer les propriétés des nanomatériaux et des dispositifs correspondants. Des progrès importants ont été accomplis au cours des dernières décennies sur les deux fronts. Il a été démontré que les matériaux à l'échelle nanométrique ont des propriétés physiques et chimiques uniques par rapport à leurs équivalents en vrac et que ces propriétés sont très prometteuses pour diverses applications technologiques (Djurišić and Leung, 2006).

L'un des aspects les plus fascinants et les plus utiles des nanomatériaux est leurs propriétés optiques. Les applications basées sur les propriétés optiques des nanomatériaux comprennent les détecteurs optiques, le laser, le capteur, l'imagerie, l'affichage, les cellules solaires, la photocatalyse, la photoélectrochimie et la biomédecine (Soosen Samuel et al., 2009). Parmi les nanomatériaux, les plus fascinants sont les matériaux composites contenant des nanoparticules métalliques (MNPs), qui sont désormais considérés comme une base pour la conception de nouveaux supports photoniques pour l'optoélectronique et l'optique non linéaire (Soosen Samuel et al., 2009).

Simultanément, avec la recherche et le développement de technologies modernes destinées à la synthèse de nanoparticules, une attention particulière a été consacrée à la conception de techniques permettant de contrôler la taille des MNPs. Ceci est dû au fait que les propriétés des MNPs, telles que l'effet de la taille quantique, la conduction monoélectronique, etc., nécessaires pour diverses applications, ont lieu jusqu'à une certaine taille (Soosen Samuel et al., 2009).

Un exemple d'application en optoélectronique est un prototype de circuit électronique intégré - une puce combinant des fils métalliques en tant que conducteurs de signaux électriques et des fibres en tant que guides de signaux optiques (Soosen Samuel et al., 2009).

### **II.1.4.6. Propriétés vibrationnelles**

L'étude des propriétés physiques des nanoparticules est un domaine de recherche important dans le domaine actuel, car ces particules constituent les éléments constitutifs des matériaux assemblés en grappes. Une compréhension détaillée des propriétés des nanoparticules est donc essentielle pour la fabrication contrôlée de matériaux nanostructurés. La densité des états vibrationnels (VDOS) joue un rôle clé dans la compréhension de plusieurs propriétés physiques des systèmes à l'état solide (Cheng et al., 2004). Le VDOS caractérise non seulement la dynamique du réseau du système, mais il détermine également de nombreuses autres propriétés telles que la vitesse du son, la capacité calorifique, le facteur de Debye-Waller, etc. Il est également l'un des facteurs clés qui influencent les transformations structurelles (martensitiques) des nanoparticules métalliques par le biais des contributions entropiques. Alors que les VDOS des matériaux nanocristallins - des matériaux polycristallins avec une taille de grain inférieure à 100 nm - ont été largement étudiés à la fois expérimentalement et théoriquement, les VDOS des nanoclusters isolés ont jusqu'à présent été exclusivement étudiés par les théoriciens. Dans cette étude, nous présentons les résultats de la densité vibrationnelle des états de nanoparticules de cuivre avec des diamètres allant de 4 à 20 nm. Nous examinons en particulier la dépendance de la taille sur le VDOS de ces particules. De plus, nous montrons comment l'analyse des voisins communs (ANC) peut être utilisée comme une méthode efficace pour classifier les atomes d'une configuration donnée en atomes du noyau, de la surface et de la subsurface (Sahai et Goswami, 2014).

### **II.1.4.7. Propriétés antimicrobiennes :**

Les métaux et les oxydes métalliques sont connus depuis des siècles pour leur activité antibactérienne. Par exemple, les pots en argent étaient utilisés pour purifier l'eau il y a environ 4000 ans. Les recherches récentes en nanophysique ont permis aux scientifiques d'étudier les propriétés antibactériennes de différentes nanoparticules métalliques. Bien que le

mécanisme exact de la toxicité antibactérienne des nanoparticules métalliques fasse encore l'objet de débats, trois mécanismes clés sont supposés être impliqués : premièrement, la production d'espèces réactives de l'oxygène (ERO) ; deuxièmement, le processus de libération d'ions ; et troisièmement, l'interaction des nanoparticules avec les membranes cellulaires. Les nanoparticules métalliques ont un potentiel plus élevé pour lutter contre les infections bactériennes que leurs homologues plus simples. Le mécanisme antibactérien est principalement influencé par la taille des nanoparticules.

Dans une étude récente, G. Jagathesan et P. Rajiv ont examiné le mécanisme antibactérien des nanoparticules d'oxyde de zinc de différentes tailles en utilisant un extrait de feuilles d'*Eichhornia crassipes*. Ils ont évalué ces nanoparticules contre les bactéries à Gram positif (+) (*Staphylococcus aureus*) et les bactéries à Gram négatif (-) (*Pseudomonas aeruginosa* et *Escherichia coli*) en utilisant la méthode de turbidité et la méthode de diffusion dans les puits. Les résultats de ces tests ont confirmé que les nanoparticules d'oxyde de zinc ont montré une bonne activité antibactérienne contre *S. aureus*, *P. fluorescens* et *E. coli*. Les nanomatériaux ont des effets bactéricides probables. Ils déclenchent la libération d'ions de métaux lourds qui s'intercalent entre les bases, endommagent les protéines cellulaires, perturbent la signalisation cellulaire, génèrent des radicaux libres et empêchent la formation de biofilms (Sirelkhatim et al., 2015).

### **II.1.5. Les morphologies de ZnO NPs**

Une variété de nanostructures de ZnO avec différentes formes peuvent être générées.

#### **II.1.5.1. Nanofils**

Les nanofils sont des nanostructures allongées dont le diamètre est nettement inférieur à leur longueur. Leur diamètre peut varier de quelques nanomètres à plusieurs centaines de nanomètres, tandis que leur longueur peut aller de centaines de nanomètres à plusieurs micromètres. En raison de leur géométrie unique et de leur structure unidimensionnelle, les nanofils présentent une surface énorme par rapport à leur volume, ce qui suscite un intérêt croissant dans la recherche scientifique. On trouve différentes formes de section transversale dans les nanofils de petite dimension, telles que rondes, carrées, triangulaires et hexagonales. Le ZnO, en plus de ses excellentes caractéristiques structurelles, possède également des propriétés optiques très intrigantes (El Zein, 2012).

#### **II.1.5.2. Nanofibres**

Les nanofibres, également appelées fibres ultrafines, ont une taille qui varie de quelques nanomètres à plus d'une centaine de nanomètres. Leur longueur excessive leur confère un

rapport axial élevé, ce qui influence directement leurs propriétés physico-chimiques. Ces structures sont particulièrement fascinantes (Park et al., 2009).

### **II.1.5.3. Nanotubes**

Les nanotubes, grâce à leur forme tubulaire et à leurs propriétés optoélectroniques similaires à celles des nanofils, ont attiré l'attention ces dernières années. Cependant, les nanotubes ont un rapport surface-volume et une rugosité plus élevés que les nanofils, ce qui les rend avantageux dans certaines applications. La rugosité est un paramètre lié aux défauts micro-géométriques de la surface réelle. Des images MEB et TEM de nanotubes de ZnO sont présentées dans l'étude de Sirelkhatim et al. (2015).

### **II.1.5.4. Nano-hélices**

Les nano-hélices de ZnO peuvent être obtenues par évaporation thermique en présence de particules de catalyseur de Sn issues de la décomposition à haute température de SnO<sub>2</sub>. La croissance des nano-hélices de ZnO se déroule en deux étapes. La première consiste en la croissance rapide de nanofils de ZnO selon l'axe [001]. La seconde étape implique la nucléation et la croissance épitaxiale de nano-lames hexagonales sur les faces (110), (112) et (210) des nanofils de ZnO, résultant de l'apparition de minuscules gouttelettes de Sn. Les tiges des nano-hélices sont plutôt uniformes en longueur, bien qu'elles soient beaucoup plus courtes que les nanofils. Les nano-lames se croisent également transversalement le long de la surface (110), tandis que la croissance se poursuit le long de la surface (110), donnant ainsi lieu à une série de phases de croissance (Bouchra, 2020).

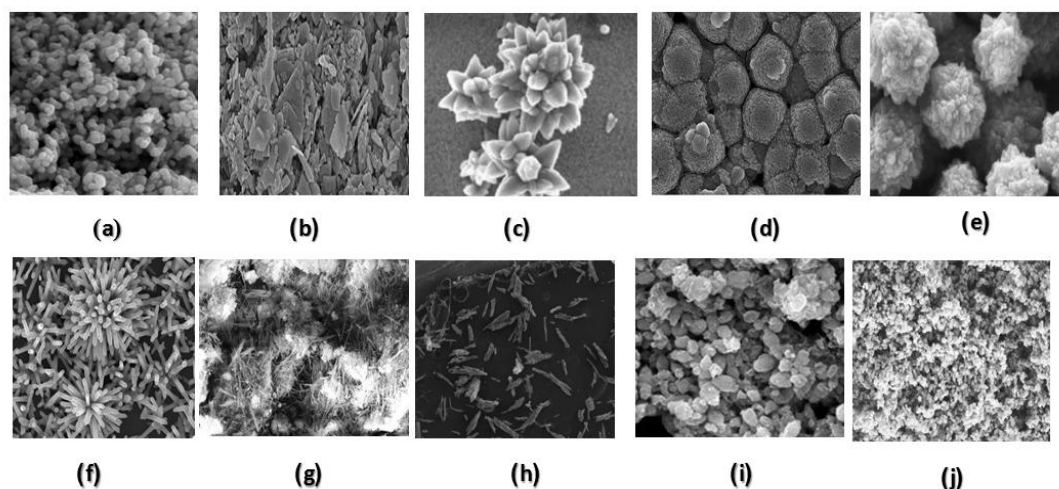
### **II.1.5.5. Nano-anneaux / nano-spirales / nano-ressorts**

Il existe plusieurs autres types de nanostructures de ZnO, notamment les nano-recuits, les nanospirales et même les nano-ressorts. La croissance de ces nanostructures est basée sur des surfaces polaires. Ces structures jouent un rôle crucial dans les formations qui traversent la longueur du plan (1010) et sont encadrées par les surfaces latérales du plan (1210) ; la partie supérieure et inférieure de la structure suit le plan (0001). Ces formations sont créées à partir de nano-ceintures hautement flexibles et mécaniquement stables qui sont chargées en charge de surface. Lorsque les charges ne sont pas équilibrées pendant la croissance, le matériau a tendance à se contracter afin de réduire l'énergie électrostatique, ce qui peut lui donner différentes formes, telles qu'un anneau fermé formant une nano-bague, une nano-spirale ou une nano-station (Xin et al. 2022).

### **III.1.5.6. Cagepolyédrique**

Ces structures mésoporeuses ont été créées par la méthode de dépôt solide-vapeur. Elles présentent un tambour polyédrique converti en une cage sphérique, et leurs coquilles texturées

sont formées par l'auto-assemblage de nanocristaux de ZnO après une procédure d'oxydation de surface (**Figure (II.3)**) (Zeghoud et al. 2022).



**Figure (II.3):** Diverses morphologies de ZnO NPs: (a) sphérique, (b) triangulaire, (c) en forme de fleur, (d) en forme de tache, (e) chou-fleur- en forme.

### II.1.6.Applications de nanoparticules de ZnO

#### II.1.6.1. Additif alimentaire et engrais agricoles

De nombreux produits alimentaires, y compris les céréales pour petit-déjeuner, contiennent de l'oxyde de zinc. L'oxyde de zinc, considéré comme un micronutriment essentiel, favorise la croissance saine des animaux et est donc présent dans les aliments pour animaux (Sabir et al., 2014). De plus, l'oxyde de zinc est utilisé dans la production de vis. Des études ont démontré que les suppléments de zinc améliorent les performances de croissance des plantes et activent les enzymes de croissance des plantes (Sabir et al., 2014).

#### II.1.6.2. Pharmacie, biomédical et biotechnologie

Dans le domaine de la pharmacie, de la biomédecine et de la biotechnologie, l'oxyde de zinc joue des rôles potentiels dans le traitement de l'eczéma chez les nourrissons, le shampooing antipelliculaire, la protection contre les rayons UV et les coups de soleil pour les peaux sèches et squameuses. Des recherches suggèrent également que l'oxyde de zinc peut influencer les fonctions cellulaires et tissulaires spécifiques (Shafiee et al., 2021).

#### II.1.6.3. Cosmétique

L'oxyde de zinc est largement utilisé dans l'industrie cosmétique en raison de sa capacité à agir comme un pigment blanc mat. Il est connu pour ses propriétés purifiantes et protectrices,

et est utilisé dans la fabrication de produits cosmétiques tels que les crèmes solaires et les traitements pour les peaux irritées. De plus, l'oxyde de zinc est un filtre solaire efficace pour protéger la peau contre les rayons UV (Zeghoud et al., 2022).

### **II.1.6.4. Santé**

Dans le domaine de la santé, le zinc présente des propriétés anti-inflammatoires et cicatrisantes qui peuvent être utilisées pour traiter des affections cutanées telles que l'acné, le psoriasis et la dermatite. Des médicaments et des compléments alimentaires à base de zinc sont disponibles pour ces affections cutanées. De plus, le zinc joue un rôle crucial dans la synthèse de la kératine et du collagène, qui sont des composants majeurs des cheveux. En association avec la vitamine B6, le zinc confère aux cheveux résistance, volume et brillance. En tant qu'antioxydant, le zinc ralentit également le vieillissement de la peau et des yeux en neutralisant les radicaux libres (Rajput et al., 2020)

*Partie 99 :*  
*Partie pratique*

*chapitre 999 :*  
*Matériels et méthodes*

### III. Matériels et méthodes :

Nos travaux de recherche ont été menés au sein du Laboratoire des sciences de la nature et de l'université d'EL OUED.

#### III.1. Matériels:

##### III.1.1. Matériels :

###### ❖ Réactif et produits chimiques :

###### Solvants et réactifs

- acétate buffer pH=3.6
- Trichlorure d'aluminium  $AlCl_3$
- Trichlorure de fer  $FeCl_3$
- DPPH ( $C_{18}H_{12}N_5O_6$ ) (95%) Production par (ALFA AESAR)
- Réactif Folin Ficalteu ( $3H_2O, P_2O_5, 13WO_3, 5MoO_3, 10H_2O$ ) Production par (PROLABO)
- Eau Ultra pure (Bi distillé)
- solution tampon ( $H_2Na_2PO_4/HNa_2PO_4$ ) pH=7
- Eau distillée ( $H_2O$ ).
- Ethanol 95% ( $CH_3-CH_2-OH$ ) Production par (ALFA AESAR).
- Carbonate de sodium  $Na_2CO_3$  .
- méthanol 95% ( $CH_3-OH$ ) (99%) Production par (ALFA AESAR)
- l'eau oxygénée  $H_2O_2$
- acide sulfurique  $H_2SO_4$
- Phosphate de sodium
- FRAP réagent

###### La solution standard utilisée

- Acide ascorbique  $C_6H_6O_6$  (99%) Production par (ALFA AESAR)
- acide gallique CHO (99%) Production par (PROLABO)
- Rutine ( $C_{27}H_{30}O_{16}$ ) (97%) Production par (ALFA AESAR)
- Quercitain dihydrate  $C_{15}H_{10}O_7$  (97%) Production par (ALFA AESAR)
- acide chlorogénique (97%) Production par (ALFA AESAR)
- acide caféique (99%) Production par (ALFA AESAR)
- acide salicylique (99%) Production par (PROLABO)
- Vanilline (99.5%) Production par (ALFA AESAR)

### III.1.2. Matériel végétal :

#### ❖ Echantillonnage et description :

Les échantillons des *Ephedra alata*. Utilisés lors de la réalisation de notre travail proviennent d'un agriculteur différent situé une el oued.

Nous les avons prélevés en Mars 2021.

Les échantillons de plantes étudiés ont été nettoyés et purifiés des impuretés et bien lavés à l'eau distillée froide pour se débarrasser de la poussière et du plancton, pour sécher ce dernier dans une pièce ventilée à l'abri de l'humidité et du soleil et à température ambiante. Le

**Tableau (II. 4)** regroupe l'origine, la couleur et la codification des échantillons.

**Tableau (III.1)** :Description des échantillons .

| Abréviation | Nom scientifique        | La saison des récoltes | lieu de croissance |
|-------------|-------------------------|------------------------|--------------------|
| A.A.1       | <i>Ephedra alata</i> DC | Tegzaout               | Mars 2021          |
| A.A.2       |                         | Guemar                 |                    |
| A.A.3       |                         | El nekhla              |                    |

#### ❖ Préparation des échantillons secs :

##### *Séchage des échantillons :*

Tous les échantillons ont été réduits en poudre fine au moyen d'un broyeur électrique et conservés dans des récipients en verre propres, secs et opaques, hermétiquement fermés jusqu'à leur utilisation. La **Figure (III.1)** montre un schéma détaillé des étapes de travail adoptées dans ce chapitre.

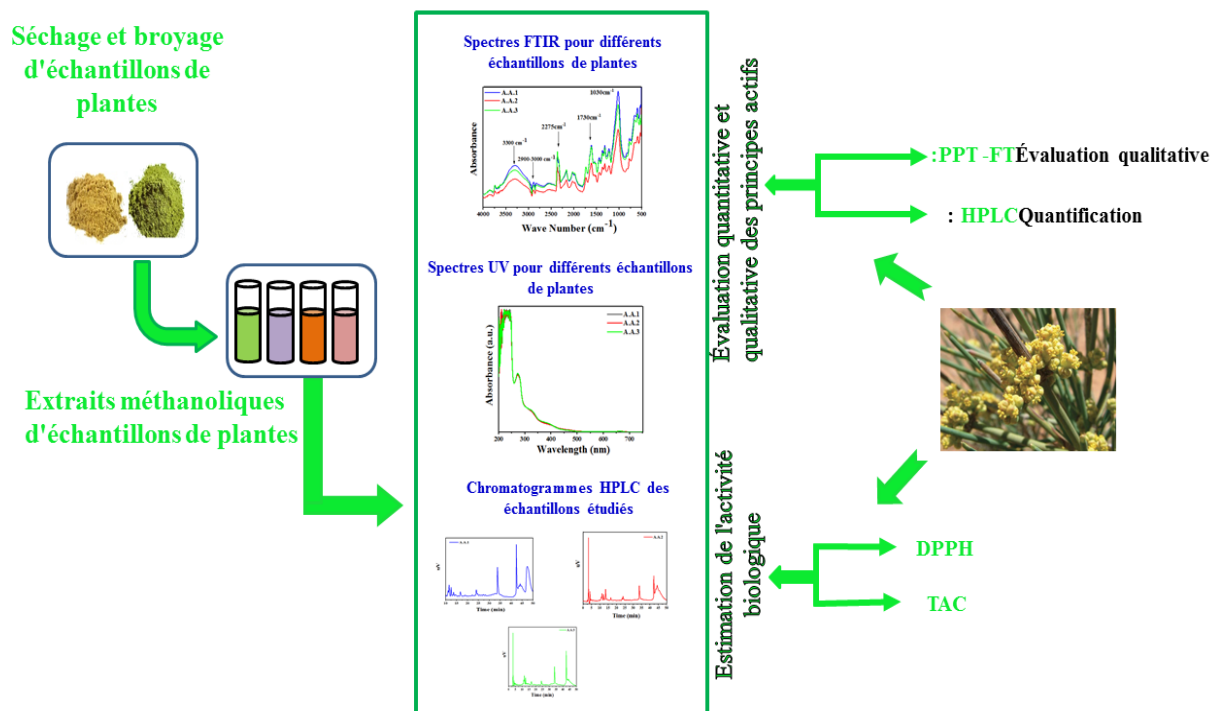


Figure (III.1): Plan d'action détaillé.

### III.2. Méthodes :

Notre étude a été basée spécifiquement sur le :

Caractérisation de matière sèche de plante par IR " sans traitement "

- 1- Caractérisation d'extrait de plante par UV " sans traitement "
- 2- Dosage des polyphénols totaux.
- 3- Evaluation de l'activité antioxydant des extraits de plante.

#### III.2.1. Spectroscopie infrarouge :

La poudre d'échantillon de plante a été analysée par un appareil infrarouge directement sans traitement, où les échantillons ont été placés dans la position de l'échantillon dans l'appareil, la poudre d'échantillon a été pressée par le bras, de sorte que les données et les données spectrales ont été enregistrées et sauvegardées directement dans un fichier Excel.

#### III.2.2. Protocole utilisé pour l'extraction des composés phénoliques :

##### ❖ Définition d'extraction:

C'est le processus d'isolement des matériaux ou composés naturels du matériau primaire (plantes) à l'aide de solvants organiques; si la matière à séparer est liquide, la méthode

liquide-liquide est utilisée ; si le matériau est solide, la méthode d'extraction solide-liquide est utilisée (Zhang et al. 2018).

### ❖ L'extraction solide-liquide:

#### ● Extraction par ultrasons :

Grâce à des études antérieures, il existe de nombreuses méthodes et mécanismes d'extraction, où la méthode Khosravi [53] a été adoptée, dans un flacon de 25 ml de capacité, 0,2 g de la poudre de chaque échantillon de plante a été agité avec 2 ml de méthanol, puis il a été placé à l'intérieur du bassin à ondes ultrasonores (30 minutes, 45 degrés Celsius), ce qui permet aux ondes sonores de se propager à travers la solution, ce qui aide à dissoudre et à dissoudre les substances actives sans être affecté.

#### ● Séparation par centrifugeuse :

Pour obtenir l'extrait méthanolique, les échantillons ont été transférés directement dans une centrifugeuse pour séparer la phase solide de la phase liquide pendant 15 minutes à 3000 tr/min

Tous les extraits sont conservés dans des tubes en verre foncé pendant une période n'excédant pas 72 heures à une température (entre -4 et +4 °C).

### III.2.3. Spectrophotomètre UV-vis :

Les données spectrales de tous les extraits végétaux dilués dans du méthanol (2,5 g/L) ont été enregistrées directement et sans traitement par spectrophotomètre UV-Vis dans un fichier Excel 2007.

Les résidus obtenus sont dosés à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible afin de quantifier les teneurs en polyphénols totaux ensuite ils sont analysés par la méthode de voltampérométrie cyclique et Chromatographie liquide de haute performance (HPLC) pour déterminer le pouvoir antioxydant des polyphénols contenus dans les différents échantillons.

dosage des composés phénoliques par les méthodes colorimétriques « Analyse qualitative » :

### III.2.4. Dosage des polyphénols totaux :

Cette analyse permet d'avoir une estimation sur la teneur en phénols totaux de l'échantillon. Le dosage des phénols totaux a été effectué par une méthode adaptée de Singleton et Ross en utilisant le réactif de Folin-Siocalte.

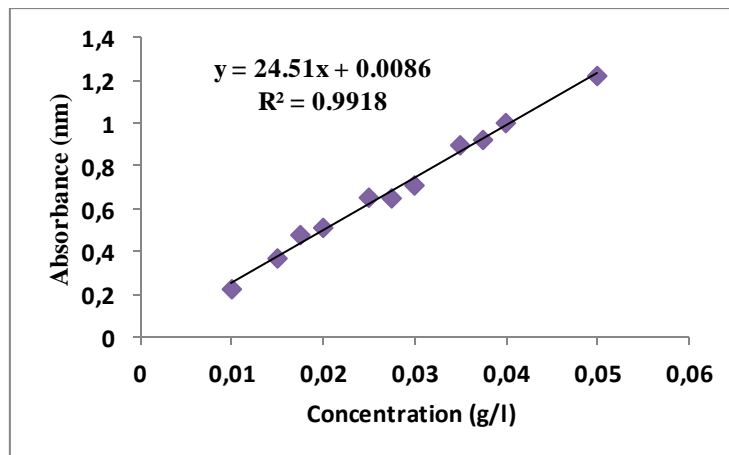
Pour quantifier la teneur en polyphénols, il faut utiliser une courbe d'étalon.

#### ❖ La courbe standard d'acide Gallique:

Le dosage est réalisé selon la méthode citée avant, en utilisant le réactif de Folin. Le réactif est formé d'acide phosphomolybdique  $H_3PMO_{12}O_4$  et d'acide phosphotungstique  $H_3PW_{12}O_{40}$  qui sont réduits par l'oxydation des phénols en oxydes bleus de tungstène  $W_8O_{23}$  et de molybdène  $Mo_8O_3$ .

Les composés phénoliques totaux sont dosés de la manière suivante, 1 ml des solutions d'acide gallique de concentration de 0.01 jusqu'à 0.1 mg/mL, ensuite 1 ml d'une solution de réactif de Folin-Ciocalteu dilué 10 fois dans l'eau distillée est ajouté puis immédiatement après il est ajouté 0.8ml d'une solution de  $Na_2CO_3$  (7.5%). Le mélange obtenu est incubé à la température ambiante pendant environ 30 minutes à l'abri de la lumière. L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 760 nm contre un blanc. Les lectures de la densité optique à 760nm, des solutions ainsi préparées ont permis de tracer la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (Odumosu et al. 2015).

la courbe d'étalonnage standard obtenir " l'acide gallique " montrée au **Figure (I.13):**



**Figure (III.2):** Courbe standard de l'acide gallique.

### III.2.5. Dosage des flavonoïdes totale :

La quantification des flavonoïdes a été effectuée par une méthode adaptée avec le trichlorure d'aluminium et la soude. Le trichlorure d'aluminium  $AlCl_3$  forme un complexe jaune avec les flavonoïdes et la soude forme un complexe de couleur rose absorbe dans le visible à 430 nm (Pękal and Pyrzynska 2014).

Pour quantifier la teneur en flavonoïdes, il faut utiliser une courbe standard.

#### ❖ La courbe standard de Quercitine :

La courbe d'étalonnage a été obtenue par des solutions de **Quercitine** de concentration varie entre [0.05 jusqu'à 0.25 mg/ml]. 1,5 ml de chaque solution a été introduits à l'aide d'une micropipette dans des tubes à essai, suivis de l'addition de 0,1 ml de trichlorure d'aluminium ( $AlCl_3$ ), 2,8 ml de l'eau distillée. Les solutions ont été secouées immédiatement et bien mélangées, puis ils sont maintenus à l'obscurité pendant 30 minutes. L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 430 nm contre un blanc et en fin on trace la courbe d'étalonnage de **quercitine** en fonction de concentration :  $A = f(C)$  (Bouyahya et al. 2018).

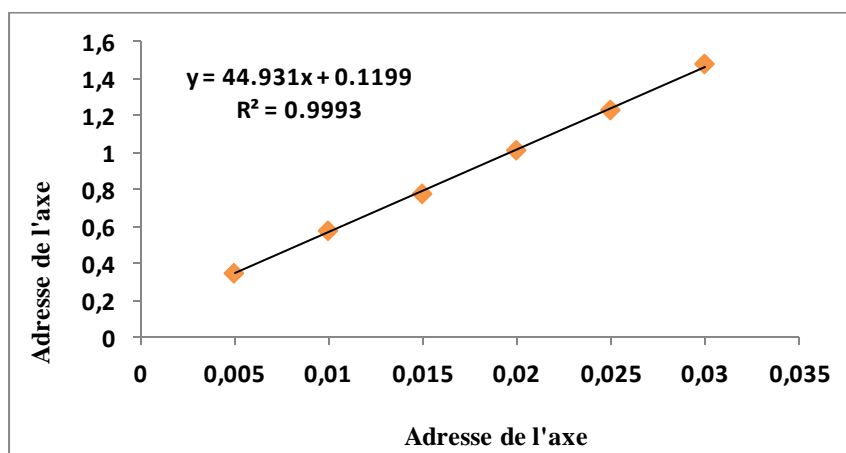


Figure (III.3): La courbe standard de quercitine.

### III.2.6. Technique chromatographie « Analyse quantitative » :

Une technique d'analyse à la fois qualitative et quantitative de la chimie analytique est connue sous le nom de chromatographie, dans laquelle un échantillon analytique contenant un ou plusieurs composés est d'abord adsorbé sur une phase stationnaire (telle que papier, gélatine, silice, polymère ou silice granulée) puis éliminé par une phase mobile (telle qu'un liquide, un gaz ou un fluide supercritique). Les différents composants de l'échantillon sont répartis selon leurs taux d'adsorption et de désorption (Kiselev and Yashin 2013).

### ❖ Chromatographie liquide de haute performance (HPLC) :

La HPLC est un moyen très flexible et simple d'isoler et d'identifier les différents composés d'un mélange.

La HPLC peut être assez largement décrite par de théorie commune. Dans ce cas, un fluide appelé phase mobile traverse une colonne qui contient une phase solide (silices, silices fondues, silice greffées).

A l'instant initial, le mélange à séparer est injecté à l'entrée de la colonne où il est entraîné par la phase mobile. Si la phase stationnaire a été bien choisie, les constituants du mélange ayant des temps de rétentions différents sont séparés par élution.

Un détecteur placé à la sortie de la colonne couplé à un enregistreur permet d'obtenir un tracé appelé chromatogramme (Smith 2013).

### **Extraction :**

10 g de matière végétale sont pris pour chaque variété étudiée.

L'extraction est réalisée en utilisant un mélange de solvants polaires  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$  (éthanol) et  $\text{H}_2\text{O}$  dans un rapport de 70:30 % v/v. Cela signifie que pour chaque 70 ml d'éthanol, 30 ml d'eau sont utilisés.

Le mélange solvant est mis en contact avec la matière végétale pour extraire les composés polyphénoliques.

Après l'extraction, l'extrait est filtré pour éliminer les particules indésirables en utilisant du papier Whatman N°4.

### **Conservation de l'extrait :**

L'extrait filtré est conservé à une température de  $-4^\circ\text{C}$  à  $-5^\circ\text{C}$  jusqu'à son utilisation ultérieure. La basse température est utilisée pour préserver la stabilité des composés présents dans l'extrait.

### **Analyse chromatographique :**

Avant l'analyse, le mélange obtenu de l'extrait est à nouveau filtré sur du papier Whatman N°4 pour éliminer toute impureté résiduelle.

## Matériels et méthodes

---

L'analyse chromatographique est réalisée en utilisant un système qui fonctionne à un débit d'élution de 1 ml/minute. Cela signifie que 1 ml de l'échantillon est introduit dans le système chaque minute.

La capacité de la boucle d'injection est de 20 µl, ce qui signifie que 20 µl de l'échantillon sont injectés dans le système à chaque cycle.

La détection des composés polyphénoliques est réalisée à une longueur d'onde de 300 nm. Cela permet de mesurer spécifiquement l'absorption des composés à cette longueur d'onde.

Après chaque cycle d'analyse, le système est reconditionné pendant 50 minutes pour s'assurer qu'il est prêt pour la prochaine analyse.

L'objectif de cette étude quantitative est de déterminer la présence de certains composants polyphénoliques standard dans les extraits bruts des échantillons de différentes variétés de poivrons en utilisant la méthode chromatographique. Cette méthode permet d'obtenir des informations précises sur les quantités de ces composés présents dans les échantillons.

La quantité des composée standard « Acide Gallique, Acide chlorogénique , le vanilline et autre correspondante a été rapportée en microgramme par un gramme de la matière végétale équivalente en solution standard. L'équation obtenue d'après la courbe linéaire de solution standard est :

$$y = ax \pm b \quad \dots\dots\dots (III.1)$$

Où :

**y**: représente la valeur de surface.

**x**: représente la valeur de la concentration du standard en mg.mL<sup>-1</sup>.

En remplaçant à chaque fois la valeur de surface dans l'équation précédente, on trouve la valeur de la concentration équivalente de solution standard C<sub>éq</sub> en mg/g.

### *Appareillage :*

Les analyses ont été réalisées à l'aide d'un chromatographe **HPLC-RP-C18**, Les différentes parties constituant l'appareil sont décrites ci-dessous :

**A) Pompe :** un système de deux pompes, Pompe : LC 20AL, LC20AL pour déplacer la phase mobile à haute pression (plusieurs dizaines de bars) ;

**b) Injecteur :** c'est une vanne d'injection qui porte une boucle d'échantillonnage portant Volume d'injection : 20 µl ;

## Matériels et méthodes

---

**c) Colonne :** (Ces colonnes en phase inverse permettent la séparation des composés polaires solubles dans l'eau ou les mélanges alcooliques ; elles contiennent la phase stationnaire qui détermine le type de chromatographie, qu'elle soit en phase normale ou en phase inverse. Elles sont ( 125 mm de longueur et 4,6 mm de diamètre interne) et contiennent la phase stationnaire apolaire (inverse de phase). De plus, le solvant utilisé est composé de deux compositions constantes : acéto-nitrile et acide acétique dans l'eau (H<sub>2</sub>O).

**d) Détecteur :** un détecteur monochrome UV SPD-20A à longueur d'onde variable (190-400 nm) permettant d'identifier les différents composés présents dans l'échantillon à analyser. N'oubliez pas qu'il est crucial que les produits que vous essayez de détecter aient un chromophore qui absorbe dans cette gamme de longueurs d'onde.

**e) Four:** CTO 20A.

Dans notre étude, nous avons utilisé une HPLC en phase inverse, à l'aide de laquelle nous avons réalisé une analyse qualitative et quantitative des composés polyphénoliques présents dans nos différents extraits.

### Les conditions opératoires :

Les conditions opératoires que nous avons utilisées dans notre analyse sont comme suite:

- ✓ Débit : 1 ml/min ;
- ✓ Volume d'injection: 20 µl ;
- ✓ Longueur d'onde: 300 nm ;
- ✓ Concentration de l'échantillon: 0.1 mg/ml ;
- ✓ Temps d'analyse : 50 min.

**Tableau (III.2) :** Conditions expérimentales de séparation de composés phénoliques par HPLC.

| Temps (min) | Proportions (A) | Rapport (B) |
|-------------|-----------------|-------------|
| 0.00        | 10              | 90          |
| 2.00        | 10              | 90          |
| 6.00        | 14              | 86          |
| 16          | 17              | 83          |
| 23          | 19              | 81          |
| 28          | 23              | 77          |
| 30          | 10              | 60          |
| 50          | 10              | 90          |

### III.2.7. Evaluation de l'activité antioxydant des extrais de plante :

Par conséquent, mesurer la capacité d'un composé à absorber les radicaux libres et ainsi ralentir ou empêcher leur synthèse est la façon d'évaluer la capacité d'un composé à absorber les radicaux libres.

Les tests proposés pour la mise en évidence du pouvoir antioxydant et antiradicalaire de nos extraits phénoliques ont été réalisé par deux types de test chimique :

Les méthodes spectrophotométrie « teste d'évaluation : AAT, FRAP, DPPH »,

#### ❖ Evaluation de l'activité antioxydant par les méthodes colorimétrie :

Une technique d'analyse quantitative appelée spectrophotométrie consiste à mesurer la densité optique ou l'absorbance d'un composé chimique qui a été mis en solution. Les limites de proportionnalités spécifiées par la loi de Beer-Lambert sont élargies au fur et à mesure que cette espèce devient plus concentrée.

La densité optique des solutions est déterminée par un spectrophotomètre préalablement calibré à l'aide de la longueur d'onde d'absorption de l'espèce chimique à étudier. Une partie de la lumière d'intensité  $I_0$  qui traverse une solution est absorbée par la ou les solutions (Hamasaki et al. 2022).

#### ❖ Test d'évaluation de l'activité antioxydante totale (PPM):

Le test du PPM (PhosPhoMolybdate) est une variante du test DPPH. Au cours de ce test, l'hydrogène et l'électron sont transférés du composé réducteur (extrait-antioxydant) vers le complexe oxydant (PPM). Ce transfert dépend du potentiel redox, du pH du milieu et de la structure du composé antioxydant.

Le test est basé sur la réduction du molybdène de l'étage d'oxydation (VI) à l'étage d'oxydation (V). Cette réduction se matérialise par la formation d'un complexe verdâtre (phosphate/ Mo (V)) à un pH acide. On mesure la diminution de la coloration du complexe molybdène (VI) en présence d'antioxydant.

A la différence des autres tests, ce test permet non seulement de quantifier l'apport de l'activité antioxydante des polyphénols mais aussi d'autres composés antioxydants tel que les vitamines (C, E...)(Munteanu and Apetrei 2021). Pour quantifier la teneur en flavonoïdes, il faut utilisée une courbe standard.

### *La courbe standard de l'acide gallique :*

L'analyse de molybdate phosphate est réalisée en utilisant le protocole décrit comme suit :

On prépare 100 ml d'un mélange des trois solutions suivantes :

- 0,6 M d'acide sulfurique
- 28 mM phosphate de sodium
- 4 mM molybdate d'ammonium

200 µl de l'acide gallique dilué sont ajoutés à 2ml de la solution précédente. Le mélange est placé dans un bain marie à une température de 95°C. Pendant 90 min, après refroidissement, l'absorbance a été mesurée à 695 nm.

L'activité antioxydante de nos extraits est évaluée en comparaison avec l'acide gallique, qui est utilisé comme antioxydant dans l'industrie agroalimentaire.

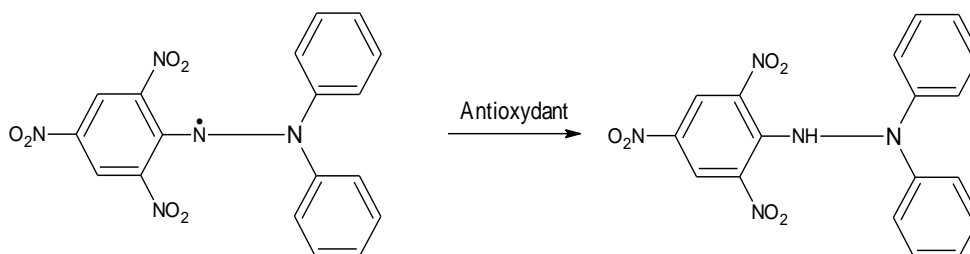
La norme courbe a été préparée en utilisant les concentrations connues de (0,05 à 0,3 mg/ml).

### ❖ **Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH•) :**

La spectrophotométrie UV-visible peut être utilisée pour suivre la réduction du radical libre DPPH par un antioxydant en mesurant la diminution de l'absorbance à 517 nm provoquée par la présence d'extraits phénoliques.

Initialement violet, le DPPH° se décolore lorsque l'électron célibataire apparie (**Figure III.4**). La capacité des composés phénoliques à capter ces radicaux libres sans activité enzymatique est représentée par cette décoloration. Plus l'absorbance du DPPH diminue, plus le pouvoir antioxydant des extraits est élevé.

Ce test permet alors d'obtenir des informations sur le pouvoir antiradicalaire direct de différentes substances phénoliques de nos extraits (Behrendorff et al. 2013).



**Figure (III.4):** Réduction du radical libre DPPH•.

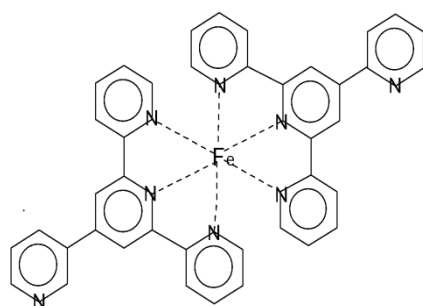
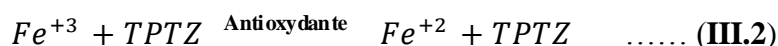
## Matériels et méthodes

---

Nous avons pu déterminer les densités optiques de chaque solution d'extrait à différentes dilutions et calculer le paramètre  $IC_{50}$ , qui indique le pouvoir antioxydant d'une substance ou d'un extrait et est défini comme la quantité d'extrait exprimée en mg/ml nécessaire pour lier 50% de le radical DPPH. La valeur  $IC_{50}$  de chaque extrait est calculée à l'aide d'équations de courbes qui décrivent comment le pourcentage d'inhibition I% varie avec la concentration de l'extrait. Il est important de se rappeler que lorsque les valeurs  $IC_{50}$  diminuent, l'activité antioxydante de l'extrait augmente (Olugbami et al. 2014).

### ❖ Test du Ferric Reducing Antioxidant Power (FRAP) :

La méthode FRAP, dose colorimétrique de transfert d'électrons, évalue la réduction du fer (le passage de la forme ferreuse à la forme ferrique) en présence d'un antioxydant. Une fois qu'une molécule est réduite, elle change de couleur, ce qui permet de la mesurer par spectrophotométrie. Les avantages de cette méthode sont qu'elle est rapide, facile, abordable et fiable. Les inconvénients, cependant, incluent son incapacité à détecter les protéines ou les substances contenant le groupe SH, y compris les thiols, qui peuvent transférer de l'hydrogène. C'est pourquoi le test FRAP sous-estime fréquemment l'activité antioxydante du sérum sanguin (Hajimahmoodi et al. 2008).



**Figure (III.5):** Particule  $TPTZ+ Fe^{3+}$ .

Pour quantifier la teneur en flavonoïdes, il faut utiliser une courbe standard.

*La courbe standard d'acide sulfurique:*

Le pouvoir antioxydant réducteur ferrique (FRAP) de dosage fournit une mesure de la réduction de la capacité des extraits. Cette méthode a été créée par Benzie et Strain, Le réactif FRAP était fraîchement préparée par mélange de 10 mM de 2, 4, 6-tri(2-pyridyl) triazine (TPTZ) et du chlorure ferrique 20mM en 3mM de solution tampon d'acétate buffer (pH 3,6). 100  $\mu$ L

des différentes concentrations (de 0,01 à 0,12 mg/ml) d'essai a été ajoutés à 300 µL d'eau distillée suivie par 3 ml d'FRAP réactif. L'absorbance a été lue à 593 nm après 30 minutes d'incubation à température ambiante contre une vierge (Gardès-Albert and Jore 2005).

### III.3. La synthèse verte de nanoparticules

La synthèse verte de nanoparticules d'oxydes métalliques suscite un grand intérêt ces dernières années. Un protocole simple, efficace et respectueux de l'environnement a été développé pour synthétiser les nanoparticules en utilisant un extrait aqueux de diverses plantes. Les composés phénoliques extraits des plantes jouent un rôle essentiel en tant qu'agents réducteurs et revêtent les ions métalliques pendant la synthèse. Cette approche de synthèse verte, ainsi que la caractérisation et l'application ultérieure des nanoparticules, représentent un défi majeur en nanotechnologie. Elle est considérée comme sûre et écologique.

Cette étude présente un protocole simple pour la synthèse verte de nanoparticules d'oxyde de zinc en utilisant un extrait des feuilles de *Ephedra alata*, récoltées dans la région d'Al-Nakhlà à El-Oued. Les conditions expérimentales utilisées dans cette étude sont également décrites. Les nanoparticules synthétisées ont été caractérisées à l'aide de techniques standard telles que l'UV-Vis, la spectroscopie FT-IR, la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie électronique à balayage (MEB) et la spectrométrie à dispersion d'énergie (EDX) pour confirmer la nature des produits finaux obtenus par la synthèse verte. De plus, l'activité biologique des nanoparticules synthétisées a été évaluée, notamment leur activité antibactérienne et leur activité antioxydante.

*Ce travail a été réalisé dans les laboratoires de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'Université EL-OUED*

#### III.3.1. Matériels végétaux

La synthèse verte de l'oxyde de zinc en utilisant l'extrait des feuilles de *Ephedra alata* a été réalisée en collectant les feuilles de cette plante dans la wilaya d'El Oued (33° 07' 00" N 7° 11' 00" E). Cette sélection est basée sur des études antérieures menées sur cette plante, comme indiqué dans le chapitre 01. Ces études ont confirmé la présence de divers composés phytochimiques, tels que les polyphénols (flavonoïdes, tanins condensés) et les saponines, qui agissent comme des agents bio-réducteurs ou phyto-réducteurs.

#### III.3.2. Méthodologie

##### III.3.2.1. Préparation de l'extrait de plantes

## Matériels et méthodes

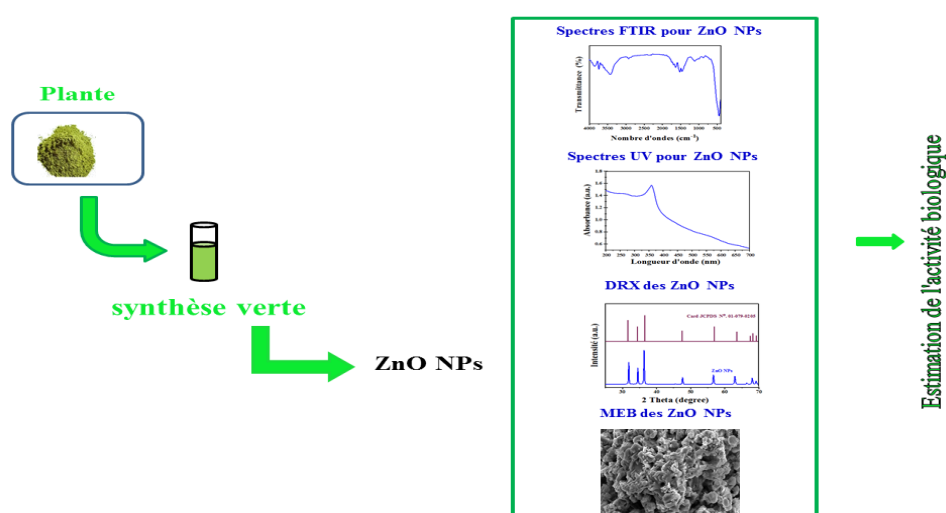
La méthode d'extraction solide-liquide est employée pour séparer les composés phytochimiques de la matière végétale solide en utilisant des solvants organiques. Cette méthode repose sur le principe selon lequel le solvant doit traverser l'interface solide-liquide, dissoudre les composants actifs présents dans la matière solide, puis les extraire.

Dans notre étude, nous avons opté pour la technique de l'extraction par macération dans l'eau, qui consiste à laisser la matière solide en contact avec l'eau pendant une période prolongée. Pour ce faire, 10 g de poudre de matière végétale solide (feuilles de la plante) ont été mélangés avec 120 ml d'eau distillée dans un bécher en verre de 250 ml. Le mélange a été régulièrement agité pendant 24 heures à température ambiante. Ensuite, l'extrait a été filtré à l'aide d'un papier filtre (Whatman No : 4) et stocké dans un récipient en verre hermétique à une température de 4°C en vue d'une utilisation ultérieure.

### III.3.2.2. Synthèse verte des nanoparticules d'oxyde de zinc

L'extrait aqueux de *Ephedra allata* a été mis à réagir avec la solution déshydratante d'acétate de zinc ( $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ) avec une concentration de 1 mol/l dans un système de bain aqueux avec agitation continue à 80 ° C pendant une heure et demi. La formation de nanoparticules d'oxyde de zinc est indiquée par un changement de couleur du mélange solution du vert au gris clair . Les produits obtenus étaient recueilli par centrifugation à 4000 tr / min pendant 15 minutes, puis lavé à l'eau distillée et séché à 100 °C avant son recuit à 600 °C pendant 4 heures. Les poudres résultantes ont été stockées pour différentes caractérisations (Agarwal et al. 2017).

Dans la **Figure (III.6)** un schéma de l'économiseur de travail.



**Figure (III.6):** Schéma de travail expérimental.

### III.3.3. Techniques de caractérisation" structurales et morphologiques"

#### III.3.3. 1. Spectroscopie d'absorption UV-visible

Une approche courante pour évaluer les propriétés optiques des produits développés, telles que la transparence et l'énergie de bande interdite, consiste à utiliser la spectroscopie UV-Vis. Pour cela, un spectrophotomètre Shimadzu UV-Vis modèle VWR® UV-6300PC, fonctionnant dans la plage de longueurs d'onde de 200 à 900 nm, a été utilisé.

#### III.3.3. 2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

FTIR (Fourier Transform Infrared) est une méthode préférée de spectroscopie infrarouge. Lorsque le rayonnement infrarouge traverse un échantillon, une partie de ce rayonnement est absorbée par l'échantillon, tandis qu'une autre partie est transmise à travers lui. Le signal détecté est ensuite transformé en un spectre qui représente l'empreinte moléculaire caractéristique de l'échantillon. La spectroscopie infrarouge est précieuse car différentes structures chimiques (molécules) produisent des empreintes spectrales distinctes.

#### III.3.3.3. Diffraction des rayons X (DRX)

Parce que la diffraction des rayons X est une technique d'analyse non destructive pour l'identification et la détermination quantitative des diverses formes cristallines présentes dans un solide, la découverte du rayonnement a été un événement important qui a fondamentalement modifié le cours du progrès scientifique, peut-être dans le domaine de la cristallographie.

#### III.3.3.4. La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est un processus de test qui balaye un échantillon avec un faisceau d'électrons pour produire une image agrandie pour l'analyse. La méthode est également connue sous le nom d'analyse MEB et de microscopie MEB, et est utilisée très efficacement dans la microanalyse et l'analyse des défaillances de matériaux inorganiques solides. La microscopie électronique est effectuée à des grossissements élevés, génère des images haute résolution et mesure avec précision de très petits objets et objets.

### III.3.4. Applications de nanoparticules de ZnO " activités biologique "

#### III.3.4. 1. Evaluation de l'activité antioxydant des extraits de *Ephedra alata* in vitro:

##### -Test d'activité anti-radicalaire (DPPH)

En mesurant la diminution de l'absorbance à 517 nm provoquée par la présence d'extraits phénoliques, la spectrophotométrie UV-visible peut être utilisée pour suivre la réduction du radical libre DPPH provoquée par un antioxydant.

Le protocole détaillé se trouve dans les titre précédentes

### -Test de pouvoir réducteur (FRAP)

La méthode FRAP, dose colorimétrique de transfert d'électrons, évalue la réduction du fer (le passage de la forme ferreuse à la forme ferrique) en présence d'un antioxydant. Une fois qu'une molécule est réduite, elle change de couleur, ce qui permet de la mesurer par spectrophotométrie.

L'absorbance a été lue à 593 nm après 30 minutes d'incubation à température ambiante contre une vierge.

Le protocole détaillé se trouve dans les titres précédents

### -Test d'évaluation de l'activité antioxydante totale (PPM)

The PPM (PhosPhoMolybdate) test is a variation of the DPPH test. During this test, hydrogen and electrons are transferred from the oxidising compound (PPM) to the reducing compound (extract-antioxydant). This transfer depends on the milieu's pH, redox potential, and antioxydant compound structure.

Le protocole détaillé se trouve dans les titre précédentes

### III.3.4. 2. Tests d'activité antibactérienne de ZnO NPs

La technique d'utilisation de disques de papier est utilisée pour évaluer l'activité antibactérienne de diverses concentrations de ZnO NPs. Cette méthode est basée sur l'émergence d'une zone inhibitrice dans le milieu de culture entourant le disque contenant l'extrait prélevé.

#### ❖ Souches microbiennes testées:

Cinq souches bactériennes (**Tableau (III.3)**) ont été mises à notre disposition par le laboratoire.

Ces souches regroupent des bactéries Gram + et Gram -.

**Tableau (III.3):** Souches bactérienne testées.

| Type de bactérie | Souches testées                            |
|------------------|--|
| Gram (-)         | <i>Escherichia coli</i> (ATCC25922)        |
|                  | <i>Pseudomonas aeruginosa</i> (ATCC 27853) |
| Gram (+)         | <i>Staphylococcus aureus</i> (ATCC 25923)  |

Les micro-organismes utilisés pour cette étude étaient à la fois des saprophytes et des pathogènes, largement distribués dans tout le corps humain, le tractus gastro-intestinal des ruminants et l'environnement naturel, y compris le sol, l'eau et éventuellement les aliments contaminés.

### ❖ Préparation des souches bactériennes:

Because they must be in the same physiological state when they come into touch with the antimicrobial agent and have the same sensitivity to the drug under test, the test samples must be pure and taken from a recent 24-hour bacterial culture. The number of germs is around 10UFC/ml (UFC: unit formant colonies)(Schwalbe et al. 2007).The bacterial suspensions have been recollected by preserving 3 to 5 colonies that will be dissociated in a test tube containing 5 ml of physiological sterile water 0.9%, then placed in a gélose-lined box using sterile écouvillons and incubated at 37°C for 24 hours. The technique of stries on the nutritive gélose was used to isolate these bacteria.

### ❖ Préparation des dilutions des extrais:

Différentes concentrations (10mg/ml; 5 mg/ml; 2.5mg/ml) d'extrait de nanoparticule d'oxyde de zinc ont été préparé par DMSO.

### ❖ Préparation de L'inoculum:

Quelques colonies soigneusement isolées et de taille identique ont été introduites dans 5 ml d'eau physiologiquement stérile à 0,9 % après 24 heures de culture.

Moins d'une minute après la préparation de l'inoculum, le début devrait avoir lieu.

### ❖ Ensemencement:

Selon l'approche 2002 du NCCLS, le début se fait en milieu stérile en présence de bec benzène. Le milieu nutritif est contenu dans des boîtes de pétri d'une épaisseur de 4 mm. Les récipients sont séchés et refroidis à température ambiante avant d'être remplis de suspensions bactériennes à l'aide d'épipettes stériles. L'écouvillon est injecté avec la suspension bactérienne puis frotté contre la paroi interne de l'éprouvette. En commençant par quelques stries dentelées de haut en bas, l'opération est répétée trois fois en faisant tourner la boîte à chaque fois. Ensuite, tout le périmètre de la gélose a été recouvert par l'écouvillon.

Trois disques absorbants en papier Wattman de 6 mm de diamètre qui ont été stérilisés dans un autoclave à 121°C pendant 20 minutes ont été placés à l'intérieur de chaque récipient. Trois disques recevront chacun 10 l des différentes concentrations d'extrait de ZnO NPs , tandis que le disque de contrôle négatif recevra 10µl de DMSO. Pour toutes les bactéries, l'incubation a eu lieu à l'incubateur pendant 24 heures à 37°C. Le diamètre des zones d'inhibition entourant les disques est utilisé pour mesurer les résultats.

### ❖ Etude l'effet des antibiotiques sur les souches bactériennes:

Dans ce travail, la ciprofloxacine (CIP-5) est utilisée pour démontrer la présence ou l'absence d'un effet antibactérien sur les échantillons de test.



---

*chapitre IV*

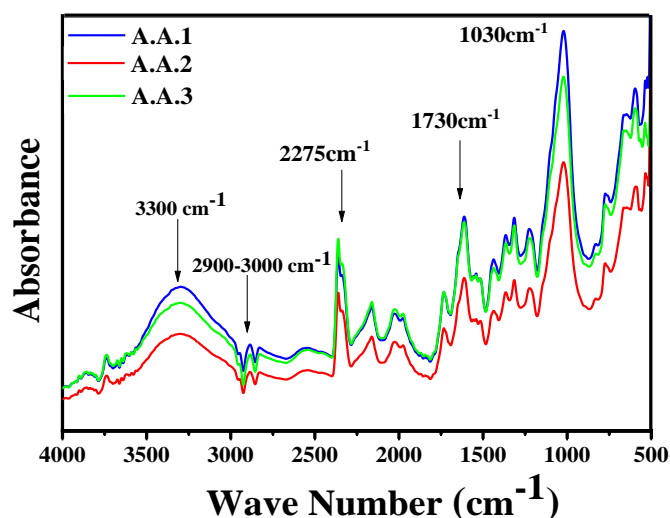
*Résultats et discussion*

---

### IV. Résultats et discussion :

#### IV.1.1. Analyse infrarouge des échantillons étudiés :

Après l'analyse spectrale des échantillons de plantes avec le dispositif FTIR, les courbes spectrales des différents échantillons de plantes présentées à la **Figure (VI.17)** ont été obtenues.



**Figure (IV.1):** Spectres FTIR pour différents échantillons de plantes.

Sur la base de l'analyse des données spectrales des échantillons étudiés, il a été observé une grande similitude entre les différents spectres, avec quelques légères différences dans les valeurs d'absorbance correspondant à chaque numéro d'onde. Cette analyse a révélé plusieurs zones importantes, notamment les suivantes : l'absorption des groupes fonctionnels O-H des acides gras à 3300  $\text{cm}^{-1}$ , les groupements fonctionnels amide (C=O amide I et N-H amide II), les groupements protéiques et peptidiques entre 1375 et 1315  $\text{cm}^{-1}$ , ainsi que le domaine des sucres entre 1200 et 900  $\text{cm}^{-1}$ . Le Tableau (I.6) présente en détail les groupes fonctionnels les plus importants composant les échantillons étudiés.

**Tableau (IV.1):** Les groupes fonctionnels les plus importants des aides étudiées.

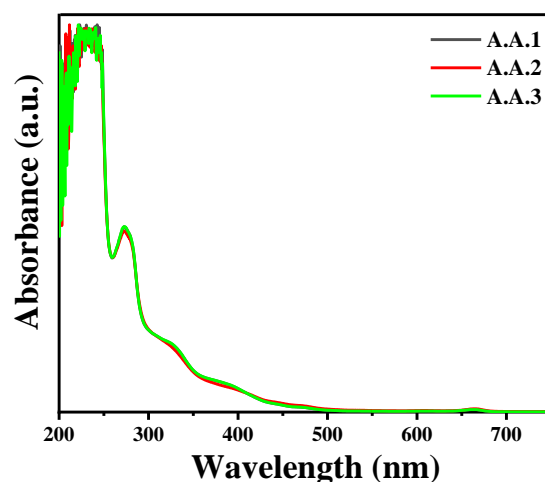
| Fréquence ( $\text{cm}^{-1}$ ) | Groupe fonctionnel   | Référence             |
|--------------------------------|--|-----------------------|
| 4000-3500                      | O-H stretching vibration of hydroxyl groups, water vapor, amine N-H stretching                             | (Lee et al. 2017)     |
| 2900-2850                      | Methyl (-CH <sub>3</sub> ) and methylene (-CH <sub>2</sub> ) symmetric and asymmetric stretching vibration | (Rohaeti et al. 2015) |

|           |   |  |
|-----------|---|--|
| ~2340     | Stretching of N-H bonds in proteins, which is known as the amide A band, stretching of hydroxyl groups                              | (Lee et al. 2017)                      |
| ~1730     | C=O carbonyl stretching of esters   | (Fan et al. 2013)                      |
| ~1600     | C-C stretching in aromatic structures, N-H deformation and C-N stretching   | (Lee et al. 2017)                      |
| ~1400     | Stretching of bonds in CH <sub>3</sub> in lipids and aromatic compounds, bending of bonds in CH <sub>3</sub> in lipids and proteins | (Lee et al. 2017)                      |
| 1375-1315 | O-H bending polysaccharide, Amide III   | (Lee et al. 2017; Zeghoud et al. 2021) |
| 1250-1030 | Phosphodiester groups of nucleic acids and phospholipids and to the C-O absorption of glycogen and other carbohydrates.             | (Petrakis and Polissiou 2017)          |
| 1000-500  | Vibration and bending vibration of alcohols containing hydroxyl groups and benzene rings.   | (Fan et al. 2013)                      |

### IV.1.2. Détermination du contenu phénolique et des principes actifs :

#### IV.1.2.1. Spectrophotomètre UV-vis :

Les extraits méthanoliques des différents échantillons végétaux étudiés ont révélé des bandes d'absorption UV et visible dans la plage de longueurs d'onde de 200 à 700 nm. Ces absorptions sont attribuées à la présence de différents transporteurs de pigments, qui se manifestent généralement en présence de composés aromatiques tels que les phénols, les flavonoïdes, les antioxydants, ainsi que différents systèmes conjugués (Gad et al. 2013). La Figure (IV.2) présente le spectre d'absorption des différents échantillons végétaux étudiés.



**Figure (IV.2):** Spectres UV et visible des échantillons étudiés.

### IV.1.3. Rendement d'extraction des composés phénoliques :

Les extractions des différents composés phénoliques les plus abondants dans notre plante ont été effectuées pour calculer le rendement de chaque extrait, en particulier les extraits bruts hydro-alcooliques à base d'éthanol et d'eau (70:30 % v/v) (Yıldırım et al. 2001), conformément à la règle générale :

$$R(\%) = \frac{\text{masse de résidu extrait}}{\text{masse initial de végétale}} \times 100 \dots\dots (IV.2)$$

Le rendement, exprimé en pourcentage, a été déterminé par rapport à 10 g de matériel végétal sec ou frais et broyé. Les résultats obtenus sont illustrés dans le **Tableau (I.7)**.

**Tableau (IV.2):** Les rendements en extraits obtenus à partir L'enchantions étudiées :

|               | Extrait de plant |       |       |
|---------------|------------------|-------|-------|
| L'échantillon | A.A.1            | A.A.2 | A.A.3 |
| Rendement %   | 4,3              | 4,02  | 5,33  |

Les résultats obtenus pour les extraits bruts montrent que le rendement le plus élevé est celui de l'extrait de plante provenant de la région d'El Nekhla (5,33%), suivi de la région de Guemar (4,3%) et de Tegzaout (4,02%).

### IV.1.4. Dosage des composés phénoliques par la méthode colorimétrique :

La présence de pigments végétaux ou encore de polyphénols est à l'origine des couleurs distinctives des différents extraits. Nous nous concentrons sur la quantification de ces produits chimiques dans notre étude.

#### ❖ Evaluation des concentrations équivalentes:

La détermination de la concentration en polyphénols a fait l'objet d'une étude quantitative utilisant des dosages spectrophotométriques sur des extraits bruts d'échantillons de différentes natures.

La quantité correspondante de polyphénols a été rapportée en milligrammes par le poids équivalent en grammes de matière végétale en solution standard. L'équation obtenue à l'aide de la courbe de solution linéaire habituelle est :

## Résultats et discussion

---

$$y = ax \pm b \quad \dots \dots (IV.3)$$

Où :

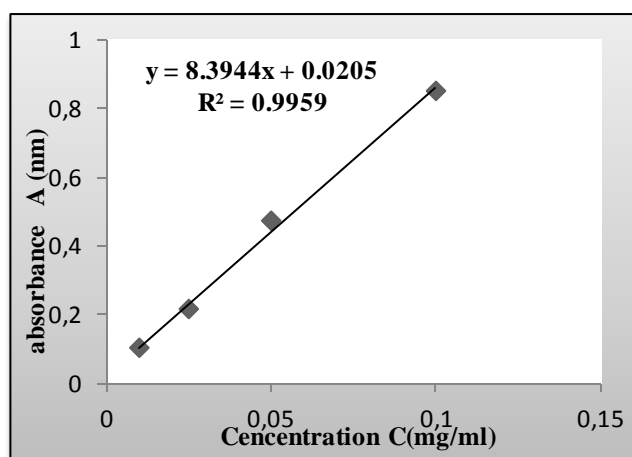
y: représente la valeur d'absorbance.

x: représente la valeur de la concentration du standard en mg. ml<sup>-1</sup>.

En remplaçant à chaque fois la valeur d'absorbance dans l'équation précédente, on trouve la valeur de la concentration équivalente de solution standard C<sub>éq</sub> en mg/g.

### IV.1.4.1. Quantification des polyphénols totaux :

Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent acide gallique par gramme de matière végétale séchée (mg GAE/g), en utilisant l'équation de régression linéaire de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (**Figure (IV.3)**).



**Figure (IV.3):** Courbe d'étalonnage de l'acide Gallique (polyphenole ).

Pour la quantification des polyphenole dans notre extrais d'Ephedra Alata on utilise la même mode opératoire illustrer dans (I.3.2.4.) mais on remplace l'acide gallique par notre extrait a différentes concentrations.

Les résultats obtenus ont permis d'estimer les quantités de polyphénols présents dans les échantillons, et le Tableau (**IV.3**) compile les quantités totales de polyphénols retrouvées dans chacun des différents extraits examinés.

**Tableau (IV.3):** Taux en polyphénols totaux des différents extraits :

| Sample code | TPC (mg GAE/g) |
|-------------|----------------|
| A.A.1       | 48,650         |
| A.A.2       | 42,652         |
| A.A.3       | 23,917         |

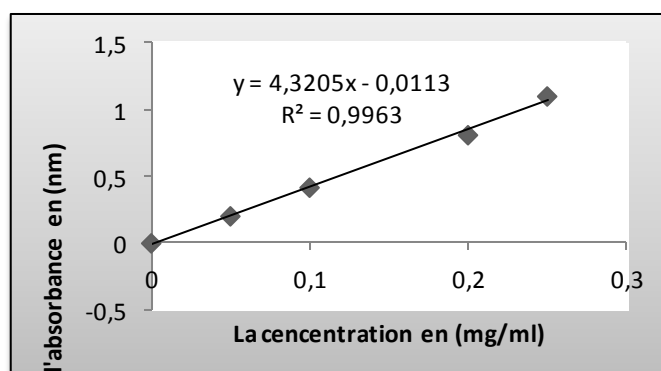
D'après les résultats du Tableau (IV.3), nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

Les échantillons frais présentent des quantités de polyphénols comprises entre 23,917 mg/g et 48,650 mg/g. L'échantillon A.A.1 présente la plus haute teneur en polyphénols avec 48,650 mg/g, suivi de l'échantillon A.A.2 avec 42,652 mg/g. En revanche, l'échantillon A.A.3 présente une teneur en polyphénols plus faible, ne dépassant pas 23,917 mg/g.

Cela indique que les différents échantillons étudiés présentent des niveaux variables de polyphénols, avec l'échantillon A.A.1 ayant la teneur la plus élevée, l'échantillon A.A.2 avec une teneur intermédiaire, et l'échantillon A.A.3 ayant la teneur la plus faible en polyphénols. Les polyphénols sont des composés bioactifs présents dans de nombreux aliments et plantes, connus pour leurs propriétés antioxydantes et leurs effets bénéfiques sur la santé humaine.

### IV1.4.2. Quantification de flavonoïde total (FVT) :

Comme nous avons l'indiqué dans le paragraphe (III.2.5.) pour la détermination de la teneur en flavonoïde total, une droite d'étalonnage (Figure (IV.4)) a été tracée pour cet objectif qui est réalisé avec des solutions d'étalons à des concentrations différentes.



**Figure (IV.4) :** Courbe d'étalonnage de Quercitine (flavonoïde).

La quantité de flavonoïdes est rapportée en milligrammes par gramme d'équivalent extrait en Quercitine.

## Résultats et discussion

---

Le tableau (IV.4) rassemble les teneurs en flavonoïdes totaux dans les différents extraits étudiés.

Les mêmes étapes pour les traitements de solution de quercétine standard sont répétées avec les différents extraits d'*Ephedra alata*.

Les résultats sont exprimés en milligrammes (mg) d'équivalent quercétine par gramme d'extrait (mg EC/g).

**Tableau (IV.4) :** Teneur en flavonoïde totaux des différents extraits

| Sample code | TFC (mg QE/g) |
|-------------|---------------|
| A.A.1       | 1,648         |
| A.A.2       | 0,424         |
| A.A.3       | 1,348         |

Les résultats de l'estimation des composés phénoliques et des flavonoïdes dans les échantillons végétaux étudiés, tels que consignés dans le Tableau (I.9), révèlent une variation notable de la quantité de ces composés dans les différents échantillons.

Pour les composés phénoliques, la quantité estimée varie entre 23,917 mg/g et 48,650 mg/g. L'échantillon présentant la plus haute teneur en composés phénoliques est de 48,650 mg/g, tandis que l'échantillon avec la plus faible teneur est de 23,917 mg/g.

En ce qui concerne les flavonoïdes, la quantité estimée varie entre 0,424 mg/g et 1,648 mg/g. L'échantillon présentant la plus haute teneur en flavonoïdes est de 1,648 mg/g, tandis que l'échantillon avec la plus faible teneur est de 0,424 mg/g.

En comparant les résultats d'estimation des composés phénoliques et des flavonoïdes, on peut conclure que les échantillons végétaux étudiés contiennent une quantité significative de phénols et de flavonoïdes. Les phénols et les flavonoïdes sont des composés bioactifs présents dans de nombreux aliments d'origine végétale et sont connus pour leurs propriétés antioxydantes et leurs effets bénéfiques sur la santé.

### IV.1.5. Technique d'analyse chromatographique HPLC :

Le passage décrit le processus d'extraction et d'analyse quantitative des extraits bruts de différentes variétés de matière végétale (probablement des poivrons) pour la détection de certains composants polyphénoliques standards. Voici une explication détaillée du processus :

### IV.1.5.1. Chromatogrammes des étalons :

Le tableau (IV.5) représente les temps de rétention des mélanges standard contenant neuf composés phénoliques utilisés comme étalons à une concentration de 1 µg/ml. Les analyses sont effectuées à une longueur d'onde de 300 nm. Ces neuf composés standard sont identifiés comme suit :

- Acide Gallique
- Acide chlorogénique
- Acide vanillique
- Acide caféique
- Vanilline
- Acide coumarique
- Rutine
- Quercétine

Pour l'identification et la quantification des composés phénoliques présents dans les extraits, on compare les temps de rétention et les aires des pics obtenus pour les échantillons avec ceux des étalons. En injectant un mélange de solutions standard dans le système HPLC, on obtient des temps de rétention différents pour chaque composé phénolique. Ces temps de rétention sont enregistrés en se basant sur la courbe standard préalablement établie.

**Tableau (IV.5)** Composés phénoliques identifiés dans les étalons.

| N° | Composés phénoliques  | code | Temps de sortie (min) Tr |
|----|-----------------------|------|--------------------------|
| 1  | Acide gallique        | GA   | 5.29                     |
| 2  | L'acide chlorogénique | CLA  | 13.392                   |
| 3  | acide vanillique      | VA   | 15.531                   |
| 4  | acide caféique        | CA   | 16.277                   |
| 5  | vanilline             | VAN  | 21.46                    |
| 6  | Coumarine             | P-CA | 23.817                   |
| 7  | rutine                | RUT  | 28.37                    |
| 8  | Nargin                | NAR  | 34.788                   |
| 9  | Quercitine            | QR   | 45.047                   |

### IV.1.5.2. Analyses par HPLC des extraits :

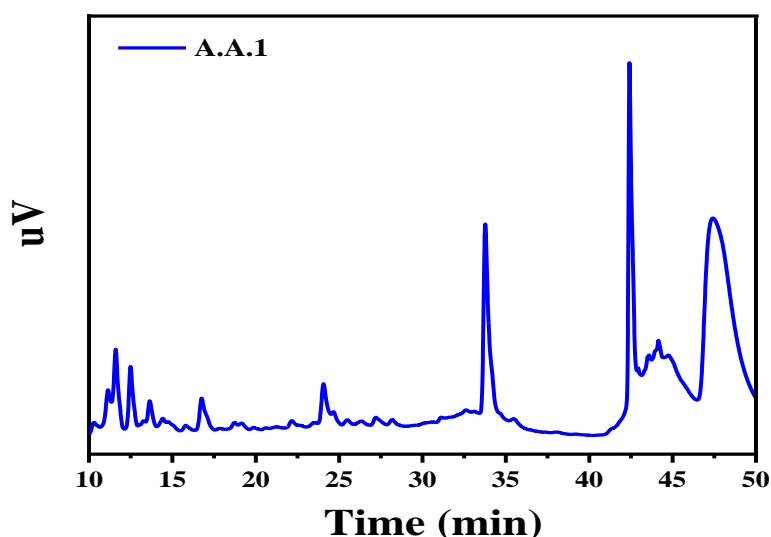
Les figures ((IV.5, (IV.6 et (IV.7) présentent les chromatogrammes des différents extraits de *Ephedra alata* qui ont été analysés. Les résultats des analyses qualitatives et quantitatives sont résumés dans le tableau (IV.6).

L'analyse de ces résultats permet de constater que certains composés sont présents en plus grande quantité dans les extraits. Dans l'extrait A.A.1, les composés majoritaires sont la quercétine (1082,247 µg/mg), l'acide gallique (158,892 µg/mg) et l'acide chlorogénique (134,678 µg/mg).

Dans l'extrait A.A.2, les composés prédominants sont la quercétine (0,000 µg/mg), la vanilline (18,53 µg/mg), l'acide chlorogénique (17,3 µg/mg) et l'acide gallique (1059,515 µg/mg).

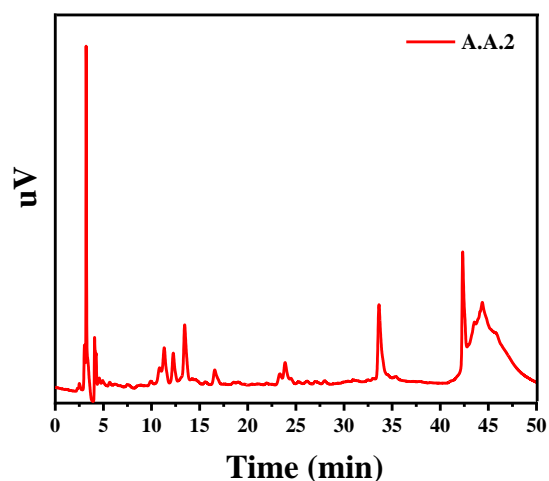
Quant à l'extrait A.A.3, les composés majeurs sont l'acide gallique (304,409 µg/mg) et l'acide caféique (72,940 µg/mg), avec la présence de certains composés non identifiés.

Il est important de souligner que tous les composés ont été identifiés lors des analyses en utilisant des étalons appropriés, ce qui permet de confirmer leur présence dans les extraits.



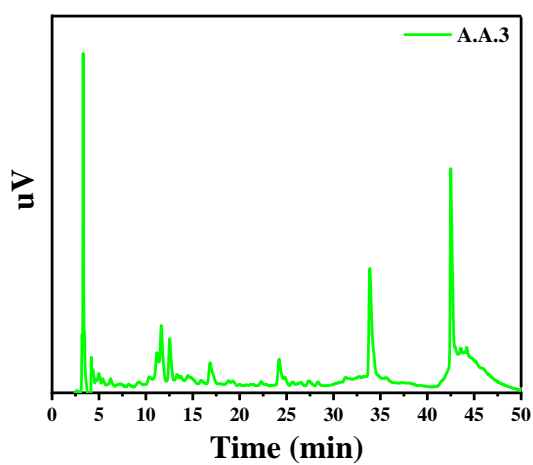
**Figure (IV.5):**Chromatogrammes d'extraits d'échantillons A.A.1.

1: Acide Gallique ; 2:acide chlorogénique ;3: acide vanilique ; 5: vanniline; 6 acide comarique; 7: Rutine ; 9 : Quercetine



**Figure (IV.6):** Chromatogrammes d'extraits d'échantillons A.A.2.

1: Acide Gallique ; 2:acide chlorogénique ;3: acide vanilique ;4:acide caféique; 5: vaniline; 6 acide comarique; 7: Rutine ;



**Figure (IV.7):** Chromatogrammes d'extraits d'échantillons A.A.3.

1: Acide Gallique ; 2:acide chlorogénique ;3: acide vanilique ; 5: vaniline; 6 acide comarique; 7: Rutine ;

**Tableau (IV.6):** Composés phénoliques identifiés dans les extraits:

| Sample | Gallic Acid ( $\mu\text{g/g}$ ) | Chlorogenic Acid ( $\mu\text{g/g}$ ) | Vanilic Acid ( $\mu\text{g/g}$ ) | Caffeic Acid ( $\mu\text{g/g}$ ) | Vanilin ( $\mu\text{g/g}$ ) |
|--------|---------------------------------|--------------------------------------|----------------------------------|----------------------------------|-----------------------------|
| A.A.1  | 158,892                         | 134,678                              | 22,115                           | 0,000                            | 8,149                       |
| A.A.2  | 0,000                           | 1059,515                             | 18,532                           | 72,940                           | 8,719                       |
| A.A.3  | 304,409                         | 815,084                              | 215,778                          | 0,000                            | 33,365                      |

| Sample | p-Comaric Acid ( $\mu\text{g/g}$ ) | Rutin ( $\mu\text{g/g}$ ) | Naringin ( $\mu\text{g/g}$ ) | Quercetin ( $\mu\text{g/g}$ ) | Total (mg/g) |
|--------|------------------------------------|---------------------------|------------------------------|-------------------------------|--------------|
| A.A.1  | 24,209                             | 71,873                    | 0,000                        | 1082,247                      | 1,502        |
| A.A.2  | 180,733                            | 52,224                    | 0,000                        | 0,000                         | 1,393        |
| A.A.3  | 15,400                             | 93,484                    | 0,000                        | 0,000                         | 1,478        |

### IV.1.6. Evaluation d'activité antioxydant :

#### IV.1.6.1. Evaluation d'AAO par la méthode spectrophotométrie :

Le potentiel antioxydant peut être mesuré de différentes manières, soit en identifiant les sous-produits de l'oxydation, soit en évaluant la capacité des modèles de réactions chimiques à neutraliser les radicaux.

La méthode traditionnelle implique une familiarité préalable avec les produits d'oxydation. Cette méthode recherche spécifiquement des groupements fonctionnels tels que les aldéhydes, les cétones et les dicarbonates présents dans les dérivés des constituants d'origine. Elle permet de détecter les changements chimiques qui se produisent lors de l'oxydation et d'évaluer le potentiel antioxydant.

Une autre méthode consiste à comparer la quantité de radicaux consommés à la quantité d'antioxydant utilisée. Cette méthode évalue la capacité de l'antioxydant à neutraliser les radicaux libres présents dans le système. Le pourcentage d'inhibition (PI) est souvent utilisé pour exprimer cette mesure. Il représente la proportion de radicaux neutralisés par l'antioxydant par rapport aux radicaux présents dans le système non traité.

Une autre approche courante consiste à utiliser la spectroscopie UV-Visible pour mesurer le potentiel antioxydant. Cette méthode permet de quantifier la capacité d'absorption de la solution antioxydante à une longueur d'onde spécifique. L'équivalent en solution étalon,

## Résultats et discussion

---

obtenu par comparaison avec des solutions d'étalons antioxydants de concentration connue, est utilisé pour exprimer cette mesure.

Le calcul du pourcentage d'inhibition nécessaire pour déterminer l'activité antioxydante d'un extrait consiste à appliquer la formule suivante :

$$IP (\%) = \frac{(a-b)}{a} \times 100 \dots \dots (IV.1)$$

Avec : a = absorbance de la solution oxydée en absence d'agents antioxydant,

b = absorbance de la solution oxydée en présence d'agents antioxydant.

### IV.1.6.2. Test d'évaluation d'activité antioxydant totale (PPM) :

Lors de l'établissement de la courbe d'étalonnage, l'acide gallique est utilisé comme référence. Différentes concentrations de solutions d'acide gallique de concentration connue sont préparées, et leur absorbance est mesurée à une longueur d'onde spécifique à l'aide d'un spectrophotomètre.

Les valeurs d'absorbance obtenues pour chaque concentration connue de l'acide gallique sont utilisées pour tracer une courbe d'étalonnage. Cette courbe représente la relation entre la concentration d'acide gallique et l'absorbance mesurée.

Une fois que la courbe d'étalonnage est établie, les échantillons d'extraits végétaux sont analysés en mesurant leur absorbance à la même longueur d'onde. En utilisant la courbe d'étalonnage, la concentration d'acide gallique équivalente dans chaque échantillon peut être déterminée.

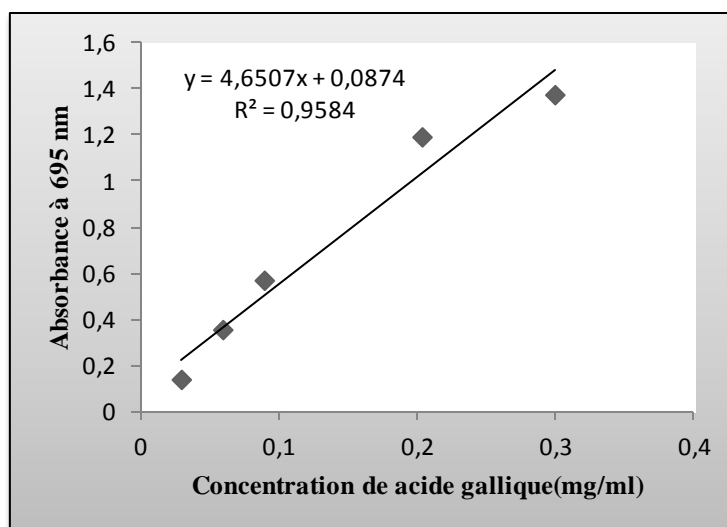
Les résultats sont exprimés en milligramme d'équivalent acide gallique par gramme de matière sèche (mgEGa/gMs). Cette unité permet de quantifier la quantité d'antioxydants présente dans les échantillons d'extraits végétaux en se référant à l'activité antioxydante de l'acide gallique.

Il convient de noter que l'acide gallique est utilisé comme référence dans cette méthode, mais d'autres composés peuvent également être utilisés en fonction des besoins de l'étude. La courbe d'étalonnage permet de convertir l'absorbance mesurée en une concentration d'antioxydant équivalente, ce qui permet de quantifier le potentiel antioxydant des échantillons.

## Résultats et discussion

---

, qui est établi avec un coefficient de corrélation de  $R^2 = 0,958$ (Figure IV.8).



**Figure (IV.8):** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique(PPM).

Le processus d'analyse des échantillons comprend l'utilisation d'une solution témoin (blanc) ainsi que des étalons pour établir la courbe d'étalonnage. Les échantillons d'extraits végétaux sont analysés dans les mêmes conditions expérimentales que le blanc et les étalons. La densité optique est mesurée pour chaque échantillon à différentes concentrations.

En enregistrant les changements de valeurs de densité optique en fonction de la concentration, une courbe d'étalonnage est tracée. Cette courbe permet de relier la concentration en équivalent acide gallique (GAE) aux valeurs de densité optique mesurées.

Une fois que la courbe d'étalonnage est établie, la teneur en activité antioxydante totale des différents extraits végétaux peut être déterminée. Les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent acide gallique (GAE) par gramme d'extrait sec.

Le Tableau (IV.7) regroupe les résultats de l'activité antioxydante des extraits, indiquant la quantité d'équivalent acide gallique présente dans chaque gramme d'extrait sec. Ces résultats permettent de comparer la capacité antioxydante des différents extraits végétaux étudiés.

## Résultats et discussion

---

**Tableau (IV.7):** Résultat de Test d'évaluation Activité antioxydant totale :

| Echantillon | Equation :                               | Absorbance<br>(nm) | La capacité d'activité<br>antioxydante totale (mg/g) |
|-------------|--|--------------------|--|
| A.A.1       | Y=4.650x-0.087<br>R <sup>2</sup> = 0.958 | 0.95               | 145.693  |
| A.A.2       |  | 0.542              | 73.37823   |
| A.A.3       |  | 0.389              | 46.26019   |

Sur la base des valeurs de concentrations équivalentes, nous pouvons observer des variations dans les propriétés antioxydantes entre les extraits frais et les extraits secs. Les extraits sont classés selon leur activité antioxydante, avec les résultats suivants :

Extrait A.A.1 : Il présente la plus forte activité antioxydante parmi les extraits, avec une concentration équivalente de 145.693 mg/g. Cela signifie que cet extrait a la capacité la plus élevée de neutraliser les radicaux libres et de protéger contre les dommages oxydatifs.

Extrait A.A.2 : Il se classe deuxième en termes d'activité antioxydante parmi les extraits frais, avec une concentration équivalente de 73.37823 mg/g. Bien qu'il soit légèrement inférieur à l'extrait A.A.1, il conserve une activité antioxydante significative.

Extrait A.A.3 : Il affiche la plus faible activité antioxydante parmi les extraits frais, avec une concentration équivalente de 46.26019 mg/g. Cela indique que cet extrait présente une activité antioxydante relativement plus faible par rapport aux autres extraits.

Ces résultats démontrent clairement que les extraits étudiés présentent des variations dans leurs propriétés antioxydantes. L'extrait A.A.1 se distingue par sa plus forte activité antioxydante, suivi de près par l'extrait A.A.2, tandis que l'extrait A.A.3 présente une activité antioxydante relativement plus faible.

### IV.1.6.3. Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH•) :

évaluer l'activité antioxydante des extraits. Voici les étapes de ce test :

Ajout des extraits : Pour chaque échantillon d'extrait contenant des composés phénoliques, une certaine quantité est ajoutée à 1 ml de la solution de DPPH.

Une fois les extraits ajoutés, le mélange réactionnel est immédiatement isolé et placé dans l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes. Pendant cette période, les composés

## Résultats et discussion

---

phénoliques présents dans les extraits réagissent avec le radical DPPH, ce qui entraîne une réduction de sa couleur caractéristique.

Mesure de l'absorption : Après les 30 minutes d'incubation, l'absorption du milieu réactionnel est mesurée à une longueur d'onde de 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre. Cette mesure est effectuée par rapport à un blanc, qui est préparé de la même manière mais sans l'ajout d'extrait.

Comparaison des résultats : Les valeurs d'absorption obtenues pour les échantillons sont comparées à celle du blanc. Une diminution de l'absorption indique une activité antioxydante élevée, car cela signifie que les composés phénoliques présents dans les extraits ont réagi avec le radical DPPH et l'ont neutralisé.

En utilisant cette méthode, on peut évaluer la capacité des extraits à neutraliser le radical DPPH et à agir comme des antioxydants. Les résultats obtenus permettent de quantifier l'activité antioxydante des extraits et de les comparer les uns aux autres.

Nous avons pu déterminer les densités optiques de chaque solution extraite à différentes dilutions et calculer le paramètre inhibition et IC<sub>50</sub>.

$$I\% = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100 \quad \dots \dots (IV.2)$$

Avec **A<sub>0</sub>**: absorbance du témoin (ne contenant aucun antioxydant) après 30 minutes.

**A<sub>1</sub>**: absorbance des extraits mesurés après 30 minutes.

Figures. IV.7. Il faut rappeler que plus la valeur de IC<sub>50</sub> est petite plus l'activité antioxydant des extraits est grande.

Après 30 minutes, la quantité d'inhibition de DPPH provoquée par les extraits a permis la détermination des valeurs IC<sub>50</sub>. Les résultats sont listés dans **Tableau (IV.8)**.

**Tableau (IV.8):** Résultats du test DPPH (mg/ml) :

| Sample code  | Equation             | R <sup>2</sup> | IC <sub>50</sub> (mg / mL) |
|--------------|----------------------|----------------|----------------------------|
| <b>A.A.1</b> | y = 5.234x + 47.691  | 0.762          | 0.441                      |
| <b>A.A.2</b> | y = 19.097x + 33.26  | 0.9252         | 0.876                      |
| <b>A.A.3</b> | y = 25.737x + 9.4251 | 0.9525         | 1.576                      |

## Résultats et discussion

Les résultats obtenus montrent que l'extrait phénolique A.A.3 présente une activité antioxydante significative avec une valeur élevée de 5,10-2 mg/ml. Cela suggère que cet extrait contient des composés phénoliques puissants capables de neutraliser les radicaux libres et de protéger contre les dommages oxydatifs.

D'autre part, les extraits A.A.1 et A.A.2 ont des pouvoirs antioxydants similaires, ce qui indique que les composés responsables de cette activité sont présents dans ces deux extraits et peuvent être extraits efficacement par le même solvant. Par conséquent, ces extraits peuvent être considérés comme ayant des capacités antioxydantes comparables.

Ces observations mettent en évidence l'importance de l'extraction des composés phénoliques à partir d'Ephedra alata en tant que source potentielle d'antioxydants puissants. Les résultats soulignent également l'importance de l'évaluation des composés phénoliques dans les extraits de cette plante, en particulier en ce qui concerne leurs propriétés antioxydantes.

Ces découvertes peuvent servir de base pour des études futures visant à isoler et à caractériser les composés actifs responsables de ces propriétés antioxydantes. De plus, elles ouvrent la voie à l'exploration des applications potentielles de ces extraits dans les domaines de la santé et de l'industrie alimentaire, où les antioxydants sont recherchés pour leurs bienfaits sur la santé et leur rôle dans la préservation des aliments.

### IV.1.6.4. Test de réduction d'ion fer (FRAP) :

Cette courbe est établie en utilisant l'acide gallique comme référence et les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent acide gallique par gramme de matière sèche (mgEGa/gMs). La courbe d'étalonnage est établie avec une valeur de corrélation de  $R^2 = 0,99$  (Figure (IV.9)).

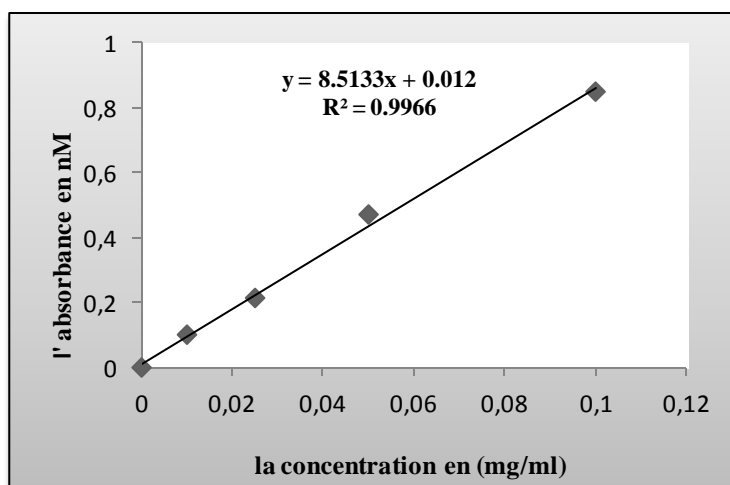


Figure (IV.9): Courbe d'étalonnage d'acide sulfurique.

## Résultats et discussion

---

Dans cette étude, nous avons utilisé la méthode de préparation des extraits de *Ephedra alata* similaire à celle utilisée pour la solution standard d'acide sulfurique. Cette méthode nous a permis d'établir une courbe d'estimation des activités antioxydantes des extraits.

Les résultats obtenus sont exprimés en milligrammes d'équivalent d'acide sulfurique par kilogramme de matière végétale séchée (mg/g). Cette unité de mesure nous permet de quantifier la capacité antioxydante des extraits de *Ephedra alata*.

En utilisant cette méthode, nous avons pu évaluer et comparer les activités antioxydantes des différents extraits de *Ephedra alata*, ce qui nous a permis de déterminer leur potentiel antioxydant relatif. Ces mesures sont essentielles pour évaluer la capacité des extraits à neutraliser les radicaux libres et à protéger les cellules contre les dommages oxydatifs.

Ces données sont très importantes pour évaluer l'efficacité des extraits de *Ephedra alata* dans le domaine des applications médicales et des produits alimentaires. Elles nous fournissent des informations précieuses sur le potentiel antioxydant de ces extraits, ce qui peut influencer leur utilisation dans le développement de nouveaux produits thérapeutiques ou dans l'industrie alimentaire pour leur propriétés bénéfiques pour la santé.

Il convient de noter que l'évaluation de l'activité antioxydante est une étape importante dans la recherche scientifique, car elle nous permet de mieux comprendre les propriétés des extraits de plantes et leur potentiel pour la santé humaine. Ces résultats peuvent également contribuer à la sélection des extraits les plus prometteurs pour des études ultérieures et des applications pratiques.

**Tableau (IV.9):** Résultats du test FRAP (mg/g).

| Echantillon | Equation :                     | La capacité de réduire (mg/g) |
|-------------|--------------------------------|-------------------------------|
| A.A.1       | $Y=8.51x+0.012$<br>$R^2= 0.99$ | 10.63                         |
| A.A.2       |                                | 13. 82                        |
| A.A.3       |                                | 5.26                          |

Les résultats de l'étude montrent que les capacités antioxydantes des échantillons de *Ephedra alata* varient selon l'ordre suivant dans les échantillons frais : A.A.2 > A.A.1 > A.A.3, avec des valeurs respectives de 13. 82 mg/g, 10.63 mg/g et 5.26 mg/g. Cela indique que l'extrait A.A.2 présente une activité antioxydante significativement plus élevée que les autres échantillons, quel que soit leur état.

Il est également important de noter que la capacité de réduction du fer diffère entre les différents échantillons de *Ephedra alata*, et elle est beaucoup plus élevée dans l'extrait A.A.2.

La capacité de réduction du fer est souvent liée aux activités antioxydantes, et de nombreuses études ont établi une corrélation entre les deux. Ainsi, les résultats suggèrent que l'extrait A.A.2 possède une activité antioxydante significative, probablement en raison de sa capacité à réduire les constituants impliqués dans l'activité antioxydante.

Ces observations confirment l'importance de l'extrait A.A.2 en tant que source d'antioxydants puissants. La capacité de réduction du fer est un indicateur couramment utilisé pour évaluer l'activité antioxydante, et les résultats obtenus soutiennent l'idée que cet extrait contient des composés actifs capables de neutraliser les radicaux libres et de prévenir les dommages oxydatifs.

Ces résultats fournissent des informations précieuses sur les propriétés antioxydantes des extraits de *Ephedra alata* et peuvent être utilisés dans le développement de produits thérapeutiques ou dans l'industrie alimentaire pour exploiter les bienfaits de ces extraits sur la santé. Ils soulignent également l'importance de continuer à étudier et à caractériser les composés actifs présents dans l'extrait A.A.2 afin de mieux comprendre leurs mécanismes d'action et leur potentiel d'application.

L'étude entreprise visait à évaluer la richesse végétale de la province d'El Oued en se concentrant sur les plantes utilisées en médecine populaire. Dans ce chapitre, nous avons entrepris plusieurs analyses afin d'identifier les composés chimiques présents, d'estimer quantitativement les phénols et les flavonoïdes, de déterminer la présence de certains acides phénoliques et flavonoïdes, ainsi que d'évaluer la quantité de substances actives et la capacité antioxydante.

Pour mener à bien ces analyses, nous avons utilisé différentes techniques spectroscopiques telles que la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la spectroscopie UV-visible (UV-vis) ainsi que la chromatographie liquide à haute performance (HPLC).

Les résultats du screening phytochimique réalisé sur l'ensemble des échantillons de plantes étudiés se sont révélés significatifs, révélant la présence de composés actifs, en particulier des composés essentiels, dans quasiment tous les échantillons étudiés.

### IV.2.1. Phytoréduction des ions de zinc et mécanisme réactionnelle

Une étude sur la synthèse verte des nanoparticules d'oxydes de zinc en utilisant l'extrait des feuilles de *Ephedra allata*, comme des agents phyto-réducteurs des ions du zinc.

## Résultats et discussion

Au cours de l'observation visuelle du processus de synthèse, on constate immédiatement un changement de couleur de la solution de d'acétate de zinc ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ) avec l'extrait végétal du vert au gris clair.

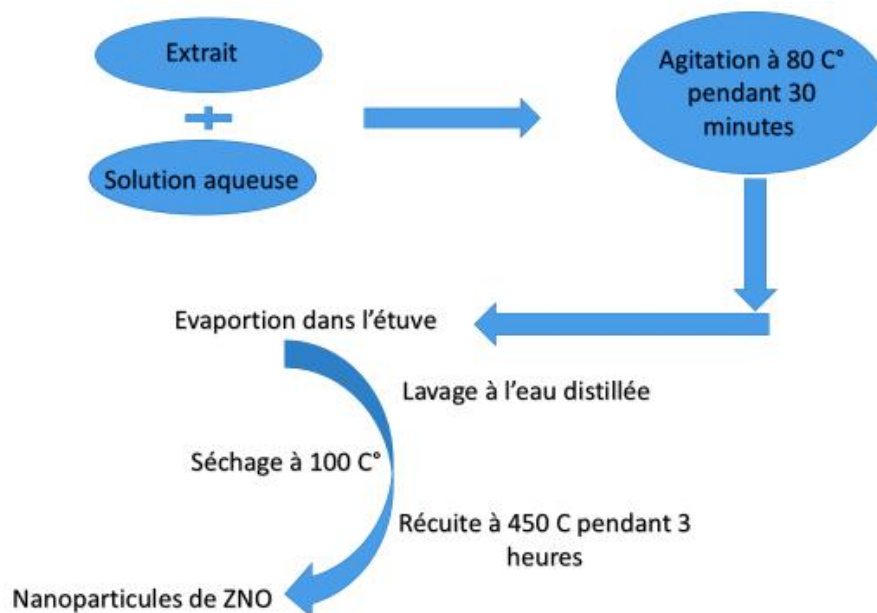
On considère que le changement de couleur comme une indication claire du début de la bioréduction des ions zinc et de la formation conséquente de nanoparticules d'oxyde de zinc (Sirelkhatim et al. 2015).

### - Mécanisme

Le mécanisme de formation des nanoparticules est tiré de la littérature, tandis que l'extrait de la plante est très riche en substances phytochimiques telles que les phénols, alcaloïdes, flavonoïdes, tanins condensés, flavanols, etc. Ces phytochimiques dans l'extrait des plantes jouent un rôle important dans la synthèse verte où ils sont considérés comme des agents (bioréducteurs ou phytoréducteurs).

Des études antérieures pour les analyses phytochimiques préliminaires ont montré que l'extrait des feuilles de plante est très riche en des métabolites secondaires (polyphénols, saponines, flavonoïdes et tanins condensés, ...) dans l'extrait des plantes est responsable de la réduction des ions du métal en NPs d'oxyde de fer.

La **Figure (II.7)** montre une possibilité de mécanisme pour la formation des nanoparticules d'oxyde de zinc ( $\text{ZnO}$ ) à partir de la phytoréduction des ions du zinc (II).



**Figure (IV.10):** Résumé graphique illustrant le mécanisme de synthèse des NPs d'oxyde de fer à partir de l'extrait des plantes.

### - Synthèse verte à partir d'extraits des plantes

La synthèse verte des nanoparticules représente une avancée par rapport aux autres

méthodes car elle est simple, rentable et relativement reproductible, et donne souvent des matériaux plus stables. Les micro-organismes peuvent également être utilisés pour produire des nanoparticules, mais le taux de synthèse est lent et seul un nombre limité de tailles et de formes se prêtent à la méthode par rapport aux voies impliquant des matériaux à base de plantes. Dans la méthode de synthèse verte, il n'y a aucune exigence de haute pression, d'énergie, de température ou de produits chimiques toxiques. Par conséquent, de nos jours, de nombreux chercheurs se détournent de l'utilisation de méthodes synthétiques. Les plantes produisent des nanoparticules plus stables par rapport à d'autres moyens et il est très simple de les développer.

Le risque de contamination est également plus faible.

Les pratiques actuelles de green synthèse verte impliquent souvent l'utilisation de sources naturelles comme d'extrait des feuilles de plant, de solvants non-dangereux (Ex : d'eau et éthanol), de matériaux biodégradables et biocompatibles et de procédés éconergétiques dans la préparation de nanoparticules (Shah et al. 2015).

Pour la synthèse de nanoparticules d'oxyde métallique à l'aide d'agents biologiques, nous n'avons pas encore imaginé, mais il est suggéré que différentes biomolécules sont responsables de la synthèse des nanoparticules. Mais dans la biosynthèse intracellulaire et extracellulaire des nanoparticules, ainsi que l'effet des agents bio-réducteurs sur la taille et la forme des nanoparticules (Shah et al. 2015).

La présence de composés phénoliques comme les tanins, les flavonoïdes et les acides phénoliques dans l'extrait de plante pourraient être responsable de la réduction des ions métalliques et de la création des nanoparticules métalliques d'oxyde respectives (Shah et al. 2015).

Le prochain défi pour les chercheurs est de trouver des nouveaux protocoles de bioréduction des ions métalliques pour la synthèse verte des nanoparticules d'oxydes métalliques en utilisant d'extraits de plantes en particulier des parties de plantes non utilisées telles que les feuilles et les écorces de fruits, tout en garantissant des mécanismes faciles, faible coût et respectueux de l'environnement.

### - Mécanisme de synthèse verte des nanoparticules par les extraits des plantes

En général, le mécanisme de bio-réduction des ions métalliques en utilisant des extraits de plantes peut être divisé en trois phases principales : la phase d'activation, la phase de croissance et la phase de terminaison.

a) Phase d'activation : Durant cette phase, la bio-réduction des ions métalliques se produit grâce à l'action des métabolites végétaux, qui sont des biomolécules possédant des capacités

de réduction. Les ions métalliques sont ainsi réduits à partir de leurs précurseurs de sel, passant de leurs états d'oxydation mono ou divalents à des états de valence nulle. De plus, la nucléation des atomes métalliques réduits a lieu (Ying et al. 2022).

b) Phase de croissance : Pendant cette phase, les nanoparticules de petite taille se combinent naturellement pour former des nanoparticules plus grandes (un processus connu sous le nom de mûrissement d'Ostwald). Ce processus s'accompagne d'une augmentation de la stabilité des propriétés thermodynamiques des nanoparticules.

c) Phase de terminaison : Au cours de cette phase, les nanoparticules atteignent finalement leur taille maximale et leur morphologie constante, qui est couverte par les métabolites végétaux secondaires. Cela contribue à la stabilité et à la fonctionnalité des nanoparticules (Makarov et al. 2014).

### - Effet des métabolites secondaires dans la réaction de bioréduction

Le mécanisme de réaction de la réduction concerne principalement les biomolécules végétales (métabolites secondaires) telles que les composés organiques. Ces métabolites secondaires sont bien connus comme étant des sources clés pour contrôler les diverses maladies aiguës. Ainsi, cette réaction de réduction proposée a prouvé que les métabolites secondaires sont des facteurs essentiels à la biosynthèse des nanoparticules métalliques (Marstin et al. 2018).

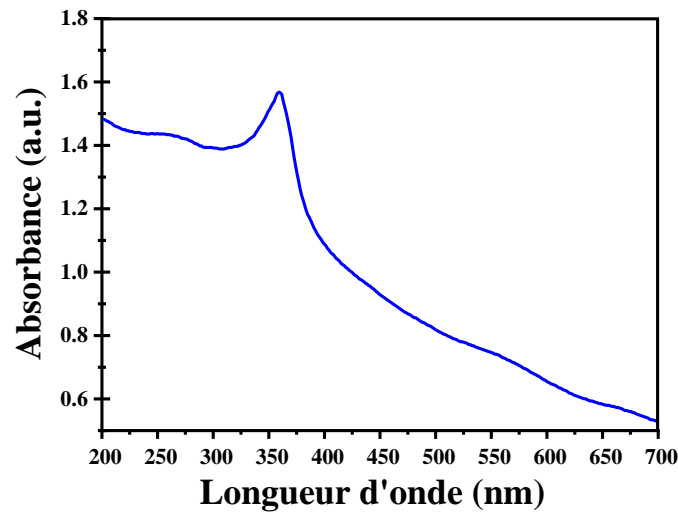
Biosynthèse des nanoparticules d'oxydes métalliques. Les extraits de plantes contiennent plusieurs groupes fonctionnels, dont C – H, C = C (alcényle), C = N (amide), O = H (phénolique et alcool), N–H (amine) et COO– (groupe carboxylique). Ils sont principalement symbolisés comme métabolites secondaires des plantes et peuvent être des micro- ou macrobiomolécules ou les deux (Marstin et al. 2018). Ces substances et composés chimiques participent pleinement à la production de nanoparticules. Les composés phénoliques sont les plus utilisés en synthèse verte. Ce dernier est caractérisé par la présence d'un noyau benzénique ayant un ou plusieurs hydroxy substitués.

## IV.2.2.Caractérisation des nanoparticules d'oxyde de Zinc

### IV.2.2.1.Caractérisations optiques

#### IV.2.2.1.1. Spectromètre d'absorption UV-visible

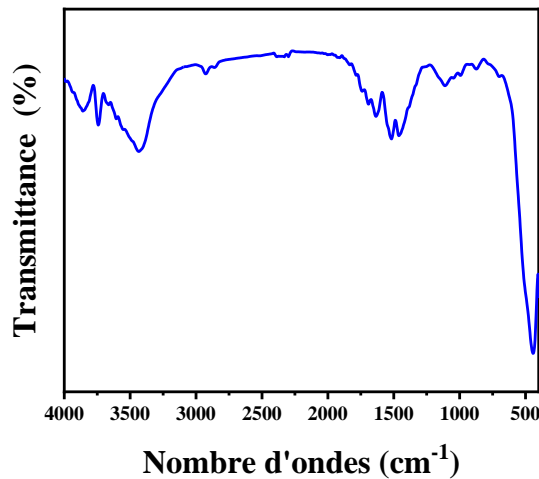
La **Figure (II.8)** montre le spectre UV-Vis d'une solution de nanoparticules d'oxyde de zinc synthétique fabriquée avec un extrait *d'éphédra allata*. Comme on le voit sur cette image, l'absorption maximale de la bande se produit à une longueur d'onde d'environ 351 nm, ce qui est dû à la création d'oxyde de zinc (Amor et al. 2023).



**Figure (IV.11)** : Spectre d'absorption UV-vis du composite ZnO NPs.

### IV.2.2.1.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

Un spectrophotomètre infrarouge à transformée de Fourier a été utilisé pour détecter d'abord la présence de groupements chimiques fonctionnels dans l'extrait de feuille puis pour étudier la formation de liaisons Zn-O suite à la récurrence à 450°C. Pour ce faire, un instrument de réflectivité totale atténuée (ATR) Thermo Scientific-Nicolet iS5 mesurant 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  a été utilisé.



**Figure (IV.12)** : Spectres infrarouge des nanoparticules de ZnO NPs.

La **Figure (IV.12)** représente une forte absorption de ZnO NPs entre 400 à 500  $\text{cm}^{-1}$ .

Le pic spécifique correspond à la vibration d'étirement Zn-O. Les pics larges et étendus dans la partie supérieure à 3441 et 2917  $\text{cm}^{-1}$  sont causés par la vibration d'étirement des groupes

hydroxyle (OH). Les groupes C=O amide I et amide II sont responsables des pics autour de  $1641\text{ cm}^{-1}$ . La bande de vibration de flexion -C-H se produit à  $1377\text{ cm}^{-1}$ . La bande de vibration d'étirement C-O se produit à  $1119$  et  $1010\text{ cm}^{-1}$ . La bande de vibration de flexion O-H se produit à  $624$  et  $616\text{ cm}^{-1}$ , et la bande visible à  $720\text{ cm}^{-1}$  signifie l'existence du groupe R-CH. Les vibrations d'étirement des liaisons Zn-O, responsables des pics à  $417$  et  $422\text{ cm}^{-1}$ , prouvent que le produit a été formé.

### IV.2.2.2. Caractérisations structurales et morphologiques

Les techniques suivantes ont été utilisées pour la caractérisation des nanoparticules d'oxyde de fer : UV-Vis, FT-IR, DRX, MEB et EDX.

#### IV.2.2.2.1. Diffraction des rayons X (DRX)

La structure cristalline des nanoparticules a été étudiée à l'aide d'un diffractomètre à rayons X (XRD, Mini Flex 600 Rigaku) avec une émission de rayons X de cuivre K ( $\lambda = 1,5406\text{ \AA}$ ) dans une plage de  $2\theta$  de  $20$  à  $70^\circ$ , tandis que la production de rayons X a été effectuée à  $30$  kilovolts et  $20$  milliampères. Les analyses structurales ont été réalisées sur la base des données JCPDS (Joint Committee Powder Diffraction Standard).

La **Figure (IV.13)** présente le diagramme XRD des nanoparticules de ZnO synthétisées à l'aide de l'extrait de feuilles de *Ephedra allata* avec une concentration massique différente d'acétate de Zinc. Comme on le voit, les pics de diffraction sont présentés dans l'ensemble des spectres des échantillons. Différents plans cristallins tels que (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112) et (201) correspondent bien à la structure hex-agonale de la wurtzite ZnO (N° de carte JCPDS : 01-079-0205. De plus, aucun pic n'a été observé d'autres impuretés dans les spectres XRD, la taille moyenne des cristallites a été trouvée dans la plage de  $30.9\text{ nm}$ .

La taille moyenne des cristallites a été estimée selon l'équation de Scherrer (Ben Amor et al. 2022):

$$D_{XRD} = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (\text{IV.2})$$

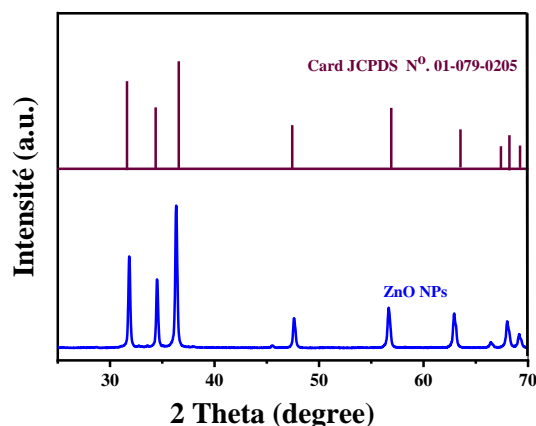
où D est la taille des cristallites,

$\lambda$  est une longueur d'onde d'incidence des rayons X,

$\beta$  est la demi-largeur totale (FWHM) en radians,

K est un facteur de forme, ayant une valeur de  $0,9$  dans le cas récent,

$\theta$  est l'angle de Bragg.

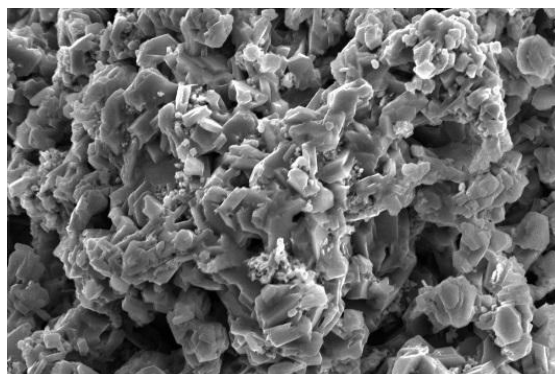


**Figure (IV.13):** Diagrammes de diffraction des rayons X à partir de ZnO NPs.

### IV.2.2.2.2. Microscopie électronique à balayage

L'agglomération et la morphologie de la poudre synthétisée ont été déterminées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) et d'un microscope électronique à balayage Leo Supra 55 de Zeiss Inc.

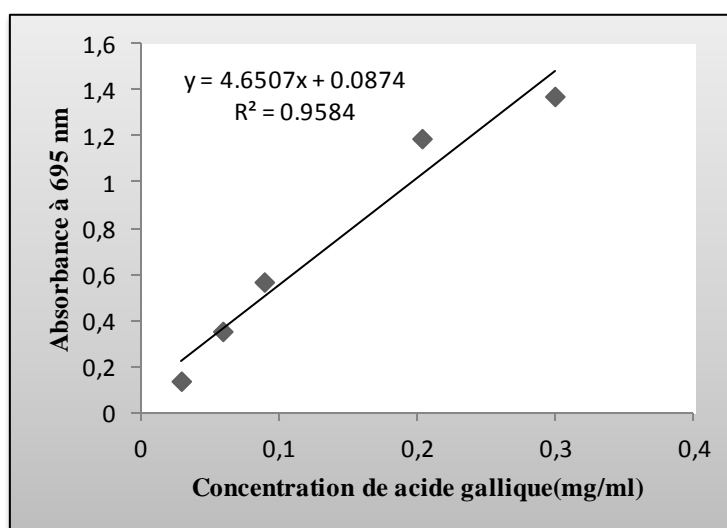
**Figure (IV.14)** présente les images MEB des nanoparticules de ZnO synthétisées et montre clairement que les NP de ZnO sont caractérisées par la forme aléatoire et agglomérée. Les paramètres de réaction, y compris le mélange d'acétate de zinc, la source, la quantité de plantes, la température et le pH, affectent la forme et la taille des NP de ZnO (Amor et al. 2023).



**Figure (IV.14):** Une image MEB de ZnO NPs.

### IV.2.3. Test d'évaluation d'activité antioxydant totale (PPM) :

La courbe d'étalonnage est établie en utilisant l'acide gallique comme référence, et les résultats sont exprimés en mg d'équivalent acide gallique par gramme de matière sèche (mgEGa/gMs), qui est établi avec un coefficient de corrélation de  $R^2 = 0,958$  **Figure (IV.15)**:



**Figure (IV.15):** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique(PPM).

Les échantillons à analyse par porte la solution témoin( blanc) et les étalons sont analysés dans les même condition ( **Tableau (IV.10)** ) , on enregistre le changement de valeurs de densité optique en fonction de concentration, puis on trace la courbe pour on détermine la teneur l'activité antioxydant totale dans différents extraits, la capacité antioxydant des extraits a été exprimée en termes de mg d'équivalent acide gallique (GAE) / g d'extrait sec , les résultats sont regrouper dans le tableau suivant:

**Tableau (IV.10):** Résultat de Test d'évaluation Activité antioxydant totale

|                             |   |
|-----------------------------|---|
| Equation : $Y=4.650x-0.087$ | La capacité d'activité antioxydante totale<br>(mg/g) de ZnO NPs |
| $R^2= 0.958$                | 0.043   |

Sur la base de valeurs de concentration équivalentes, il a été noté que les propriétés antioxydantes

### IV.2.4. Test du 2-diphényle-1-picrylhydrazyl (DPPH•) :

Lorsqu'il s'agit de nano-oxyde de zinc, la quantité de chaque extrait est ajoutée à 1 ml d'une solution de DPPH• (250 µM) préparée dans le méthane. Le mélange réactionnel a été immédiatement isolé et il a été maintenu dans l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes pour permettre à la réaction de se terminer. L'absorption du milieu réactionnel a été mesurée à 517 nm par rapport au blanc. Les mêmes conditions opératoires sont utilisées pour préparer les échantillons et le témoin.

Nous avons pu déterminer les densités optiques de chaque solution extraite à différentes dilutions et calculer le paramètre inhibition et IC<sub>50</sub>.

$$I\% = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100 \quad \dots \dots (IV.3)$$

Avec **A<sub>0</sub>**: Après 30 minutes, l'absorbance du témoin (sans aucun antioxydant).

**A<sub>1</sub>**: absorbance des extraits mesurés après 30 minutes.

Figures. IV.14. Il faut rappeler que plus la valeur de IC<sub>50</sub> est petite plus l'activité antioxydant des extraits est grande.

Après 30 minutes, la quantité d'inhibition de DPPH provoquée par l'extrait a permis la détermination des valeurs IC<sub>50</sub>. Les résultats sont répertoriés dans le **Tableau (IV.11)**.

**Tableau (IV.11)**: Résultats du test DPPH (mg/ml).

| Extrais | A <sub>0</sub> | Equation      | R <sup>2</sup> | IC <sub>50</sub> |
|---------|----------------|---------------|----------------|------------------|
| ZnO NPs | 1.16           | 128,89x+3,441 | 0,9834         | 0.02             |

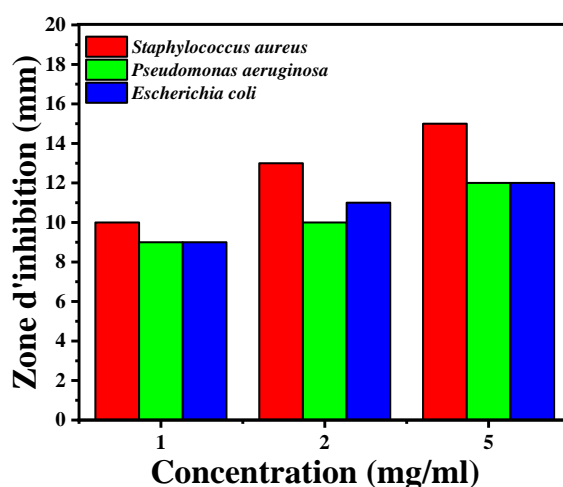
A la lumière des résultats, on remarque que ZnO nanoparticule possède une activité antioxydante très importante (2.10<sup>-2</sup> mg/ml)

### IV.2.5. Activités antibactériennes

La méthode Mueller-Hinton de diffusion par disque sur une milieu solide a été utilisée pour étudier l'activité antibactérienne potentielle des ZnO NPs. Cette méthode a permis aux chercheurs de comparer les effets des ZnO NPs à diverses concentrations dispersées dans du DMSO sur divers substrats. Cette activité a été mise en évidence par l'apparition d'une zone d'inhibition autour du disque de papier après 24 heures d'incubation à la température recommandée de 37°C.

## Résultats et discussion

Le diamètre de la zone inhibitrice varie en fonction des bactéries et de la concentration. Les résultats sont résumés dans la figure suivante :



**Figure (IV.16):** Effet des propriétés antibactériennes du ZnO NPs sur des souches bactériennes à différentes concentrations (en termes de diamètre de la zone d'inhibition en mm)

**Tableau (IV.12):** La zone d'inhibition des ZnO NPs de extrait de *Ephedra alata* sur les bactérie.

| Sample  | Conc.  | Zone of inhibition <sup>a</sup> (mm) |                               |                              |
|---------|--------|--------------------------------------|-------------------------------|------------------------------|
|         |        | Gram-negative                        |                               | Gram-positive                |
|         |        | <i>Escherichia coli</i>              | <i>Pseudomonas aeruginosa</i> | <i>Staphulococcus aureus</i> |
| ZnO NPs | 1mg/ml | 9mm                                  | 9mm                           | 10mm                         |
|         | 2mg/ml | 11mm                                 | 10mm                          | 13mm                         |
|         | 5mg/ml | 12mm                                 | 12mm                          | 15mm                         |

D'après la **Figure (IV.16)**, les souches se sont révélées extrêmement sensibles aux ZnO NPs à toutes les doses, avec des zones inhibitrices modifiées à différentes concentrations (**Tableau (IV.12)**). De plus, cette bactérie s'est avérée résistante aux antibiotiques testés.

En raison des différences dans la composition de la paroi cellulaire bactérienne, les différences des trois espèces bactériennes dans le diamètre de la zone inhibitrice sont expliquées.

La taille des nanoparticules peut également avoir eu un impact ; leur petite taille les aidait à adhérer aux parotides bactériennes, ce qui provoquait à son tour la destruction de la cellula.

## Résultats et discussion

---

Les NP qui peuvent pénétrer les membranes cellulaires détruiraient l'enzyme bactérienne essentielle.

Selon une étude menée par Morones et al., seules les nanoparticules d'un diamètre compris entre 1 et 10 nm peuvent interagir avec les bactéries Gram-négatives, notamment *E. coli*, *V. cholera*, *P. aeruginosa* et *S. typhus*, tout en inhibant la croissance cellulaire.

De plus, les différences d'activité bactérienne des ZnO NPs vis-à-vis de diverses bactéries peuvent résulter de différences de physiologie, de métabolisme et de degré de contact. Nos résultats sont en accord avec ceux d'autres auteurs, A. Mocanu et al., qui ont rapporté qu'il existe un effet synergique sur les bactéries Gramme positives (*B. subtilis*) par rapport aux bactéries Gramme négatives (*E. coli*), qui ne sont pas sensibles à cet effet synergique (Sirelkhatim et al. 2015).

D.Rania et ses collègues ont étudié les effets des émulsions de ZnO sur *Pseudomonas aeruginosa*, qui présentait la sensibilité la plus élevée de tous les micro-organismes testés. (Abdelraheem and Mohamed 2021)

Cependant, selon une autre étude menée par E. H. Ibrahim et al., les nanoparticules de ZnO ont un potentiel antimicrobien important contre *E. coli*, *Pseudomonas aeruginosa* (Gramme Negative), *Staphylococcus aureus* et *Bacillus subtilis* (Gramme Positive) (Rogowska et al. 2021).

Dans l'ensemble, ces résultats sont plutôt encourageants et encourageants. Les souches *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus* et *Pseudomonas* qui s'étaient précédemment montrées résistantes à pratiquement tous les antibiotiques testés deviennent maintenant sensibles et significativement au ZnO.

Les mécanismes par lesquels les ZnO NPs affectent les bactéries en général ne sont pas encore entièrement compris. Il existe actuellement peu de données disponibles sur leurs pénétrations des membranes cellulaires. Par conséquent, il est essentiel d'approfondir notre compréhension des mécanismes impliqués dans la mort bactérienne afin d'améliorer leurs effets.

Pour cette raison, peu de recherches ont été effectuées sur la manière dont les particules physiques interagissent avec les populations bactériennes, ce qui rend difficile le suivi de leur pénétration dans les populations bactériennes. Cependant, plusieurs hypothèses peuvent être avancées. Le premier serait un passage à travers des pores qui ne sont pas spécifiques à la membrane, mais les plus grands ont un diamètre de 2 nm. Cette explication semble improbable. La deuxième hypothèse, la plus probable, est que les particules sont capables d'exercer une pression mécanique sur la membrane en raison d'une différence de

concentration en osmolyte d'un côté et de l'autre de la membrane. Cependant, une mesure de l'osmolalité des suspensions de nanoparticules a été faite et montre qu'elle est assez faible. La troisième hypothèse est qu'une particule en contact avec la membrane pourrait produire de l'ERO et ainsi endommager la membrane. Étant donné que les nanoparticules n'exercent aucune pression hyperosmotique, elles ne peuvent pas pénétrer avec force à travers les membranes de cette manière. La formation de trous dans la membrane permettrait la pénétration de nanoparticules dans le périplasme ou le cytoplasme. Les auteurs suggèrent que la charge de la particule est cruciale pour lui permettre de s'approcher de la membrane bactérienne et de libérer de l'ERO à proximité, car les nanoparticules chargées pénètrent positivement dans la membrane bactérienne. De ce fait, la pénétration des nanoparticules peut être conditionnée par la charge des particules, en plus ou à la place de leur taille. De plus, cela soutient la troisième hypothèse du mécanisme de pénétration (Ben Amor et al. 2022).

### IV.2.6. Conclusion

Dans cet chapitre, l'extrait des feuilles *Ephedra alata* est l'une des sources végétales les plus importantes utilisées dans la production de nanoparticules naturelles d'oxyde de zinc. Le changement de couleur du mélange réactionnel du vert au clair indique la création de nanoparticules d'oxyde de zinc par la réduction des ions zinc (II). Sur la base de la dispersion des bandes d'absorbance du polyphénol, il apparaît que cette substance contribue de manière significative à la réduction des ions zinc et donc à la stabilité des nanoparticules d'oxyde de zinc (NPs).

L'utilisation de l'extrait des feuilles de plante, constitue une méthode verte et réalisable car elle est rapide, peu coûteuse, écologique et simple. De plus, le contrôle de la taille et de la morphologie des nanoparticules d'oxyde de zinc pourrait être réalisé en contrôlant la concentration de l'acétate de zinc.

---

*Conclusion*

---

---

Dans le but d'évaluer la richesse locale en plantes médicinales de la région d'el Oued, nous avons entrepris une étude visant à déterminer les propriétés de l'Ephedra alata, une plante qui pousse dans cette région. Nous avons examiné certaines caractéristiques de cette plante dans différentes régions, en estimant la quantité de phénols et de flavonoïdes, ainsi qu'en étudiant son activité antioxydante. Il est apparu que chaque échantillon présentait des caractéristiques individuelles . distinctes Pour quantifier les substances actives, nous avons réalisé une analyse phytochimique. Les résultats ont révélé que tous les extraits contenaient diverses quantités et types de substances actives, comme en témoigne la concentration totale de phénols, de flavonoïdes et les mesures du rayonnement infrarouge. Les quantités de phénols et de flavonoïdes pour l'échantillon A.A.1 étaient de 48.650 et 1.648 respectivement, tandis que pour l'échantillon A.A.2, ces quantités étaient de 42.652 et 0,424. Quant à l'échantillon A.A.3, les résultats étaient de 23 pour les phénols et de 23.917 pour les flavonoïdes.

Ces résultats démontrent la présence significative de substances actives dans cette plante, ce qui justifie des études approfondies à l'avenir De plus, nous avons évalué l'activité antioxydante des échantillons, mesurant respectivement et 46,26 pour les échantillons A.A.1, A.A.2 et A.A.3. En ce qui concerne l'activité antioxydante mesurée par la méthode DPPH, les résultats étaient de 73,378 ,145,693 et 1,57 respectivement 0,87 ,0,44 En comparant ces résultats, nous constatons une certaine convergence, mais également des .différences attribuables aux différentes zones géographiques de culture de chaque échantillon En se basant sur ces résultats prometteurs, nous avons également étudié les applications industrielles de cette plante, notamment la synthèse de nanoparticules de zinc. Ces nanoparticules, obtenues à partir de l'Ephedra alata, se sont révélées efficaces en termes .d'activité antioxydante et antibactérienne En conclusion, ces résultats précieux doivent servir de point de départ pour approfondir les recherches dans ce domaine. Nous espérons que ces travaux se poursuivront, ouvrant ainsi de .nouvelles perspectives d'étude et d'exploration.

---

---

# *Liste de références*

---

# Références

---

## Les références

- Abdel-Kader MS, Kassem FF, Abdallah RM (2003)** Deux alcaloïdes d'Ephedra aphylla poussant en Egypte. *Sciences des produits naturels* 9 (2):52-55
- Abdelraheem WM, Mohamed ES (2021)** L'effet des nanoparticules d'oxyde de zinc sur la formation de biofilm de *Pseudomonas aeruginosa* et l'expression des gènes de virulence. *Le Journal de l'infection dans les pays en développement* 15 (06):826-832
- Abeyrathne EDNS, Nam K, Ahn DU (2021)** Méthodes analytiques pour l'oxydation des lipides et la capacité antioxydante dans les systèmes alimentaires. *Antioxydants* 10 (10):1587
- Abeyrathne EDNS, Nam K, Ahn DU (2021)** Méthodes analytiques pour l'oxydation des lipides et la capacité antioxydante dans les systèmes alimentaires. *Antioxydants* 10 (10):1587
- Agarwal H, Kumar SV, Rajeshkumar S (2017)** Un examen de la synthèse verte des nanoparticules d'oxyde de zinc - Une approche respectueuse de l'environnement. *Technologies économes en ressources* 3 (4):406-413
- Al-Qarawi AA, Abd\_Allah EF (2010)** Maintien de la viabilité des graines d'Ephedra alata via des conteneurs de stockage. *Journal américain des sciences végétales* 1 (02): 138
- Al-Rimawi F, Abu-Lafi S, Abbadi J, Alamarneh AA, Sawahreh RA, Odeh I (2017)** Analyse des extraits phénoliques et flavonoïdes d'extraits de plantes sauvages d'Ephedra alata par LC/PDA et LC/MS et leur activité antioxydante. *Journal Africain des Médecines Traditionnelles, Complémentaires et Alternatives* 14 (2):130-141
- Al-Snafi AE (2017)** Importance thérapeutique de l'Ephedra alata et de l'Ephedra foliata-A review. *Journal indo-américain des sciences pharmaceutiques* 4 (2): 399-406
- Al-Snafi AE (2017)** Importance thérapeutique de l'Ephedra alata et de l'Ephedra foliata-A review. *Journal indo-américain des sciences pharmaceutiques* 4 (2): 399-406
- Amakura Y (2017)** Caractérisation des constituants phénoliques de l'extrait d'herbe d'éphédra. *Yakugaku zasshi: Journal de la Société pharmaceutique du Japon* 137 (2):167-171
- Amara M, Bouazza M, Al-Saghir MG (2017)** Caractéristiques anatomiques et d'adaptation de pistacia atlantica desf. aux conditions climatiques défavorables en Algérie.

# Références

---

- Amor IB, Hemmami H, Laouini SE, Temam HB, Zaoui H, Barhoum A (2023)** Biosynthèse de nanoparticules de MgO et ZnO à l'aide de chitosan extrait de *Pimelia Payraudi* Latreille pour des applications antibactériennes. *Journal mondial de microbiologie et de biotechnologie* 39 (1): 19
- Anastas PT (2013)** Manuel de chimie verte, vol 1. Wiley-VCH,
- Aparadh V, Naik V, Karadge B (2012)** Propriétés antioxydantes (TPC, DPPH, FRAP, capacité de chélation des métaux, pouvoir réducteur et TAC) au sein de certaines espèces de *Cleome*. *Annales de Botanique* 2:49-56
- Baldacchino G, Bouffard S, Balanzat E, Gardès-Albert M, Abedinzadeh Z, Jore D, Deycard S, Hickel B (1998)** Mesure directe résolue en temps des espèces radicalaires formées dans l'eau par irradiation aux ions lourds. *Instruments nucléaires et méthodes de recherche en physique Section B : Interactions des faisceaux avec les matériaux et les atomes* 146 (1-4):528-532
- Baldacchino G, Bouffard S, Balanzat E, Gardès-Albert M, Abedinzadeh Z, Jore D, Deycard S, Hickel B (1998)** Mesure directe résolue en temps des espèces radicalaires formées dans l'eau par irradiation aux ions lourds. *Instruments nucléaires et méthodes de recherche en physique Section B : Interactions des faisceaux avec les matériaux et les atomes* 146 (1-4):528-532
- Behrendorff JB, Vickers CE, Chrysanthopoulos P, Nielsen LK (2013)** 2, 2-diphényl-1-picrylhydrazyl comme outil de dépistage pour la biosynthèse des monoterpènes recombinants. *Usines de cellules microbiennes* 12 (1):1-12
- Behrendorff JB, Vickers CE, Chrysanthopoulos P, Nielsen LK (2013)** 2, 2-diphényl-1-picrylhydrazyl comme outil de dépistage pour la biosynthèse des monoterpènes recombinants. *Usines de cellules microbiennes* 12 (1):1-12
- BELALEM MA, HADJADJ M, SAIDI M** Influence d'ions métalliques sur le comportement électrochimique de quelques dithioléthiones.
- Belkheiri N (2010)** Dérivés phénoliques à activités antiathérogènes. Toulouse 3,
- Ben Amor I, Hemmami H, Laouini SE, Mahboub MS, Barhoum A (2022)** Synthèse sol-gel de nanoparticules de ZnO à l'aide de différentes sources de chitosane : effets sur l'activité antibactérienne et la dégradation photocatalytique du colorant AZO. *Catalyseurs* 12 (12):1611

## Références

---

- Benayoun B, Iligh B, Mosbah C (2019)** Contribution à l'étude phytochimique et l'activité antioxydante deux extraits des feuilles de Myrtus (Rayhane) de la région de Mila.
- Benayoun B, Iligh B, Mosbah C (2019)** Contribution à l'étude phytochimique et l'activité antioxydante deux extraits des feuilles de Myrtus (Rayhane) de la région de Mila.
- Boiteux S, Jinks-Robertson S (2013)** Mécanismes de réparation de l'ADN et contournement des dommages à l'ADN chez *Saccharomyces cerevisiae*. *Génétique* 193 (4):1025-1064
- Boiteux S, Jinks-Robertson S (2013)** Mécanismes de réparation de l'ADN et contournement des dommages à l'ADN chez *Saccharomyces cerevisiae*. *Génétique* 193 (4):1025-1064
- Bouchra (2020)** Étude comparative de l'activité antioxydante de l'extrait de propolis Algérienne et la biosynthèse de NPs-ZnO à base de l'un ces extraits.
- Bouyahya A, Dakka N, Talbaoui A, El Moussaoui N, Abrini J, Bakri Y (2018)** Contenu phénolique et capacité antiradicalaire de l'huile végétale de *Pistacia lentiscus* (L). *J Mater Environ Sci* 9 (5):1518-1524
- Bouyahya A, Dakka N, Talbaoui A, El Moussaoui N, Abrini J, Bakri Y (2018)** Contenu phénolique et capacité antiradicalaire de l'huile végétale de *Pistacia lentiscus* (L). *J Mater Environ Sci* 9 (5):1518-1524
- Boveris A (1998)** Biochimie des radicaux libres : des électrons aux tissus. *MEDICINA-BUENOS AIRES*- 58:350-356
- Boveris A (1998)** Biochimie des radicaux libres : des électrons aux tissus. *MEDICINA-BUENOS AIRES*- 58:350-356
- Carr AC, Maggini S (2017)** Vitamine C et fonction immunitaire. *Nutriments* 9 (11):1211
- Catalá A (2010)** Synopsis du processus de peroxydation des lipides depuis la découverte des acides gras essentiels. *Communications de recherche biochimique et biophysique* 399 (3):318-323
- Catalá A (2010)** Synopsis du processus de peroxydation des lipides depuis la découverte des acides gras essentiels. *Communications de recherche biochimique et biophysique* 399 (3):318-323

## Références

---

- Caveney S, Charlet DA, Freitag H, Maier-Stolte M, Starratt AN (2001)** Nouvelles observations sur la chimie secondaire de l'éphédra mondiale (Ephedraceae). *Revue américaine de botanique* 88 (7):1199-1208
- Caveney S, Charlet DA, Freitag H, Maier-Stolte M, Starratt AN (2001)** Nouvelles observations sur la chimie secondaire de l'éphédra mondiale (Ephedraceae). *Revue américaine de botanique* 88 (7):1199-1208
- CHELGHOU M F (2015)** Extraction de la catéchine à partir du thé vert et étude de son activité anti-oxydante.
- CHELGHOU M F (2015)** Extraction de la catéchine à partir du thé vert et étude de son activité anti-oxydante.
- Cheng B, Xiao Y, Wu G, Zhang L (2004)** Les propriétés vibrationnelles du ZnO unidimensionnel : Ces nanostructures. *Lettres de physique appliquée* 84 (3):416-418
- Conrad J, Vogler B, Klaiber I, Roos G, Walter U, Kraus W (1998)** Deux esters triterpéniques de l'écorce de *Terminalia macroptera*. *Phytochimie* 48 (4):647-650
- Conrad J, Vogler B, Klaiber I, Roos G, Walter U, Kraus W (1998)** Deux esters triterpéniques de l'écorce de *Terminalia macroptera*. *Phytochimie* 48 (4):647-650
- Cornu RI (2019)** Nanoparticules et santé : de grandes promesses thérapeutiques, mais pour quel risque ? , Université Bourgogne Franche-Comté,
- Cuendet M (1999)** Recherche de nouveaux capteurs composés de radicaux libres et antioxydants à partir d'une plante d'Indonésie : *Fragrea blumei* (Loganiaceae) et de trois plantes d'altitude : *Bartsia alpina* (Scrophulariaceae), *Loiseleuria procumbens* (Ericaceae) et *Campanula* ba. Université de Lausanne, Faculté des sciences,
- Cuendet M (1999)** Recherche de nouveaux capteurs composés de radicaux libres et antioxydants à partir d'une plante d'Indonésie : *Fragrea blumei* (Loganiaceae) et de trois plantes d'altitude : *Bartsia alpina* (Scrophulariaceae), *Loiseleuria procumbens* (Ericaceae) et *Campanula* ba. Université de Lausanne, Faculté des sciences,
- De Gubernatis A (2011)** La mythologie des plantes ou les légendes du règne végétal. Editorial MAXTOR,
- De Gubernatis A (2011)** La mythologie des plantes ou les légendes du règne végétal. Éditorial MAXTOR,

# Références

---

- Derbel S, Touzard B, Triki MA, Chaieb M (2010)** Réponses de germination des graines de l'espèce végétale saharienne *Ephedra alata* ssp. *alenda* aux traitements fongicides des semences en laboratoire et sur le terrain. *Flore-Morphologie, Distribution, Ecologie Fonctionnelle des Plantes* 205 (7):471-474
- Derbel S, Touzard B, Triki MA, Chaieb M (2010)** Seed germination responses of the Saharan plant species *Ephedra alata* ssp. *alenda* to fungicide seed treatments in the laboratory and the field. *Flora-Morphology, Distribution, Functional Ecology of Plants* 205 (7):471-474
- Dizaj SM, Lotfipour F, Barzegar-Jalali M, Zarrintan MH, Adibkia K (2014)** Activité antimicrobienne des métaux et des nanoparticules d'oxydes métalliques. *Science et génie des matériaux* : C 44:278-284
- Djurišić AB, Leung YH (2006)** Propriétés optiques des nanostructures de ZnO. *petit 2* (8-9):944-961
- El Zein B (2012)** Croissance et caractérisation de nanostructures d'oxyde de zinc (ZnO) pour des applications photovoltaïques. Lille 1,
- Fan Q, Chen C, Lin Y, Zhang C, Liu B, Zhao S (2013)** Fourier Transform Infrared (FT-IR) Spectroscopy for discrimination of *Rhizoma gastrodiae* (Tianma) from different producing areas. *Journal of Molecular Structure* 1051:66-71
- Fan Q, Chen C, Lin Y, Zhang C, Liu B, Zhao S (2013)** Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) pour la discrimination de *Rhizoma gastrodiae* (Tianma) de différentes zones de production. *Journal de structure moléculaire* 1051: 66-71
- Favier A (2001)** Le stress oxydant : Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique Review. *l'actualitechimique*, novembre, pp: 108-115. GHESTEM A, SEGUIN E, PARIS M, ORECCHIONI AM
- Favier A (2001)** Le stress oxydant: Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique Review. *l'actualitechimique*, novembre, pp: 108-115. GHESTEM A, SEGUIN E, PARIS M, ORECCHIONI AM

# Références

---

- Fukumura T, Jin Z, Kawasaki M, Shono T, Hasegawa T, Koshihara S, Koinuma H (2001)** Propriétés magnétiques du ZnO dopé au Mn. *Lettres de physique appliquée* 78 (7):958-960
- Gad HA, El-Ahmady SH, Abou-Shoer MI, Al-Azizi MM (2013)** A modern approach to the authentication and quality assessment of thyme using UV spectroscopy and chemometric analysis. *Phytochemical Analysis* 24 (6):520-526
- Gad HA, El-Ahmady SH, Abou-Shoer MI, Al-Azizi MM (2013)** Une approche moderne de l'authentification et de l'évaluation de la qualité du thym à l'aide de la spectroscopie UV et de l'analyse chimométrique. *Analyse phytochimique* 24 (6):520-526
- Garcia M, Merino J, Fernández Pinel E, Quesada A, De la Venta J, Ruíz González M, Castro G, Crespo P, Llopis J, González-Calbet J (2007)** Propriétés magnétiques des nanoparticules de ZnO. *Nano lettres* 7 (6):1489-1494
- Gardès-Albert M, Jore D (2005)** Aspects physicochimiques des radicaux libres centrés sur l'oxygène. *Radicaux libres et stress oxydant Aspects biologiques et pathologiques* Paris: Lavoisier:1-23
- Gardès-Albert M, Jore D (2005)** Aspects physicochimiques des radicaux libres centrés sur l'oxygène. *Radicaux libres et stress oxydant Aspects biologiques et pathologiques* Paris: Lavoisier:1-23
- Geng Y, Liu X, Yu Y, Li W, Mou Y, Chen F, Hu X, Ji J, Ma L (2023)** From polyphenol to o-quinone: Occurrence, significance, and intervention strategies in foods and health implications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*
- Geng Y, Liu X, Yu Y, Li W, Mou Y, Chen F, Hu X, Ji J, Ma L (2023)** Du polyphénol à l'o-quinone : Occurrence, signification et stratégies d'intervention dans les aliments et les implications pour la santé. *Examens complets en science alimentaire et en sécurité alimentaire*
- Grotel J, Pikula T, Siedliska K, Ruchomski L, Panek R, Wiertel M, Jartych E (2018)** Structure et interactions hyperfines de la poudre de ZnO dopée Fe préparée par la méthode de co-précipitation. *Acta Phys Pol A* 134:1048-1052

## Références

---

- Ha J-Y, Choi J-W, Kang C-Y, Choi DJ, Kim H-J, Yoon S-J (2005)** Effets du ZnO sur les propriétés piézoélectriques des céramiques 0,01 PMW-0,41 PNN-0,35 PT-0,23 PZ. *Chimie et physique des matériaux* 90 (2-3):396-400
- Hajimahmoodi M, Hanifeh M, Oveisi M, Sadeghi N, Jannat B (2008)** Determination of total antioxidant capacity of green teas by the ferric reducing/antioxidant power assay. *Journal of Environmental Health Science & Engineering* 5 (3):167-172
- Hajimahmoodi M, Hanifeh M, Oveisi M, Sadeghi N, Jannat B (2008)** Détermination de la capacité antioxydante totale
- Hamasaki T, Kashiwagi T, Komatsu T, Kabayama S, Nakamichi N, Teruya K, Shirahata S (2022)** A new colorimetric method for determining antioxidant levels using 3, 5-dibromo-4-nitrosobenzene sulfonate (DBNBS). *MethodsX* 9:101797
- Hatwalne MS (2012)** Free radical scavengers in anaesthesiology and critical care. *Indian journal of anaesthesia* 56 (3):227
- Hegazi G, El-Lamey TM (2011)** In vitro production of some phenolic compounds from *Ephedra alata* Decne. *J Appl Environ Biol Sci* 1 (8):158-163
- Hegazi G, Ghareb H, Gabr M (2020)** Ephedrine production from suspension cultures of *Ephedra alata* L. callus. *BioTechnologia Journal of Biotechnology Computational Biology and Bionanotechnology* 101 (1):25-33
- Hosseinfard M, Stefaniak S, Ghorbani Javid M, Soltani E, Wojtyla Ł, Garneczarska M (2022)** Contribution de la proline exogène à la tolérance aux stress abiotiques chez les plantes : une revue. *Journal international des sciences moléculaires* 23 (9): 5186
- Hu Y-L, Qi W, Han F, Shao J-Z, Gao J-Q (2011)** Évaluation de la toxicité des nanoparticules de chitosane biodégradables à l'aide d'un modèle d'embryon de poisson zèbre. *Revue internationale de nanomédecine* : 3351-3359
- Huang J, Price RA (2003)** Estimation of the age of extant *Ephedra* using chloroplast rbc L sequence data. *Molecular Biology and Evolution* 20 (3):435-440
- Ito N, Fukushima S, Tsuda H (1985)** Carcinogenicity and modification of the carcinogenic response by BHA, BHT, and other antioxidants. *CRC Critical reviews in Toxicology* 15 (2):109-150

# Références

---

- Kalpana V, Devi Rajeswari V (2018)** Un examen de la synthèse verte, des applications biomédicales et des études de toxicité des NP ZnO. Chimie bioinorganique et applications 2018
- Khan ZR, Khan MS, Zulfequar M, Khan MS (2011)** Propriétés optiques et structurales des couches minces de ZnO fabriquées par la méthode sol-gel. Mater Sci Appl 2 (5):340-345
- Kiselev AV, Yashin YI (2013)** Gas-adsorption chromatography. Springer,
- Kruidenier La, Verspaget H (2002)** oxidative stress as a pathogenic factor in inflammatory bowel disease—radicals or ridiculous? Alimentary pharmacology & therapeutics 16 (12):1997-2015
- Kubis A, Bar-Even A (2019)** Approches de biologie synthétique pour améliorer la photosynthèse. Journal de botanique expérimentale 70 (5): 1425-1433
- Kumar SA, Chen SM (2008)** Particules d'oxyde de zinc nanostructurées dans des électrodes modifiées chimiquement pour des applications de biocapteurs. Lettres analytiques 41 (2):141-158
- Lakhan R, Sharma M, Batra K, Beatty FB the role of vitamin E in slowing down mild cognitive impairment: a narrative review. In: Healthcare, 2021. vol 11. Multidisciplinary Digital Publishing Institute, p 1573**
- Lee B-J, Kim H-Y, Lim SR, Huang L, Choi H-K (2017)** Discrimination et prédiction de l'âge de culture et des parties de Panax ginseng par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier combinée à une analyse statistique multivariée. PLoS One 12 (10):e0186664
- Lesgards J-F (2000)** Contribution à l'étude du statut antioxydant de l'homme : Aspects chimiques et biochimiques. Aix-Marseille 3,
- Li C-J, Anastas PT (2012)** Chimie verte : présent et futur. Revues de la société chimique 41 (4): 1413-1414
- Li J, Wu Q, Wu J (2016)** Synthèse de nanoparticules via des méthodes solvothériques et hydrothermales. Dans : Manuel des nanoparticules. Springer, pp 295-328
- Lisco G, Giagulli VA, De Pergola G, Guastamacchia E, Jirillo E, Triggiani V (2023)** Macrophages pancréatiques et leurs effets diabétoènes : mise en lumière de

## Références

---

- plusieurs scénarios métaboliques et approche diététique. Troubles endocriniens, métaboliques et immunitaires - Cibles médicamenteuses (anciennement Cibles médicamenteuses actuelles - Troubles immunitaires, endocriniens et métaboliques) 23 (3):304-315
- Lobo V, Patil A, Phatak A, Chandra N (2010)** Radicaux libres, antioxydants et aliments fonctionnels : impact sur la santé humaine. *Revue de pharmacognosie* 4 (8):118
- Lobo V, Patil A, Phatak A, Chandra N (2010)** Radicaux libres, antioxydants et aliments fonctionnels : impact sur la santé humaine. *Revue de pharmacognosie* 4 (8):118
- Lourenço SC, Moldão-Martins M, Alves VD (2019)** Antioxydants d'origine végétale naturelle : des sources aux applications dans l'industrie alimentaire. *Molécules* 24 (22):4132
- Lubec G (1996)** Le radical hydroxyle : de la chimie à la maladie humaine. *Journal of investigative medicine : la publication officielle de la Fédération américaine pour la recherche clinique* 44 (6):324-346
- Madhavi DL, Deshpande S, Salunkhe DK (1995)** Antioxydants alimentaires : Technologiques : Perspectives toxicologiques et sanitaires. Presse CRC,
- Makarov V, Love A, Sinitsyna O, Makarova S, Yaminsky I, Taliansky M, Kalinina N (2014)** Nanotechnologies « vertes » : synthèse de nanoparticules métalliques à l'aide de plantes. *Acta Naturae (англоязычная версия)* 6 (1 (20)):35-44
- Marslin G, Siram K, Maqbool Q, Selvakesavan RK, Kruszka D, Kachlicki P, Franklin G (2018)** Métabolites secondaires dans la synthèse verte de nanoparticules métalliques. *Matériaux* 11 (6):940
- Midoun T (2011)** Extraction Des Composés Phénoliques Et Etude Leurs Activités Antioxydantes Par La Voltamétrie Cyclique. Mémoire Présenté pour l'obtention du diplôme de Master, Spécialité : chimie appliquée Université Kasdi Merbah Ouargla p 53
- Moghaddas SMTH, Elahi B, Javanbakht V (2020)** Biosynthèse de nanoparticules d'oxyde de zinc pur à l'aide de mucilage de graines de coing pour la dégradation photocatalytique des colorants. *Journal des alliages et composés* 821: 153519

# Références

---

- Munteanu IG, Apetrei C (2021)** Méthodes analytiques utilisées pour déterminer l'activité antioxydante : une revue. *Journal international des sciences moléculaires* 22 (7): 3380
- Odumosu P, Ojerinde S, Egbuchiem M (2015)** Contenu polyphénolique de certaines marques de thé instantané et leurs activités antioxydantes. *Journal des sciences pharmaceutiques appliquées* 5 (9): 100-105
- Olugbami J, Gbadegesin M, Odunola O (2014)** Évaluation in vitro du potentiel antioxydant, des teneurs en phénols et en flavonoïdes de l'extrait d'éthanol d'écorce de tige d'*Anogeissus leiocarpus*. *Revue africaine de médecine et des sciences médicales* 43 (Suppl 1):101
- Oskam G (2006)** Nanoparticules d'oxydes métalliques : synthèse, caractérisation et application. *Journal of sol-gel science and technology* 37:161-164
- Ould El Hadj M, Hadj-Mahammed M, Zabeirou H (2003)** Place des plantes spontanées dans la médecine traditionnelle de la région de Ouargla (Sahara septentrional est).
- Ow Y-Y, Stupans I (2003)** Acide gallique et dérivés de l'acide gallique : effets sur les enzymes métabolisant les médicaments. *Métabolisme actuel des médicaments* 4 (3):241-248
- Papazian L, Roch A (2008)** Le syndrome de détresse respiratoire aiguë. Springer,
- Park J-A, Moon J, Lee S-J, Lim S-C, Zyung T (2009)** Fabrication et caractérisation de nanofibres de ZnO par électrofilage. *Physique appliquée actuelle* 9 (3):S210-S212
- Pękal A, Pyrzynska K (2014)** Évaluation de la réaction de complexation de l'aluminium pour le dosage de la teneur en flavonoïdes. *Méthodes d'analyse alimentaire* 7:1776-1782
- Petrakis EA, Polissiou MG (2017)** Évaluation de l'adultération du safran (*Crocus sativus* L.) avec des adultérants d'origine végétale par spectroscopie à transformée de Fourier infrarouge à réflexion diffuse couplée à la chimiométrie. *Talante* 162:558-566
- Phaniendra A, Jestadi DB, Periyasamy L (2015)** Radicaux libres : propriétés, sources, cibles et leur implication dans diverses maladies. *Journal indien de biochimie clinique* 30: 11-26
- Pierre AC (2020)** Introduction au procédé sol-gel. Springer Nature,

## Références

---

- Rajput V, Minkina T, Sushkova S, Behal A, Maksimov A, Blicharska E, Ghazaryan K, Movsesyan H, Barsova N (2020)** Nanoparticules ZnO et CuO : une menace pour les organismes du sol, les plantes et la santé humaine. *Géochimie environnementale et santé* 42:147-158
- Ref'at AA, Takruri HR, Al-Sayyed H (2008)** Teneur en tanins de plantes sélectionnées utilisées en Jordanie. *Journal jordanien des sciences agricoles* 4 (3): 265-274
- Rehman A, Nourooz-Zadeh J, Möller W, Tritschler H, Pereira P, Halliwell B (1999)** Augmentation des dommages oxydatifs à toutes les bases de l'ADN chez les patients atteints de diabète sucré de type II. *Lettres FEBS* 448 (1):120-122
- Rogowska A, Railean-Plugaru V, Pomastowski P, Walczak-Skierska J, Król-Górniak A, Gołębiowski A, Buszewski B (2021)** L'étude sur les changements de profil moléculaire des agents pathogènes via l'approche d'immobilisation des nanocomposites de zinc. *Journal international des sciences moléculaires* 22 (10): 5395
- Rohaeti E, Rafi M, Syafitri UD, Heryanto R (2015)** Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier combinée à la chimiométrie pour la discrimination de *Curcuma longa*, *Curcuma xanthorrhiza* et *Zingiber cassumunar*. *Spectrochimica Acta Partie A : Spectroscopie moléculaire et biomoléculaire* 137:1244-1249
- Sabir S, Arshad M, Chaudhari SK (2014)** Nanoparticules d'oxyde de zinc pour révolutionner l'agriculture : synthèse et applications. *Le Journal du monde scientifique* 2014
- Sahai A, Goswami N (2014)** Propriétés structurales et vibrationnelles des nanoparticules de ZnO synthétisées par la méthode de précipitation chimique. *Physica E: Systèmes de basse dimension et nanostructures* 58: 130-137
- Salmerón-Manzano E, Garrido-Cardenas JA, Manzano-Agugliaro F (2020)** Tendances mondiales de la recherche sur les plantes médicinales. *Revue internationale de recherche environnementale et de santé publique* 17 (10):3376
- Sanakousar F, Vidyasagar C, Jiménez-Pérez V, Prakash K (2022)** Progrès récents sur les nanostructures de ZnO dopées métalliques et non métalliques pilotées par la lumière visible pour la dégradation photocatalytique des polluants organiques. *Science des matériaux dans le traitement des semi-conducteurs* 140: 106390

# Références

---

- Schwalbe R, Steele-Moore L, Goodwin AC (2007)** Protocoles de test de sensibilité aux antimicrobiens. Presse CRC,
- Seca AM, Pinto DC (2019)** Potentiel biologique et usage médical des métabolites secondaires. vol 6. MDPI,
- Shafiee P, Nafchi MR, Eskandarinezhad S, Mahmoudi S, Ahmadi E (2021)** Nanoparticules d'oxyde de zinc sol-gel : avancées dans la synthèse et les applications. Synthèse et Frittage 1 (4):242-254
- Shah M, Fawcett D, Sharma S, Tripathy SK, Poinern GEJ (2015)** Synthèse verte de nanoparticules métalliques via des entités biologiques. Matériaux 8 (11):7278-7308
- Silva R, Carvalho IS (2014)** Activité antioxydante in vitro, composés phénoliques et effet protecteur contre les dommages à l'ADN fournis par les feuilles, les tiges et les fleurs de *Portulaca oleracea* (pourpier). Communications sur les produits naturels 9 (1):1934578X1400900115
- Sirelkhatim A, Mahmud S, Seeni A, Kaus NHM, Ann LC, Bakhori SKM, Hasan H, Mohamad D (2015)** Examen des nanoparticules d'oxyde de zinc : activité antibactérienne et mécanisme de toxicité. Lettres nano-micro 7:219-242
- Soosen Samuel M, Bose L, George K (2009)** Propriétés optiques des nanoparticules de ZnO. Revue académique 16:57-65
- Wu Q, Miao W-s, Zhang Y-d, Gao H-j, Hui D (2020)** Propriétés mécaniques des nanomatériaux : Une revue. Revues de nanotechnologie 9 (1):259-273
- Xie W, Yang Z, Chun H (2007)** Propriétés catalytiques des catalyseurs ZnO dopés au lithium utilisés pour les préparations de biodiesel. Recherche en chimie industrielle et technique 46 (24):7942-7949
- Xin Z, He Q, Wang S, Han X, Fu Z, Xu X, Zhao X (2022)** Progrès récents dans les nanostructures à base de ZnO pour l'antimicrobien photocatalytique dans le traitement de l'eau : une revue. Sciences Appliquées 12 (15):7910
- Yang X (2008)** Propriétés électriques et optiques de l'oxyde de zinc pour les applications de scintillateur. Université de Virginie-Occidentale,

# *Références*

---

- Ying S, Guan Z, Ofoegbu PC, Clubb P, Rico C, He F, Hong J (2022)** Synthèse verte des nanoparticules : Développements actuels et limites. *Technologie environnementale et innovation* 26:102336
- Yoon S, Cho S-B, We S, Yoon S, Suh B, Song H, Shin Y (2003)** Propriétés magnétiques des semi-conducteurs magnétiques dilués à base de ZnO. *Journal de physique appliquée* 93 (10): 7879-7881
- Zeghoud S, Hemmami H, Seghir BB, Amor IB, Kouadri I, Rebiai A, Messaoudi M, Ahmed S, Pohl P, Simal-Gandara J (2022)** Une revue sur la synthèse verte biogénique de nanoparticules de ZnO par la biomasse végétale et leurs applications. *Matériaux aujourd'hui Communications* : 104747
- Zheng C-D, Li G, Li H-Q, Xu X-J, Gao J-M, Zhang A-L (2010)** Activités de piégeage du DPPH et relations structure-activité des composés phénoliques. *Communications sur les produits naturels* 5 (11):1934578X1000501112