



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

N° d'ordre :

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

N° de série :

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

**Nanotechnologie et évaluation des paramètres
biochimiques d'une plante spontanée dans la région
d'Oued Souf.**

Présenté par :

M^{elle} GHENADRA Sabrina & M^{elle} KHEFFACH Bouthaina

Devant le jury composé de .:

Présidente :	SAADI Hamza	M.C.B	Université Echahid Hamma Lakhdar D'El-Oued
Examinatrice :	MEDILA Ifriqya	M.C.B	Université Echahid Hamma Lakhdar D'El-Oued
Promoteur :	CHOUIKH Atef	M.C.B	Université Echahid Hamma Lakhdar D'El-Oued

Remerciements

En premier lieu, on remercie "*ALLAH*" le tout puissant de nous avoir la santé, la force, le courage et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire. Merci de nous avoir éclairé le chemin de la réussite.

Nous avons l'honneur et le plaisir de présenter nos profondes gratitudee et nos sincères remerciements à notre encadreur *Pr. CHOUIKH Atef*, on vous remercie pour tous vos efforts, vos conseils avisés, ainsi que pour l'œil critique et bienveillant qui nous a permis de réaliser ce travail, c'était un honneur d'avoir en à travailler avec vous.

Nous remercions aussi notre co-encadreur *Dr. ALIA fatma*, qui a suivi fidèlement notre travail.

Je tiens à le remercier pour son encadrement et son soutien

Un grand merci *Dr. SAADI* qui nous avons honoré en acceptant la présidence du jury de nos présent mémoire

Nous sommes également reconnaissantes à *Dr. MEDELLA* d'avoir accepté de juger ce travail en qualité d'examineur

Nous n'oublions pas de remercier vivement *Dr. LANEZ Elhafnaoui* et *Mr. KHENOUFA Omar* pour leur aide et soutien moral.

Enfin nous remercions toute personne qui a participé de prés ou de loi, directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.

Dédicace

عظم المراد فهان الطريق أبت الايام إلا أن تُذيقنا مرها فرويناها بحلو عزيمتنا فمن قال أنا لها "نالها" وإن أبت رغما عنها أتيت بها فالحمد لله عند البدء وعند الختام

إلى الأيادي الطاهرة التي أزالنا من طريقي أشواك الفشل

لـ "اسماعيل" الى من كلل العرق جبينه و علمني أن النجاح لا يأتي إلا بالصبر والاصرار "أبي"

لـ "أمال" الحياة للإنسانة العظيمة التي طالما تمننت ان تقر عينها برؤيتي في يوم كهذا " أمي"

لـ "عبير" الروح و "أماني" العمر و "وسام" الحياة لمن شددت عضدي بينهم فكانوا لي ينابيع وكنت من كل يبوع أستقي لأرتقي "أخواتي"

للملاك الصغير سراج بيتنا "زيرو"

لـ "خديجة" و لـ "نزهة" العمر وأجمل وردة "مروة" في "ربيعة" دنياي للذين مهدوا عثرات مسيرتي بدعائهم وأنسوا صعابها بحبهم "صديقاتي"

لرفيقة مشوار النجاح "صبرينة"

والى اولئك الذين يفرحهم نجاحنا ويحزنهم فشلنا الى الاقارب والاصدقاء قلبا ودما

بثينة

Dédicaces

دقت طبول الرحيل على مشارف الانتهاء من أعوام ذقنا فيها مرار العيش وحلاوة العلم وعلى ذلك الدرب الطويل سطرنا أجمل ذكرياتنا سنرتدي عباءات تخرجنا ونسمع أصوات تصفيق من حولنا نرى فرحة أهلنا لنا هذه اللحظات التي انتظرناها سنرفع قبعات تخرجنا توديعاً لسنوات جميلة مضت في كل صباح نطرق الباب لنتلقى ذلك المبني ويغمرنا بين كفيه بين أجواء عائليه سادها الحب والود اختلقت دُمُوعُ فرحتي بتخرُّجي وحُزني بوداع أحبّتي، في غمضة عين مرّت أيّامنا وما نحنُ اليوم نجني قطفنا ونودّعُ أحبّتنا والمكان الذي جمعنا وما هو تاج العلم قد توجت به .

قصتي قصيره عشقت رجلا أكثر من ذاتي وفي ليله فزعت على خبر وفاته وما أشبعني الزمان منه أبي الذي رحل إلى وطن النائمين طويلا وبقي كل شيء مختلف بعد رحيله أبي لولا روحك التي تحوم على فما واصلت مسيرتي فدورك في حياتك وفي مماتك كان واحد فأنت المصباح الذي ينير حياتي ويطفأها والذي تمنيت اليوم كثيراً ان تراني وانا ارفع قبعتي عالياً وارى ابتسامتك التي تغمرنى فرحاً والذي انت الحياة فلا حياة بعدك يا رب اجعله في الفردوس الأعلى عدد ما نبض قلبي شوقا إليه .

نعم صانعة الحكايا قد رحلت انتقلت المرأة المكافحة والأم الصامدة إلى جوار ربها وأصبحت الأعياد تمر دون لذة عناق ولا قداسة قُبِلَ جدتي. **حميمة اللاحقة** لا تظني ولو لوهلة أنك غائبة عن عالمي! لا أبدا. قد أعتاد على ألم فقدائك ولكن ليس على رحيلك، فكلما مر ببالي ذكرى جميلة، أبتسم لطيفك الغائب وأدعو لك من صميم قلبي بالفران. تهن الروح أحيانا وتتعثّر الخطي، فأحاول وأحاول ما استطعت إلى الصبر سيلا، أدرك جيدا أن الفقد يُبعثر الأمانى بين ساحات القبور، إلا أن الاشتياق يُعيد لهُما بين أكف الدعاء .

لا أعلم على وجه التحديد إن كنت محظوظاً لأن الله اختارك أمّا لي، أم لأنه اختارني أن أنهل من معين حنانك وقلبك الطيب الذي لا يساويه في الحنان شيء، أمي إنك بسمة حياتي، وأملي ورجائي، أسأل الله ألا يريني فيك بأساً أو مكروه .

اهدي تخرجي هذا الى روح والدي العزيز **يوسف** وإلى جدتي الغالية رحمهم الله وإلى امي الحبيبة **وردة** إلى إخوتي **رميصاء** , **زينب**, **بهجة**, **حاتم** من كان لهم بالغ الأثر في كثير من العقبات والصعاب واساتذتي الافاضل من بداية المشوار وحتى هذه اللحظة الجميلة واشكر كل شخص وقف معي وساندني على طوال مسيرتي الدراسية وبارك لكل أصدقائي الذين تخرجوا معي وبارك لأهلهم وأتمنى لهم مستقبل عملي زاخر

أود أن أتقدم بخالص شكري إلى زميلتي **خفاش بثينة** التي حظيت بيها خلال عمل هذه المذكرة وهذا من دواعي سروري أنى قابلت روحا مشرقة ونيرة ومخلصة مثلك

أتمنى من الله المنان أن يمن عليك بالصحة والعافية وأن يرزقك خير الأمانى

كلمات الثناء لا توافيك حقك، شكرا لك على جهودك يا خير الرفيقة

صبرينة

Résumé

Afin de valoriser les plantes du désert, nous avons entrepris cette étude visant à étudier la phytochimie des extraits aqueux, méthanoliques et nano-extraits de *Calligonum comosum* L'her, une plante répandue dans la région d'Oued Souf au nord-est du désert Algérien.

Les résultats ont montré des différences dans les rendements entre les extraits, avec des valeurs variant entre 13.54 % pour l'extrait méthanolique et 2 % pour l'extrait nano.

L'estimation quantitative des polyphénols et des flavonoïdes a révélé que l'extrait méthanolique contenait la plus grande quantité de polyphénols (68.40 ± 3.619 mg équivalent d'acide gallique / g d'extrait) tandis que l'extrait aqueux contenait une quantité plus élevée de flavonoïdes (2.611 mg équivalent de quercétine / g d'extrait).

Les résultats des tests d'activité antioxydante, tels que le test piégeage de radicaux libre DPPH, ont montré que l'extrait nano présentait la plus grande capacité inhibitrice avec une valeur IC_{50} de $3.245 \mu\text{g/ml}$. L'extrait méthanolique a montré la meilleure efficacité dans la réduction de fer ($EC_{50}=117 \mu\text{g/ml}$). En ce qui concerne l'activité antioxydant totale, l'extrait nano s'est distingué avec une valeur de $(0.001 \pm 0.079$ mg équivalent d'acide gallique / g d'extrait), tandis que l'extrait aqueux a montré les performances les plus faibles dans tous les tests d'activité antioxydant.

En ce qui concerne le test du β -carotène, l'extrait méthanolique a montré la plus grande capacité avec un pourcentage de 75.42%. Les tests d'inhibition de l'hémolyse des globules rouges et d'activité anti-inflammatoire ont montré la supériorité de l'extrait nano dans les deux autre extraits, avec des valeurs d'inhibition IC_{50} de 0.129 ± 0.002 mg/ml (53.798 ± 2.239 mg équivalent de diclofénac / g d'extrait), respectivement. L'extrait méthanolique a montré le meilleur facteur de protection contre les rayons ultraviolets, évalué à (SPF = 140.45).

En ce qui concerne l'analyse qualitative par HPLC, les résultats ont montré une variation dans le nombre total de composés phénoliques pour les extraits aqueux et méthanoliques. L'extrait aqueux a enregistré un plus grand nombre de composés, dont cinq composés de référence parmi les 68 composés identifiés, notamment l'acide gallique, la vanilline, l'acide p-coumarique, l'acide caféique et la rutine. Quant à l'analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) de l'extrait nano,

elle a confirmé la présence des groupes fonctionnels hydroxyle (OH) ainsi que des liaisons caractéristiques des cycles aromatiques (C-C).

Mots-clés : *Calligonum comosum* L'her, étude phytochimique, activité antioxydant, activité anti-inflammatoire, HPLC.

Abstract

In order to valorize desert plants, we conducted this study aiming to investigate the phytochemistry of aqueous, methanolic, and nano-extracts of *Calligonum comosum* L'her., a plant widespread in the Oued Souf region north east of the Algerian desert. The results showed differences in yields between the extracts, ranging from 13.54% for the methanolic extract to 2% for the nano-extract.

Quantitative the estimation of polyphenols and flavonoids revealed that the methanolic extract contained the highest amount of polyphenols (68.40 ± 3.619 mg equivalent of gallic acid / g of extract), while the aqueous extract contained a higher amount of flavonoids (2.611 mg equivalent of quercetin / g of extract).

The results of antioxidant activity tests, such as the DPPH radical scavenging assay, showed that the nano-extract exhibited the highest inhibitory capacity with an IC_{50} a value of $3.245 \mu\text{g/ml}$. The methanolic extract showed the best efficiency in reducing of iron radical ($EC_{50}=117 \mu\text{g/ml}$). As for total antioxidant activity, the nano-extract stood out with a value of (0.079 ± 0.001 mg equivalent of gallic acid / g of extract), while the aqueous extract showed the lowest performance in all antioxidant activity tests.

Regarding the β -carotene test, the methanolic extract showed the highest capacity with a percentage of 75.424%. The tests for inhibition of red blood cell hemolysis and anti-inflammatory activity demonstrated the superiority of the nano-extract in both cases, with IC_{50} inhibition values of 0.129 ± 0.002 mg/mL (53.798 ± 2.239 mg equivalent of diclofenac / g of extract), respectively. The methanolic extract exhibited the highest protective factor against ultraviolet rays, evaluated at (SPF = 140.45).

Regarding the qualitative analysis using HPLC, the results showed variation in the total number of phenolic compounds for both the aqueous and methanolic extracts. The aqueous extract recorded a greater number of compounds, including five reference compounds out of the 68 identified compounds, namely gallic acid, vanillin, p-coumaric acid, caffeic acid, and rutin. As for the Fourier-transform infrared spectroscopic (FTIR) analysis of the nano-extract, it confirmed the presence of hydroxyl functional groups (OH) as well as characteristic bonds of aromatic rings (C-C).

Keywords: *Calligonum comosum* L'her, phytochemical study, antioxidant activity, anti-inflammatory activity, HPLC.

الملخص

بغية تثمين النباتات الصحراوية قمنا بهذا العمل الذي يهدف إلى دراسة الفيتوكيميائية للمستخلصات المائية والميثانولية ومستخلص النانو لنبات الأرتى *Calliginum comosum* L'her. المنتشرة في شمال الصحراء كمطقة وادي سوف.

أظهرت النتائج أن هناك اختلاف في قيم المرودود بين المستخلصات حيث تراوحت بين قيمة (13.54%) عند للمستخلص الميثانولي و(2%) عند مستخلص النانو.

التقدير الكمي لعديدات الفينول والفلافونويدات أظهر المستخلص الميثانولي يحتوي على أكبر كمية من مركبات عديدة الفينول (3.619 ± 68.40 ملغ مكافئ من حمض الغاليك / غ من المستخلص) في حين أن المستخلص المائي يحتوي على كمية أكبر من الفلافونويدات (2.611 ملغ مكافئ من الكرسيتين / غ من المستخلص).

أظهرت نتائج النشاطية المضادة للأكسدة عند اختبار الجذر الحر DPPH • تفوق مستخلص النانو على باقي المستخلصات بقيمة تثبيطية $IC_{50} = 3.245$ ميكروغرام / مل. في حين أبدى المستخلص الميثانولي أحسن كفاءة لإرجاع شوارد الحديد (117 ميكروغرام/مل). أما القدرة الكلية المضادة للأكسدة فقد أسفرت عن تميز مستخلص النانو بقيمة (0.079 ± 0.001 ملغ مكافئ من حمض الغاليك / غ من المستخلص)، في حين سجل المستخلص المائي المرتبة الأخيرة في كل اختبارات النشاطية المضادة للأكسدة.

بالنسبة لاختبار β - carotène فقد أبدى المستخلص الميثانولي الأفضلية فيه بنسبة قدرت بـ % 75.424. بينت نتائج الاختبار المضاد لانحلال كريات الدم الحمراء والنشاط المضاد للالتهاب تفوق مستخلص النانو في كل منها بقيمة تثبيطية قدرت بـ $IC_{50} = 0.002 \pm 0.129$ ملغ / مل (53.798 ± 2.239 ملغ مكافئ من الديكلوفيناك / ملغ من المستخلص) على التوالي. في حين أبدى مستخلص الميثانول أفضل معامل واقى من الأشعة فوق البنفسجية والذي قدر بـ (SPF=140.45).

أما عن التقدير النوعي باستعمال HPLC، فقد أظهرت النتائج وجود تباين في العدد الكلي للمركبات الفينولية لكل من المستخلص المائي والميثانولي. حيث سجل عدد أكبر من المركبات عند المستخلص المائي مع وجود خمس مركبات مرجعية من أصل 68 مركب والتي تمثلت في كل من: Acide p-coumarique, Acide caféique, Acide gallique, Vanilline, Rutine. في حين دلّ التحليل الطيفي باستعمال الأشعة تحت الحمراء (FTIR) لمستخلص النانو على وجود كل من الوظيفة الهيدروكسيلية (OH) والروابط المميزة للحلقات العطرية (C-C).

الكلمات المفتاحية: *Calliginum comosum* L'her, دراسة فيتوكيميائية، النشاطية المضادة للأكسدة، النشاطية

المضادة للالتهاب، HPLC.

Liste des abréviations

A A	Acide Ascorbique
AAR	Activité antioxydant relative (%)
Abs	Absorbance
Ac	L'absorbance du control
AG	Acide Gallique
AgNPs	nanoparticules d'argent (Ag)
AlCl₃	Trichlorure d'aluminium.
As	est l'absorbance en présence d'extrait ou standard.
BHT	Butylated Hydroxytoluene
<i>C.comosum</i>	<i>Caligunum comosum</i>
CAT	Capacité Antioxydant totale
CF	Facteur de correction (10)
DC/mg Ex	exprimés en milligrammes d'équivalent de diclofénac
DPPH	2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl
EC₅₀	concentration effectrice de 50%.
EE	Spectre d'effet érythémal
Ex Aq	extrait aqueux
Ex Nps	extrait nanoparticules
Ex	Extrait
FCR	réactif de Folin-Ciocalteau
Fe⁺²	Fer ferreux
Fe⁺³	Fer ferrique
FeCl₃	Chlorure de fer
FPS	facteur de protection solaire
FRAP	Ferric Reducing Antioxidant Potential.
FVT	Flavonoïdes totaux.
H₂O₂	Peroxyde d'hydrogène
H₂SO₄	Acide sulfurique
H₃PM₁₂O₄	Phosphomolybdic
HPLC	Chromatographie Liquide à Haute Performance
I	Spectre d'intensité solaire
I%	pourcentage d'inhibition.
IC₅₀	La concentration d'inhibiteur (antioxydant) nécessaire pour diminuer 50 % du taux des radicaux libres
IR	Infra rouge
K₃Fe(CN)₆	Ferricyanure de potassium
KCl	Potassium chloride
MeOH	Méthanol
Mg EAA/ G MS	Milligramme équivalents d'acide ascorbique par gramme d'extrait
Mg EAG/g d'extrait	mg Equivalent Acide Gallique par g d'extrait.
Mg EQ/g d'extrait	mg équivalent quercétine par g d'extrait.
mM	Milli-mole
Na₂CO₃	Carbonate de sodium
nm	Nanometre.
PPT	Polyphénoliques totaux
R%	Rendement en %.
R²	coefficient de corrélation.
TCA	acide trichloracétique C ₂ HCl ₃ O ₂
Tr	temps de rétention

UV
UV-V
 λ

Ultraviolet
Ultraviolet-visible
Longueur d'onde (nm)

Liste des figures

Numéro	Titre	Page
Figure 1	Photo de la plante <i>Calligonum comosum</i> L'her	8
Figure 2	Echèle nanométrique	12
Figure 3	Nanomatériaux manufacturés	14
Figure 4	Schéma récapitulatif des différents types de nanomatériaux	14
Figure 5	Photo représente les nanoparticules à la microscopie	16
Figure 6	La courbe d'absorption optique de l'acide gallique en fonction des concentrations	24
Figure 7	La courbe d'absorption optique de Quercitainne en fonction des concentrations	25
Figure8	La courbes standard de variation du pourcentage d'inhibition (%I) en fonction de la concentration	26
Figure 9	La courbe standard de l'acide ascorbique est utilisée pour déterminer la capacité de récupération du fer	27
Figure 10	La courbe standard de l'acide gallique est utilisée pour déterminer la capacité antioxydant totale	28
Figure 11	La courbe d'absorption optique du diclofénac sodique en fonction des concentrations	30
Figure 12	Teneur en polyphénols dans les extraits bruts de plante étudiée.	36
Figure 13	Teneur en flavonoïdes dans les extraits bruts de plante étudiée.	38
Figure 14	Les valeurs de l'IC ₅₀ , qui représente la concentration inhibitrice de 50% des radicaux DPPH, ont été déterminées pour les extraits végétaux étudiés ainsi que pour l'acide ascorbique.	40
Figure 15	Pouvoir réducteur des différents extraits végétaux étudiés	42
Figure 16	Les valeurs totales de capacité antioxydante des extraits étudiés.	43
Figure 17	Les résultats du blanchiment au β-carotène des extraits	45
Figure 18	Les valeurs de l'IC ₅₀ , qui représente la concentration inhibitrice de 50% des hémolyse, ont été déterminées pour les extraits végétaux étudiés ainsi que pour l'acide gallique	46
Figure 19	Effet des extraits de <i>C. comosum</i> sur la dénaturation des protéines (albumine humaine).	48
Figure 20	Valeurs du facteur de protection solaire (FPS) pour les extraits végétaux	50
Figure 21	Les courbes chromatographiques représentent les composés phénoliques dans les extraits bruts de plante étudiée.	52
Figure22	Le spectre infrarouge d'extrait NPs	54

Liste des tableaux

Numéro	Titre	Page
Tableau 1	classification scientifique de <i>calligonum comosum</i> L'her	9
Tableau 2	Propriétés physiques de l'argent	17
Tableau 3	Rendements des extraits	35
Tableau 4	Les différentes catégories de protection solaire	49
Tableau 5	Nombre total de composés phénoliques et concentrations des composés connus dans les extraits étudiés.	53
Tableau 6	Le coefficient de corrélation linéaire (R) entre les différentes variables étudiées	55

Sommaire

Remerciements

Dédicaces

Résumé

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction

Première partie: synthés bibliographique

Chapitre I: description de la plante étudiée

1. La famille des Polygonaceae.....	6
1.1.Présentation de la famille.....	6
1.2.Description botanique.....	6
2. Caractéristiques générales du genre <i>Calligonum</i>	7
3. <i>Calligonum comosum</i> L'her.....	7
3.1.Présentation et Description botanique de l'espèce.....	7
3.2.Classification.....	8
3.3.Répartition géographique.....	9
3.4.Usages médicaux traditionnels.....	9
3.5.Métabolismes secondaires.....	10

Chapitre II: La nanotechnologie

1. Le nano monde.....	12
2. Nanotechnologie.....	13
3. Nanomatériaux.....	13
4. Définition des nanoparticules.....	15
5. Propriétés des nanoparticules d'argent.....	16
a. Propriétés biocides de l'argent.....	16
b. Propriétés physiques et chimiques de l'argent.....	16
c. Propriété désodorisante.....	17
6. Méthodes de synthèse des nanoparticules d'argent.....	17
a. Méthodes physiques.....	17
b. Méthodes chimiques.....	18
c. Méthodes biologiques.....	18
7. Les points forts des méthodes biologiques pour la préparation de nanoparticules d'argent (Ag NPs).....	19

Deuxième partie: Etude expérimentale

Chapitre I: Matériel et Méthodes

1. Matériel d'étude.....	22
1.1.Présentation de la zone d'étude.....	22
1.2.Matériel végétal.....	22
1.3.Réactifs.....	22
2. Méthodes.....	23
2.1.Préparation des extrait de <i>Calligonum comosum</i>	23
2.2.Détermination le rendement d'extraction.....	23
2.3.Analyses quantitatives des extraits bruts.....	24
2.3.1. Dosage des polyphénols totaux.....	24
2.3.2. Dosage des flavonoïdes totaux.....	25
2.4.Activité antioxydants.....	25
2.4.1. Teste du piégeage du radical libre (DPPH•).....	25
2.4.2. Teste de capacité de récupération du fer (FRAP).....	26
2.4.3. La capacité antioxydant totale (CAT).....	28
2.4.4. Test de décoloration du β -carotène.....	28
2.4.5. Teste d'hémolyse.....	29
2.5.Activité anti-inflammatoire (teste de la dénaturation de l'albumine).....	30
2.6.Teste du facteur de protection solaire (SPF).....	31
2.7.Analyse de Chromatographique par la Haute performance Chromatographie Liquide (HPLC).....	32
2.8.Spectroscopie infrarouge.....	32
3. Biosynthèse des nanoparticules d'argent.....	32

Chapitre II: Résultats et discussion

1. Rendement d'extraction.....	35
2. Analyses quantitatives des extraits bruts.....	36
2.1.Dosage des polyphénols totaux.....	36
2.2.Dosage des flavonoïdes totaux.....	38
3. Activité antioxydants.....	39
3.1.Teste du piégeage du radical libre (DPPH•).....	39
3.2.Teste de capacité de récupération du fer (FRAP).....	41
3.3.La capacité antioxydant totale (CAT).....	43
3.4.Test de décoloration du β -carotène.....	44
3.5.Teste Anti-hémolyse.....	46
4. Activité anti-inflammatoire (teste de la dénaturation de l'albumine).....	47
5. Teste du facteur de protection solaire (FPS).....	49
6. Analyse de Chromatographique par la Haute performance Chromatographie	51

Liquide (HPLC).....	51
7. Spectroscopie infrarouge.....	54
8. Test de corrélation.....	55

Conclusion

Références bibliographiques

Annexes

Introduction général

Introduction général

Les plantes médicinales ont toujours été considérées comme une source essentielle de santé pour l'homme, et de nombreuses cultures traditionnelles continuent à valoriser les recettes médicinales à base de plantes pour leur importance préventive, curative et leurs autres avantages. La science de la phytothérapie a connu une avancée considérable dans différentes régions du monde, et l'intérêt pour l'étude des plantes médicinales dans le domaine de la recherche pharmaceutique ne cesse de croître en raison de leurs propriétés thérapeutiques, de leur coût abordable, de leur facilité d'accès, de leur lien patrimonial et de la croyance populaire prédominante selon laquelle les médicaments à base de plantes sont plus sûrs et plus efficaces que les médicaments synthétiques (بن سلامة, 2012).

L'Algérie, en raison de la diversité de ses climats, possède une énorme richesse en plantes médicinales et aromatiques, qui se répartissent dans de vastes zones et dans des environnements climatiques différents sur les côtes, les vallées, les plateaux, les montagnes, les déserts, les champs agricoles et autres. Certaines sont saisonnières, apparaissant après les pluies et disparaissant pendant les périodes de sécheresse, tandis que d'autres sont pérennes et des arbustes. La région d'Oued Souf se caractérise par une végétation ouverte et peu dense, avec un nombre limité de plantes sauvages ne dépassant pas 120 espèces végétales sauvages. Ces plantes occupent une place importante dans la vie quotidienne des habitants de la région, étant utilisées pour l'alimentation, le pâturage, ainsi que dans la pharmacie et la médecine traditionnelle en tant que plantes médicinales (حليس, 2007). Le *Calligonum comosum* L'her, également connu sous le nom d'Arta, est l'une des espèces les plus importantes appartenant à cette région. C'est une plante adaptée à la réhabilitation des terres dégradées, des sols arides et des systèmes agroforestiers en raison de sa grande résistance aux conditions environnementales difficiles (Dhief *et al.*, 2004), Il a été démontré à travers l'étude de l'extrait de la partie aérienne de la plante qu'elle possède une activité antioxydant élevée (Abdel sattar *et al.*, 2014 ; Chouikh *et al.*, 2016)

La nanotechnologie est un domaine de recherche émergent qui consiste à produire des matériaux et produits de tailles et de structures contrôlées à l'échelle nanométrique, conférant ainsi de nouvelles propriétés physico-chimiques avantageuses et uniques. Cette technologie trouve des applications dans divers domaines tels que la catalyse, les médicaments, la santé, les cosmétiques, la technologie alimentaire et la biologie (Noluthando, 2017), et a entraîné des changements radicaux dans la technologie et la science (Ramsden, 2016).

Introduction général

Par conséquent, nous avons jugé nécessaire, dans cette étude scientifique, de mettre en lumière la nanotechnologie en soulevant plusieurs problématiques : quelles sont les différences que les nanomatériaux induisent sur les produits métaboliques ? Est-ce que cette technologie affecte l'activité antioxydante?

Notre travail vise à mener une étude phytochimique du *Calligonum comosum* L'her. poussant dans la région de l'Oued Souf avec des extraits nano, aqueux et méthanol, puis à évaluer les activités antioxydants et anti-inflammatoires. Pour la réalisation de cette étude, nous allons la partager en deux parties essentielles :

-La première partie est consacrée à l'étude bibliographique comporte recherche sur la description de la plante étudiée, puis Les La nanotechnologie et les stress oxydative .

-La deuxième partie est expérimentale, subdivisée en deux chapitres l'une présente les matériels et méthodes et l'autre consacré à la présentation et la discussion des résultats obtenus ; Enfin nous avons terminé par une conclusion.

Première Partie

Synthèse bibliographique

Chapitre I

*description de la plante
étudiée*

Dans ce chapitre, nous abordons différentes thématiques de notre travail, notamment la présentation de la famille des Polygonaceae, avec une attention particulière portée sur le genre *Calligonum* et l'espèce *Calligonum comosum* L'her, qui a été étudiée. Nous examinons également les radicaux libres, les polyphénols (leurs propriétés, leur capacité biologique et les solvants d'extraction utilisés), ainsi que les techniques spectrophotométriques utilisées pour quantifier, séparer et identifier les polyphénols et le nanotechnologie.

1. La famille des Polygonaceae

1.1. Présentation de la famille

La famille des Polygonaceae est décrite comme étant une famille de plantes à fleurs (**Jussieu, 1789**) Les Polygonacées comprend environ 1.200 espèces réparties en 50 genres (**Tamanna et al., 2017**), notamment *Eriogonum* avec 240 espèces, *Rumex* avec 200 espèce , *Coccoloba* avec 120 espèces, *Polygonum* avec 170 espèces et *calligonum* avec 80 espèces (**Maire et Quezel, 1961; Botineau, 2010**), qui sont les plus grands genres. Bien que largement distribuée dans la zone tempérée nord, cette famille peut également être trouvée dans d'autres régions du monde (**Tamanna et al., 2017**); On le trouve couramment en Inde, au Pakistan et dans la péninsule arabique. Elles sont présentes dans les prairies, les terres pauvres et les déserts, et certaines espèces de la flore arabe sont des plantes herbacées ou des arbustes (**2012 , برهان ووائل**)

1.2. Description botanique

Les Polygonaceae sont composées d'herbes annuelles ou plus fréquemment vivaces grâce à une structure souterraine tubéreuse. Certaines de ces herbes, telles que *Polygonum aviculare* L, peuvent ramper (**Botineau, 2010**) .

Les feuilles présentent habituellement une disposition alternée, bien que cela soit parfois différent chez certaines espèces comme *Pterostegia* (disposition opposée) ou *Eriogonum* (disposition en verticilles). Il peut également arriver que les feuilles soient réduites chez des espèces telles que *Coccoloba*. Leur forme est simple, avec des bords lisses, et elles sont pourvues d'une nervure principale qui se ramifie. Les stipules membraneuses sont fusionnées pour former une ochréa à la base des feuilles, mais cette structure est absente chez *Eriogonum* (**Maire et Quezel, 1961 ;1987, الموسوي ; Gurcharan Singh, 2010 ; Botineau, 2010**).

elles présentent Tiges à nœuds souvent renflés (**Maire et Quezel, 1961 ; Botineau, 2010**).

Les fleurs de cette plante présentent une symétrie radiale régulière et ordonnée ainsi qu'une hermaphrodisme fréquent, bien qu'elle puisse également être unisexuée (*Rumex*) dans le cas des plantes dioïques. Elles sont hypogynes, c'est-à-dire que les pièces florales sont insérées sous le pistil. Toutefois, il est possible de construire la fleur selon deux types différents (**Maire et Quezel, 1961 ; 1987, الموسوي ; Botineau, 2010 ; Gurcharan Singh, 2010**).

Le fruit est composé d'une noix qui peut avoir une forme trigone ou bifaciale. et elle est accompagnée d'une grande quantité d'endosperme farineux. La pollinisation de la plante est principalement réalisée par des abeilles et des mouches. Les fruits sont habituellement dispersés par le vent ou l'eau (**Gurcharan Singh, 2010**).

La famille tire son nom de l'akène trigone qui la caractérise et qui, lorsqu'il est entouré par des tépales accrescents, forme une samare. La graine abonde en albumen amylicé et l'embryon, généralement situé à la périphérie, peut adopter une forme droite ou courbe (**Botineau, 2010**).

2. Caractéristiques générales du genre *Calligonum*

On estime que le genre *Calligonum* comprend entre 60 et 80 espèces (**Okasaka et al., 2004**). Ces plantes sont des arbustes ramifiés avec des branches alternes ou groupées, souvent ressemblant à des Ephédra. Les feuilles sont étroites, linéaires ou subulées, alternes et souvent très petites. Elles tombent chaque année et la courte membrane persistante qui les entoure est appelée ocréa. Les fleurs blanches et hermaphrodites sont petites et solitaires ou regroupées en fascicules à l'aisselle des feuilles. Elles sont portées par un pédoncule articulé et accompagnées à la base par une bractée ocréiforme, sans bractéole. Le périanthe est constitué de 5 sépales pétaloïdes, subégaux et qui flétrissent généralement après la floraison. Les étamines sont au nombre de 12 à 18, avec des filets subulés, soudés à la base en un disque hypogyne et des anthères ovées. L'ovaire est tétragone. Les fruits sont des akènes tétragones, de 1 à 2 cm, recouverts de longs poils. Il existe trois espèces très similaires, qui ne peuvent être distinguées que par des caractéristiques anatomiques et la forme du fruit (**Maire et Quezel, 1961; Quezel et Santa, 1962; Ozenda, 2004**).

3. *Calligonum comosum* L'her

3.1. Présentation et Description botanique de l'espèce

Les couches sont des arbustes persistants qui peuvent atteindre jusqu'à 2 mètres de longueur, mais souvent moins. Leurs branches grisâtres ou blanchies portent des touffes ou des groupes de minces tiges feuillues de couleur verte, ainsi que de petites écailles entourant des fleurs blanches marquées d'une tache rouge clair. Les fruits blancs des couches sont enveloppés de longues soies brunes qui s'ouvrent à maturité (حليس, 2007).

Les tiges actuelles se segmentent en salamias, tandis que des feuilles écailleuses poussent autour du collet. Les fleurs, d'un diamètre ne dépassant pas 2 mm, sont blanches avec une tache rouge clair. Les fruits se présentent sous la forme d'une touffe de longues soies brunâtres (حليس, 2007). Au début du printemps (mars, avril), *Calligonum comosum* génère une profusion de fleurs (Maire et Quezel, 1961).

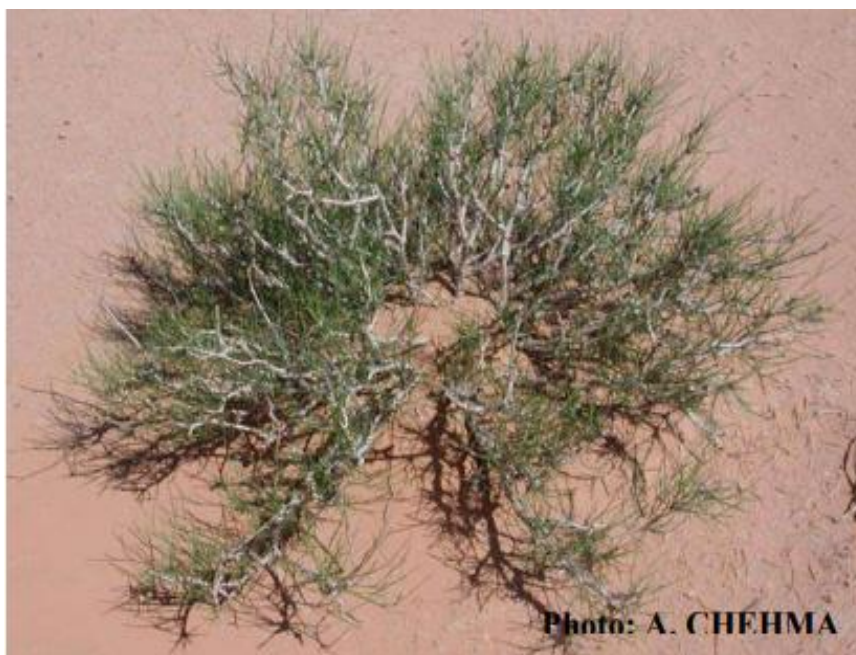


Figure 01: Photo de la plante *Calligonum comosum* L'her

3.2. Classification

Le tableau (01) présente la classification scientifique de la plante *calligonum comosum* L'her

Tableau 1: classification scientifique de *calligonum comosum* L'her (Maire et Quezel, 1961 ; Quezel et Santa, 1962; Quezel et Santa, 1963; Fournier, 2000)

Règne	Plante
Embranchement	Phanérogames ou Spermatophytes
Sous Embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones ou Eudicots
Sous-classe	Choripétales ou Archichlamydées
Ordre	Polygonales
Famille	Polygonaceae
Sous-famille	Polygonoideas
Genre	<i>Calligonum</i>
Espèce	<i>Calligonum comosum</i> L'her
Nom Vernaculaires	Arta, Larta, Lartaya

3.3. Répartition géographique

Le *Calligonum comosum* L'Her est un arbuste abondamment présent dans les régions désertiques du monde entier, en particulier dans la partie nord. Il est répandu dans tous les déserts arabes (Ozenda, 1997) il a été observé dans les régions sèches de la Tunisie (Hemmami *et al.*, 2011) et en Égypte (Badria *et al.*, 2007). Le *Calligonum comosum* L'Her est observé en Algérie, notamment dans les zones arides du nord-est du désert algérien comme la région d'Oued Souf (2007, حليس).

3.4. Usages médicaux traditionnels

Dans la médecine traditionnelle populaire, le *Calligonum comosum* L'her est une plante d'une grande importance médicinale. Elle est utilisée pour traiter diverses affections telles que les douleurs abdominales, les ulcères infectieux, les inflammations et les problèmes dentaire (Lui *et al.*, 2001 ; Abdalah *et al.*, 2014). Et utilisé pour

traiter la toux ainsi que la maladie de la tremblante (2008، خضر). Et pour traiter le diabète et l'ostéoporose (El-hawry et Kholief, 1990 ; Abdalah et al., 2014). Les flavonoïdes et les tanins présents dans la plante *Calligonum comosum* L'her lui confèrent des propriétés analgésiques et favorisent la guérison et la désinfection des plaies, tout en éliminant certaines bactéries (Pincemail et al., 1986 ; Abdalah et al., 2014). Les Bédouins utilisent cette plante pour traiter la gale qui peut affecter certains animaux tels que les chameaux (Benhouhou, 2005)

3.5. Métabolismes secondaires

Les métabolites secondaires, qui sont des composés organiques complexes, sont synthétisés par les plantes autotrophes selon Boudjouref (2011). Contrairement à la photosynthèse, ces molécules ne sont pas produites directement mais sont le résultat de réactions chimiques ultérieures (Harchaoui, 2019). Ils sont souvent présents en faible concentration dans les tissus végétaux, comme le mentionne Newman et Cragg (2012).

Selon Verpoorte et Alfermann (2000) et Greathead (2003) Bien qu'ils n'exercent pas de fonction directe dans les activités fondamentales des plantes, les métabolites secondaires jouent un rôle crucial dans l'adaptation des plantes à leur environnement, comme la protection contre les pathogènes, les herbivores et les différents stress abiotiques.

D'un point de vue pharmacologique, les métabolites secondaires sont la fraction la plus active des composés chimiques présents dans les plantes. Selon Newman et Cragg (2012), environ un tiers des médicaments actuellement disponibles sur le marché contiennent au moins une de ces substances végétales. Les métabolites secondaires présentent également de multiples intérêts pour l'industrie alimentaire et pharmaceutique, comme le souligne Orhan (2012).

Plus de 200.000 métabolites secondaires ont été identifiés et ils sont classés en trois grandes catégories: les alcaloïdes, les terpénoïdes et les composés aromatiques ou polyphénols, selon Gaudry (2016) et Vermerris et Nicholson (2007). Chacune de ces catégories contient une grande diversité de composés qui possèdent une large gamme d'activités en biologie humaine, comme l'explique (Krief, 2003).

Chapitre II

La nanotechnologie

La nanotechnologie progresse à différents niveaux : les matériaux, les dispositifs et les systèmes. Le niveau des nanomatériaux est actuellement le plus développé, tant sur le plan des connaissances scientifiques que des applications commerciales. Les nanoparticules, qui mesurent généralement moins de quelques centaines de nanomètres, sont souvent composées de métaux, de minéraux, de polymères ou d'une combinaison de matériaux, et présentent des propriétés physiques considérablement différentes de celles des matériaux en vrac. La réduction de taille induit des effets quantiques, tels que le super paramagnétisme, le blocage de Coulomb et la résonance plasmonique de surface. Par ailleurs, l'augmentation du rapport surface/volume résultant de cette réduction de taille entraîne l'apparition d'effets de surface liés au grand nombre d'atomes de surface et à la grande zone spécifique, ce qui est important d'un point de vue pratique (**Guerricha et Selmane, 2018**).

1. Le nano monde

Le domaine des nanosciences et des nanotechnologies, surnommé le "nano-monde", comprend des objets de taille nanométrique avec des phénomènes et des effets imprévus. Ces propriétés leur confèrent une grande variété d'applications, et bien que certaines soient déjà présentes dans notre environnement, leur potentiel de développement est énorme. L'unité de mesure clé pour les nanosciences et les nanotechnologies est le nanomètre, équivalent à un milliardième de mètre ($1\text{nm} = 10^{-9}\text{m}$) (**Guerricha et Selmane, 2018**).

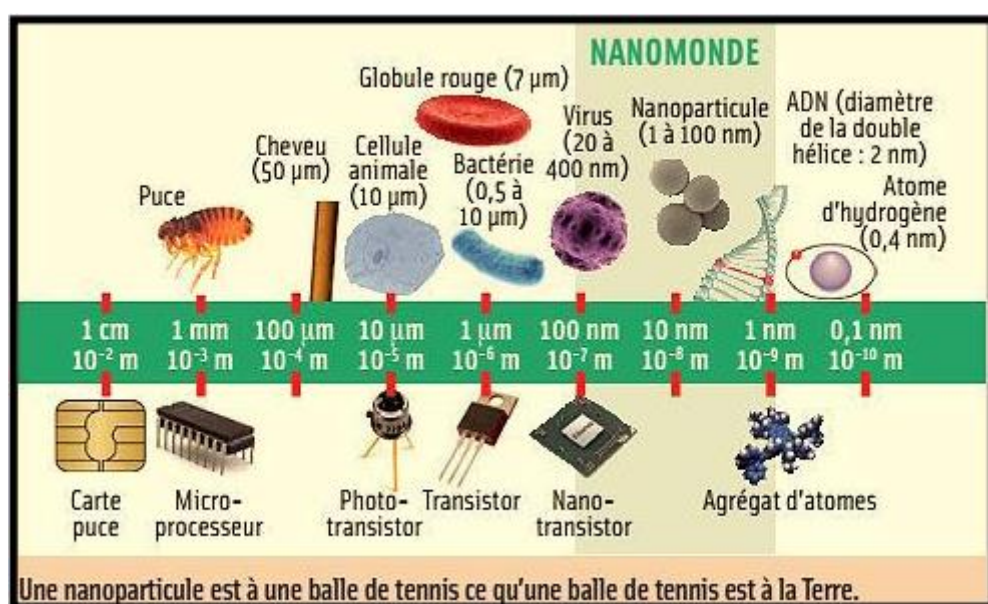


Figure 02: Echèle nanométrique (**Guerricha et Selmane, 2018**).

2. Nanotechnologie

Le terme "nanotechnologie" englobe une grande variété d'applications dans de nombreux domaines scientifiques, mais il se réfère généralement à la recherche sur les principes et les propriétés existants à l'échelle nanométrique. L'objectif des nanotechnologies est de produire des objets ou des matériaux qui mesurent moins de 100 nanomètres. Cela inclut la conception, la caractérisation, la production et l'application de structures, de dispositifs et de systèmes en contrôlant leur forme et leur taille à l'échelle nanométrique. Les nanotechnologies relèvent principalement de la recherche appliquée, et les applications envisagées ont un potentiel économique important dans de nombreux domaines tels que la médecine, la chimie, l'énergie, la gestion des ressources et l'environnement **(Stéphanie et Nicolas, 2014)**

3. Nanomatériaux

Le 18 octobre 2011, la Commission européenne a publié ses recommandations relatives à la définition des nanomatériaux (recommandation 2011/696/UE) : « on entend par "nanomatériau" un matériau naturel, formé accidentellement ou manufacturé contenant des particules libres, sous forme d'agrégat ou sous forme d'agglomérat, dont au moins 50 % des particules, dans la répartition numérique par taille, présentent une ou plusieurs dimensions externes se situant entre 1 nm et 100 nm ». **(Ricaud et Witschger ; 2012)** Il existe deux grandes familles de nanomatériaux **(Journal Officiel de l'Union Européenne, 2011)** :

- ♣ **Les nano-objets.**
- ♣ **Les matériaux nano structurés.**

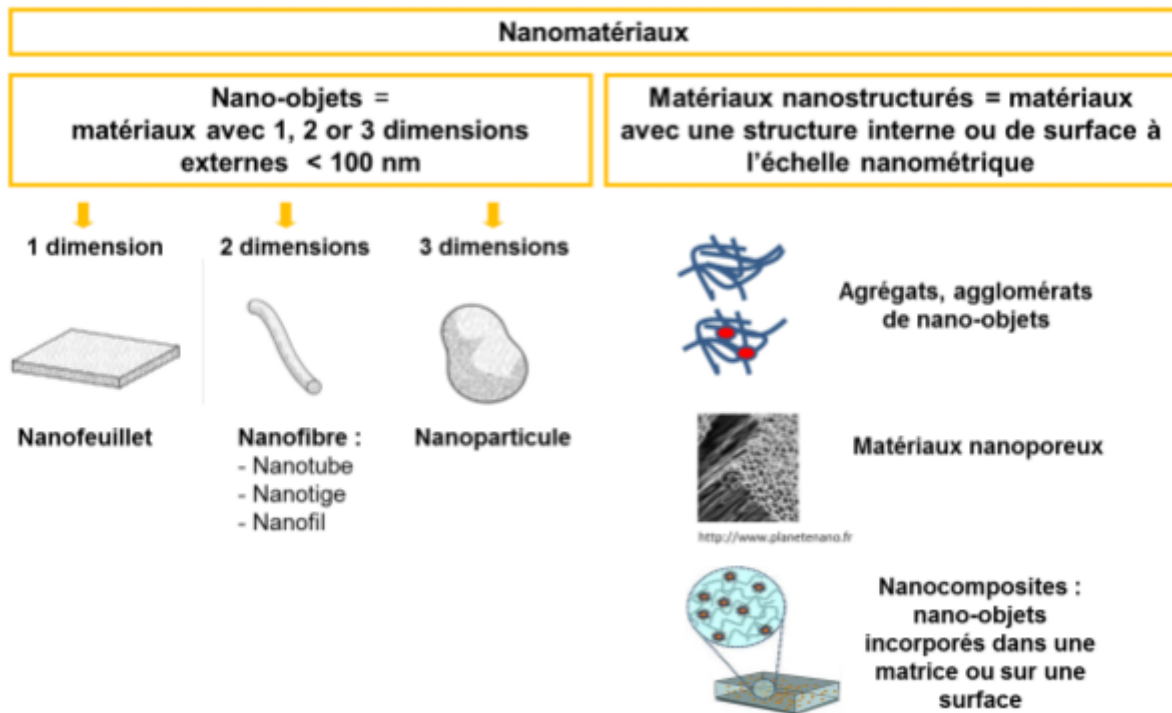


Figure 03: Nanomatériaux manufacturés, selon la norme ISO TS 80004 1&2 (Babaali, 2022)

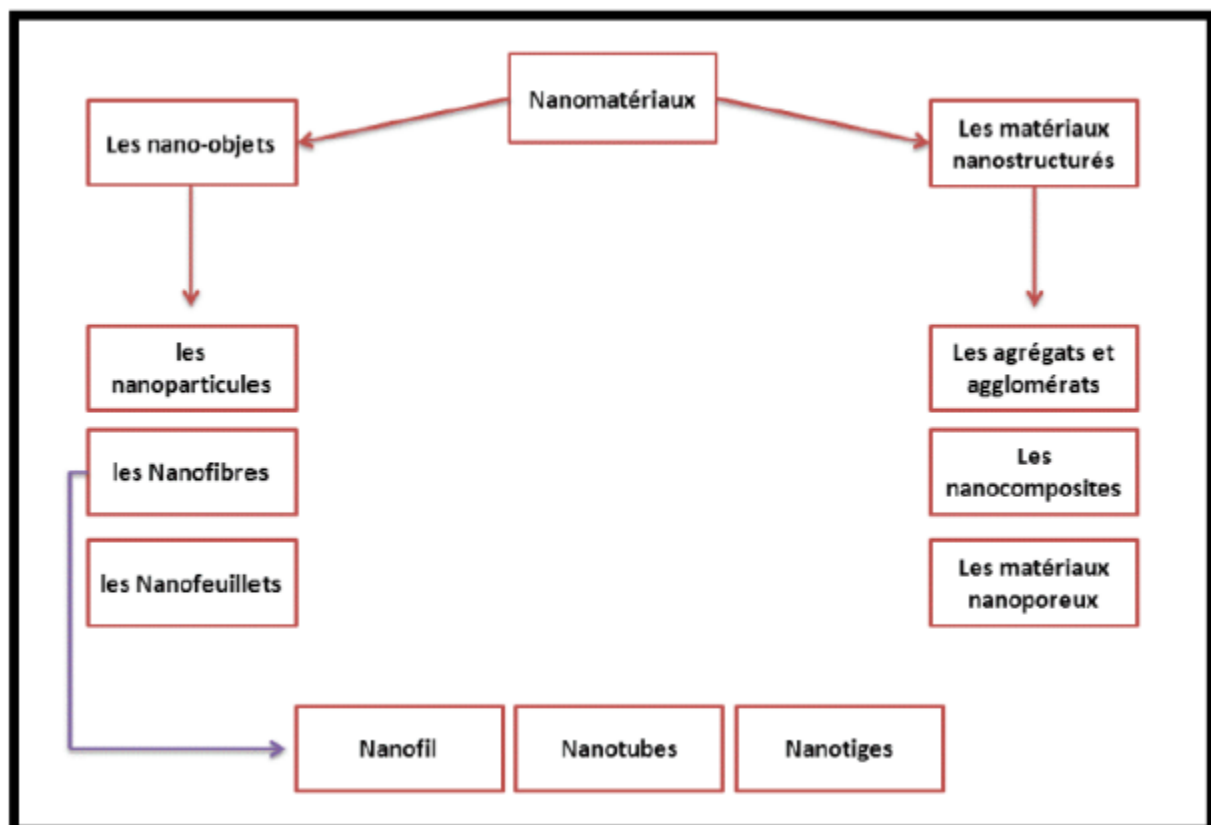


Figure 04: Schéma récapitulatif des différents types de nanomatériaux (Guerricha et Selmane, 2018).

4. Définition des nanoparticules

les nanoparticules (NPs) sont des agrégats de petites molécules de taille nanométrique (entre 1 et 100 nm). En raison de leur petite taille, les NPs ont une grande surface spécifique par unité de masse, ce qui leur confère une plus grande réactivité que les matériaux à l'échelle macroscopique. Cette propriété est due à un effet appelé "effet de taille", qui est principalement dû à l'augmentation de la surface de contact entre les matériaux.

L'effet de taille est particulièrement pertinent pour les réactions chimiques, où une augmentation de la surface de contact entre les réactifs peut accélérer la réaction. Les NPs peuvent donc être utilisées en tant que catalyseurs pour accélérer les réactions chimiques, ou en tant que supports pour les catalyseurs, afin d'améliorer leur efficacité. Les NPs sont également utilisées dans de nombreuses autres applications, telles que la nanomédecine, l'électronique, la cosmétique, etc. **(Delay et Frimmel, 2012).**

Tout à fait, l'argent (Ag) est un métal de transition mou, blanc et brillant **(Silver, 2003)**, qui possède de nombreuses propriétés intéressantes, telles que la conductivité électrique et thermique élevée. En raison de ces propriétés, l'argent est utilisé dans une grande variété d'applications, notamment dans l'industrie électronique, la bijouterie, la photographie, la production de miroirs, etc.

L'argent est également très utilisé sous forme de nanoparticules d'argent, qui peuvent rassembler environ 20 à 15 000 atomes d'argent. Les nanoparticules d'argent ont des propriétés physico-chimiques et des activités biologiques similaires à celles de l'argent, mais présentent également des propriétés uniques en raison de leur petite taille. Les nanoparticules d'argent sont utilisées dans de nombreuses applications, notamment en médecine, en raison de leurs propriétés antimicrobiennes **(Wijnhoven et al., 2009).**

Cependant, il est important de noter que l'utilisation de nanoparticules d'argent soulève des préoccupations en matière de santé et d'environnement. Certaines études ont montré que les nanoparticules d'argent peuvent être toxiques pour les cellules et les organismes, et peuvent avoir des effets néfastes sur l'environnement. Par conséquent, il est important de prendre des précautions lors de l'utilisation de nanoparticules d'argent, et de bien comprendre leur impact sur la santé et l'environnement **(Firdhouse et Lalitha, 2015).**

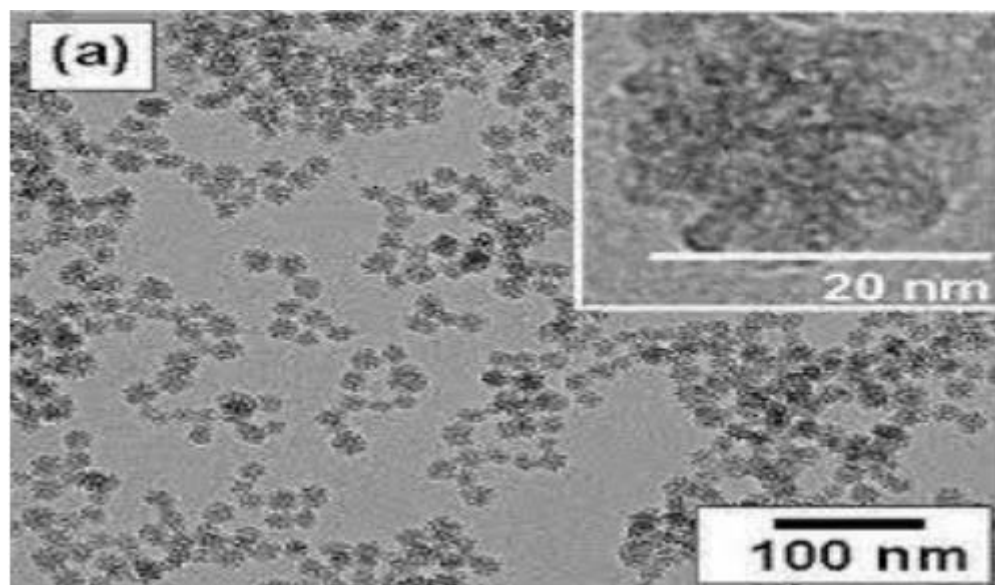


Figure 05: Photo représente les nanoparticules à la microscopie (Consulter 30 avril 2021)

5. Propriétés des nanoparticules d'argent

a. Propriétés biocides de l'argent

Effectivement, les nanoparticules d'argent sont couramment utilisées pour leurs propriétés bactéricides, en raison de leur capacité à libérer des ions argent (Ag^+) qui ont des propriétés antimicrobiennes. La toxicité des nanoparticules d'argent dépend de plusieurs facteurs, notamment de leur taille, de leur forme, de leur surface, et de leur état d'oxydation.

Il a été démontré que seules les nanoparticules d'argent contenant la forme oxydée (Ag^+) sont toxiques, contrairement aux nanoparticules métalliques de degré d'oxydation nul. En effet, les ions Ag^+ libérés par les nanoparticules d'argent oxydées sont capables de perturber les membranes cellulaires et de causer des dommages oxydatifs aux cellules bactériennes. (Lok *et al.*, 2007).

b. Propriétés physiques et chimiques de l'argent

Le tableau 02 présente les propriétés physiques de l'argent, ainsi que ses divers états d'oxydation, à savoir Ag^0 , Ag^+ , Ag^{2+} , et Ag^{3+} . Cet élément est présent en faible quantité dans la nature et se caractérise par sa brillance, sa couleur blanche et sa malléabilité (Wijnhoven *et al.*, 2009).

L'ion argent, Ag⁺, a la capacité de se lier avec d'autres éléments organiques ou inorganiques pour former des sels ou des complexes (tels que AgNO₃ et AgCl), qui peuvent être solubles ou insolubles. (Luoma 2008 ; Wijnhoven *et al.*, 2009).

Tableau 02: Propriétés physiques de l'argent (Djehboub, 2010).

Numéro atomique-poids	47-107,87
Densité (g/cm ³)	10,5
Rayon atomique (nm)	0,153
Résistivité électrique (μΩcm)	1,59 (20°C)
Température de fusion (K)	1235,43
Température de d'ébullition (K)	2485
Conductivité thermique(W m ⁻¹ K ⁻¹)	429
Conductivité thermique (S m ⁻¹)	63 106
Electronégativité	1,93

c. Propriété désodorisante

Le nano-argent est connu pour ses propriétés désodorisantes et antibactériennes, ce qui en fait un choix populaire pour lutter contre les mauvaises odeurs dans les réfrigérateurs et d'autres applications similaires. Les nanoparticules d'argent ont la capacité de décomposer les molécules responsables des odeurs désagréables en molécules plus simples et moins odorantes, ce qui permet de réduire efficacement les odeurs indésirables. (Birla *et al.*, 2009).

6. Méthodes de synthèse des nanoparticules d'argent

a. Méthodes physiques

En effet, les méthodes mécaniques telles que l'homogénéisation et le broyage peuvent causer des problèmes de formation d'agrégats de nanoparticules d'argent, qui peuvent réduire l'efficacité bactéricide et inhibitrice des nanoparticules. C'est pourquoi des méthodes de synthèse plus récentes, telles que l'évaporation-condensation, sont utilisées pour produire des nanoparticules d'argent plus uniformes et efficaces.

La méthode de synthèse par évaporation-condensation consiste à vaporiser un matériau d'argent dans une chambre sous vide, où les vapeurs se condensent en nanoparticules d'argent. Cette méthode permet de contrôler la taille et la distribution

des nanoparticules d'argent en ajustant les conditions de production, telles que la pression et la température de la chambre de condensation.

Les nanoparticules d'argent synthétisées par évaporation-condensation ont été largement étudiées pour leur potentiel antibactérien et antiviral, et ont été utilisées dans des applications telles que les revêtements antimicrobiens, les matériaux pour les implants médicaux et les filtres à eau. (**Simchi *et al.*, 2007**).

b. Méthodes chimiques

Les méthodes chimiques de préparation de nanoparticules d'argent incluent la réduction chimique en solution aqueuse (**Wang *et al.*, 2012**)

La réduction chimique en solution aqueuse est en effet une méthode couramment utilisée pour former des solutions colloïdales de nanoparticules métalliques en raison de sa simplicité et de son potentiel de contrôle de la taille et de la forme des nanoparticules produites. Cette méthode permet également une bonne reproductibilité et une grande flexibilité en termes de choix des agents réducteurs et des conditions de réaction.

c. Méthodes biologiques

La réduction biologique implique l'utilisation de microorganismes (**Nair *et al.*, 2009**), d'enzymes (**Willner *et al.*, 2006**) ou de plantes pour réduire les sels d'argent en nanoparticules d'argent (**Shankar *et al.*, 2004**). Cette méthode présente des avantages tels que l'utilisation de sources renouvelables et durables, des conditions de réaction douces, une bonne dispersion des nanoparticules et l'absence d'additifs chimiques ou de sous-produits toxiques (**Taşkıran *et al.*, 2017**).

Hamid, Zargar and others 2011 ont été menées sur l'utilisation d'extraits de plantes pour la synthèse de nanoparticules d'argent, montrant que cette méthode peut être efficace pour produire des nanoparticules de tailles et de formes contrôlées (**Jang *et al.*, 2016**). De plus, des études ont également montré que les nanoparticules d'argent synthétisées à partir d'extraits de plantes *Calligonum comosun* peuvent avoir des activités biologiques, telles que l'activité anticancéreuse et l'activité larvicide contre les vecteurs de maladies. (**Kumar *et al.*, 2018**)

7. Les points forts des méthodes biologiques pour la préparation de nanoparticules d'argent (Ag NPs)

Les méthodes biologiques pour la préparation de nanoparticules d'argent présentent plusieurs avantages (**Babaali, 2022**):

- ♣ Elles sont sûres et n'utilisent pas de substances toxiques ou nocives pour l'environnement.
- ♣ Elles sont peu coûteuses car la plupart des matériaux utilisés sont facilement disponibles.
- ♣ Elles ne nécessitent pas l'utilisation de températures ou de pressions élevées.
- ♣ Elles sont faciles à mettre en œuvre et ne nécessitent pas de techniques complexes.

deuxième partie

Etude expérimentale

Chapitre I

Matériel et Méthodes

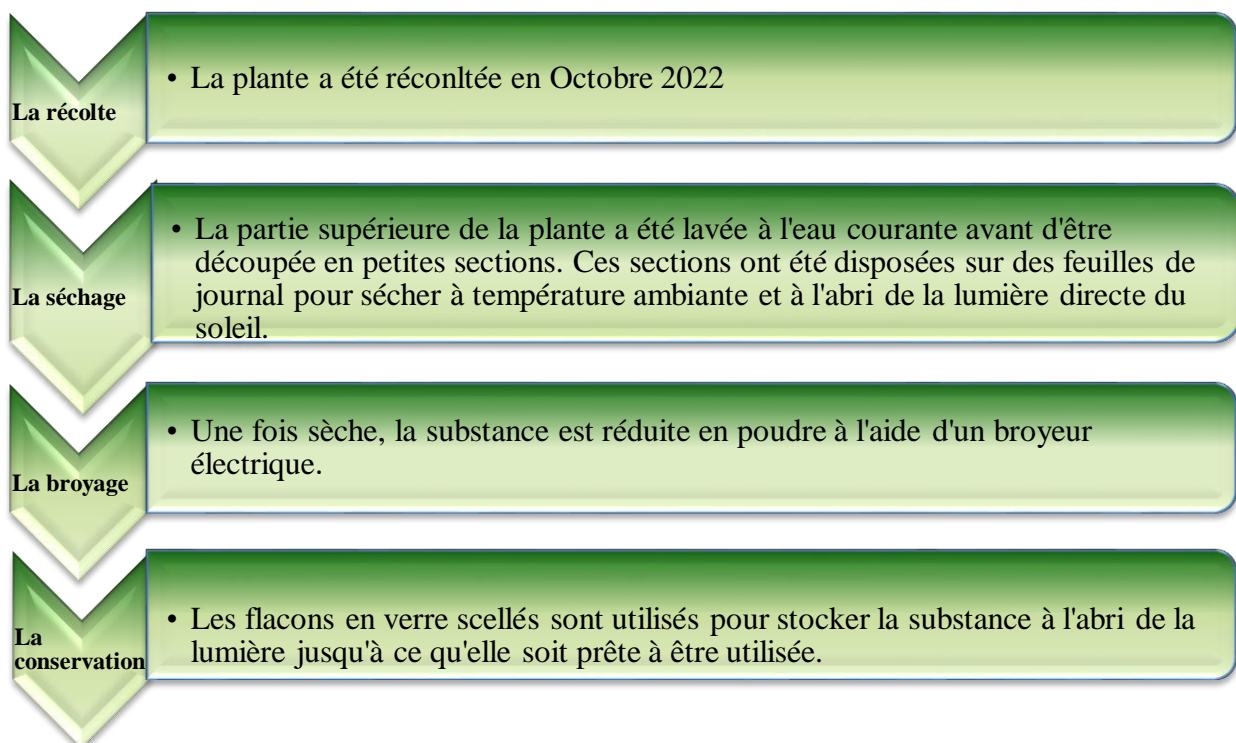
1. Matériel d'étude

1.1. Présentation de la zone d'étude

La région d'Oued Souf, située dans le Sud-Est algérien, fait partie du département d'El Oued. Elle se trouve dans le Sahara septentrional et le Grand Erg oriental, qui est couvert par une chaîne de dunes sableuses. Cette région est caractérisée par un climat hyper-aride, une température moyenne annuelle d'environ 22 °C et des précipitations annuelles moyennes de 78 mm. Elle dispose d'une réserve hydrique souterraine importante constituée (Rebai *et al.*, 2017)

1.2. Matériel végétal

Au cours de cette étude, la partie aérienne de la plante *Calligonum comosum* L'her a été collectée, et les parties utilisées de la plante ont été cueillies en octobre 2022 à partir de Taghzout de la région d'Oued Souf (sud-est du Sahara algérien), confinée entre (6°89'06" E / 33°51'35" N).



1.3. Réactifs

- ❖ réactif de Folin-Ciocalteu (10%).
- ❖ Na₂CO₃ (7.5 %).
- ❖ trichlorure d'aluminium (AlCl₃).
- ❖ 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle (DPPH).

- ❖ solution phosphate tamponnée (pH: 6.6; 0.2 M).
- ❖ solution de $K_3[Fe(CN)_6]$.
- ❖ TCA (10%).
- ❖ $FeCl_3$ (0.1%).
- ❖ Acide phosphorique (6M)
- ❖ NaH_2PO_4 (28Mm)
- ❖ ammonium molybdate (4Mm).
- ❖ H_2O_2 (30 ml mol).
- ❖ $FeCl_3$ (80 ml mol).
- ❖ Albumine humaine (5%).
- ❖ Chloroforme.
- ❖ β -carotène.
- ❖ Acide linoléique.
- ❖ Tween.

2. Méthodes

2.1.Préparation des extrait de *Calligonum comosum*

2.1.1. Préparation de l'extrait brut

Les extraits de plantes ont été préparés selon la méthode de **Chouikh *et al.* (2018)** avec quelques modifications, où dix grammes (10 g) de chaque échantillon ont été macérés avec 100 ml de solvants (Méthanol et l'eau) à température ambiante, dans des conditions sombres pendant 24 heures (répété 3 fois). Le solvant a été filtré avec du papier Watman, Et le sécher dans l'étuve à 50°C.

2.2.Détermination le rendement d'extraction

D'après **Truong *et al.* (2019)**, la formule suivante a été utilisée pour calculer le rendement d'extrait.

$$R \% = (PEB/PMV) \times 100$$

Où :

R: est le rendement en %.

PEB: Poids de l'Extrait Brut (g).

PMV: Poids de matière végétale (g)

2.3. Analyses quantitatives des extraits bruts

2.3.1. Dosage des polyphénols totaux

Il a été effectué une estimation quantitative des polyphénols en suivant la méthode de **Singleton & Rossi (1965)**, qui repose sur la surveillance de la variation de couleur résultant de la réaction du réactif de Folin-Ciocalteu (FCR) avec ces composés. Selon **Chouikh & Rebiai (2020)**, cette réaction est effectuée en mélangeant 0.2 ml de différentes concentrations d'extraits bruts avec 1 ml de solution de Folin-Ciocalteu (10%); 0.8 ml de Na_2CO_3 (7.5 %) est ajouté, et après agitation, les solutions préparées sont incubées pendant 30 min à l'obscurité à température ambiante, puis leur absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 760 nm à l'aide d'un spectrophotomètre.

La courbe standard de l'acide gallique est déterminée à partir d'une série de concentrations différentes en fonction de l'absorption optique (Figure 06). La valeur quantitative des polyphénols est exprimée en milligrammes équivalents d'acide gallique par gramme d'extrait végétal.

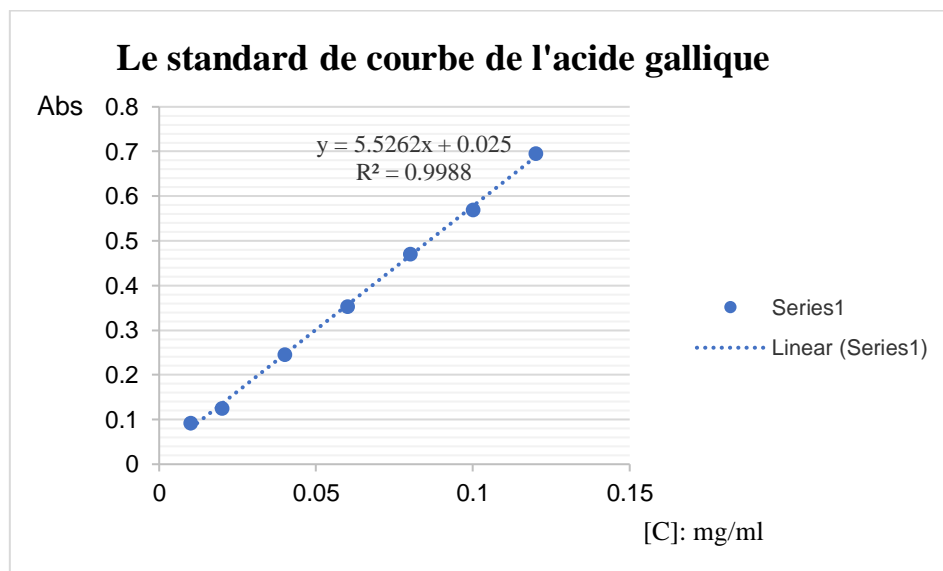


Figure 06 : La courbe d'absorption optique de l'acide gallique en fonction des concentrations

2.3.2. Dosage des flavonoïdes totaux

Selon **Chouikh et al. (2018)**, l'estimation quantitative des flavonoïdes a été réalisée en utilisant de AlCl_3 . Pour ce faire, 750 μL concentrations différentes d'extraits bruts ont été mélangées avec 750 μL solutions AlCl_3 , et après une bonne agitation du mélange, il est laissé à température ambiante dans l'obscurité pendant une durée de 1 heure au laboratoire. Ensuite, l'absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 420 nm à l'aide d'un spectrophotomètre.

La dosage totale de flavonoïdes est exprimée en milligrammes équivalents de Quercitane par gramme d'extrait végétal, où la courbe standard de la Quercitane est déterminée à partir d'une série de concentrations différentes en fonction de l'absorption optique (Figure 07)

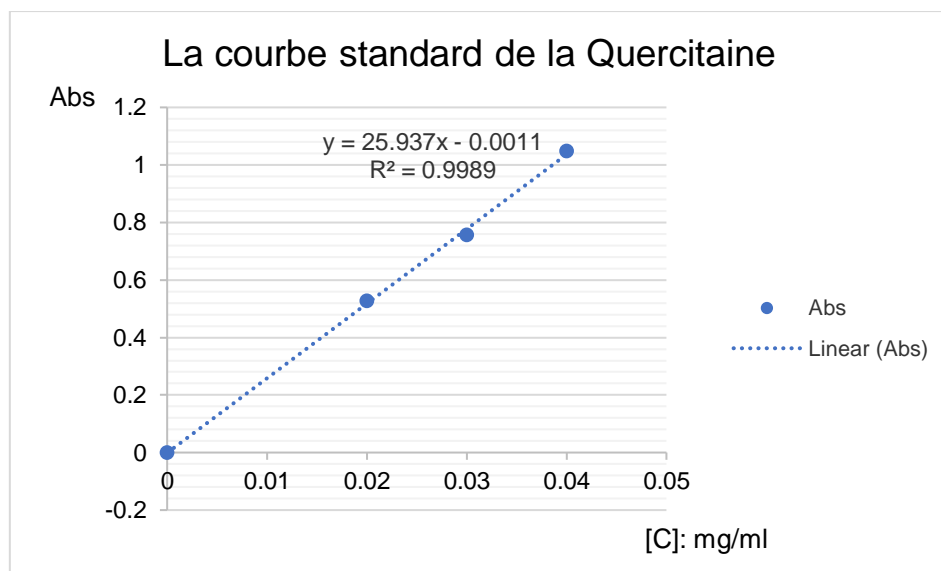


Figure 07 : La courbe d'absorption optique de Quercitane en fonction des concentrations

2.4. Activité antioxydants

2.4.1. Teste du piègeage du radical libre (DPPH•)

Selon **Chouikh et al. (2018)**, 0.5 ml de différentes concentrations d'extraits végétaux dissous dans le méthanol sont mélangés avec 1 ml de solution DPPH• (0.1Mm). Après agitation soigneuse, les solutions sont incubées pendant 15 min dans l'obscurité à température ambiante au laboratoire, puis l'intensité de l'absorbance est mesurée à $\lambda = 517$ nm. Les différentes concentrations d'acide ascorbique ont été préparées pour être utilisées comme standard de référence (contrôle positif des

extraits). Le pourcentage d'élimination du radical DPPH• a été mesuré en utilisant l'équation suivante selon **Chaouche et al. (2013)** :

$$I \% = [(Ac - As)/Ac] \times 100$$

Où :

I% : pourcentage d'inhibition.

As : l'absorbance du mélange d'extraits ou de standard et de solution de DPPH•.

Ac : l'absorbance de la solution de DPPH• (réaction témoin).

Le coefficient(IC_{50}) représente la concentration nécessaire pour inhiber de 50% le radical libre, qui est calculé à partir d'une équation linéaire des courbes de variation du pourcentage d'inhibition (I%) en fonction de la concentration (figure 08) (**Chouikh et al., 2015**).

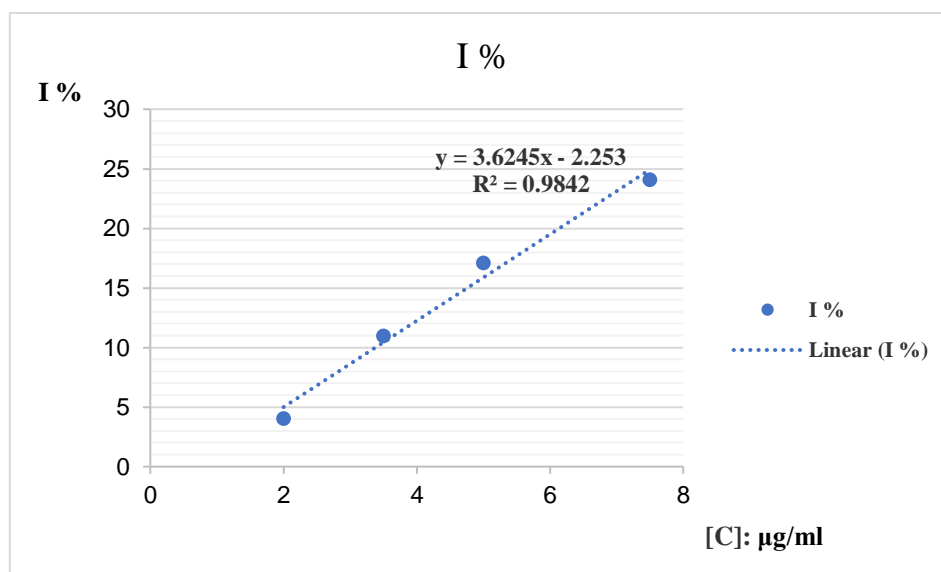
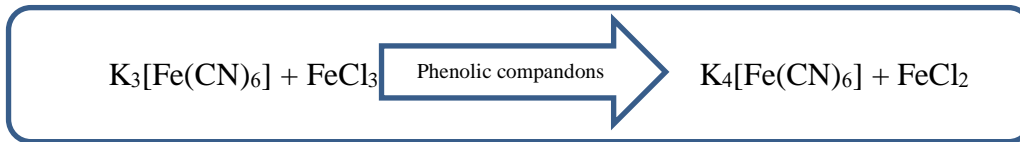


Figure 08 : La courbes standard de variation du pourcentage d'inhibition (%I) en fonction de la concentration

2.4.2. Teste de capacité de récupération du fer (FRAP)

Ce test repose sur la capacité des composés phénoliques à donner des électrons qui agissent pour réduire le fer trivalent en fer divalent, comme le montre la réaction suivante :



Selon **Huda-Faujan *et al.* (2009)**, la capacité de réduction du fer est déterminée en mélangeant 250 μL concentrations différentes d'extraits avec 625 μL de solution phosphate tamponnée (pH: 6.6; 0.2 M) et 625 μL de solution de $\text{K}_3[\text{Fe}(\text{CN})_2]$, après agitation soigneuse du mélange, il est incubé dans un bain marie à 50 $^\circ\text{C}$ pendant 20 min, puis 625 μL de TCA (10%) est ajouté. Le mélange est ensuite centrifugé à 3000 tour/min pendant 10 min, puis 625 μL du surnageant sont mélangés avec 625 μL d'eau distillée et 125 μL de FeCl_3 (0.1%). La mesure de l'absorbance du mélange à $\lambda = 700$ nm à l'aide d'un spectrophotomètre.

L'acide ascorbique est utilisé comme contrôle positif (figure 09), où une augmentation de l'absorbance du mélange réactionnel indique une augmentation de la capacité de réduction.

La capacité de réduction des extraits et de l'acide ascorbique est déterminée en calculant le coefficient EC_{50} , qui représente la concentration correspondant à une absorbance de 0,5 (**Zengin *et al.*, 2011**).

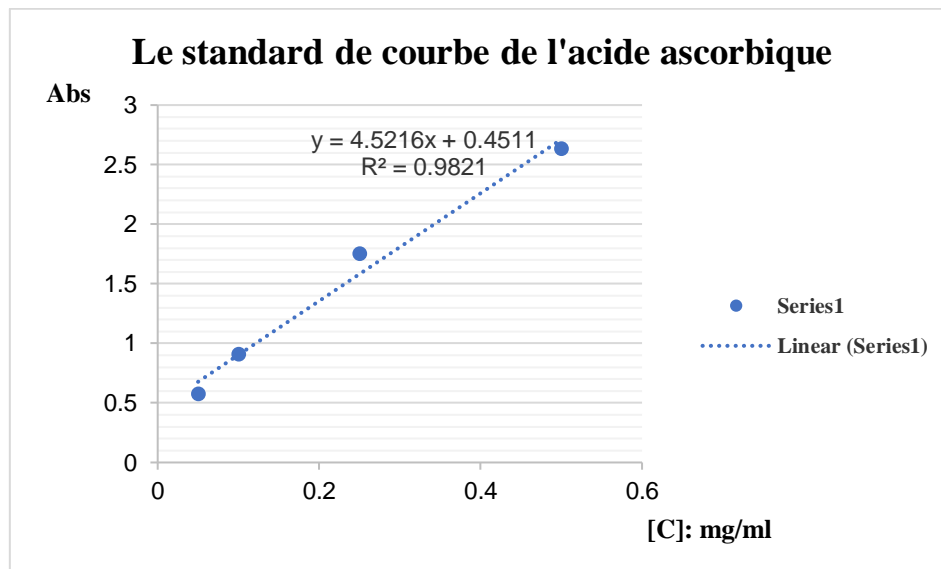


Figure 09: La courbe standard de l'acide ascorbique est utilisée pour déterminer la capacité de récupération du fer

2.4.3. La capacité antioxydant totale (CAT)

La capacité antioxydant totale a été estimée en utilisant les Phosphomolybdenum selon **Zengin *et al.* (2011)**. 0.2 ml de chaque extrait a été mélangé avec 2 ml de la solution révélatrice, qui est un mélange[d'acide phosphorique (6M) + NaH₂PO₄ (28Mm)+ ammonium molybdate (4Mm)]. Ensuite, le mélange est chauffé dans un bain-marie à 95°C pendant 90 min. Après avoir retiré les échantillons du bain-marie, ils ont été laissés à température ambiante pour refroidir, puis la densité optique a été mesurée à une longueur d'onde de 695 nm.

Pour exprimer la capacité antioxydant totale, l'acide gallique a été adopté en tant que composé standard (figure 10); où il est exprimé en milligrammes équivalents d'acide gallique par gramme d'extrait

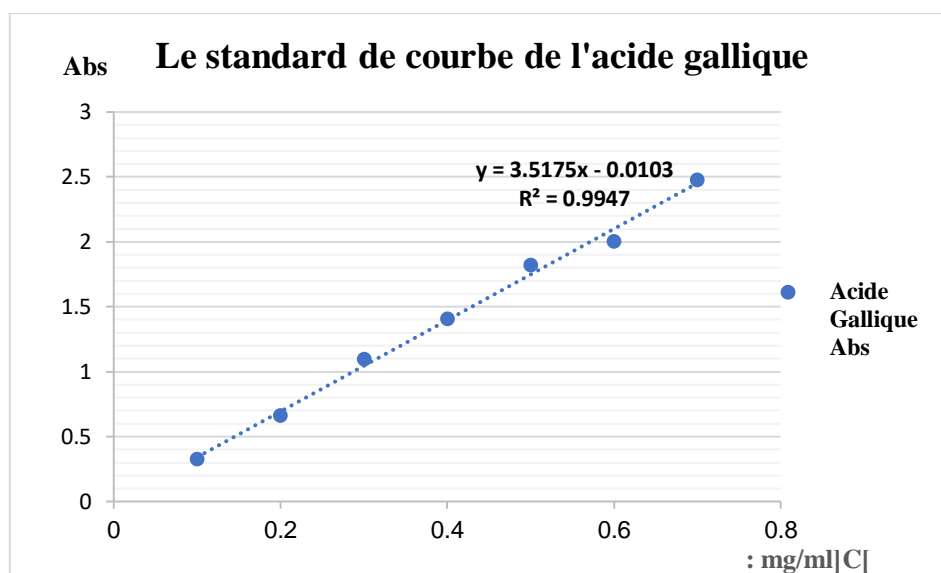


Figure 10 : La courbe standard de l'acide gallique est utilisée pour déterminer la capacité antioxydant totale

2.4.4. Test de décoloration du β -carotène

Le test de blanchissement du β -carotène est utilisé pour évaluer l'activité antioxydant en mesurant l'inhibition de la formation de composés organiques volatils et d'hydroperoxydes conjugués diènes générés lors de l'oxydation de l'acide linoléique.

Le test de blanchissement du β -carotène a été effectué en suivant la méthode décrite par **Merouane *et al.* (2014)**. Pour ce faire, 2 mg de β -carotène ont été dissous

dans 1 ml de chloroforme, puis cette solution a été introduite dans un ballon contenant 2 mg d'acide linoléique et 200 mg de Tween 80. Après évaporation du chloroforme sous vide (à 40°C), 100 ml d'eau distillée saturée en oxygène ont été ajoutés avec agitation vigoureuse à un débit de 30 ml/min pendant 30 minutes. Ensuite, 2.5 ml de cette nouvelle solution ont été transférés dans un tube contenant 350 µL d'extrait à une concentration de 0.5 mg/ml. Ce système d'émulsion a été incubé pendant 48 heures à l'obscurité, et le même processus a été répété pour l'antioxydant synthétique BHT à une concentration de 0.5 mg/ml et le tube blanc. L'absorbance a été mesurée à 490 nm et l'activité antioxydant relative (AAR) a été calculée selon la formule suivante:

$$\text{AAR (\%)} = (\text{A échantillon} / \text{A BHT}) \times 100$$

Où

A : désigne l'absorbance.

AAR : Activité antioxydant relative (%)

2.4.5. Teste d'hémolyse

L'hémolyse a été évaluée en mesurant la concentration d'hémoglobine sérique libérée (**Lippi et al., 2006**). Un échantillon de sang a été prélevé chez un humain en bonne santé (O⁺) en suivant la méthode de préparation de **Malagobi (2007)** avec quelques modifications. Le protocole expérimental est basé sur la méthode utilisée par **Abirami et al. (2014)**, avec quelques modifications. En bref, 40 µl d'érythrocytes de sang ont été mélangés à 2 ml de chaque échantillon à différentes concentrations d'extrait, et cette solution a été conservée pendant 5 minutes à une température de 37 °C. Ensuite, 40 µl de H₂O₂ (30 ml mol) et de FeCl₃ (80 ml mol) ont été ajoutés aux mélanges. Après 1h d'incubation à 37°C, les mélanges ont été centrifugés à 700 Tour/min pendant 10 minutes, et l'absorbance du surnageant a été mesurée à λ= 540 nm par spectrophotomètre UV-Vis (**Abirami et al., 2014**). L'acide gallique a été utilisé comme témoin positif. Le pourcentage d'hémolyse a été déterminé en utilisant l'équation suivante :

$$\text{Hémolyse \%} = (\text{Ac} - \text{As}) / \text{Ac} \times 100$$

Où

Ac : est l'absorbance en l'absence d'extrait,

As : est l'absorbance en présence d'extrait ou standard.

Cette méthode permet d'évaluer les effets protecteurs des extraits contre les dommages causés aux érythrocytes par le stress oxydatif.

2.5. Activité anti-inflammatoire (teste de la dénaturation de l'albumine)

Un volume de 1 ml de l'extrait à différentes concentrations a été mélangé avec 1 ml d'albumine humaine (5%). Après 15 minutes d'incubation (à 27°C), les tubes ont été incubés dans un bain d'eau à une température de 70°C pendant 10 minutes. Après refroidissement (à température ambiante), leur absorbance a été mesurée à 660 nm.

Le diclofénac sodique est utilisé comme étalon. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent diclofénac sodique par mg d'extrait (**Chouikh *et al.*, 2020**)

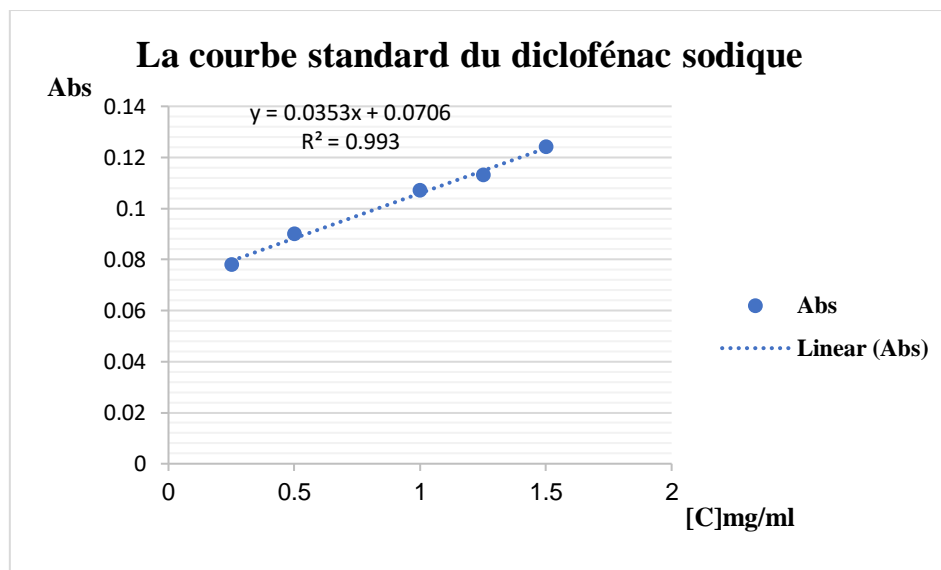


Figure 11 : La courbe d'absorption optique du diclofénac sodique en fonction des concentrations

2.6. Teste du facteur de protection solaire (SPF)

La photoprotection consiste en la capacité de l'extrait ou de tout produit chimique à protéger la peau contre les rayons ultraviolets. Cette activité peut être évaluée en calculant le SPF, qui indique le degré de protection de l'extrait contre les dommages causés par UVB sur les cellules de la peau (**Beani, 2012**). Selon **Dutra *et***

al. (2004), ce facteur est déterminé en laboratoire à partir du calcul de la différence entre les lectures spectroscopiques du solvant alcoolique des échantillons végétaux étudiés à une concentration de 0.5 ml dans la plage spectrale de 290 à 320 nm, et le montant du transfert spectral est déterminé par 5. Selon la loi, le coefficient SPF est calculé comme suit :

$$\text{SPF} = \text{CF} \times \sum \text{EE}(\lambda) \times \text{I}(\lambda) \times \text{Abs}(\lambda) \Big|_{290}^{320}$$

Où :

EE : Spectre d'effet érythémal

I : Spectre d'intensité solaire

Abs : Absorbance du produit de protection solaire

CF : Facteur de correction (10)

λ : Longueur d'onde (nm)

Il convient de noter que la valeur du $\text{EE} \times \text{I}$ est constante à la même longueur d'onde (λ) (Voire annexe 04).

2.7. Analyse de Chromatographique par la Haute performance Chromatographie Liquide (HPLC)

L'objectif de l'analyse chromatographique des extraits bruts est de déterminer la quantité et la qualité de certains composés phénoliques. Cela a été réalisé en utilisant un système HPLC (Shimadzu LC 20 AL) équipé d'une seringue de haute qualité de 25 μL Hamilton et d'un détecteur UV-VIS SPD 20A (Shimadzu). Le système est installé dans le laboratoire de recherche scientifique (VTRS) de la Faculté des sciences et technologies de l'Université Echahid Hamma Lakhdar

Le mélange de solvants de l'eau Bidistillée et de l'Acétonitrile a été préparé et filtré à l'aide d'un filtre à membrane de haute précision (0.45 μm) avant d'être injecté dans la colonne à un débit de 1 ml/min. Le volume injecté dans le flux du solvant était de 25 μL . Les composés phénoliques ont été équilibrés avec des composés standards et

le temps de passage du solvant dans la colonne, qui variait de 40 à 50 min, a été réglé à une longueur d'onde de 268 nm et à une température de laboratoire.

2.8.Spectroscopie infrarouge

Le spectre infrarouge des extraits étudiés a été mesuré dans le but de déterminer les groupes fonctionnels actifs présents dans ces extraits. Les mesures spectrales ont été enregistrées à l'aide d'un appareil de type FT-IR (Happ-Genzel) dans la plage de longueur d'onde de 4000 à 400 cm^{-1} . Ces analyses ont été effectuées à l'Université Echahid Hamma Lakhdar /Faculté des sciences exactes, Département de chimie.

3. Biosynthèse des nanoparticules d'argent

Pour la biosynthèse des nanoparticules d'argent selon **Bouras et Mesbahi, (2021)** avec quelque modification, le mélange réactionnel approprié a été préparé en ajoutant 1 ml d'extrait aqueux de *B. mauritanicum* et 9 ml de solution AgNO_3 1 mM dans un flacon Erlenmeyer propre de 25 ml. Au contraire, le même montage expérimental de 1 ml d'extraits avec 9 ml d'eau distillée a été conservé comme témoin. Les deux flacons ont été incubés pendant 2 à 4 h dans l'agitateur rotatif dans des conditions sombres à 25°C. Plus tard, les nanoparticules d'argent synthétisées (AgNPs) ont été séparées et purifiées par centrifugation continue (9000 rpm; 20 min; 10°C) avec de l'eau distillée. Les AgNPs séchés ont été conservés à 4°C pour une caractérisation plus poussée et une étude de la bioactivité.

4. L'étude statistique

Dans notre travail nous sommes utilisés deux tests statistiques: Test anova one way entre les extraits et teste de corrélation entre les paramètres étudiés.

Chapitre II

Résultats et discussion

Résultats et discussion

1. Rendement d'extraction

Le tableau (03) présente le rendement de l'extraction, exprimé comme le rapport entre le poids d'extrait et le poids de la plante.

Tableau 03: Rendements des extraits

Plant <i>Calligonum comosum</i> L'her	solvants	Caractères organoleptiques		Rendement %
		Aspect	Couleur	
Extrait Méthanolique	Méthanol	Poudre	Vert olive foncé	13.54
Extrait aqueux	Eau distillé	Poudre	Marron	8.38
Extrait de NPs	Eau distillé	Poudre	Marron foncé	2.00

Les résultats indiquent que l'extrait méthanolique présente un rendement d'environ 13.54 %, ce qui est supérieur à celui des autres extraits. Ensuite, l'extrait aqueux affiche un rendement de 8.38 %, Le dernier classé est l'extrait NPs avec un rendement estimé à 2%, Il est important de noter que le pourcentage de rendement des extraits a une grande influence sur l'activité biologique des substances actives. Les pourcentages de rendement précédemment mentionnés étaient beaucoup plus élevés par rapport aux résultats obtenus par (Chouikh *et al.*, 2016), qui ont mené une étude sur la même plante dans la région de Taghzout Oued Souf et ont obtenu des rendements de 10.78% par extraction par immersion et 10.99% par extraction par ultrasons. Dans une étude réalisée par (Liu *et al.*, 2001) sur la partie aérienne de la même plante, la valeur de rendement de l'extrait éthanolique était de 32%, ce qui est plus élevé que les résultats de cette étude.

Nous expliquons la variation des rendements entre les extraits dans notre étude en tenant compte des méthodes et des conditions d'extraction, ainsi que de la nature du solvant utilisé (Lee *et al.*, 2003 ; Najjaa *et al.*, 2007). Ces différences sont attribuables à plusieurs facteurs, tels que l'origine géographique de la plante (microclimat et sol), la saison de la récolte, les conditions de séchage, le contenu spécifique en métabolites de chaque espèce (issu de son métabolisme), l'organe végétal, ainsi que la méthode

d'extraction et la nature du solvant utilisé (Liu *et al.*, 2015 ; Terblanche *et al.*, 2017 ; Mohammedi, 2013).

Selon une étude réalisée par Kim *et al.*, en 2004, il a été constaté que le rendement est influencé par les caractéristiques génétiques des plantes, leur provenance géographique, les conditions et la durée de stockage et de récolte, ainsi que la méthode d'extraction utilisée, telle que le trempage, l'immersion et l'ébullition (Sava et Sirou, 2010).

2. Analyses quantitatives des extraits bruts

2.1. Dosage des polyphénols totaux

Le Teneur en polyphénols a été estimé en suivant la variation de couleur résultant de la réaction du réactif Folin-Ciocalteu avec ces composés, et les résultats obtenus sont décrits dans la figure (12).

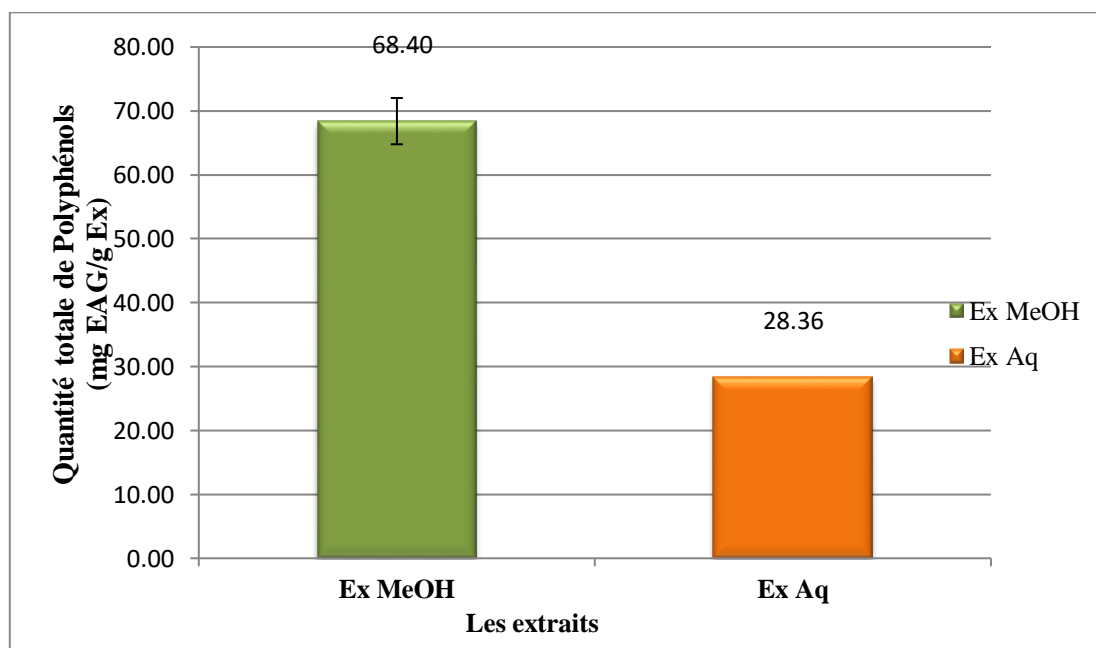


Figure 12: Teneur en polyphénols dans les extraits bruts de plante étudiée.

À partir des résultats présentés dans la figure (12), nous constatons une supériorité quantitative du contenu des polyphénols dans l'extrait méthanolique par rapport à l'extrait aqueux, avec des valeurs respectives de $(68.40 \pm 3.619 \text{ mg EAG/g Ex})$ et $(28.365 \pm 0.192 \text{ mg EAG/g Ex})$.

Une étude antérieure réalisée dans la région d'El Oued, portant sur la partie aérienne de la même plante (**Chouikh et al., 2016**), a étudié l'extrait méthanolique de cette plante récoltée en octobre 2014. Les résultats ont montré une concentration nettement inférieure de divers phénols par rapport à notre étude, estimée à $3,28 \pm 0.25$ mg EAG/g Ex

Une autre étude réalisée par **Abdel Sattar et al., (2014)** sur la plante de *C.comosum* collecté en mai 2009 en Égypte a également obtenu des valeurs plus élevées que nos résultats, estimées à 319 mg EAG/g Ex. Cela soutient l'idée que ces composés sont produits et s'accumulent davantage pendant la phase de floraison et la formation des fruits et des graines

Les résultats obtenus ont révélé une variation de la quantité de nombreux phénols dans l'extrait méthanolique étudié, ce qui est cohérent avec d'autres études antérieures. Cette disparité peut être attribuée à plusieurs facteurs, notamment les variations de solubilité de ces composés dans l'eau et le méthanol. En effet, la solubilité des composés phénoliques est influencée par la polarité du solvant utilisé ainsi que par leur composition chimique au sein de la plante, qui varie des composés simples aux structures fortement polymérisées (**Garcia-Salas et al., 2010 ; Mahmoudi et al., 2013**). De plus, les conditions d'élevage, le choix du solvant, la température et le degré de maturité jouent également un rôle dans cette variation (**Schlesier et al., 2002 ; Ferreira et al., 2007**). Il est également important de noter qu'une diminution des éléments minéraux dans le sol peut entraîner une réduction de la nutrition et de la concentration des phénols (**Alavi et al., 2008**).

Selon **Falleh et al., (2008)**, la concentration des métabolites secondaires peut varier tout au long du développement de la plante. Cette variation peut être attribuée à des conditions climatiques difficiles telles que des températures élevées, une exposition au soleil, la sécheresse et la salinité, qui stimulent la production de métabolites secondaires tels que les polyphénols.

En règle générale, la quantité de polyphénols varie d'une plante à l'autre, ce phénomène peut être attribué à divers facteurs, tels que :

- ♣ Les facteurs climatiques et environnementaux tels que la zone géographique, la sécheresse, le type de sol, les agressions et les maladies (**Ebrahimi et al., 2008**)

- ♣ La manière dont les phénols totaux sont extraits et quantifiés peut aussi avoir une influence sur l'estimation de leur concentration (**Lee *et al.*, 2003**).
- ♣ Selon **Falleh *et al.*, (2008)**, le méthanol est le solvant approprié pour obtenir une récupération maximale des polyphénols.

2.2. Dosage des flavonoïdes totaux

Le contenu total de flavonoïdes a été quantifié en utilisant la méthode $AlCl_3$, comme décrit dans les résultats présentés dans la Figure 13.

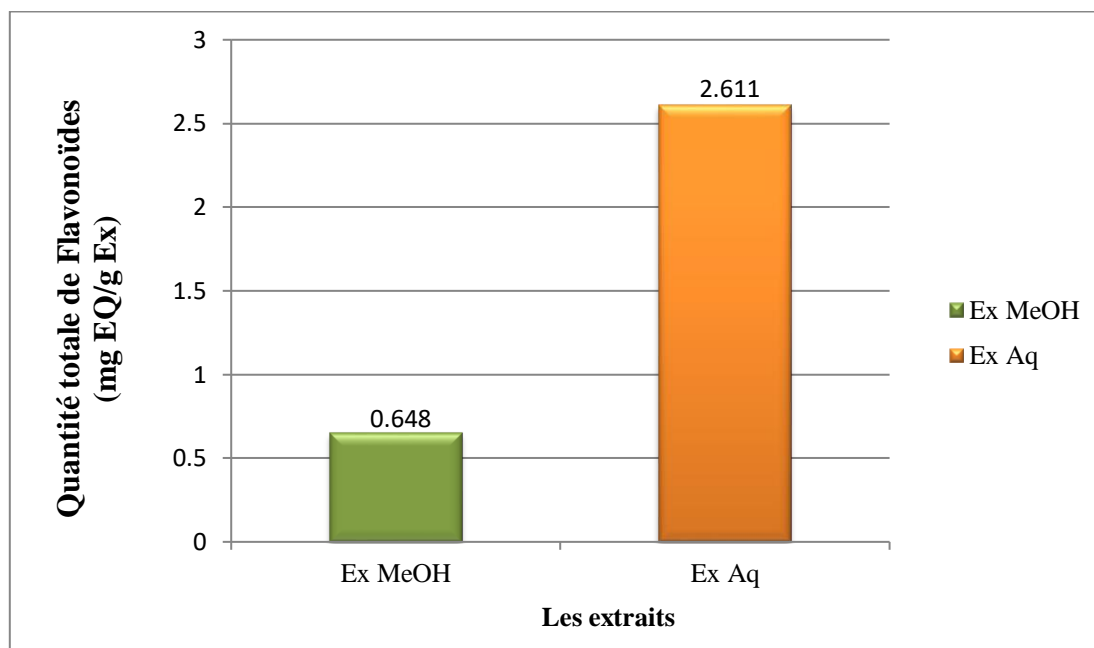


Figure 13: Teneur en flavonoïdes dans les extraits bruts de plante étudiée.

La Figure 13. illustre les résultats de la quantité totale de flavonoïdes dans les extraits bruts. Les résultats obtenus montrent que l'extrait aqueux (2.611 mg EQ/g Ex) est plus riche en flavonoïdes que l'extrait méthanolique (0.648 mg EQ/g Ex).

Les flavonoïdes sont des substances qui confèrent une couleur particulière aux fleurs, ce qui les rend attrayantes pour les insectes (**Williams et Harborne, 2000**). Ils ont également un rôle de défense en tant qu'antioxydants, surtout en cas de stress hydrique, qui entraîne la formation de radicaux libres (**Pincemail *et al.*, 1986**). Ils aident à protéger la plante contre les infections bactériennes et fongiques (**Marfak, 2003**). De plus, ils réduisent la transpiration, ce qui explique leur présence dans cette plante qui pousse dans les régions arides (**Dietz et Wollenweber, 1980**).

Abdel-Sattar et al., (2011) ont obtenu d'autres résultats qui indiquent que l'extrait aqueux et méthanolique des parties aériennes de la même espèce présente une concentration de (52 mg EQ/g Ex) et (9 mg EQ/g Ex) respectivement. Ces résultats dépassent les valeurs obtenues dans notre étude.

L'étude menée par **Chouikh et al., (2016)** sur la même espèce de plante a montré des niveaux de flavonoïdes totaux similaires, environ ($0,51 \pm 0,14$ mg QE/g DM) pour les extraits de méthanol obtenus par la méthode des ultrasons. Ces résultats sont proches de nos propres résultats.

La différence dans le contenu en flavonoïdes est probablement due à la nature du solvant utilisé, ce qui permet une meilleure séparation des flavonoïdes (**Stanković, 2011**). D'autres recherches ont montré que la quantité de flavonoïdes varie d'une partie de la plante à une autre (**Saffidine, 2015**). Les feuilles contiennent une proportion élevée de flavonoïdes, étant le siège de leur synthèse par rapport aux autres parties de la plante, qui sont considérées comme des sites de stockage et d'accumulation (**Ben Ammar et al., 2008**). La méthode d'extraction est également très importante (**Mahmoudi et al., 2013**). Les flavonoïdes sont des composés chimiques fragiles, il est donc possible d'utiliser la méthode de macération pour extraire le plus grand nombre de composés phénoliques et flavonoïdiques, ce qui est en accord avec les résultats de **Mahmoudi et al., (2013)**. Cependant, **Harrar (2012)** préconise la méthode de chauffage pour les polyphénols en raison de leur poids moléculaire élevé, la chaleur augmentant leur solubilité et leur dégradation dans le solvant. Toutes ces variables influencent les résultats d'une étude à l'autre. De plus, leur augmentation d'une phase de croissance à une autre s'explique par leur nécessité et leur rôle dans les conditions physiologiques critiques de la plante (**Igor passi, 2007; Ferreira et al., 2003**).

3. Activité antioxydantes

3.1. Teste du piégeage du radical libre (DPPH•)

L'activité antioxydante de chaque extrait est évaluée en utilisant l'IC₅₀, qui est déterminée graphiquement en traçant les pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations croissantes de l'extrait (**voir annexe 01**). L'efficacité est estimée en se basant sur l'activité de l'acide ascorbique en tant que référence standard.

Les résultats obtenus pour le test de DPPH, exprimés en termes de concentration inhibitrice de 50% des radicaux (IC_{50}), sont présentés dans la figure 14.

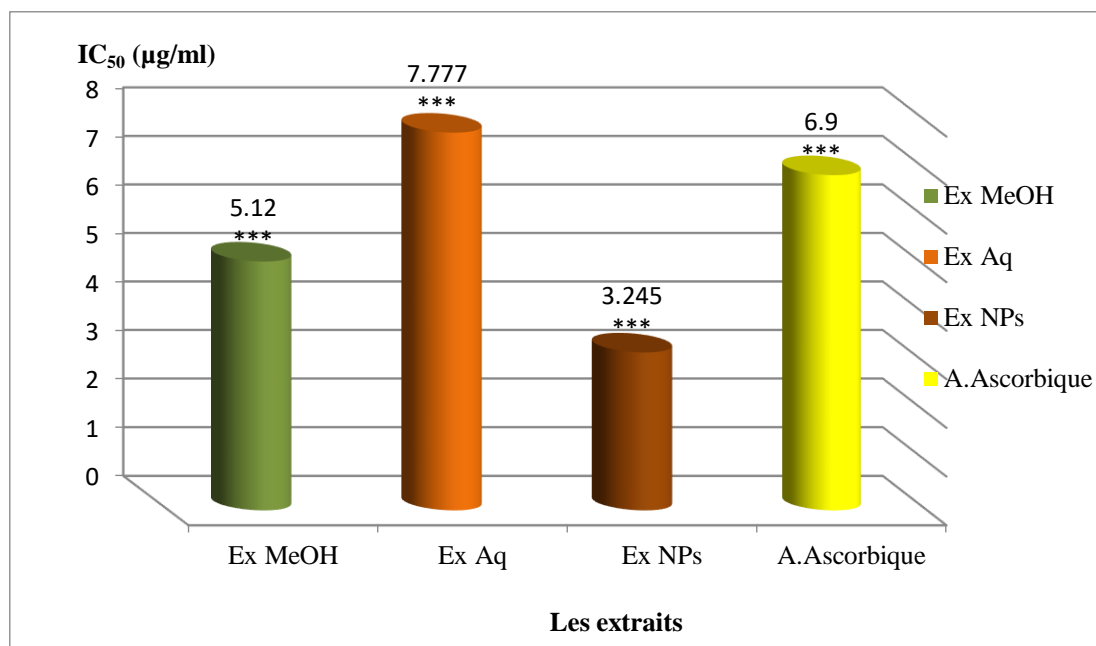


Figure 14 : Les valeurs de l' IC_{50} , qui représente la concentration inhibitrice de 50% des radicaux DPPH, ont été déterminées pour les extraits végétaux étudiés ainsi que pour l'acide ascorbique.

D'après les résultats des mesures de l' IC_{50} (en µg/ml) présentées dans la Figure 14, les observations suivantes ont été notées :

L'acide ascorbique a démontré une certaine efficacité contre le radical libre DPPH, avec une valeur de (6.90 µg/ml). Parmi les extraits étudiés, l'extrait NPs a enregistré le taux d'inhibition le plus élevé, avec une valeur d' IC_{50} de (3.245 µg/ml). Ensuite, l'extrait méthanolique a suivi avec (5.12 µg/ml), tandis que l'extrait aqueux a montré la plus faible efficacité contre le radical libre DPPH, avec une valeur d' IC_{50} de (7.777 µg/ml).

Statistiquement, la différence entre les extraits est très hautement significative ($p = 7.58954E-09 < 0.001$) pour le test DPPH

Dans une étude antérieure menée par **Abdel Sattar *et al.* en 2014**, la valeur moyenne de l' IC_{50} pour l'inhibition du radical libre DPPH était de 27.3 µg/ml ce qui est plus élevé que nos résultats. De plus, dans une étude réalisée par **Chouikh *et al.* (2016)** sur la plante Arta, la valeur de l' IC_{50} était de 100 µg/ml. Il est donc clair que les extraits étudiés ont montré une activité significativement élevée contre le radical libre DPPH

par rapport à l'étude précédente mentionnée, ce qui peut être attribué à la teneur phénolique spécifique de chaque extrait.

Le faible ou élevé niveau d'activité antioxydant des échantillons végétaux étudiés peut être expliqué par leur teneur respective en polyphénols et flavonoïdes. En effet, l'activité antioxydant des extraits végétaux est généralement associée à la présence de polyphénols et de flavonoïdes, comme l'a souligné une étude menée par **Javanmardi et al. (2003)**. Ces composés sont capables de fournir des atomes d'hydrogène grâce à leurs groupes hydroxyle, comme cela a été mentionné dans les recherches de (**Yeo et al., 2016; Nabti et al., 2014**).

La variation de l'activité de piégeage des radicaux libres DPPH observée entre nos extraits pourrait être due à la composition structurale, au type de composés phénoliques et à leur concentration dans les échantillons testés (**Debouba et al., 2012; Khan et al., 2012**). Des études antérieures ont souligné une forte corrélation entre l'activité antioxydante et la nature chimique des polyphénols et des flavonoïdes (**Marius et al., 2016**). En effet, l'efficacité antioxydante est étroitement liée au nombre et à la position des groupes hydroxyle autour du noyau des composés phénoliques et flavonoïdes (**جدیل, 2015**). Cela explique en partie pourquoi l'activité de piégeage des radicaux libres dépend du nombre, de la position et de la nature des substituants présents sur les cycles B et C (groupements hydroxyle, méthoxy et glycosyle), ainsi que du degré de polymérisation (**Popovici et al., 2009**). De plus, la capacité antioxydante significative de l'extrait de flavonoïde peut être attribuée à la présence de flavonoïdes glycosylés dans la fraction d'acétate d'éthyle. Selon l'étude menée par **Mishra et al. (2003)**, les flavonoïdes glycosylés sont plus efficaces pour piéger les radicaux DPPH que les flavonoïdes aglycones.

3.2. Teste de capacité de récupération du fer (FRAP)

Les résultats de l'évaluation de l'activité réductrice des extraits de *C.comosum* sont présentés dans (**voir annexe 02**), et nous avons observé une corrélation entre la capacité réductrice et l'augmentation de la concentration.

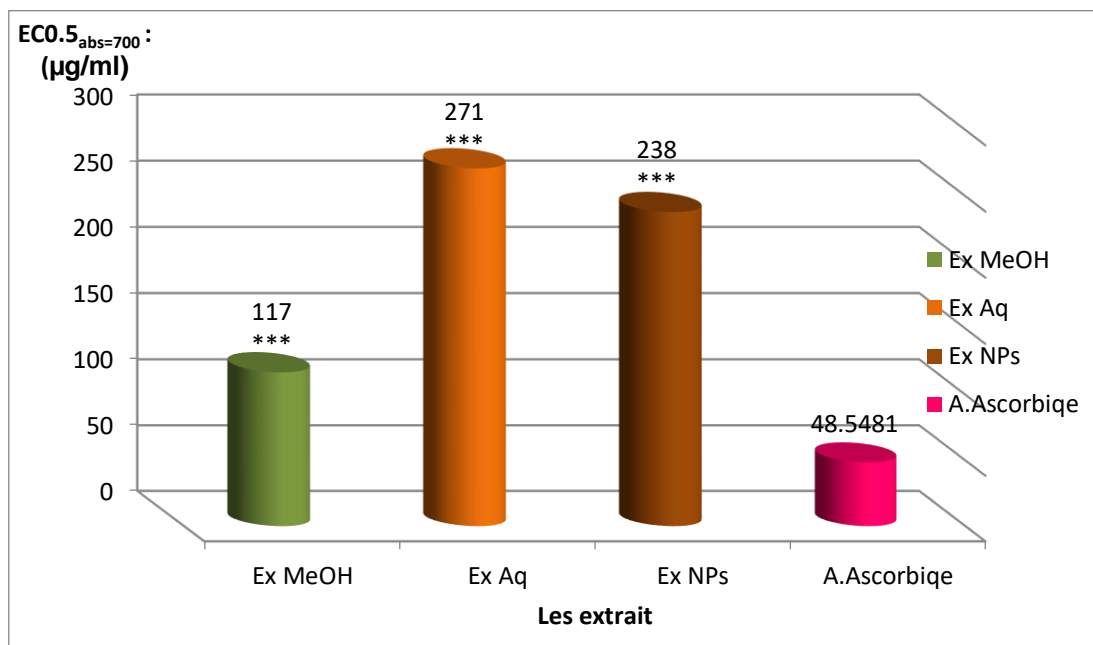


Figure 15 : Pouvoir réducteur des différents extraits végétaux étudiés

Nos résultats du test de pouvoir réducteur dans la (Figure 15) indiquent que l'extrait de méthanol présente le meilleur pouvoir réducteur (117 µg/ml) parmi tous les autres extraits, suivi de près par l'extrait NPs (238 µg/ml). En revanche, l'extrait aqueux se classe en dernière position (271 µg/ml). Toutefois, l'acide ascorbique a enregistré les meilleures valeurs lors de ce test (48.5481 µg/ml).

La différence entre les extraits est statistiquement très hautement significative ($p= 6.00392E-07 < 0.001$) lors du test FRAP.

Dans une étude précédente menée par **Chouikh et al. (2020)**, la valeur moyenne de $EC_{0.5 \text{ abs}=700}$ pour les extraits méthanoliques était de 111,29 µg/ml, une valeur proche de celle que nous avons obtenue pour notre propre extrait (117 µg/ml). En revanche, l'extrait aqueux a enregistré une valeur 196.73 µg/ml, ce qui est bien inférieur à notre résultat.

La présence de groupements hydroxyle dans les composés phénoliques de l'espèce *C.comosum* est probablement responsable de son pouvoir réducteur (**Bougandora et Bendimerad, 2013**). En conséquence, les antioxydants sont considérés comme des substances réductrices et désactivatrices des oxydants (**Siddhurajue et Becker, 2007**).

Des études antérieures ont également souligné que le pouvoir réducteur d'un composé peut être un indicateur significatif de son potentiel d'activité **antioxydante** (Jeong *et al.*, 2004; Kumaran et Karunakaran, 2007).

3.3.La capacité antioxydant totale (CAT)

La capacité antioxydante totale des extraits étudiés est exprimée en nombre d'équivalents d'acide gallique à partir d'une courbe d'étalonnage ($y = 3.5175 x - 0,0103$; $R^2 = 0,9947$) (figure 10). Les résultats obtenus sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique par g de l'extrait sec (mg E AG/g Ex)

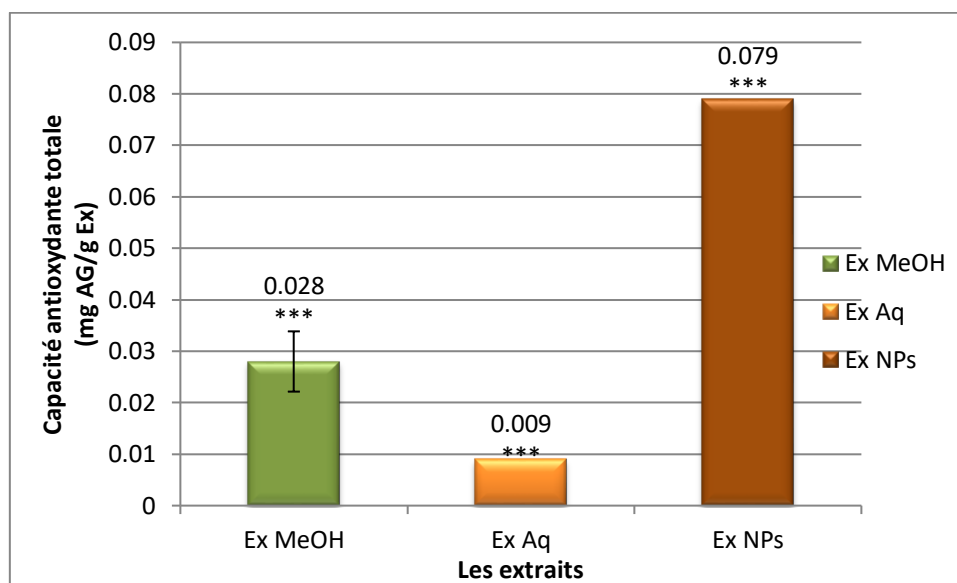


Figure 16 : Les valeurs totales de capacité antioxydante des extraits étudiés.

À partir des résultats présentés dans la Figure (16), on observe que l'extrait NPs distingue par sa meilleure capacité antioxydante par rapport aux autres extraits, sa valeur étant estimée à $(0.079 \pm 0.001 \text{ mg E AG/g Ex})$. En revanche, l'extrait aqueux a enregistré la valeur la plus basse, soit $(0.009 \pm 0.0003 \text{ mg E AG/g Ex})$, tandis que l'extrait méthanolique se situe entre les deux avec une valeur de $(0.028 \pm 0.006 \text{ mg E AG/g Ex})$.

La différence entre les extraits est statistiquement très hautement significative ($p = 4.43E-10 < 0.001$) dans le test de CAT.

Les travaux de **Khelef (2020)** portant sur l'étude des propriétés thérapeutiques biologiques et chimiques de la plante *Arta Calligonum comosum* L'Her, récoltée à partir de quatre stations différentes de la région d'Oued Souf, révèlent une activité

antioxydante significative, avec des résultats compris entre 3 mg AG E/g Ex et 9 mg AG E/g Ex. Dans une autre étude menée en 2016 sur la même station et la même plante (**Chouikh et al., 2016**), une valeur totale d'activité antioxydante de (2.75 ± 0.2377 mg AG E/g Ext) a été obtenue, Ces valeurs sont très élevées que nos résultats.

La variation de l'activité antioxydante peut être expliquée par la quantité de composés phénoliques présents, probablement en raison de leurs propriétés rédox, ce qui leur permet d'agir en tant qu'agents réducteurs. Le pouvoir réducteur au phosphomolybdate met en évidence la capacité d'une molécule à réduire un oxydant grâce à la présence de groupes hydroxyle dans les composés phénoliques, qui peuvent servir de donneurs d'électrons (**Bougandoura et Bendimerad, 2013**).

L'augmentation de la capacité totale antioxydante au fur et à mesure des stades de croissance, en particulier lors de la phase de floraison, est considérée comme importante dans la vie de la plante car elle l'aide à se protéger contre les ravageurs, les maladies et les conditions environnementales difficiles, telles que la chaleur intense et les parasites, en particulier pour la plante *Arta Calligonum comosum* L'Her qui est sujette à la parasitisme par d'autres organismes tels que la pourriture des plantes halophytes et d'autres parasites (**1985**, محب طه; **2019**, شرادة و عوادي).

3.4. Test de décoloration du β -carotène

Les résultats, exprimés en pourcentage, facilitent la comparaison de l'activité des différents extraits par rapport au control positif (BHT).

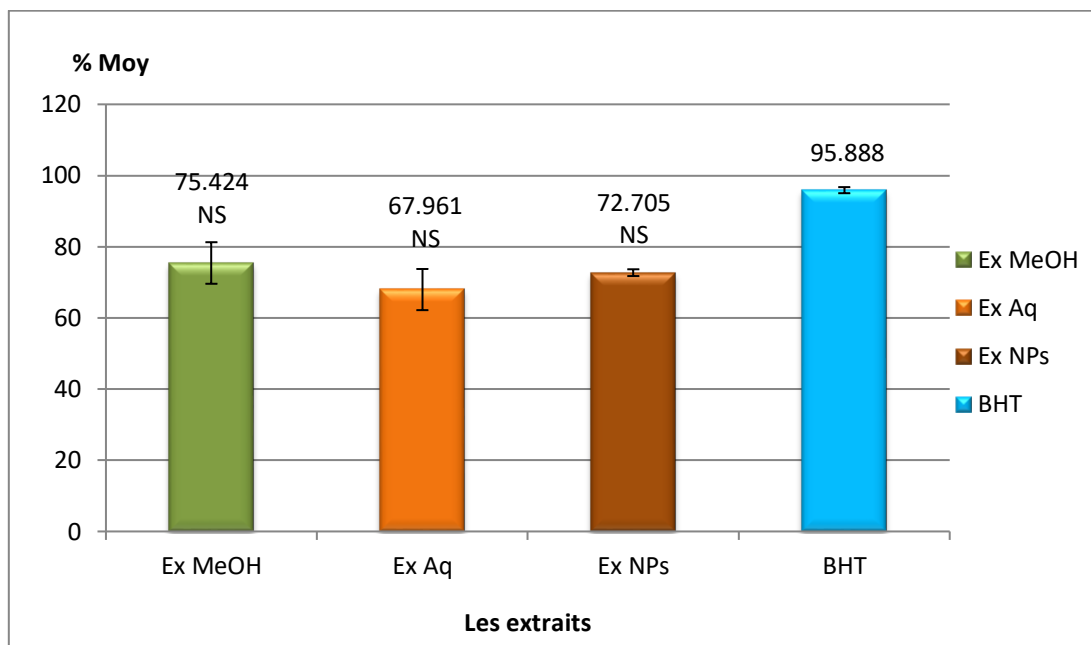


Figure 17 : Les résultats du blanchiment au β -carotène des extraits

D'après le Figure 17, il est possible de détecter la présence ou l'absence d'activité antioxydant d'un extrait à l'aide d'un test simple et rapide. Le potentiel antioxydant est évalué en fonction de la taille et de l'intensité de la couleur orange, ce qui permet d'obtenir des informations sur l'activité antioxydante de l'extrait.

Les extraits ont présenté une activité relative élevée, mais elle était inférieure à celle du BHT. Le BHT a obtenu la meilleure valeur avec 95.888 %. L'extrait méthanolique s'est classé en première position parmi les autres extraits, avec un pourcentage de 75.424 %, suivi de près par l'extrait nanométrique qui a enregistré un pourcentage satisfaisant de 72.705 %. Enfin, l'extrait aqueux s'est situé en dernière position avec un pourcentage de 67.961 %.

la différence est non significative entre tous les extraits bruts ($p= 0.232 >0.05$) et donc leur activité antioxydant in vitro par cette méthode est similaire.

Lors du test de blanchiment du β -carotène, l'acide linoléique subit une oxydation qui entraîne la formation de radicaux libres en extrayant un atome d'hydrogène à partir des groupes méthylène présents dans l'acide linoléique. Ces radicaux libres réagissent ensuite avec le β -carotène hautement insaturé, provoquant son oxydation. Cependant, la présence d'antioxydants dans l'extrait permet de réduire l'oxydation du β -carotène en neutralisant les hydro-péroxydes (**Popovici et**

al., 2009). Les composés phénoliques présents dans cette espèce sont les principaux responsables de ses propriétés antioxydants. Cette activité ne repose pas seulement sur la concentration en composés phénoliques, mais aussi sur la structure et l'interaction entre les différents composés antioxydants (Bettaieb Rebey *et al.*, 2017).

Selon la bibliographie disponible, il n'existe pas de travaux antérieurs sur décoloration du β -carotène des extraits aqueux, méthanolique et extrait NPs de la plante *Calligonum comosum* L'Her

3.5. Teste Anti-hémolyse

Les pourcentages d'inhibition sont directement proportionnels à l'augmentation des concentrations des extraits et de l'acide ascorbique (voir annexe 03)

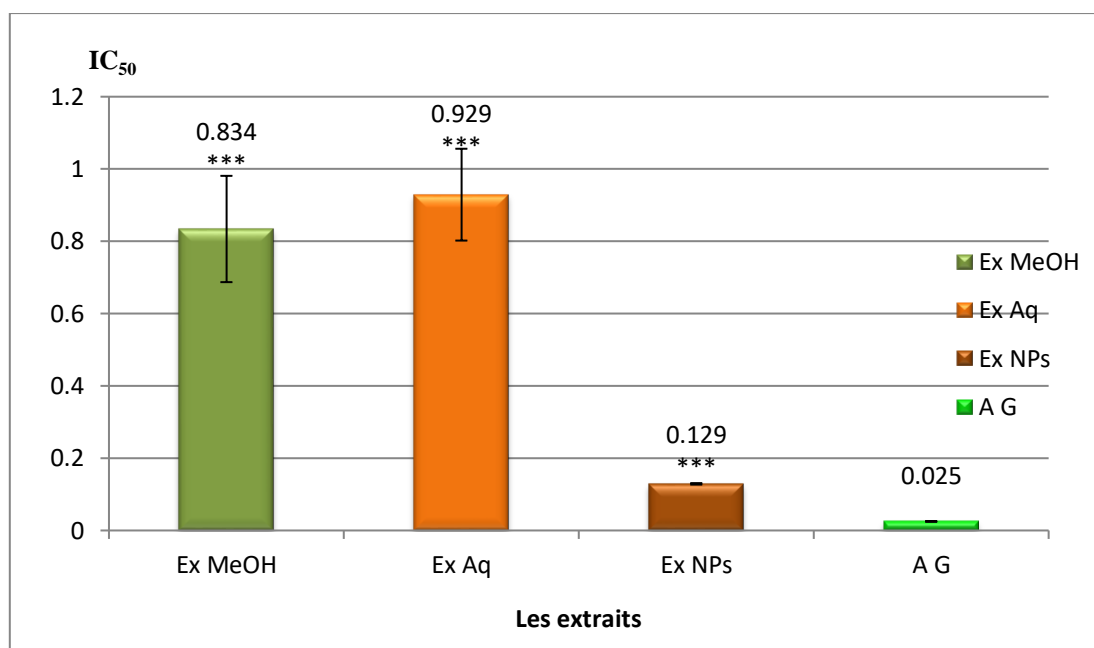


Figure 18 : Les valeurs de l'IC₅₀, qui représente la concentration inhibitrice de 50% des hémolyse, ont été déterminées pour les extraits végétaux étudiés ainsi que pour l'acide gallique

L'acide gallique a montré la plus grande efficacité, avec un IC₅₀ de (0.025 ± 0.001 mg/ml). En ce qui concerne les extraits étudiés, l'extrait NPs a enregistré le taux d'inhibition le plus élevé, avec un IC₅₀ de (0.129 ± 0.002 mg/ml), suivi de près par l'extrait méthanolique avec un IC₅₀ de (0.834 ± 0.147mg/ml). Enfin, l'extrait aqueux a montré le taux d'inhibition le plus faible, avec un IC₅₀ de (0.929 ± 0.127 mg/ml).

Statistiquement, la différence entre les extraits est très hautement significative ($p= 0.000235687 < 0.001$) pour le test anti-hémolyse

Les résultats obtenus lors de ce test confirment et concordent avec les résultats de **Chouikh *et al.* (2020)**, où l'extrait méthanolique a montré des résultats supérieurs à l'extrait aqueux, avec des pourcentages de capacité de (15.01%) et (15.95%) respectivement. Ces différences sont similaires à celles que nous avons observées dans notre étude.

Les résultats élevés d'activité antioxydante obtenus dans cette étude peuvent être attribués à la quantité, à la qualité et à l'efficacité fonctionnelle des composés phénoliques présents dans les échantillons étudiés. Selon (**محمد بو عبد الله, (2011)**), les polyphénols et les flavonoïdes augmentent la capacité de protection des membranes biologiques en prévenant leur oxydation par les radicaux libres. De plus, **Judith (2005)** a indiqué que les composés phénoliques réduisent la perméabilité des membranes biologiques aux radicaux libres.

Selon les recherches de **Chaudhuri *et al.* (2007)**, la capacité des extraits végétaux à prévenir l'hémolyse est attribuée à leur teneur en flavonoïdes, qui ont la capacité de s'intégrer dans les membranes des globules rouges et de les protéger contre l'oxydation. Cette constatation a été corroborée par une étude menée par **Dai *et al.* (2006)**, qui a montré que les flavonols et leurs dérivés sucrés sont capables de protéger les globules rouges de l'hémolyse en raison de leur structure «ortho-dihydroxyl», qui peut interagir avec la vitamine E et améliorer son activité antioxydante.

4. Activité anti-inflammatoire (teste de la dénaturation de l'albumine)

La Figure 19 présente les résultats de l'activité anti-inflammatoire *in vitro* de l'extrait aqueux, méthanolique et des nanoparticules (NPs). Les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent de diclofénac par milligramme d'extrait.

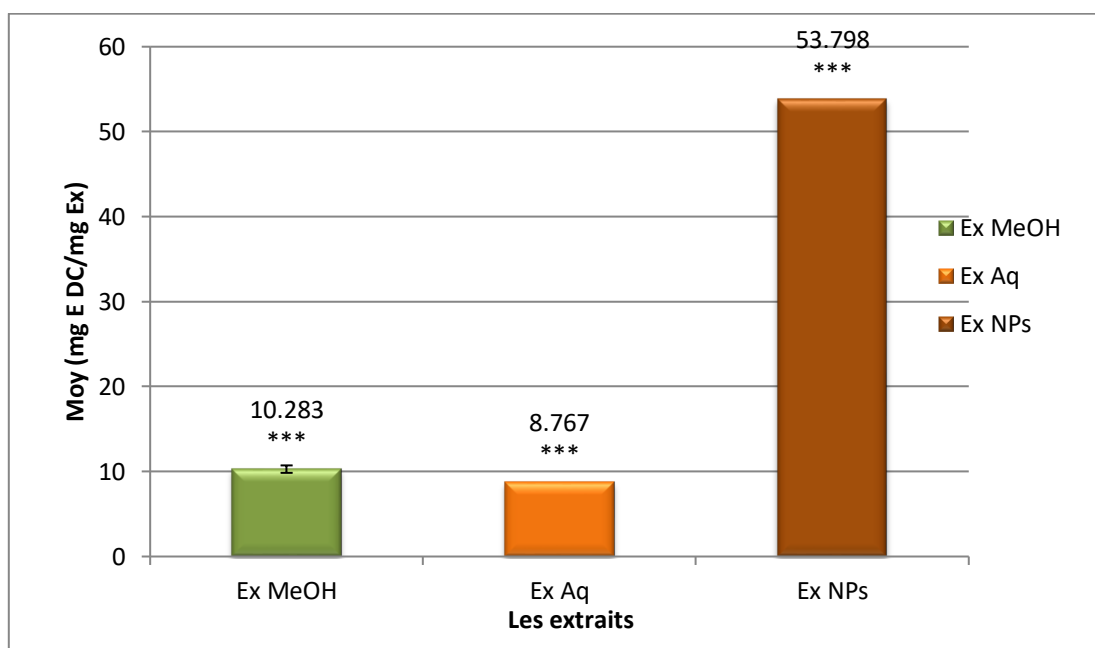


Figure 19 : Effet des extraits de *C. comosum* sur la dénaturation des protéines (albumine humaine).

Selon les résultats obtenus, l'extrait NPs a enregistré l'activité anti-inflammatoire la plus élevée avec une valeur de $(53.798 \pm 2.239 \text{ mg E DC/mg Ex})$, tandis que l'extrait aqueux a enregistré la plus faible activité de $(8.767 \pm 0.534 \text{ mg E DC/mg Ex})$. L'extrait méthanolique a enregistré une valeur de $(10.283 \pm 0.438 \text{ mg E DC/mg Ex})$, le plaçant ainsi à la deuxième position.

La différence entre les extraits est statistiquement très hautement significative ($p= 2.1732E-08 < 0.001$) lors du test de dénaturation de l'albumine.

Une autre étude menée dans la région d'Oued Souf sur la partie aérienne de la même plante (**Chouikh et al., 2020**) a examiné les extraits méthanolique et aqueux. Dans cette étude, une activité anti-inflammatoire beaucoup plus faible a été observée par rapport à notre étude, avec des valeurs de $(3.14 \text{ mg E DC/mg Ex})$ et $(0.24 \text{ mg E DC/mg Ex})$ respectivement.

La dénaturation des protéines est un processus au cours duquel les protéines perdent leur structure tertiaire et leur structure secondaire en raison de contraintes externes telles que l'exposition à des acides forts, des bases fortes, des sels inorganiques concentrés, des solvants organiques ou de la chaleur (**Anoop et Bindu, 2015**). La plupart des protéines perdent leur fonction biologique lorsqu'elles sont

dénaturées. La dénaturation des protéines est une cause bien documentée d'inflammation et est associée à diverses maladies inflammatoires (**Leelprakash et Mohan Dass, 2011 ; Osman et al., 2016**).

Le mécanisme possible de dénaturation implique l'altération des liaisons électrostatiques, hydrogène, hydrophobes et disulfures qui maintiennent la structure tridimensionnelle des protéines (**Chirisa et al., 2016**). L'activité anti-dénaturante de nos extraits peut être due à l'interaction de certains composants avec des sites spécifiques riches en tyrosine, thréonine et lysine présents dans certaines protéines telles que l'albumine (**Williams et al., 2008 ; Kurlbaum et al., 2011**) ont rapporté que certains composés phénoliques tels que les flavonoïdes et les acides phénoliques ont la capacité de se lier aux protéines plasmatiques. De même, **Dufour et al. (2005)** ont rapporté que l'albumine présente une forte affinité pour la quercétine, ce qui pourrait expliquer l'activité protectrice des polyphénols, en particulier les flavonoïdes, contre la dénaturation thermique de l'albumine.

5. Teste du facteur de protection solaire (FPS)

Le facteur de protection solaire (FPS) ou SPF (Sun Protection Factor) est une mesure quantitative qui principalement reflète la protection contre les rayons UVB (**Ho, 2001; Mbanga et al., 2014**). Il indique le niveau de protection des produits contre les dommages causés par les UVB, en particulier les coups de soleil (**Afssaps, 2011**). De plus, le FPS permet de classer les produits de protection solaire en quatre catégories (tableau 4). Ainsi, plus le FPS est élevé, plus la protection contre les coups de soleil est importante (**Mbanga et al., 2014**).

Tableau 04 : Les différentes catégories de protection solaire (**Schalka et Reis, 2011**)

Catégorie	Facteur de Protection Solaire FPS
Faible protection	2-15
Moyenne protection	15-30
Haute protection	30-50
Très haute protection	>50

Les résultats obtenus (Figure 20) ont été comparés en utilisant la classification internationale des équipements de protection telle qu'illustrée dans le tableau (04).

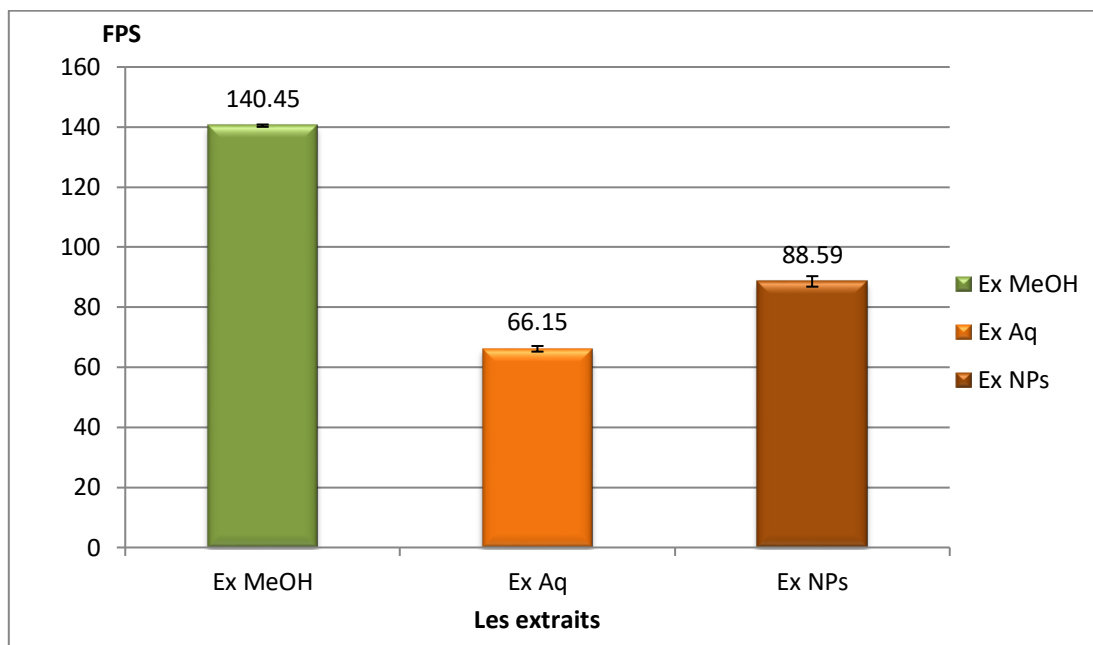


Figure 20 : Valeurs du facteur de protection solaire (FPS) pour les extraits végétaux.

Les résultats révèlent que tous les extraits ont présenté une protection maximale ($FPS > 50$), avec l'extrait méthanolique affichant la valeur la plus élevée de ($FPS = 140.45$), suivi de l'extrait nano avec une valeur de ($FPS = 88.59$), et de l'extrait aqueux avec une valeur de ($FPS = 66.15$).

Certains auteurs ont démontré une corrélation positive entre les niveaux de flavonoïdes et le facteur de protection solaire (FPS) (**Raimundo *et al.*, 2013; Souza *et al.*, 2015**). Selon nos résultats, tous les extraits présentent une capacité de protection extrêmement élevée. Cependant, l'extrait méthanolique a montré une capacité supérieure à celle de l'extrait aqueux, malgré sa teneur élevée en flavonoïdes. Cette activité est probablement due non seulement à la teneur en flavonoïdes, mais aussi à la structure de certains flavonoïdes et/ou à d'autres composés phénoliques. De plus, une étude réalisée par **Napagoda *et al.* (2016)** a démontré que la présence de métabolites secondaires ayant des propriétés antioxydantes pourrait être responsable de l'absorption élevée des rayons UV.

Selon la bibliographie disponible, il n'existe pas de travaux antérieurs sur FPS des extraits aqueux, méthanolique et extrait NPs de la plante *Calligonum comosum* L'Her

6. Analyse de Chromatographie par la Haute performance Chromatographie Liquide (HPLC)

Les extraits ont été soumis à une analyse qualitative à l'aide de la HPLC. Les courbes chromatographiques illustrées dans la figure (21) ont permis de déterminer le nombre total ainsi que le type et la quantité de composés phénoliques présents dans chaque extrait. En utilisant le temps de rétention (Tr) pour chaque composé répertorié sous le numéro d'annexe (04), les concentrations de certains d'entre eux ont pu être identifiées.

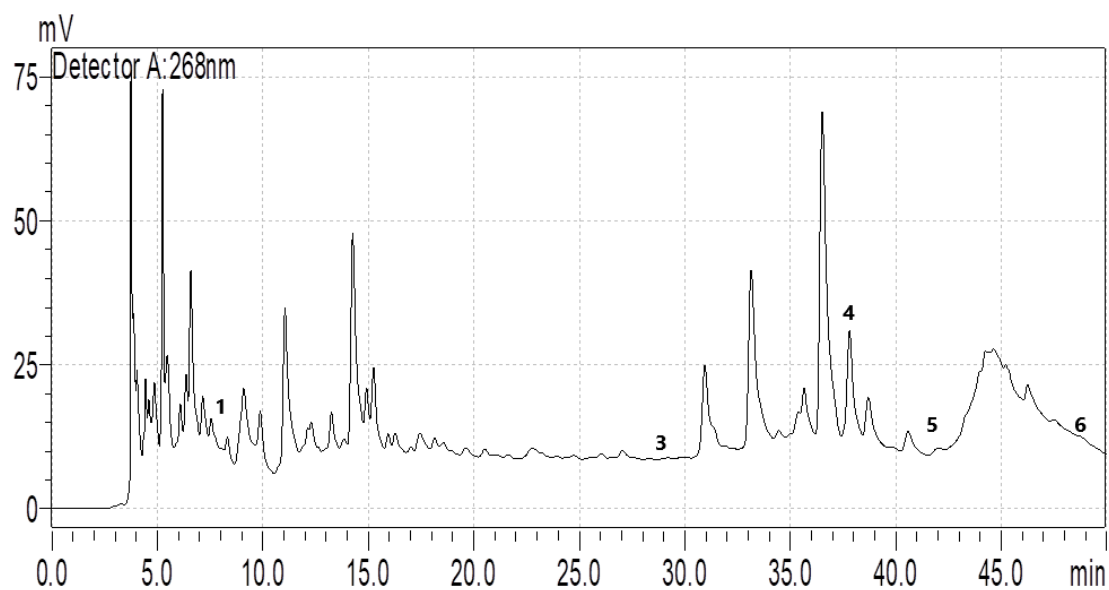
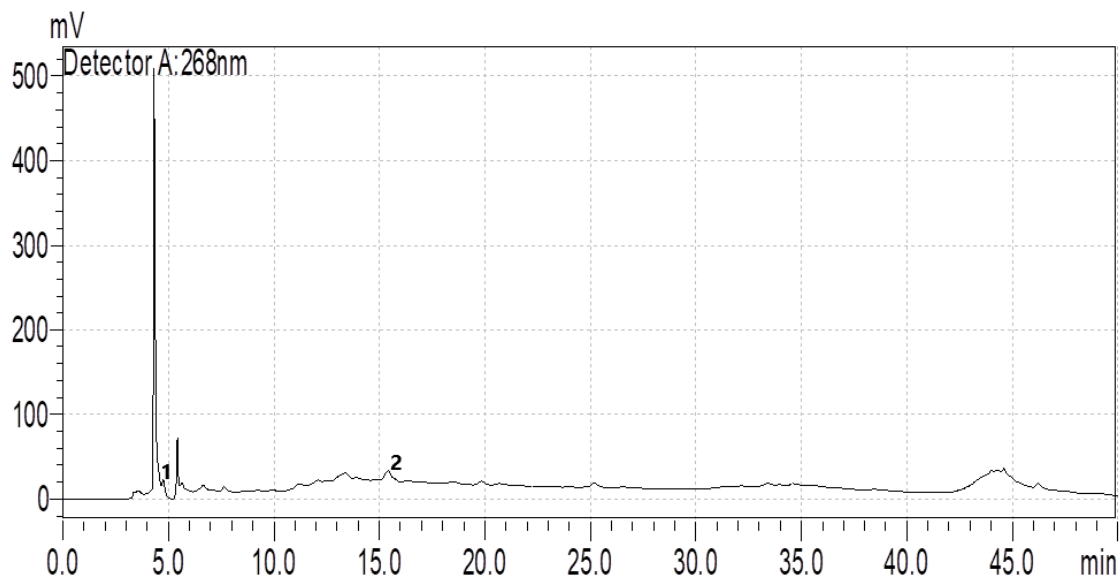
Ex Aqueux**Ex MeOH**

Figure 21 : Les courbes chromatographiques représentent les composés phénoliques dans les extraits bruts de plante étudiée.

1: acide gallique; 2: acide chlorogénique; 3: acide caféique; 4: vanilline; 5: acide p-coumarique; 6: rutine.

À partir des données présentées dans la figure (21), nous observons une variation du nombre de composés phénoliques entre les extraits. Les extraits se distinguent par leur contenu en plus grand nombre de ces composés, atteignant 68 composés dans l'extrait aqueux et 55 composés dans l'extrait méthanolique.

Comme indiqué dans le tableau (05), une différence a également été observée dans le nombre de composés de référence présents entre les extraits. L'extrait aqueux contenait cinq composés de référence, à savoir : acide gallique, acide caféique, vanilline, acide p-coumarique et rutine.

Quant à l'extrait méthanolique, seuls deux composés ont été trouvés, à savoir : acide gallique et acide chlorogénique.

Tableau 05 : Nombre total de composés phénoliques et concentrations des composés connus dans les extraits étudiés.

Extraits	Aqueux	MeOH
Nombre de peaks	68	55
Composée	Quantité (μg / g extrait)	
Acide Gallique	1869.45	1552.63
Acide Chlorogénique	/	11474.04
Acide Vanillique	/	/
Acide Caféique	750.03	/
Vanilline	512.23	/
Acide P-Coumarique	433.12	/
Rutine	660.90	/

On a remarqué une concentration plus élevée du composé commun, l'acide gallique, par rapport aux autres composés. De plus, une concentration élevée d'acide chlorogénique a été observée dans l'extrait méthanolique, tandis qu'il était absent de l'extrait aqueux. En ce qui concerne les autres composés, à savoir l'acide p-coumarique, l'acide caféique, vanilline et la Rutine, des concentrations moyennes ont été enregistrées dans l'extrait aqueux, tandis qu'ils étaient absents de l'extrait méthanolique.

En se référant aux résultats des expériences menées par **Chouikh et al., 2020** sur la même plante dissoute dans le méthanol, des concentrations beaucoup plus élevées d'acide gallique et d'acide chlorogénique ont été enregistrées par rapport à notre étude,

avec des concentrations mesurées à (2591 $\mu\text{g} / \text{g E}$) et (16881 $\mu\text{g} / \text{g E}$) respectivement. De plus, des concentrations très faibles d'acide vanillique et d'acide caféique ont été enregistrées, tandis qu'ils étaient totalement absents de notre étude chez l'extrait méthanolique.

L'environnement dans lequel vivent les plantes du désert détermine indirectement la qualité et la quantité des composés phénoliques produits. Nous pouvons expliquer certains de nos résultats d'analyse HPLC : l'acide gallique aide les plantes à s'adapter aux conditions climatiques, l'acide chlorogénique est considéré comme l'un des composés allélopathiques que les plantes utilisent pour concurrencer d'autres plantes dans la même zone. Il joue également un rôle défensif contre les pathogènes fongiques, bactériens et viraux. L'acide caféique est un bon stimulateur de l'activité antioxydante (Chouikh *et al.*, 2020)

7. Spectroscopie infrarouge

Le spectre infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est principalement utilisé pour identifier les groupes fonctionnels des composés chimiques dans l'extrait NPs étudié. Ces groupes fonctionnels sont déterminés à partir des pics du spectre représenté dans la figure (22), obtenu en utilisant le logiciel d'analyse et de traçage de courbes (Origin 8).

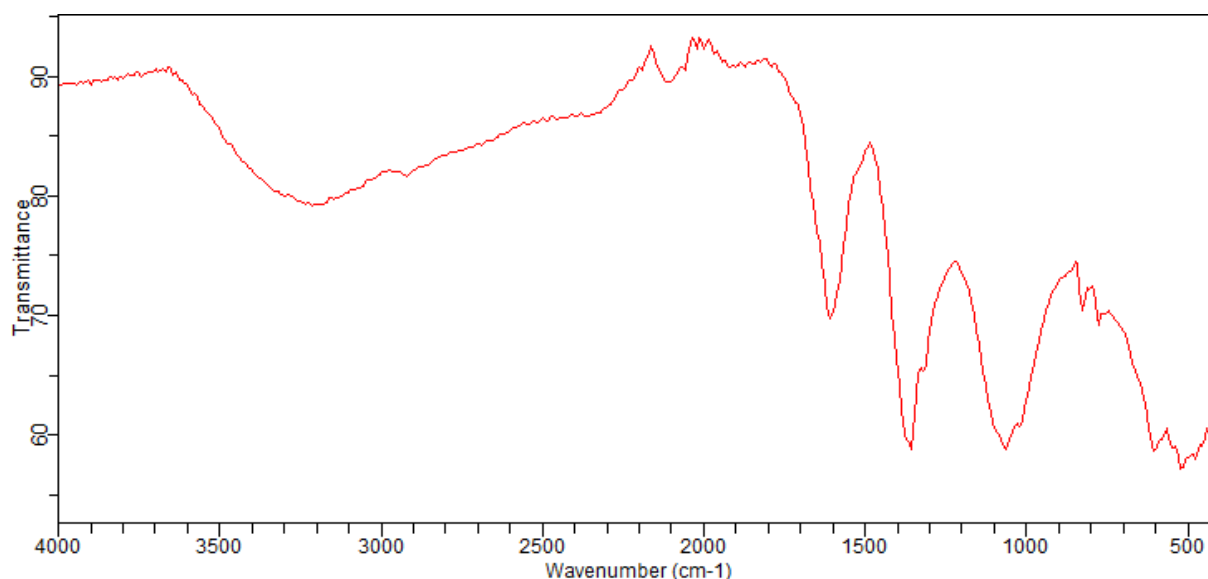


Figure 21 : Le spectre infrarouge d'extrait NPs

La figure (18) représente les résultats du spectre infrarouge de l'extrait méthanolique de la plante Arta. Les résultats ont montré une large bande dans la plage de (3500-3000 cm^{-1}) dans l'extrait étudié, ce qui indique la présence du groupe OH ou NH. De plus, une bande nette et large a été observée dans la plage d'intensité entre 1700 et 1500, correspondant à la fonction C=C. Une autre bande large et nette a été enregistrée dans la plage de 1445 cm^{-1} -1300 cm^{-1} , attribuée aux groupes C-C et C-O. Une bande d'intensité élevée, située entre 1000 cm^{-1} et 1200 cm^{-1} , est attribuée à la fréquence de flexion C=N. Quant à la plage de 1000 cm^{-1} à 600 cm^{-1} , elle constitue une zone complexe, connue sous le nom de "zone d'empreinte", où il est difficile de déterminer les groupes fonctionnels spécifiques.

8. Test de corrélation

Le test de corrélation a été employé pour calculer les coefficients de corrélation (R^2) et examiner la relation entre les variables étudiées. Les résultats de ce test sont synthétisés dans le tableau 05

Tableau 05: Le coefficient de corrélation linéaire (R) entre les différentes variables étudiées

	<i>DPPH</i>	<i>FRAP</i>	<i>CAT</i>	<i>Anti-inf</i>	<i>Anti-hémolyse</i>	<i>B-carotène</i>
DPPH	1	/	/	/	/	/
FRAP	0.299552	1	/	/	/	/
CAT	-0.93683	0.053094	1	/	/	/
Anti-inf	-0.82913	0.285017	0.972303	1	/	/
Anti-hémolyse	0.870788	-0.20824	-0.98776	-0.99686	1	/
β -carotène	-0.70206	-0.88972	0.408624	0.183986	-0.26123	1

D'après les résultats obtenus, Nous constatons une corrélation négative forte entre Anti-hémolyse et antioxydante mesurée par la méthode du test CAT ($R = -0.98776$) et Anti-inf ($R = -0.99686$)

En examinant le même tableau, nous constatons également une corrélation négative ($R = -0,93683$) entre le test de radical libre DPPH et la capacité antioxydant totale CAT. De plus, une relation expulsion a été observée entre le test anti-inflammatoire et CAT ($R = 0,972303$).

Conclusion

Conclusion

Actuellement, l'utilisation des plantes médicinales en phytothérapie suscite un vif intérêt dans la recherche biomédicale et acquiert une importance comparable à celle de la chimiothérapie. Ce regain d'intérêt provient d'une part de la richesse des plantes médicinales en substances et composés naturels bioactifs, qui représentent une source inépuisable, et d'autre part de la nécessité de trouver des traitements plus doux, sans effets secondaires indésirables, pour une meilleure médication.

L'objectif de ce travail base sur l'étude phytochimique du *Calligonum comosum* L'her. poussant dans la région de l'Oued Souf avec des extraits nano, aqueux et méthanol, puis à évaluer les activités antioxydants et anti-inflammatoires.

Nous avons pu évaluer le rendement de chaque extrait en préparant différents types d'extraits (brut méthanolique et aqueux, extrait NPs) par macération. L'extrait méthanolique a enregistré le rendement le plus élevé.

D'après l'estimation de la teneur en polyphénols totaux il a été constaté que l'extrait méthanolique présente une richesse considérable en polyphénols totaux, avec une teneur élevée de (68.40 ± 3.619 mg EAG/g Ex). En comparaison, l'extrait aqueux affiche une teneur moins élevée, avec (28.365 ± 0.192 mg EAG/g Ex).

Pour ce qui est des flavonoïdes totaux les résultats montrent que l'extrait aqueux a représenté la teneur la plus élevée de l'ordre de (2.611 mg EQ/g Ex), vient en deuxième position l'extrait méthanolique avec une teneur de (0.648 mg EQ/g Ex).

L'étude de l'activité antioxydante des différents échantillons par plusieurs méthodes; piégeage du radical libre DPPH, la réduction du fer (FRAP), capacité antioxydante totale (CAT), le test de blanchiment du β -carotène et test anti-hémolyse. Lors du premier test, les résultats ont révélé que l'extrait NPs présente une activité antioxydante élevée avec une valeur d'IC₅₀ de (3.245 μ g/ml), De même, l'extrait de méthanol présente le meilleur pouvoir réducteur (117 μ g/ml); le test CAT donne des bonnes valeurs est comprise entre (0.079 ± 0.001 mg E AG/g Ex) pour extrait NPs et (0.009 ± 0.0003 mg E AG/g Ex) pour extrait aqueux. le test de blanchiment du β -carotène. L'extrait méthanolique s'est classé en première position parmi les autres extraits, avec un pourcentage de 75.424 %, Les résultats du dernier teste anti-hémolyse montre que , l'extrait NPs a enregistré le taux d'inhibition le plus élevé, avec un IC₅₀ de (0.129 ± 0.002 mg/ml) par rapport à d'autre extrait de *Calligonum comosum* L'her

Conclusion

En outre, l'activité anti-inflammatoire *in vitro* des extraits de *C. comosum* a été évaluée en utilisant la méthode d'inhibition de la dénaturation des protéines. Les résultats démontrent que l'extrait NPs présente un effet inhibiteur supérieur par rapport aux autres extraits. L'effet a été mesuré à 53.798 ± 2.239 mg E DC/mg Ex.

Les résultats des tests du facteur de protection solaire ont révélé que toutes les extraits étudiées peuvent être classées dans la catégorie de protection solaire très élevée (FPS>50)

En ce qui concerne l'analyse qualitative de certains composés phénoliques par chromatographie liquide à haute performance (HPLC), les résultats ont montré que l'extrait aqueux contenait le plus grand nombre de composés (68 composés). Par le biais de comparaisons et d'analyses, six composés distincts ont été identifiés, variant en concentration et présence selon l'extrait étudié.

Dans le cadre de l'étude analytique, la nature des groupes fonctionnels de chaque extrait nano a été déterminée en utilisant la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR). Les résultats ont confirmé la présence des groupes hydroxyle (OH), ainsi que des groupes carbonyle (C=O), en plus des liaisons caractéristiques des cycles aromatiques (C=C).

Par ailleurs, il est possible d'approfondir les recherches en évaluant d'autres activités biologiques prometteuses telles que l'activité anticancéreuse, anti-inflammatoire, antidiabétique et antipyrétique. Il serait souhaitable de tester ces molécules actives pour d'autres propriétés biologiques *in vivo* et d'explorer davantage leurs potentiels bénéfiques.

Références bibliographiques

Liste des références

A

- **Abdallah H.M.I., Asaad G.F, Arbid M.S., Abdel-sattar E.A. (2014)**. Anti inflammatory , Antinociceptive, Antipyretic and Gastroprotective Effects of Calligonum comosum in Rate and Mice. International Journal of Toxicological and Pharmacological Research.6 (2):26-33
- **Abdelaziz MEROUANE, Abdallah NOUI, Housseine MEDJAHED, Kamel NEDJARI BENHADJ ALI et Abdelkader SAADI., (2014)** : Activité antioxydante des composés phénoliques d’huile d’olive extraite par méthode traditionnelle. Int. J. Biol. Chem. Sci. 8(4): 1865-1870, August 2014
- **Abdelkrim Ould Rebai, Tarik Hartani, Mohamed Nacer Chabaca et Marcel Kupe ., (2017)** : Une innovation incrémentielle : la conception et la diffusion d’un pivot d’irrigation artisanal dans le Souf (Sahara algérien) in Cahiers Agricultures · May 2017
- **Abdel-Sattar, E. A., Mouneir, S.M., Asaad, G.F., & Abdallah, H. (2014)**: Protective effect of Calligonum comosum on haloperidol-induced oxidative stress in rats. Journal of Toxicology and Industrial Health., 30(2):147-53
- **Abirami, A., Gunasekaran, N., Perumal, S., (2014)**: In vitro antioxidant, anti-diabetic, cholinesterase and tyrosine inhibitory potential of fresh juice from Citrus hystrix and C. maxima fruits. Food Science and Human Wellness, 3(1): 18-22
- **Afssaps. (2011)**. Recommandations de bon usage des produits de protection solaire à l’attention des utilisateurs. URL: <http://ansm.sante.fr/var/ansm-site/storage/original/application/7dff1bdc58ff373048961896c9c72db5.pdf>.
- **Afssaps. (2011)**. Recommandations de bon usage des produits de protection solaire à l’attention des utilisateurs. URL: <http://ansm.sante.fr/var/ansm-site/storage/original/application/7dff1bdc58ff373048961896c9c72db5.pdf>.
- **Alavi, I., Jabberai, A., Barzegar, M., & Hassanali, N. (2008)**: Chemical composition and antioxidant properties of essential oils Lippa citrioda, Thymus denensis. in 18th National Congress on Food Thechnolgy.
- **Ameenah GF. (2006)** : Medicinal plants: Traditions of yesterday and drugs of tomorrow Molecular Aspects of Medicine. 27:1-93.

Références bibliographiques

- **Anoop, M.V., & Bindu, A.R. (2015).** In-vitro Anti-inflammatory Activity Studies on *Syzygium zeylanicum* (L.) DC Leaves. *International Journal of Pharma Research & Review*, 4(8):18-27.

B

- **BABAALI YASMINE, HARZELI SARAH, KHALFAOUI INSAF. (2022) :** Évaluation des activités biologiques et phytochimiques, et étude comparative des effets synergiques des extraits des plantes et des nanoparticules d'argent synthétisés en vue des formulations pharmaceutique. MÉMOIRE DE fine d'étude En vue de l'obtention du Diplôme de MasterII ; Spécialité : Biotechnologie et Microbiologie appliquée, 116p
- **Badria F .A., Ameen M., Akl R.M.(2007).**Evaluation of Cytotoxic Compounds from *Calligonum comosum* L. Growing in Egypt. *Z Naturforsch.* 62: 656-660.
- **BEANI J. C., (2012):** Produits de protection solaire: efficacité et risques. *Annales de dermatologie et de vénéréologie*, Elsevier Masson, 139: 271-272.
- **Benammar, A., Draï, R., & Guessoum, A. (2008):** Detection of delamination defects in CFRP materials using ultrasonic signal processing. *Ultrasonics*, 48(8): 731-738.
- **BENHOUHOU., (2005):** A Guide to Medicinal Plants in North Africa. IUCN Centre for Mediterranean Cooperation, Malaga, Spain, P: 85-196.
- **BENZIE, I.F., STRAIN, J.J., (1996):** The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": the FRAP assay. *Anal Biochem*, 239: 70-76.
- **BOTINEAU, M., (2010):** Botanique systématique et appliquée des plantes à fleurs. Editions TEC et DOC. Paris, France, P: 385-1051.
- **Boudjouref, M. (2011).** Etude de l'activité antioxydant et antimicrobienne d'extrait d'*Artemisia campestris* L. Thèse de Magister en Biochimie. Université Ferhat Abbas. Sétif. Algérie. 99 p
- **Bougandoura, N., & Bendimerad, N. (2013).** Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja calamintha* ssp. *Nepeta* (L.) Briq. *Nature & Technology*, (9), 14.

C

- **CHAOUCHE T. M., HADDOUCHI F., KSOURI R., MEDINI F., & ATIKBEKARA F., (2013):** In vitro evaluation of antioxidant activity of the

Références bibliographiques

- hydro-methanolic extracts of *Juniperus oxycedrus* subsp. *Oxycedrus*. *Phytothérapie*, 11: 244-249
- **CHAUDHURI, S., BANERJEE, A., BASU, K., SENGUPTA, B., SENGUPTA, P.K., (2007):** Interaction of flavonoids with red blood cell membrane lipids and proteins: Antioxidant and antihemolytic effects. *International Journal of Biological Macromolecules*, 41: 42–48.
 - **Chirisa, E., & Mukanganyama, S. (2016).** Evaluation of in Vitro Anti-inflammatory and Antioxidant Activity of Selected Zimbabwean Plant Extracts. *Journal of Herbs, Spices & Medicinal Plants*, 22(2):157-172.
 - **CHOUIKH A., ALIA F., NEFFAR S., REBIAI A., ADJAL E., et CHEFROUR A., (2018):** Evaluation of phenolic contents (quantitative et qualitative) et antioxidant activities in different physiological phases of *Genista saharae* COSS. & DUR. growing in the sahara of algeria. *Analele Universității din Oradea, Fascicula Biologie*, 2: 115-121
 - **CHOUIKH A., et REBIAI A., (2020):** The influence of extraction method on the composition et analgesic activity of *Calligonum comosum* phenolic extracts. *Ovidius University Annals of Chemistry*, 31 (1): 33-37.
 - **CHOUIKH A., FERIANI A., ADJAL E., et CHEFROUR A., (2015):**Phytochemicals study, antioxidant et antimicrobial activities of *Helianthemum lippii* (L.) PERS. in different stages of growth (somatic, flowering et fruiting). *World Journal of Pharmacy et Pharmaceutical Sciences*, 4(11): 337-349
 - **Chouikh, A., Adjal, E.H., Mekki, M., Hemmami, H., Feriani, A., Rebiai, A., Zaater, A., & Chefrou, A. (2016):** Comparison of ultra-sound and maceration extraction methods of phenolics contents and antioxidant activities of Saharian medicinal plant *Calligonum comosum* L'her. *J. Mater. Environ. Sci.* 7(6):2235-2239.
 - **Chouikh, A., Mekki, M., & Adjal, E.h. (2015):** effects of extraction methods on antibacterial activity of different extracts of *calligonum comosum* l'her. growing in Sahara Algerian International. *Journal of Recent Scientific Research*, 6(4), 3534-3536.
 - **Cowan M.M., 1999 :-** Plants products as antimicrobial agents. *Clinical Microbiology Reviews*, 12: 564-582.

D

- **DAI, F., MIAO, Q., ZHOU, B., YANG, L., LIU, Z.L., (2006):** Protective effects of flavonols and their glycosides against free radical-induced oxidative hemolysis of red blood cells. *Life sci*, 78: 2488 - 2493.
- **Debouba, M., Balti, R., Hwiwi, S., & ZOUARI, S. (2012).** Antioxidant capacity and total phenols richness of *Cistanche violacea* hosting *Zygophyllum album*. *International Journal of Phytomedicine*, 4(3):399-402.
- **Delay, M. and F. H. Frimmel (2012) :** "Nanoparticles in aquatic systems." *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 402(2): 583-592.
- **Demmouche A, Bouazza S, Hamri DD, Labadi K, Mekiou Z. (2022) :** The antioxidant and analgesic effect of red and white ginseng on Wistar rats *Journal of Experimental Research*. 10 : 1
- **Dolci, A., Panteghini, M., (2014):** Harmonization of automated hemolysis index assessment and use: Is it possible?. *Clinica Chimica Acta*, 432: 38-43
- **Dr. Abdelmadjid CHEHMA. (2006) :** Catalogue des plantes spontanées du Sahara septentrional algérien, UNIVERSITE KASDI MERBAH, OUARGLA FACULTE DES SCIENCES ET SCIENCES DE L'INGENIEUR LABORATOIRE DE RECHERCHE : « PROTECTION
- **Dufour, C., & Dangles, O. (2005).** Flavonoid-serum albumin complexation: termination of binding constants and binding sites by fluorescence spectroscopy. *Biochimica et Biophysica Acta*, 1721(1-3):164-173.
- **DUTRA E. A., OLIVEIRA D. A. G. C., KEDOR-HACKMANN E. R. M., et SANTORO M. I. R. M., (2004):** Determination of sun protection factor (SPF) of sunscreens by ultraviolet spectrophotometry. *Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 40 (3): 381 –385

E

- **Ebrahimi, N.S., Hadian, J., Mirjalili, M.H., Sonboli, A., & Yousefzadi, M. (2008).** Essential oil composition and antimicrobial activity of *Thymus caramanicus* at different phenological stages. *Food chemistry*, 110, 927-931

- **EL-HAWARY, Z., KHOLIEF, T., (1990):** Biochemical studies on some hypoglycaemic agents (II) effect of Calligonum comosum extract. Arch Pharm Res, 13: 113.

F

- **Falleh, H., Ksouri, R., Chaieb, K., Karray-Bouraoui, N., Trabelsi, N., Boulaaba, M., & Abdelly, C. (2008).** Phenolic composition of Cynara cardunculus L. organs, and their biological activities, C.R. Biologies, 331, 372-379
- **Ferreira, I. C., Baptista, P., Vilas-Boas, M., & Barros, L. (2007):** Free-radical scavenging capacity and reducing power of wild edible mushrooms from northeast Portugal: individual cap and stipe activity. Journal of Food Chemistry, 100: 1511-1516
- **Firdhouse, M. J. and P. Lalitha (2015):** "Biosynthesis of silver nanoparticles and its applications." Journal of Nanotechnology 2015.
- **Fournier, P. (2000).** Les quatre flores de France. Dunod. Paris. 1103 p.

G

- **Garcia-Salas, P., Morales-Soto, A., Segura-Carretero, A., & Fernández-Gutiérrez, A. (2010).** Phenolic-Compound-Extraction Systems for Fruit and Vegetable Samples. Molecules, 15(12):8813-8826.
- **Gaudry, J.F.M. (2016).** Les végétaux, un nouveau pétrole?. Ed. Quae, Versailles. France. 160p.
- **Greathead, H. (2003):** Plants and plant extracts for improving animal productivity. Proceedings of the Nutrition Society., 62(2):279-290.
- **GUERRICHA Maroua et SELMANE Sassia. (2018):** la synthèse verte des nanoparticules métallique de cuivre CuO par l'extrait Moringa ; Mémoire de Fin d'Etude En vue de l'obtention du diplôme de MASTER ACADEMIQUE; Faculté de la Technologie; Domaine: Sciences et Technologies; Filière: Génie des Procédés; Spécialité: Génie Chimique; Université Echahid Hamma Lakhdar. El Oued

- **Gurcharan Singh,(2010)** : Plant Systematics : An Integrated Approach. Third Edition, University of Delhi. Delhi, INDIA, p : 552-560

H

- **Hammami , R., Farhat , I., Zouhir, A., Fedhila, S. (2011).** Detection and extraction of antilisterial compounds from *Calligonum comosum*, a medicinal plant from arid regions of tunisia. Afr J Tradit Complement Altern Med, 8(3):322-327
- **HARBORNE J. et WILLIAMS C., 2000-** Advances in flavonoids resarch since 1992.Pytochemistry .55(6): 481-504
- **Harchaoui, L. (2019).** Etude biotechnologique, biochimique de *Deverra scoparia*, plante endémique de Tamanrasset. Recherche de quelques activités biologiques. Thèse de de doctorat en Sciences Biologiques. Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene. Algérie. 196p.
- **Harrar, A. (2012):** Activité antioxydante et antimicrobienne d'extraits de *Rhamnus alaternus L.* Mémoire pour obtention diplôme de magister. Université FERHAT Abbas, Setif 01, p: 29-30.
- **HAYOUNI E., ABEDRABBA M., BOUIX M., HAMDI M ., 2007-** The effects of solvent and extraction method on the phenolic contents and biological activities in vitro of Tunisian *Quecus coccifera L.* and *Juniperus phoenicea L.* fruit extracts. Food Chem, 105: 1126-1134.
- **Ho, T. Y.(2001).** Sunscreens: Is looking at Sun Protection Factor Enough?. Hong Kong Dermatology & Venereology Bulletin. 9 (3): 100-108
- **HUDA-FAUJAN N., NORIHAM A., NORRAKIAH A. S., et BAJI A. S., (2009):** Antioxidant activity of plants methanolic extracts containing phenolic compounds. African Journal of Biotechnology, 8 (3): 484-489.

I

- **Igor Passi, 1. B. (2003):** Etude des activités biologiques de *Fagara zanthoxyloides Lam (Rutaceae)*. Thèse pour obtenir le grade de docteur.Université de Bamako, République du Mali: Université de Bamako. p109

J

- **J.J. Ramsden, M. Reid, V. Whatley and S.J. Dancer** , (2016) : Department of Microbiology, Hairmyres Hospital, Eaglesham Road, East Kilbride, Glasgow G75 8RG, UK , Disastrous performance of NanoCote/Aqua Based antimicrobial paint in ahospital setting
- **JAVANMARDI, J., STUSHNOFF, C., LOCKE, E., VIVANCO, J.M., (2003):** Antioxidant activity and total phenolic content of Iranian Ocimum accessions. Food Chemistry, 83: 549.
- **Jeong, S.-M., Kim, S.-Y., Kim, D.-R., Jo, S.-C., Nam, K. C., Ahn, D. U., & Lee, S.-C. (2004).** Effect of Heat Treatment on the Antioxidant Activity of Extracts from Citrus Peels. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 52(11): 3389-3393
- **Journal Officiel de l'Union Européenne (2011).** Recommandation de la commission du 18 octobre relative à la définition des nanomatériaux. (2011/969/UE) Consultable sur <http://eurlex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2011:275:0038:0040:FR:PDF>.
- **Judith, M. D. (2005):** Etude phytochimique et pharmacologique de Cassia nigricans Vahl. (Caesalpinaceae) utilisée dans le traitement des dermatose au Tchad. Université de Bamako, Mali. Thèse de docteur Pharmacie. p. 212
- **Jussieu, A.L. (1789).** Genera plantarum: secundum ordines naturales disposita, juxta methodum in Horto regio parisiensi exaratam. Herrisant and Barrois. Paris, France. P.82

K

- **KATALINIC, V., MODUN, D., MUSIC, T.I., BOBAN, M., (2005):** Gender differences in antioxidant capacity of rat tissues determined by 2,2Vazinobis (3-ethylbenzothiazoline 6-sulfonate; ABTS) and ferric reducing antioxidant power (FRAP) assays. Comp Biochem Physiol, 140: 47-52.

- **Khan, R.A., Khan, M.R., Sahreen, S., & Ahmed, M.(2012).** Assessment of flavonoids contents and in vitro antioxidant activity of *Launaca procumbens*. *Chemistry Central Journal*, 6(1):1-11.
- **Kim, H. P., Son, K. H., Chang, H. W., & Kang, S. S. (2004):** Anti-inflammatory plant flavonoids and cellular action mechanisms. *Journal of Pharmacological Sciences.*, 1347-1353
- **KRIEF, S., (2003).** Métabolites secondaires des plantes et comportement animal, thèse doctorat, muséum national d'histoire naturelle.
- **Kumarappan, C.T., Thilagam, E., & Mandal, C.S. (2012).** Antioxidant activity of polyphenolic extracts of *Ichnocarpus frutescens*, 19(3): 349-355.
- **Kurlbaum, M., & Högger, P. (2011).** Plasma protein binding of polyphenols from maritime pine bark extract (USP). *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 54(1):127-132.

L

- **Lee, K.W., Kim, Y. J., Lee, H. J., & Lee, C. Y. (2003) :** Cocoa Has More Phenolic Phytochemicals and a Higher Antioxidant Capacity than Teas and Red Wine. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(25):7292-7295.
- **Leelaprakash, G., & Mohan Dass, S. (2011).** In vitro Antinflammatory activity of Methanol extract of *Enicostemma Axillare* Int. *International Journal of Drug Development & Research*. 3(3):189-196.
- **Lippi, G., Salvagno, G.L., Montagnana, M., Brocco, G., Guidi, G.C., (2006):** Influence of hemolysis on routine clinical chemistry testing. *Clinical Chemistry and Laboratory Medicine*, 44(3): 311-316.
- **Liu, W., Liu, J., Yin, D., & Zhao, X. (2015) :** Influence of Ecological Factors on the production of active substances in the anti-cancer plant *Sinopodophyllum hexandrum* (Royle) T.S Ying. *PLOS One*, 10(4):1-22.
- **LIU, X.M., ZAKARIA, M.N., ISLAM, M.W., RADHAKRISHNAN, R ., ISMAIL, A., CHEN, H.B., CHAN, K., AL-ATTAS, A., (2001):** Antiinflammatory and anti-ulcer activity of *Calligonum comosum* in rats. *Fitoterapia*, 72: 487–491

M

- **M. Ricaud et O. Witschger (2012) :** «LES NANOMATERIAUX. DEFINITIONS, RISQUES TOXICOLOGIQUES,» Inst. Natl. Rech. , pp. 1-52, 2012.
- **Mahmoudi, S., Khali, M., & Mahmoudi, N. (2013).** Etude de l'extraction des composés phénoliques de différentes parties de la fleur d'artichaut (*Cynara scolymus* L.). *Nature & Technologie*, (9):35-40.
- **Maire, R., & Quezel, P. (1961).** Flore de l'Afrique du nord, Vol 7. Editions paul lechevalier. Paris, France. 330p
- **Malagobi, D., (2007):** A full-length protocol to test hemolytic activity of palytoxin on human erythrocytes. *Invertebrate Survival Journal*, 4(2): 92-94
- **MARFAK A., 2003-** Radiolyse gamma des flavonoides, Etude de leur reactivite avec les radicaux issus des alcools: formation de depsides. thèse de Doctorat, Université de LIMOGES, biophysique, 187p
- **MARIUS, L., RAKIATOU, T., NOUFOU, O., FELIX, K., ANDRE, T., PIERRE, D., PIERRE, G.I., (2016):** In vitro antioxidant activity and phenolic contents of sifferent fractions of ethanolic extract from *Khaya senegalensis* A.Juss. (Meliaceae) stem barks. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 10(13): 503.
- **Mishra, B., Priyadarsini, K.I., Kumar, M,S., Unnikrishnan, M.K., & Mohan, H. (2003).** Effect of o-glycosilation on the antioxidant activity and free radical reactions of a plant flavonoid, chrysoeriol. *bioorg med chem*, 11:2677-2685.
- **Modhi, A. (2014).** Allelopathic effect of Arta (*Calligonum Comosum* L'Her) extract on seed germination of arfaj (*Rhanterium epapposum* Oliv). *International Journal of Agronomy and Agricultural Research (IJAAR)*, 5(3):75-79.
- **Mohammedi, Z. (2013) :** Etude Phytochimique et Activités Biologiques de quelques Plantes médicinales de la région Nord et Sud Ouest de l'Algérie. Thèse de doctorat." *Substances naturelles. Activités Biologiques et Synthèses*". Université Abou Bekr Belkaid. Tlemcen. 160p.
- **Muwawa, K. Mulenga,M.(2014).** Sun Protection Factor (SPF) Determination of Cosmetic Formulations Made in Kinshasa (DR Congo) by In-Vitro method using UV-VIS spectrophotometer. *J. of physical and chemical sciences*. 1-5.

N

- **NABTI, L.Z., BELHATTAB, R., (2016):** In vitro antioxidant activity of *Oudneya africana* R. Br. aerial parts. *Issues in Biological Sciences and Pharmaceutical Research*, 4(6): 59-60
- **Najjaa, H., Neffati, M., Zouari, S., & Ammar, E. (2007) :** Essential oil composition and antibacterial activity of different extracts of *Allium roseum* L., a North African endemic species. *Comptes Rendus Chimie*, 10(9):820-826.
- **Newman, D.J., & Cragg, G.M. (2012).** Natural Products as Sources of New Drugs-over the 30 Years from 1981 to 2010. *Journal of Natural Products*

O

- **Okasaka, M., Takaishi, Y., Kogure, K., Fukuzawa, K., Shibata, H., Higuti, T., Honda, G., Ito, M., Kodzhimatov, O.K., Ashurmetov, O., 2004.** New stilbene derivatives from *Calligonum leucocladum*. *J. Nat. Prod.* 67, 1044-1046.
- **Orhan, L.E. (2012).** Biotechnological Production of Plant Secondary Metabolites. Ed. Bentham Science Publishers.252p
- **Osman, N.I., Sidik, N.J., Awal, A., Adam, N.A.M., & Rezali, N.I. (2016).** In vitro xanthine oxidase and albumin denaturation inhibition assay of *Barringtonia racemosa* L. and total phenolic content analysis for potential anti-inflammatory use in gouty arthritis. *J Intercult Ethnopharmacol*, 5(4):343-349.
- **Ozenda, P. (1977).** Flore de sahara . CNRS , 2ème Edition. Paris , France , 622 p
- **Ozenda, P. (2004).** Flore et végétation du Sahara 3 Edition. Edition du CNRS Paris.662 p.

P

- **PINCEMAIL J., DEBBY C., LION Y., BRAQUET P., HANS P., DRIEU K. and GOUTIER R., 1986-** *Stud. Org. Chem* 23, p: 423
- **Popovici, C., Saykova, I., & Tylkowskib. (2009).** Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH. *Revue de Génie Industriel*, 4:25-39.

Q

- **Quezel, P., & Santa, S. (1962).** Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales, Tome I. Edition du CNRS. Paris, France. 1170 p.
- **Quezel, P., & Santa, S. (1963):** Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méditerranéennes. Centre National de la Recherche Scientifique, Paris, France, (N581-965.Q08).p19-23

R

- **Raimundo, G. O. J., Camila, D. S., Grasielly, R.S., Amanda, L.G., Ana, P.O., Sarah, R.G.L.S., Amanda, C. S. M., Jéssica, Sousa, R. S.,and Jackson, R. G. S. A. (2013).** In vitro antioxidant and photoprotective activities of dried extracts from *Neoglaziovia variegata* (Bromeliaceae). Journal of Applied Pharmaceutical Science. 3:122-127.
- **Ryan, M., J., Dudash, H. J., Docherty., M., Baker, B. A., Geronilla, K.B., Haff, G.G., & Always, S. E. (2010):** Vitamin E and C supplementation reduces oxidative stress, improves antioxidant enzymes and positive muscle work in chronically loaded muscles of aged rats. Journal of Experimental Gerontology., 45(11):882-895.

S

- **Saffidine, K. (2018):** Etude analytique et biologique des flavonoïdes extraits de *Carthamus caeruleus* L. et de *Plantago major* L. Thèse Doctorat Université Ferhat Abbas - Sétif 01. p57
- **Sanago R., 2006 :** Le rôle des plantes médicinales en médecine traditionnelle. Université Bamako(Mali): 53
- **Sava, R., & Sirbu, S. (2010):** Analytical study of the determination of flavonoids in black sea algae. Ovidius University Annals of Chemistry., 21(1):29-34.
- **Schalka, S et Reis VMS. (2011).** An bras dermatol. Sun protection factor: meaning and controversies. 86(3):507-715

Références bibliographiques

- **Schlesier, K; Harwat, M., B.hm, V., & Bitsch, R. (2002).** Assessment of antioxidant activity by using different in vitro methods, *Free Radic Res*; 36(2): 87-177.
- **Siddhuraju, P., & Becker, K. (2007).** The antioxidant and free radical scavenging activities of processed cowpea (*Vigna unguiculata* (L.) Walp.) seed extracts. *Food Chemistry*, 101(1):10-19.
- **Silver, S. (2003) :** "Bacterial silver resistance: molecular biology and uses and misuses of silver compounds." *FEMS microbiology reviews* 27(2-3): 341- 353
- **Simchi A, Ahmadi R, Reihani SS, Mahdavi A. (2007) :** Kinetics and mechanisms of nanoparticle formation and growth in vapor phase condensation process. *Materials & design* 28(3):850-/856.
- **SINGLETON V., et ROSSI J., (1965):** Colorimetry of total phenolic compounds with phosphomolybdc-phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16: 144-158.
- **Souza,S.M., Santos, A.T.D., Alves, V.C.A., Paula, O.A., Almeida, A.V.H., Alves,S.F.J., Crus,A.E.C.D., Silva,A.J.R.G.D., Santos, S.N.D., Santos, S.N.D., Pereira,N.X. . (2015).**Identification of flavonol glycosides and in vitro photoprotective and antioxidant activities of *Triplaris gardneriana* Wedd. *Journal of medicinal plant research* 9(7):207-215.
- **Stéphanie George, Nicolas Lamproye,(2014).** « Caractérisation des nano-objets ». *Tech L'ingénieur*. 10 mai 2014.

T

- **Tamanna, S.T., Sonia, S ., Farhana, S.(2017).** Study on medicinal uses of *Persicaria* and *Rumex* species of *Polygonaceae* family. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry* , 6(6): 587-589.
- **Terblanche, U., Semakalu, C.C., Mtunzi, F., & Pillay, M. (2017) :** Screening of Variables Influencing Extraction Yield of *Cotyledon orbiculata*: 23 Full Factorial Design. *J Pharmacogn Phytochem Res*, 9(3):303-312.
- **Truong, D.H., Nguyen, D.H., Ta, N.T.A., Bui, A.V., Do, T.H. & Nguyen, H.C. (2019).** Evaluation of the Use of Different Solvents for Phytochemical Constituents. Antioxidants, and In Vitro Anti-Inflammatory Activities of *Severinia buxifolia*. *Journal of Food Quality*, p:1-9.

V

- **Vermerris, W., & Nicholson, R. (2007):** Phenolic compound biochemistry: Springer Science & Business Media
- **Verpoorte, R., & Alfermann, A.W. (2000).** Metabolic Engineering of Plant Secondary Metabolism. Ed. kluwer academic publishers.286p

W

- **Wang D, An J, Luo Q, Li X, Yan L. (2012) :** Synthesis, characterization and application of silver-based antimicrobial nanocomposites. NanoAntimicrobials: Springer. p 47-84
- **Wijnhoven SW, Peijnenburg WJ, Herberts CA, Hagens WI, Oomen AG, Heugens EH, Roszek B, Bisschops J, Gosens I, Van De Meent D. (2009) :** Nano-silver—a review of available data and knowledge gaps in human and environmental risk assessment. Nanotoxicology 3(2):109-138.
- **Williams, L., Connar, A.O., Latore, L., Dennis, O., Ringer, S., Whittaker, J.A., Conrad, J., Vogler, B., Rosner, H., & Kraus, W. (2008).** The in vitro anti-denaturation effects induced by natural products and nonsteroidal compounds in heat treated (immunogenic) bovine serum albumin is proposed as a screening assay for the detection of anti-inflammatory compounds, without the use of animals in the early stages of the drug discovery process. West Indian Med J, 57(4): 327-331.
- **WOLLENWEBER E., DIETZ V., 1980-** Biochemical Systematic and Ecology, V8, p:21.

Y

- **YEO, S.O., GUESSENND, K.N., MEITE, S., OUETTARA, K., BAHIGNOGBO, A., N'GUESSAN, J.D., COULBALY, A., (2014):** In vitro antioxidant activity of extracts of the root *Cochlospermum planchonii* Hook. Fex Planch (Cochlospermaceae). Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry, 3(4): 167.

Z

- **Zargar M, Hamid AA, Bakar FA, Shamsudin MN, Shmeli K, Jahanshiri F, Farahani F. (2011):** Green synthesis and antibacterial effect of silver nanoparticles using *Vitex negundo* L. *Molecules* 16(8):6667-6676.
- **ZENGİN G., AKTUMSEK A., GULER G. O., ÇAKMAK Y. S., et YILDIZTUGAY E., (2011):** Antioxidant Properties of Methanolic Extract et Fatty Acid Composition of *Centaurea urvillei* DC. subsp. *hayekiana* Wagenitz. *Records of Natural Products*, 5 (2): 123 – 132

ا

- الموسوي, ح.ع.ح, (1987) علم تصنيف النباتات . الطبعة الأولى, دار الكتب للطباعة والنشر, بغداد, العراق, ص: 195-195

ب

- **براهان عكو و وائل أبو عبد الله, (2012):** أطلس النباتات الطبية العطرية في الوطن العربي - المركز العربي لدراسات المناطق الجافة وشبه الجافة أكساد جامعة الدول العربية دمشق سوريا.

ج

- **جبريل فولباطو, (1990):** الاعشاب الطبية الصحراوية . دار النشر مكتبة الطب التقليدي العربي ص 25-10
- **جديل ص. (2015) :** تقدير المحتوى الفينولي والتأثير المضاد للأكسدة لمستخلصات نبات *Artemisia* *campestris* L و *Pistacia lentiscus* L و *Argania spinosa* L. أطروحة مقدمة لنيل شهادة الدكتوراه جامعة فرحات عباس سطيف ، ص : 76-85

ح

- **حليس ي. (2007):** الموسوعة النباتية لمنطقة وادي سوف النباتات الصحراوية الشائعة في منطقة العرق الشرقي الكبير دار الوليد الوادي - الجزائر ص 248

خ

- **خضر، س، (2008)** معجم الأعشاب والنباتات الطبية. مجموعة النيل العربية للنشر والتوزيع القاهرة، مصر، ص: 23-369
- **خلف يحيى. (2020)**. دراسة بيولوجية والخصائص الكيميائية العلاجية لنبات الأرتي Calligonum comosum L'Her النامي في منطقة واد سوف; مقدمة لنيل شهادة الدكتوراه علوم في تخصص علوم بيولوجية، جامعة محمد شريف مساعديّة - سوق أهراس-، الجزائر، 121ص

ش

- **شرادة ن. وعوادي، ل. (2019)**: دراسة العلاقة الفيتو كيميائية بين نبات الأرتي C.comosum Her العائل والتراثوت C.tinctoria Desf، المتطفل الناميين في منطقة واد سوف مذكرة ماستر أكاديمي تنوع حيوي وبيولوجيا النبات جامعة الشهيد حمه لخضر الوادي الجزائر ص124.

م

- **محب طه صقر (1985)**: فسيولوجيا النبات كلية الزراعة جامعة المنصورة جمهورية مصر العربية. ص 36-40
- **محمد بو عبد الله س. (2011)**: دراسة بعض التأثيرات البيولوجية لمستخلص نبات الشاي الأخضر Camellia sinensis على النشاط المضاد للأكسدة و النشاط المضاد للبكتريا رسالة لنيل شهادة الماجستير، جامعة منتوري قسنطينة، ص. 78.

Annexes

Annexes

Annexe n° 01 : Les courbes de le pourcentage d'inhibition du DPPH• des différents extraits de *Calligonum comosum*

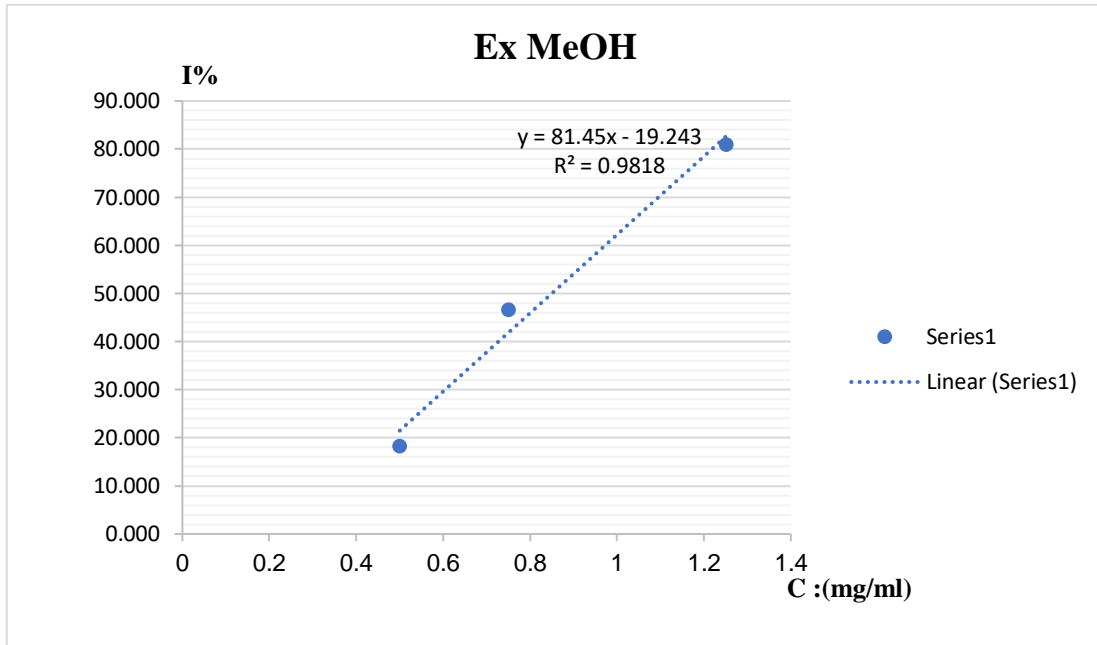


Figure 01 : Courbe représentant le pourcentage d'inhibition du DPPH• en fonction concentration de l'extrait éthanolique.

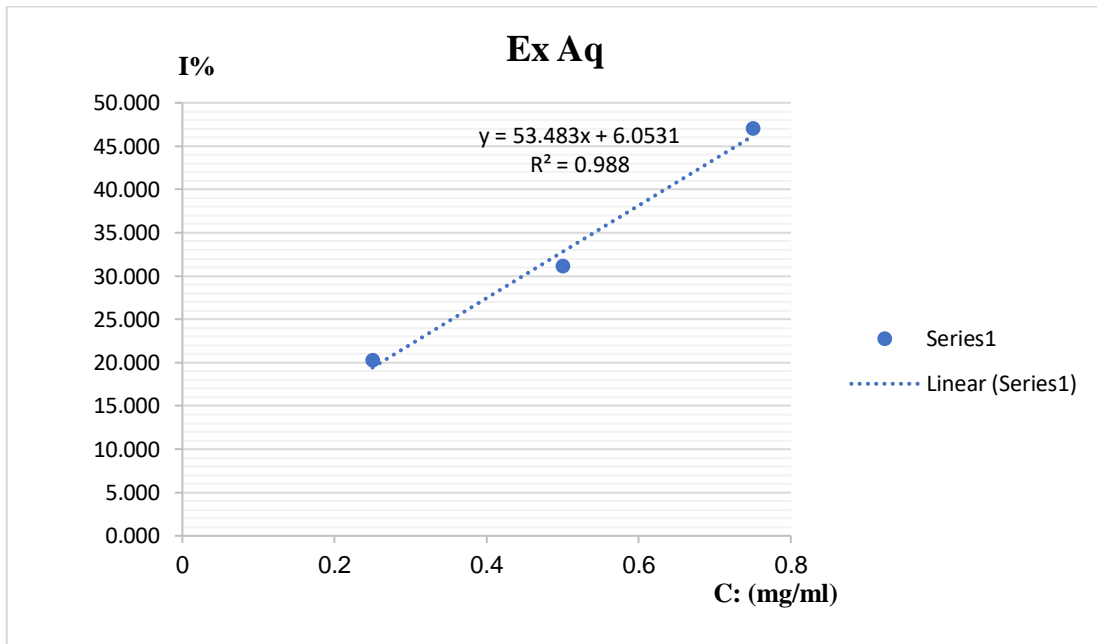


Figure 02 : Courbe représentant le pourcentage d'inhibition du DPPH• en fonction concentration de l'extrait aqueux.

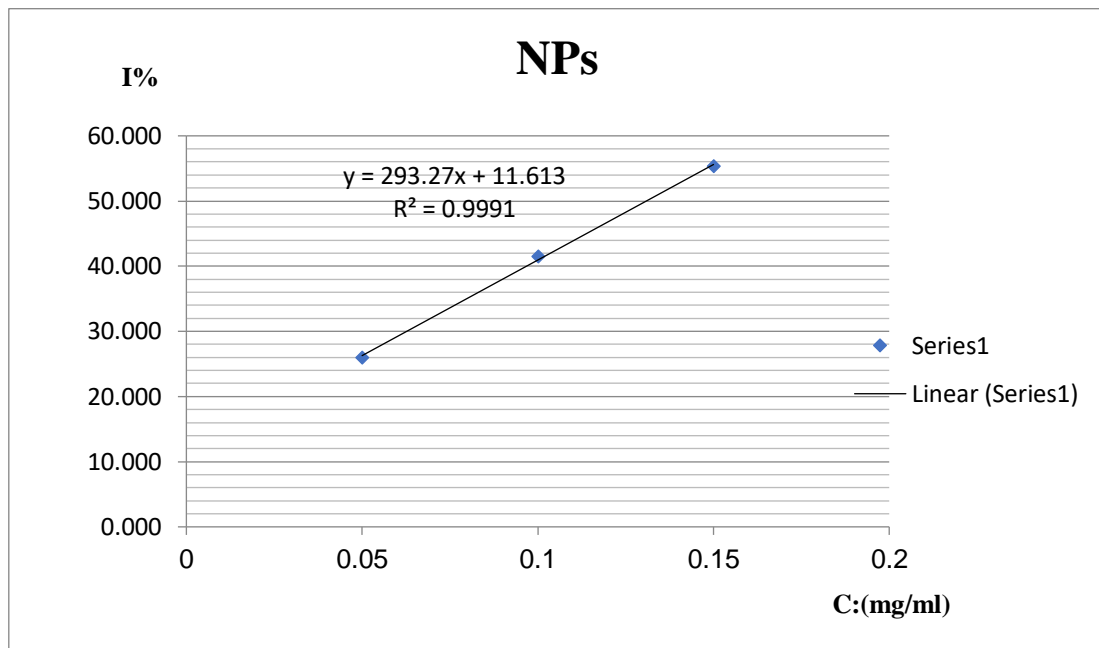


Figure 03 : Courbe représentant le pourcentage d'inhibition du DPPH• en fonction concentration de l'extrait NPs.

Annexe n° 2 : Les courbes de capacité de récupération du fer (FRAP) des différents extraits de *Calligonum comosum*

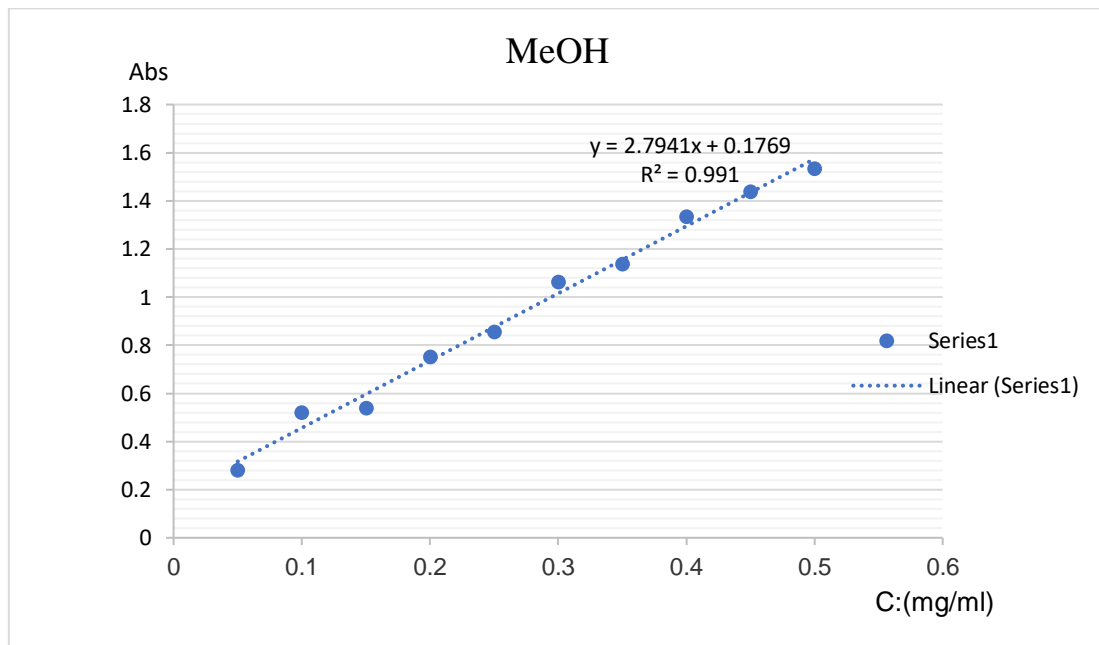


Figure 01 : La courbe d'absorption optique du FRAP en fonction des concentrations de l'extrait MeOH

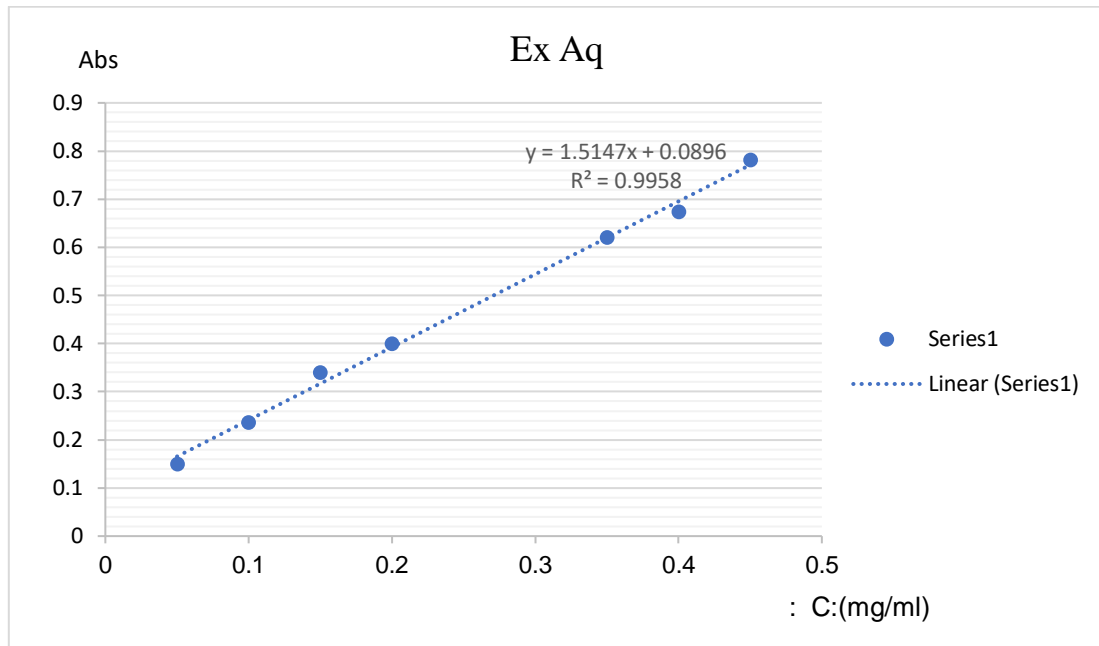


Figure 02 : La courbe d'absorption optique du FRAP en fonction des concentrations de l'extrait Aqueux

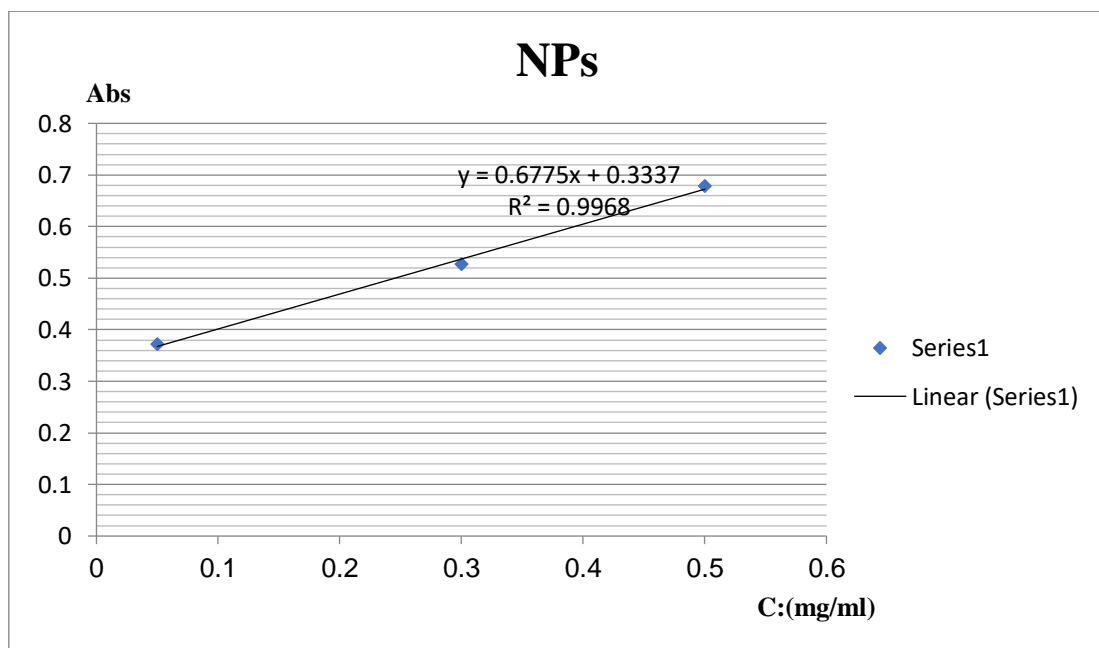


Figure 03 : La courbe d'absorption optique du FRAP en fonction des concentrations de l'extrait NPs

Annexe n° 3 : Les Courbes représentant le pourcentage d'anti-hémolyse des différents extraits de *Calligonum comosum*

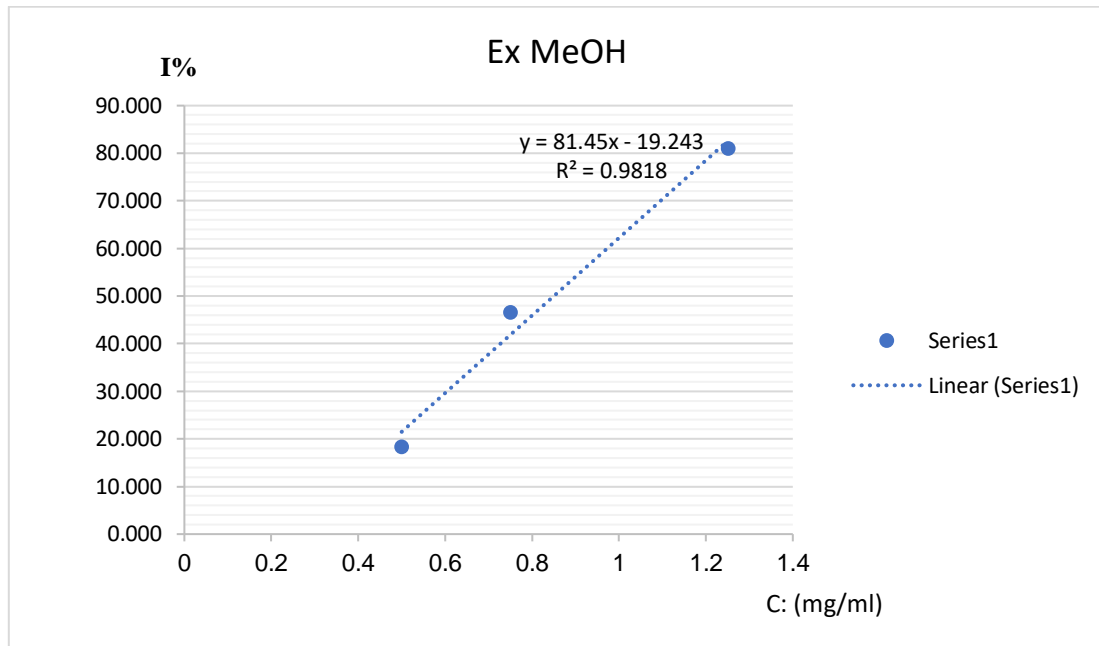


Figure 01 : Courbe représentant le pourcentage d’anti-hémolyse en fonction concentration de l’extrait éthanolique.

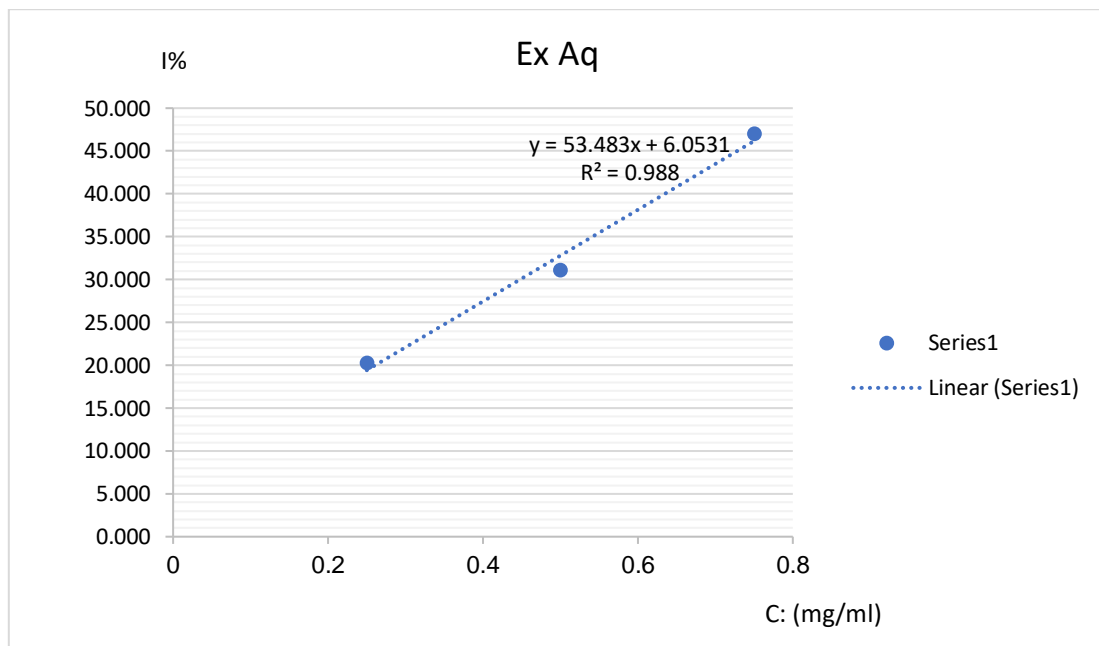


Figure 02 : Courbe représentant le pourcentage d’anti-hémolyse en fonction concentration de l’extrait aqueux

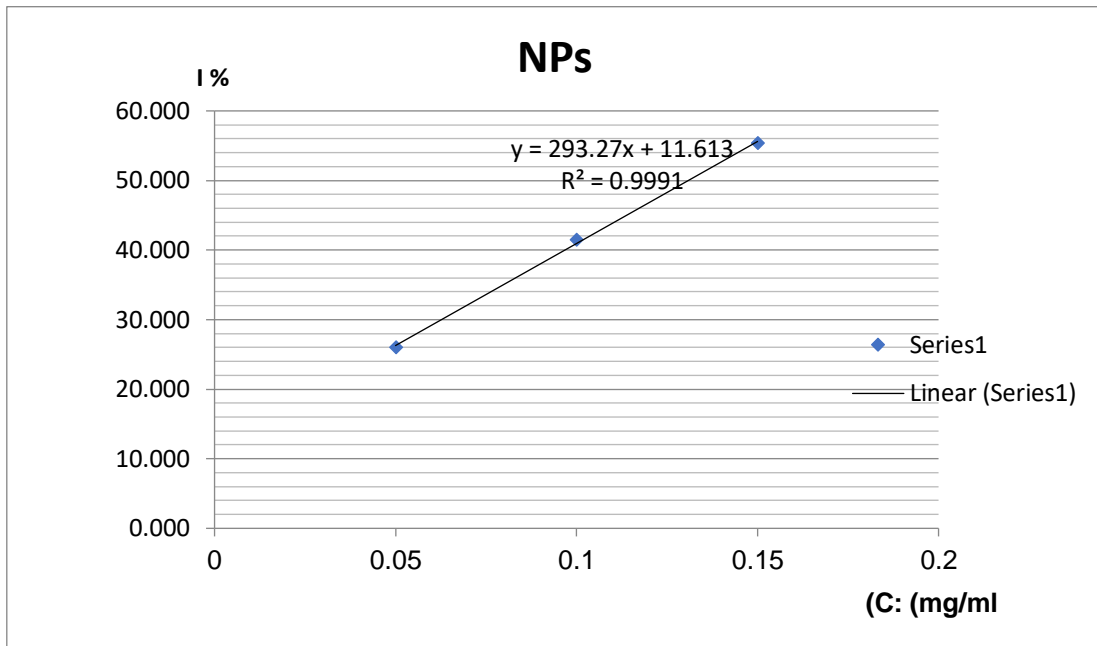


Figure 03 : Courbe représentant le pourcentage d’anti-hémolyse en fonction concentration de l’extrait NPs

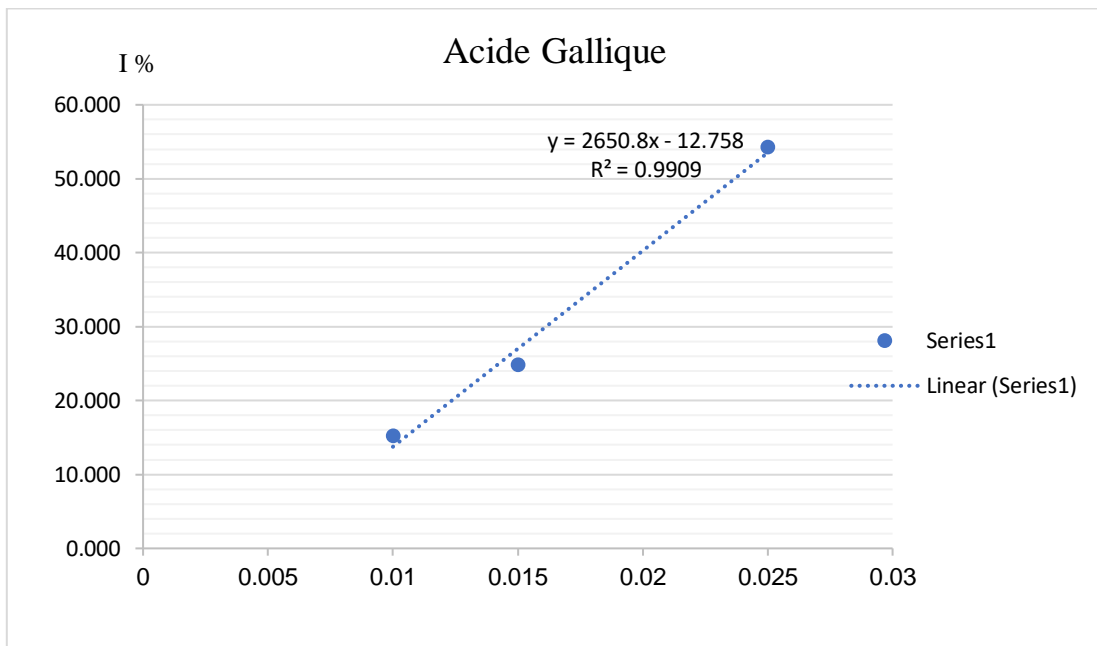


Figure 04 : Courbe représentant le pourcentage d’anti-hémolyse en fonction concentration d’acide gallique

Annexe n° 4 : Fonction de produit normalisée utilisée dans le calcul du SPF (Facteur de Protection Solaire).

EE × I (normalisé)	Longueur d'onde (λ nm)
0.0150	290
0.0817	295
0.2874	300
0.3278	305
0.1864	310
0.0839	315
0.0180	320
1	Total

(DUTRA *et al.*, 2004)