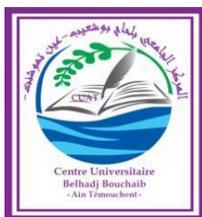

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE CENTRE UNIVERSITAIRE BELHADJ BOUCHAIB D'AÏN-
TEMOUCHENT



Institut des Sciences
Département de Sciences de la Matière
Filière : Chimie
Mémoire
Pour l'Obtention du Diplôme de Master
Spécialité Chimie Macromoléculaire
Thème :

Evaluation de l'activité antioxydante de quelques extraits de *zyzyphus lotus*

Présenté par :

Mme. DJAFER Asmaa
Mme. DERBAL Leila

Soutenu le **08/09/2020**

Devant le jury composé de :

Présidente :	Mme BAILICHE Zahra	(M.C.A) C.U.B.B.A.
Examineur :	Mr CHIKHI Ilyas	(M.C.A) C.U.B.B.A.
	Mr MEKHISSI Khaled	(M.C.B) C.U.B.B.A.
Encadrant:	Mme FEKIH Nadia	(M.C.B) C.U.B.B.A.

Table des matières

Remerciements	
Dédicaces	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	
Introduction.....	01

Première partie: Partie bibliographique.

Chapitre I : Les Plantes Médicinales Et Leurs Principes Actifs .

1-1 Définition	03
1-2 Historique	03
1-3 Classement des plantes médicinales	03
1-4 La période de récolte	04
1-5 Séchage et conservation des plantes médicinales	04
1-6 Des plantes à utiliser avec précaution	04
1-7 Principes actifs des plantes médicinales	04
1-7-1 Composés du métabolite primaire	05
1-7-2 Composés du métabolite secondaire	05
1-7-2-1 Composés phénoliques	05
1- Définition	05
2-Structure des poly phénols	06
3- Familles des poly phénols	06
3-1- Flavonoïdes	06
3-2- Tanins	07
3-2-1- Définition	07
3-2-2- Classification des tanins	07
4-Les principales classes des composés phénoliques	08
5-Le rôle des composés phénoliques	09
1-7-2-2 Huiles essentielles	10
1- Définition	10
2- Répartition des H.E	10
3- Composition chimique des huiles essentielles	10
4- Quelques propriétés des H.E	11
5- les domaines d'emplois des H.E	12
6- Quelles sont les vertus de l'H.E ?	12
7-Facteurs de variabilité des H.E	12
8- Les différentes méthodes d'extraction des H.E	13
8-1 Par distillation	13
8-2 Par enfleurage	14
9- Extraction au CO ₂ supercritique.....	14

Chapitre 2 : Etude Chimique & Biologique

2-1 Extraction sélective	15
2-1-1 Intérêt de l'extraction	15
2-1-2 Quelques techniques d'extraction	15
2-2 Activités antioxydant	18
2-2-1 Définition	18
2-2-2 Radicaux libres et stress oxydatif.....	18
2-2-3 Les antioxydants	19
2-2-4 Usages	20
2-2-5 Principaux composés naturels possédant des propriétés anti oxydantes	20
2-2-6Évaluation de l'efficacité antioxydante d'un additif	21
2-3 Méthode d'analyse	21
2-3-1 La méthode l'inhibition 2,2-Diphenyl-1-Picrylhydrazyl (DPPH)	21

Chapitre 03 : Etude Botanique de Zizyphus Lotus.

3-1 Présentation de Zizyphus Lotus	23
3-2 Descriptions botaniques	23
3-3 Situations géographiques en Algérie	24
3-4 Classifications	25
3-5 Composition biochimique du Zizyphus lotus	26
3-6 Utilisations pharmaco-thérapeutique	27

Deuxième partie : partie Expérimental

Chapitre 04 : Partie Expérimental Résultats & Discussions.

4- 1 Origine et période de récolte	28
4-1-1 Cueillette et période de cueillette	28
4-1-2 réparation des extraits à partir des fruits du Zizyphus lotus	28
4-1-3 Calcul de rendement.....	29
4-2Examens phytochimique	30
4-3 Le dosage des polyphénols	34
4-3-1 Protocole	34
4-4Extraction des huiles essentielles	36
4-4-1 Principe	36
4-5Activités biologiques du Zizyphus lotus	38
4-5-1 Activité antioxydant	38
4-5-2 Test de DPPH•	38
4-5-2-1 Principe	38
4-5-2-2 Mode opératoire	39
4-5-2-2-1 Détermination du pourcentage d'inhibition du DPPH	40
Conclusion.....	42
Références bibliographique	44
Résumé.....	

Remerciements

Je remercie dieu d'avoir donné à l'homme la faculté de raisonner et d'exploiter les variétés de l'univers.

*Je tiens à remercier tout particulièrement mon encadreur **Mme FEKIH NADIA** d'avoir accepté d'encadrer ce travail. Un grand merci pour les conseils précieux et l'orientation ficelée, la sympathie, la gentillesse, la confiance, la patience, et la disponibilité que vous avez manifestés à notre égard tout au long de notre travail. Merci madame*

*Nous remercions également **Mme BAILICHE ZOHRRA** Maître des conférences du Centre Universitaire de Ain Témouchent qui nous a fait l'honneur d'accepter de présider le jury de notre soutenance.*

*Nous remercions aussi Monsieur **CHIKHI ILIES** Maître de conférences au niveau du centre universitaire d'Ain Témouchent, qui a bien voulu nous faire l'honneur de juger ce travail.*

*Ma gratitude va également à Monsieur **MEKHISSI Khaled**, Maître de Conférences au Centre Universitaire d'Ain Témouchent pour avoir aimablement accepté de participer à ce jury.*

*J'adresse mes vifs remerciements à Monsieur le Professeur **GHALEM Saïd**, directeur de Laboratoire des Substances Naturelles & Bioactives (LASNABIO) ainsi Monsieur le Professeur **ALLALAI Hocine** qui m'ont accueillie et donner l'accès au laboratoire pour réaliser ce travail.*

Je remercie également tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

À mes très chers parents, qui m'ont soutenu tout au long de

Ces années, avec leurs amours, et que

Dieu leurs offres une bonne santé et longue vie

*À mon mari pour sa sympathie chaleureuse, son appui
inestimable*

À mes très chères sœurs Sarah et Sarah et Amira

À mes nièces adorables Fatiha et Darine et mon neveu Ayane

À mon beau-frère Othmane.

*À ma belle-mère et mon beau père pour leurs encouragements
qu'ils m'ont apportés,*

À ma chère amie Fatima Zohra.

À toute la famille Djafer et Yayaoui

À tous mes très chères amies et pour tous ceux qui m'aiment.

Asmaa

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

À mes très chers parents, qui m'ont soutenu tout au long de

Ces années, avec leurs amours, et que

Dieu leurs offres une bonne santé et longue vie

*À mon mari pour sa sympathie chaleureuse, son appui
inestimable*

À ma fille adoré Assinet

À mes très chères soeurs Fatima, Achwek et Ritedj

À mes nièces adorables Wissem et Alaa

*À ma belle-mère pour leurs encouragements qu'elle m'a apportée,
mes belles soeurs et mes beaux frères*

À mes très chères Fatima, Wissem, Zohra.

À ma chère amie Fatima Zohra .

À toute la famille Derbal et Hadj safi

À tous mes très chères amies et pour tous ceux qui m'aiment.

leila

Liste des figures :

Figure 01 : Structure 2-phénolchromane, squelette carboné des flavonoïdes.	06
Figure 02 : Structure des tanins hydrolysables.	07
Figure 03 : Structure des tanins condensés.	08
Figure 04 : Exemple des composés mono terpéniques rencontrés dans une H.E.	11
Figure 05 : Exemple des composants aromatiques rencontrés dans H .E.	11
Figure 06 : Montage Clevenger.	13
Figure 07 : Entraînement à la vapeur.	14
Figure 08 : Enfleurage de pétales de rose.	17
Figure 09 : Montage d'entraînement à la vapeur ou hydrodistillation.	17
Figure 10 : montage de pressage de fruit frais.	17
Figure 11 :montage de filtration.	17
Figure 12 : Extraction par solvant	17
Figure 13 : Acide ascorbique (vitamine C).	20
Figure 14 : Vitamine E.	20
Figure15 : β -carotène	20
Figure 16 : Réaction de test DPPH (2,2 Diphenyl-1-picryl hydrazyl).	22
Figure 17 : Structure chimique du radical libre DPPH• (2,2DiPhenyl-1-Picryl-Hydrazyl).	22
Figure 18 : Arbrisseau de <i>Zizyphus Lotus</i> .	24
Figure 19 : Feuilles de <i>Zizyphus Lotus</i>	24
Figure 20 : Fleurs de <i>Zizyphus Lotus</i> .	24
Figure 21 : Fruits de <i>Zizyphus Lotus</i>	24
Figure 22 : Branches de <i>Zizyphus Lotus</i>	24
Figure 23 : Situations géographiques de <i>Z.L</i> en Algérie.	25
Figure 24 : Montage à reflux pour la préparation des extraits.	28
Figure 25 : Filtration et évaporation des extraits.	29
Figure 26 : Exemple de coloration obtenu pour l'un des extraits.	32
Figure 27 : Courbe d'étalonnage d'acide gallique.	35
Figure 28 : l'incubation d'acide gallique à concentrations différentes.	36
Figure 29 : Montage d'hydrodistillation	37
Figure 30 : Séparation des huiles essentielles.	37
Figure 31 : Changement de couleur après l'incubation	40

Figure 32: Variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration d'acide ascorbique.	41
Figure 33: Variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'extrait ethanolique	41
Figure 34: Variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'extrait de dichlorométhane	41
Figure 35: Variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'extrait aqueux	41

Liste des tableaux :

Tableau 01 : Classe des composés phénolique	09
Tableau 02 : Définitions des parties de <i>Zizyphus Lotus</i>	23
Tableau 03 : Classification de <i>Zizyphus Lotus</i>	25
Tableau 04 : Teneur de la pulpe du jujubier frais en métabolite primaire.	26
Tableau 05 : Composition en métabolites secondaires des différents organes du <i>Z.L.</i>	27
Tableau 06 : Résultats des rendements des différents extraits	30
Tableau 07 : Epuisement au dichlorométhane, éthanol et l'eau.	33
Tableau 08 : Résultats des huiles essentielles.	37

Liste des histogrammes

Histogramme 01 : Rendements des différents extraits.	30
Histogramme 02 : Teneurs des polyphénols totaux.des différents extraits.	35
Histogramme 03 : IC50 des extraits et d'huile essentielle et de vitamine C.	42

Liste des abréviations

A : absorbance

A.A : acide ascorbique

AG : acide gallique

°C : degré Celsius

C : concentration

C1 : la concentration d'acide gallique (mg/ml)

C : la teneur en poly phénols totaux

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

CPG /SM : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse

DMSO : Diméthyl sulfoxide

DPPH° : 2, 2-Diphényl-1-picrylhydrazyle

E.E : extrait éthanolique

E.D : extrait de dichlorométhane

ES : extrait sec

ET al : autres auteurs

FRAP: Capacités réductrices ferriques d'antioxydants (*Ferric reducing/antioxidant power*)

g : Gramme

H : Heure

H.E : Huile essentielle

IC50 : Concentration d'inhibition de 50% des radicaux libres

Ir : Indice de rétention

L : litre

min : minute

ml : Millilitre

m : la masse (ml)

M : la masse de la charge végétale

MS : matière sèche

nm : nanomètre

pH : potentiel hydrogène

R_{dt} : Rendement

RMN : Résonance magnétique nucléaire

SM : Spectrométrie de masse

T : température

UV: ultraviolet

V : volume

Z.L : zizyphus lotus

% : Pourcentage

μl: Microlitre

Introduction

Générale

Les plantes qui nous entourent ne font pas seulement partie du paysage ou de décor.

Par contre, elles nous sauvent notre vie, grâce à leur richesse de ce qu'on appelle le métabolisme secondaire.

Depuis des milliers d'années, les plantes médicinales constituent un patrimoine précieux pour l'humanité et plus particulièrement pour la majorité des communautés démunies des pays en voie de développement qui en dépendent pour assurer leurs soins de santé primaires et leurs subsistances. Elles utilisent la plupart des espèces végétales, tant ligneuses qu'herbacées, comme médicaments. Une croyance bien répandue est que toute plante soigne¹.

A l'heure actuelle, les plantes sont représentés près de 60% des médicaments², elles sont utilisées largement en Afrique dans la médecine traditionnelle. Elles sont considérées comme source de matière première essentielle pour la découverte de nouvelles substances³. Elles sont environ 170 000 molécules bioactives nécessaires à la mise au point de futurs médicaments⁴. Il y a eu peu d'efforts consacrés au développement des agents thérapeutiques de ces plantes, à cause la nature hétérogène d'une biodiversité immense du continent africain en général et de l'Algérie en particulier.

La plante que nous avons retenue est une dicotylédone *Zizyphus lotus* appelée localement *Sedra* appartient à la famille des Rhamnacées. Le choix de cette plante a été guidé d'une part par les indications d'usage traditionnel, et d'autre part par le fait que *Zizyphus lotus* a peu d'informations du profil chimique en Algérie. Cette plante est connue pour ses propriétés anti-inflammatoires, anti-hypertensives, et antidiabétiques, elle est employée en médecine populaire, afin de soigner : les diarrhées ; les douleurs du rhumatisme: les irritations de gorge et de broncho-pulmonaire. Le but de notre travail est l'étude chimique et biologique de *Zizyphus lotus*.

Le manuscrit comporte deux parties principales. La première partie est consacrée à une synthèse bibliographique mettant l'accent sur deux chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique des plantes médicinales et leurs principes actifs.
- Le deuxième chapitre a trait aux études botanique et chimique détaillée sur la plante étudiée.

Dans la deuxième partie de ce travail, nous avons présenté en détail les résultats obtenus, les protocoles expérimentaux et les techniques de caractérisation. A suivre enfin, une conclusion générale qui résume l'ensemble des résultats obtenus.

Ce travail a été réalisé au sein du :

- ✚ Laboratoire des Substances Naturelles et Bioactives (**LASNABIO**) - Département de Chimie, Faculté des Sciences, Université Abou-Bekr-Belkaïd, Tlemcen.
- ✚ Laboratoire de chimie organique, département de chimie, Université Belhadj Bouchaïb, Ain Témouchent.

Chapitre 01

Chapitre 1 : Les Plantes Médicinales Et Leurs Principes Actifs

1-1- Définition :

Aujourd'hui, la phytothérapie revient au premier plan car les plantes médicinales possèdent des propriétés médicamenteuses⁵ qui représentent une source inépuisable des substances et composés naturels bioactifs.

1-2- Historique :

Le Papyrus Ebers, du XVI^e siècle est le premier recueil connu consacré aux plantes médicinales⁶ La phytothérapie - Son histoire - Fiches santé et conseils médicaux. À la fin du XIX^e siècle, l'utilisation des plantes médicinales a connu un rapide déclin en occident avec l'avènement de la médecine scientifique et l'apparition des médicaments modernes. Comme, ils ont trouvé la trace de l'utilisation des plantes 5 000 ans en Chine, en Mésopotamie et en Égypte.

1-3- Classement des plantes médicinales :

Le classement sera selon les effets thérapeutiques des plantes médicinales dont, on distingue plusieurs catégories :

- | | |
|-----------------------|----------------------------|
| ➤ Antibactérien. | Calmant. |
| ➤ Amincissant. | Compléments nutritionnels. |
| ➤ Antidépresseur. | Dépuratif. |
| ➤ Anti inflammatoire. | Désintoxiquant. |
| ➤ Antioxydant. | Diurétique. |
| ➤ Antiseptique. | Hypnotique. |
| ➤ Antirhumatismal. | Laxatif. |
| ➤ Antispasmodique. | Narcotique. |
| ➤ Antistress. | Relaxant. |
| ➤ Anxiolytique. | Sédatif. |
| ➤ Apéritif. | Somnifère. |
| ➤ Aphrodisiaque. | Stimulant. |
| ➤ Astringent | Tonique. |

1-4 La période de récolte :

Selon le type et la partie de la plante récoltée on peut la récolter à tous moments (en été, hiver, printemps, l'automne, et dans certains cas, tous au long de l'année) mais, avec le choix d'un temps sec, sans rosée matinale et non orageux pour effectuer la récolte.

1-5 Séchage et conservation des plantes médicinales :

Le séchage est une technique très ancienne qui consiste à déshydrater le végétal, elle est **importantes dans le processus de production et de commercialisation des plantes aromatiques et médicinales. Cette opération** doit respecter certaines conditions :

* la température reste stable et relativement chaude (comprise entre 30 et 40°C).

* l'humidité relative de l'air soit minimale.

*séparation et l'étalement des parties des plantes sur des papiers propres.

Après la réussite de séchage on peut stocker la plante séchée dans des boîtes sèches, ou dans des sacs en papier et non en plastique. Cette dernière permet la conservation des principes actifs de la plante et sa protection contre toute dépréciation ou pourriture⁷.

1-6 Des plantes à utiliser avec précaution :

Certaines plantes contiennent des principes actifs qui peuvent être extrêmement puissants, d'autres sont toxiques à faible dose. Ils ont estimé que 5 % des intoxications recensées en France sont dues aux plantes, parfois par des préparations phytothérapeutiques⁸.

C'est pour ça il doit être utilisées avec précaution.

1-7 Principes actifs des plantes médicinales^{9,10}:

Ce sont un ensemble des molécules actives émane d'un être vivant, complexe et sensible, ces composés chimiques donnent à la plante toutes ses propriétés thérapeutiques capable de prévenir et soulager les maladies. Elles appartiennent à des groupes chimiques variés, nous citons : les terpènes, les stérols, les alcaloïdes les polyphénols et les saponosides. Il existe aussi des métabolites primaires qui fournit les molécules de base tels

que : les protéines, sucre, l'eau, lipide, sel.....etc. ces métabolites produits en quantités élevées par les plantes.

1-7-1 Composés du métabolite primaire :

Le métabolisme primaire regroupe toutes les voies de synthèse de composés indispensables à la croissance et au développement de la plante. Le métabolite primaire qui en provient a donc un rôle clé et bien établi chez tous les végétaux (acides aminés et protéines, acides gras, sucres et polysaccharides...) ¹¹. Il est également désigné par métabolite central, qui prend même le sens plus restrictif de métabolite présent dans tous les organismes ou cellules en croissance autonome.

1-7-2 Composés du métabolite secondaire :

Ils appartiennent à des groupes chimiques variés (alcaloïdes, terpènes, composés phénoliques...) qui sont très inégalement répartis chez les végétaux mais dont le niveau d'accumulation peut quelquefois atteindre des valeurs élevées¹⁰. Ils interviennent dans l'adaptation de la plante à son environnement¹¹.

1-7-2-1 Composés phénoliques :

1- Définition :

Les composés phénoliques (ou poly phénols) regroupent plusieurs milliers de molécules caractérisées chez les végétaux. Ils possèdent tous un ou plusieurs cycles benzéniques portant une ou plusieurs fonctions hydroxyles (OH-) ¹¹.

Ce sont des composés naturels largement répandus dans le règne végétal qui ont une importance croissante notamment grâce à leurs effets bénéfiques sur la santé. Leur rôle d'antioxydants naturels suscite de plus en plus d'intérêt pour la prévention et le traitement du cancer, des maladies inflammatoires et cardiovasculaires ¹², ils sont également utilisés comme additifs en industrie agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique ¹³

Des recherches scientifiques ont été développées pour l'extraction, l'identification et la quantification de ces composés à partir des différentes sources telles que les cultures agricoles et horticoles ou les plantes médicinales.

2- Structure des poly phénols :

La structure de poly phénol varié de molécule simple comme les acides phénoliques à des composés hautement polymérisé comme les pro-antocyanides.

3- Familles des poly phénols :

Les poly phénols contiennent 8000 composés connus exclusivement synthétisés dans le règne végétal, on y retrouve :

3-1- Flavonoïdes :

Ils sont des métabolites secondaires des plantes, partageant tous une même structure de base formée par deux cycles aromatiques reliés par trois carbones : C₆-C₃-C₆, chaîne souvent fermée en un hétérocycle oxygéné hexa- ou pentagonal¹⁴.

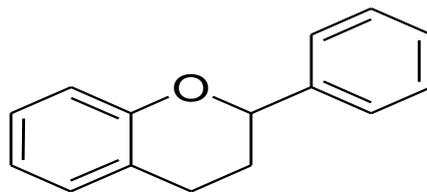


Figure 01 : Structure 2-phénylchromane, squelette carboné des flavonoïdes.

Les flavonoïdes sont largement distribués dans le règne végétal où ils sont présents le plus souvent sous la forme soluble d'hétérosides.

Les flavonoïdes sont des pigments responsables de la coloration des fleurs et des fruits. Ils couvrent une large gamme de couleurs allant du rouge à l'ultraviolet en passant par le jaune. Leur couleur dépend de leur structure mais aussi de l'acidité du milieu. Ils améliorent la fonction endothéliale, inhibent l'oxydation des lipoprotéines de basse densité, diminuent la pression artérielle et améliorent la dyslipidémie¹⁵.

3-2- Tanins :

3-2-1- Définition :

Ce sont des composés phénoliques hydrosolubles ayant une masse moléculaire comprise entre 500 et 3000 qui présentent à côté des réactions classiques des phénols, la propriété de précipiter les alcaloïdes, la gélatine et d'autres protéines¹⁶.

Les tanins sont très répandus dans le règne végétal, ils se localisent dans divers organes: racine ou rhizome, écorce, feuilles, fleurs, fruit, graines¹⁷.

3-2-2- Classification des tanins :

On distingue deux groupes de tanins différents par leur structure aussi bien que par leur origine biogénétique :

a- Tanins hydrolysables :

Ce sont des oligo- ou des polyesters d'un sucre (ou d'un polyol apparenté) et d'un nombre variable de molécule d'acide phénol (acide gallique ou ellagique)¹⁶.

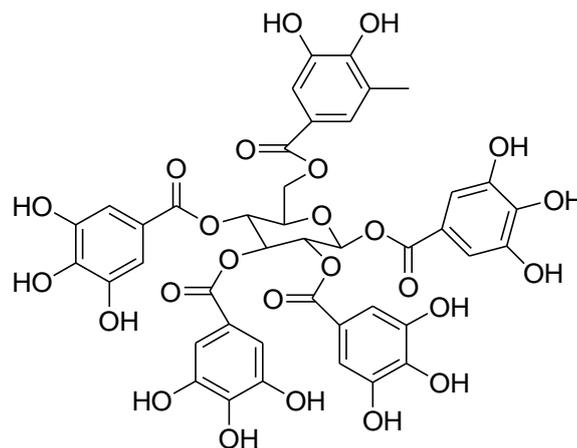


Figure 02 : Structure des tanins hydrolysables.

Les tanins hydrolysables sont hydrolysés par des acides faibles ou des bases faibles pour produire des glucides et des acides phénoliques.

b- Tanins condensés :

Ils sont formés de 2 à plusieurs unités de **flavan-3-ols** (catéchol ou épi catéchol) et/ou de **flavan- 3,4-diols** (proanthocyanidol) liés entre elles par des liaisons C-C, le plus souvent C4 - C8 ou rarement C4-C6¹⁷. Ils diffèrent des tanins hydrolysables par :

- Une structure voisine à celle des flavonoïdes.
- Absence de partie osidique.
- Non hydrolysables, en milieu acide fort et à chaud ils se polymérisent en donnant des précipités insolubles rouges bruns appelés **phlobaphènes**.

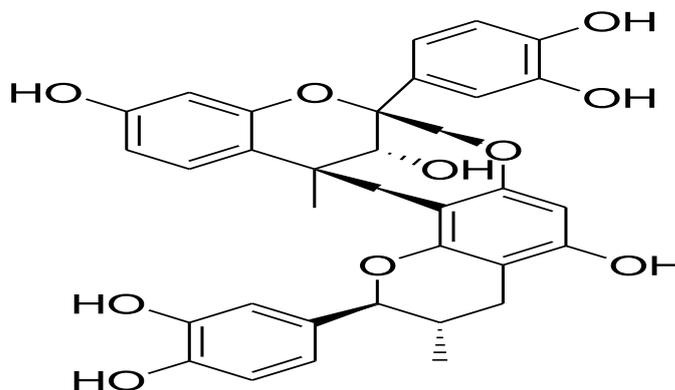


Figure 03 : Structure des tanins condensés.

4- Les principales classes des composés phénoliques :

Selon la complexité du squelette carboné, le degré de modification de ce squelette (méthylation, hydroxylation...) et les liaisons possibles avec d'autres molécules (lipides, protéines, autres métabolites) on peut regrouper les composés phénoliques en plusieurs classes :

Tableau 01: Classes des composés phénoliques.

Squelette carboné	Nom du groupe
C6	Phénols simples
C6-C1	Acides hydrox benzoïques
C6-c3	Acides phénoliques
C6-c4	Naphtoquinones
C6-c2-c6	Stilbènes
C6-c3-c6	Flavonoïdes
(C6-c3)2	Lignanes
(c6-c3) n	Lignines
(c15) n	tannins

5- Le rôle des composés phénoliques :

Il est maintenant reconnu dans différents aspects de la vie de la plante et dans l'utilisation que fait l'homme des végétaux. Ils peuvent en effet intervenir :

- Dans certains aspects de la physiologie de la plante (lignification, régulation de la croissance, interactions moléculaires avec certains microorganismes symbiotiques ou parasites...).
- Dans les interactions des plantes avec leur environnement biologique et physique, soit directement dans la nature soit lors de la conservation après récolte de certains végétaux.
- Dans les critères de qualité (couleur, astringence, amertume, qualités nutritionnelles...) qui orientent les choix de l'homme dans sa consommation des organes végétaux et des produits qui en dérivent par transformation.

1-7-2 Huiles essentielles :**1- Définition :**

On appelle huile essentielle, ou parfois essence végétale, le liquide concentré et hydrophobe¹⁸. Ils s'accablent dans les divers organes de la plante : péricarpe des fruits, feuilles, pétales des fleurs¹⁹. Elles sont utilisées en médecine traditionnelle pour leurs activités antiseptiques²⁰. Les normes AFNOR et ISO ont donné la définition suivante : « ce sont des produits généralement odorants obtenus soit par entraînement à la vapeur d'eau de végétaux ou de parties de végétaux, soit par expression du péricarpe frais de certains citrus »²¹.

2- Répartition des H.E :

Les H.E n'existent que chez les végétaux. Elles peuvent être stockées dans tous les organes de la plante^{22, 23-24}, par exemples :

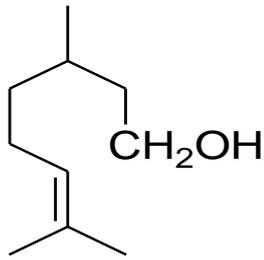
- **Fleurs** : oranger, rose, lavande, le bouton floral (girofle)....
- **Feuilles** : eucalyptus, menthe, thym, laurier, sarriette, sauge....
- **Fruits** : fenouil, anis, épicarpe des Citrus...
- **Tiges** : citronnelles...
- **Rhizomes et racines** : gingembre, vétiver, iris...
- **Graines** : noix de muscade, coriandre....
- **Bois et écorces** : cannelle, santal, bois de rose....

Si tous les organes d'une même espèce peuvent renfermer une huiles essentielles, la composition de cette dernière peut varier selon sa localisation²⁵.

3- Composition chimique des huiles essentielles :

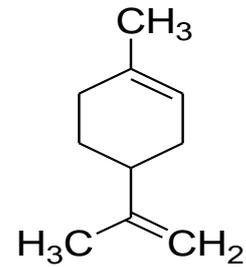
Les H.E sont des mélanges complexes et éminemment variables de constituants qui appartiennent de façon quasi exclusive, à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes : groupe des terpénoïdes d'une part et celui des composés aromatiques dérivés de phénylpropane d'autre part, beaucoup moins fréquents²⁵.

- Groupe des terpénoïdes :



Citronellol

Monoterpénoïde acyclique

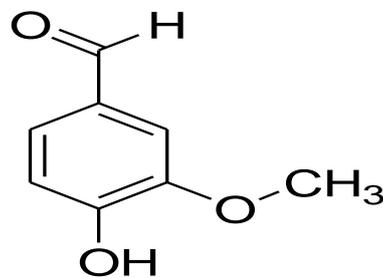


Limonène

Monoterpénoïde monocyclique

Figure 04 : Exemple des composés mono terpéniques rencontrés dans une H.E.

- Groupe des composants aromatiques :



La vanilline.

Figure 05 : Exemple des composants aromatiques rencontrés dans H.E.

4- Quelques propriétés des H.E :

- Analgésique (soulage la douleur par une action sédatrice sur les nerfs).
- Antibiotique (lutte contre les infections internes).
- Antidépresseur (lutte contre les états dépressifs).
- Anti-inflammatoire (réduit les inflammations).

- Antispasmodique (prévient et soigne les douleurs spasmodiques de l'intestin et de l'utérus).
- Antitoxique (agit comme un antipoison).
- Stimulant (augmente l'énergie et accélère les sécrétions glandulaires libération d'adrénaline).
- Cicatrisant (accélère et améliore la cicatrisation).
- Déodorant (réduit les odeurs).
- Dépuratif (purifie le sang)²⁶.

5- les domaines d'emplois des H.E :

Les huiles essentielles sont partout : dans nos cosmétiques, pharmacie²⁶ et dans notre cuisine, elles sont connues pour leurs bienfaits sur notre corps et notre esprit. Les H.E sont très utilisées, elles commercialisées dans le monde sont destinées à quatre grands secteurs industriels : parfumerie cosmétique, parfumerie technique, alimentation et médecine (douce et pharmaceutique), l'industrie alimentaire utilise les huiles essentielles pour rehausser le goût, aromatiser et colorer les aliments, elles sont utilisé comme agent naturel de conservation des aliments²⁵.

6- Quelles sont les vertus de l'H.E ? :

Elle est utile en cas de digestion difficile, de troubles gastro-intestinaux, de diarrhées, de colites, de crampes intestinales et de règles douloureuses. Les propriétés de cette huile essentielle sont stimulantes pour les glandes salivaires et la vésicule biliaire. Elle est indispensable. Elle agit à la fois sur la peau (brûlures, coups de soleil, eczéma...), pour réduire l'hypertension artérielle, les palpitations, les spasmes abdominaux et douleurs musculaires, ou pour soulager les règles douloureuses.

7- Facteurs de variabilité des H.E:

La composition chimique de l'huile essentielle de certaines plantes peut varier à l'intérieur d'une même espèce, ces variétés chimiques sont communément appelées chémotypes. Le mot chémotype est dérivé de chimio type ou chimio variété. Cette variation peut être due à des nombreux facteurs, dont nous citons les plus importants :

- Origine botanique.
- L'organe producteur.
- Origine géographique.
- Conservation des plantes.
- Le mode d'extraction²⁷.

8- Les différentes méthodes d'extraction des H.E :

Il existe plusieurs méthodes pour extraire les H.E. Le choix de la méthode la mieux adaptée se fait en fonction de la nature de la matière végétale à traiter, des caractéristiques physico-chimiques de l'essence à extraire, de l'usage de l'extrait et l'arôme du départ au cours de l'extraction²⁸.

8-1- Par distillation :

Il s'agit deux méthodes sont décrit ci-dessous :

-La méthode de Moritz : c'est une technique dite hydro distillation. Leur principe correspond à une distillation hétérogène. Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un bain d'eau. L'ensemble est ensuite porté à ébullition généralement à pression atmosphérique. La chaleur permet l'éclatement et la libération des molécules odorantes contenues dans les cellules végétales²⁹. L'hydro distillation peut s'effectuer sans ou avec retour d'eau dans le ballon. Ce recyclage est dit cohobage et le système conçu pour l'opération est appelé Clevenger²⁷.

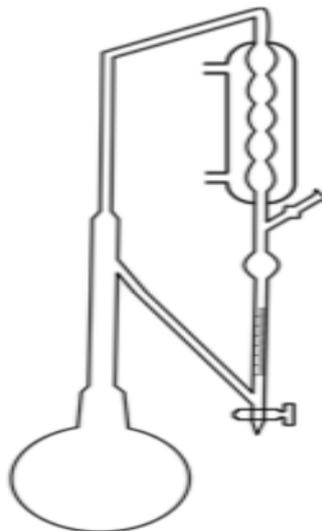


Figure 06 : Montage Clevenger.

-La méthode de Parnas-Wagner: dans la distillation à vapeur saturée, la matière végétale est placée sur une grille perforée au-dessus de la base de l'alambic et n'est pas en contact avec l'eau. Les principes volatils sont entraînés par les vapeurs d'eau puis refroidis et enfin séparés de la phase par décantation³⁰⁻³¹.

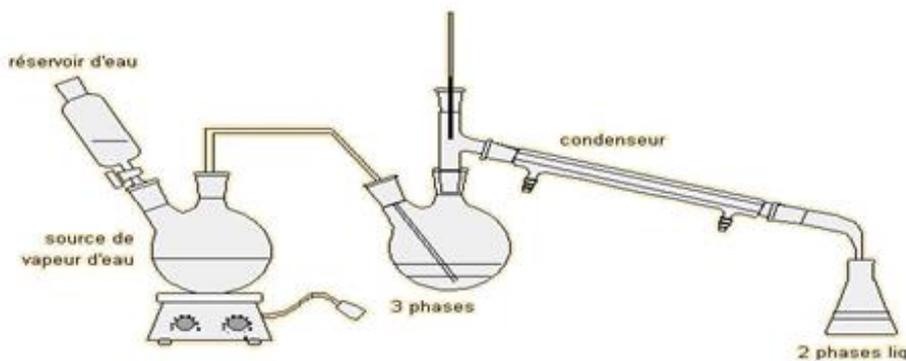


Figure 07 : Entraînement à la vapeur.

8-2- Par enfleurage :

C'est une technique d'extraction par les corps gras est utilisée en fleurage dans le traitement des parties fragiles de plantes telles que les fleurs, qui sont très sensibles à l'action de la température. Leur principe consiste à mettre les fleurs en contact d'un corps gras pour le saturer en essence végétale³².

9- Extraction au CO₂ supercritique

Dans cette technique, un courant de CO₂ à forte pression fait éclater les poches à essence, et entraîne les H.E qui seront, ensuite, récupérées²⁷.

- La comparaison de différentes méthodes d'extraction des huiles essentielles a conduit à conclure à la nécessité d'utiliser un solvant de polarité élevée en vue d'augmenter le rendement en huile³³.

Chapitre 02

Chapitre 2 : Etude Chimique & Biologique.

2-1 Extraction sélective :

C'est une technique de séparation en génie chimique utilisée pour isoler une espèce chimique d'un produit, d'un milieu solide ou liquide, sur la base de propriétés chimiques ou physiques.

L'extraction consiste à transférer un composé d'une phase à une autre:

- D'une phase liquide à une autre phase liquide.
- D'une phase solide à une phase liquide.

2-1-1 Intérêt de l'extraction :

C'est une opération qui consiste à séparer certains composés d'un organisme (animal ou végétal) selon diverses techniques³⁴. Ainsi, la découverte de nouveaux médicaments peut passer par l'étude de ces substances naturelles et si une molécule se trouve être performante dans un domaine précis, elle pourra faire l'objet d'une commercialisation sous forme de médicament.

2-1-2 Quelques techniques d'extraction :

La filtration

Procédé de séparation permettant de séparer les constituants d'un mélange qui possède une phase liquide et une phase solide au travers d'un milieu poreux.

Le pressage

Consiste à exercer une pression sur une orange pour obtenir le jus, ou à écraser des fleurs pour extraire les arômes.

L'enfleurage

Il consiste à extraire naturellement le parfum des fleurs grâce à l'absorption effectuée par les corps gras. Il existe deux type de l'enfleurage : à chaud et à froid selon la résistance de des fleurs à la chaleur³⁴

La décoction

La décoction est une méthode d'extraction des principes actifs et des atomes d'une préparation généralement végétale par dissolution dans l'eau bouillante.

L'infusion

Elle est une méthode d'extraction des principes actifs et des atomes d'un végétal par dissolution dans un liquide initialement bouillant que l'on laisse refroidir.

La macération

Elle est un procédé qui consiste à laisser séjourner un solide dans un liquide froid pour en extraire les composés solubles, ou bien pour qu'il absorbe ce liquide afin d'en obtenir le parfum ou la saveur pour le conserver ou pour qu'il s'y décompose.

L'extraction par solvant

C'est un procédé qui permet d'extraire des composés qui ne peuvent pas l'être avec de l'eau.

Dans cette méthode, les plantes sont mélangées à un solvant organique dans des récipients des tailles et de forme variables. Même principe que la décoction sauf qu'on utilise des solvants organiques issus du pétrole.

L'entraînement à la vapeur ou l'hydrodistillation

Consiste à distiller un composé par entraînement à la vapeur d'eau, utilisée pour extraire les parfums des plantes.



Figure 08: Enfleurage de pétales de rose.

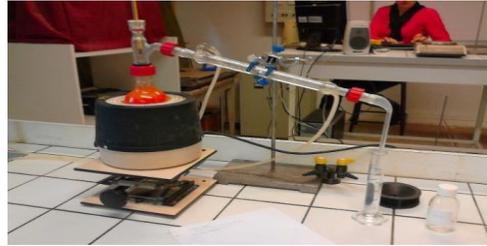


Figure 09: Montage d'entraînement à la vapeur ou hydro distillation.



Figure 10: montage de pressage de fruit frais.

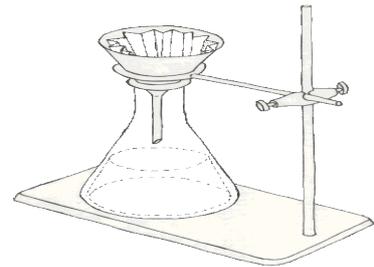


Figure 11: montage de filtration.

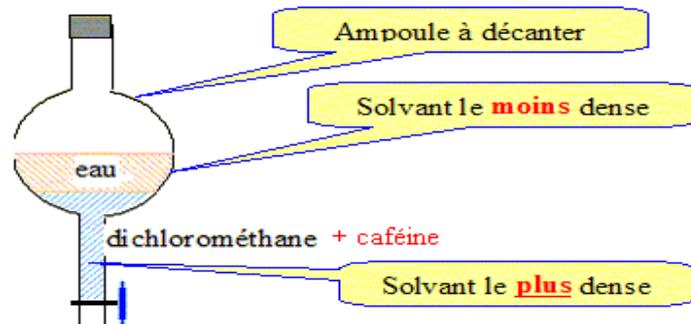


Figure 12: L'extraction par solvant.

2-2 Activités antioxydant :

2-2-1 Définition :

Le terme antioxydant est un agent qui utilisé à l'origine pour désigner les substances chimiques qui empêchent ou ralentissent l'oxydation en neutralisation des radicaux libres. Au début du XX^e siècle les propriétés des antioxydants ont été largement étudiées pour leur utilisation dans les procédés industriels afin de réduire par exemple la corrosion des métaux et la polymérisation des carburants dans les moteurs à explosion³⁵.

Il a un rôle bénéfique pour la santé grâce à la protection contre les vieillissements, réduisent les risques de cancers et de maladies cardio-vasculaires.

2-2-2 Radicaux libres et stress oxydatif :

Les radicaux libres sont produits en permanence par l'organisme, à partir d'oxygène dans la cellule, notamment au niveau de la mitochondrie, dans la chaîne respiratoire. Ils sont des atomes ou des molécules qui portent sur leur couche électronique périphérique un ou plusieurs électrons non appariés, c'est-à-dire non couplés à un électron de spin opposé. Cela entraîne une très haute réactivité chimique avec les éléments voisins.

Le stress oxydant est impliqué dans de très nombreuses maladies comme facteur déclenchant ou associé à des complications. La plupart des maladies induites par le stress oxydant apparaissent avec l'âge car le vieillissement diminue les défenses anti oxydantes et augmente la multiplication mitochondriale de radicaux. Le stress oxydant est la principale cause initiale de plusieurs maladies. C'est le facteur potentialisant l'apparition des maladies plurifactorielles telles que le diabète, la maladie d'Alzheimer, les rhumatismes et les maladies cardiovasculaires. Vu la diversité et la gravité des maladies qu'induit le stress oxydant, plusieurs équipes de chercheurs se sont investis dans la recherche de nouveaux antioxydants en vu de lutter contre le stress oxydant et ses pathologies associées³⁶.

2-2-3 Les antioxydants :

Ce sont par définition des espèces chimiques plus ou moins complexes diminuant le stress oxydant au sein de l'organisme. Quelques types des antioxydants :

✓ La vitamine E :

La vitamine E est une vitamine liposoluble présente en grande quantité dans les huiles végétales. Elle est en réalité formée de huit composés chimiques différents regroupés en deux sous-ensembles en fonction de la présence de groupements de substitution et de doubles liaisons.

✓ La vitamine C :

L'acide L-ascorbique ou vitamine C est considéré comme le plus important antioxydant dans les fluides extracellulaires, elle est une molécule hydrophile que l'on retrouve dans de nombreux fruits comme les oranges, les citrons, les fraises, les légumes, le chou et le poivron.

✓ La vitamine A :

La vitamine A est une vitamine liposoluble que l'on retrouve en grande quantité dans l'organisme surtout au niveau du foie, son lieu de stockage principal. On distingue deux groupes, à savoir les rétinoïdes (rétinol, trétinoïne...) et les provitamines A (principalement les α - et β - carotènes).

✓ Les oligo-éléments :

Ils se définissent comme une classe de nutriments nécessaires, en quantité très faible, à la vie d'un organisme. Ils interviennent comme cofacteurs d'enzymes indispensables dans la lutte contre les radicaux libres, comme le sélénium, le zinc, cuivre, les poly phénols et les caroténoïdes...

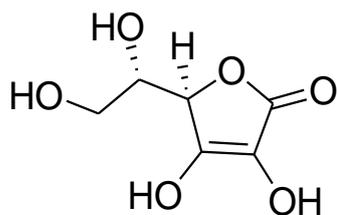


Figure 13: Acide ascorbique (vitamine C).

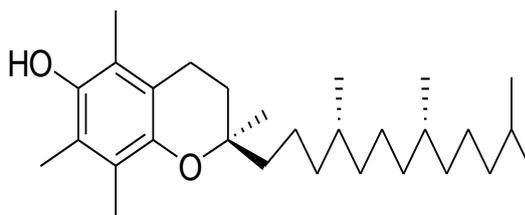
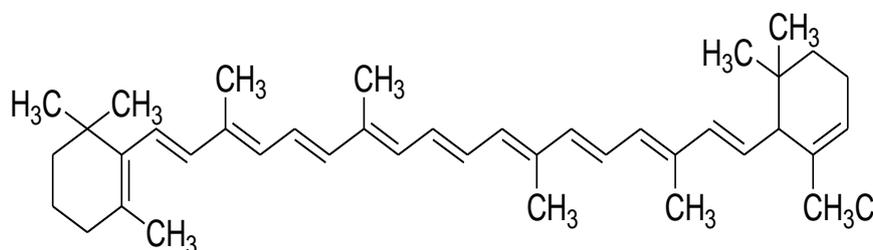


Figure 14: Vitamine E.

Figure15 : β -carotène.

2-2-4 Usages :

- Dans l'industrie chimique : par exemple pour éviter le durcissement du caoutchouc ou en métallurgie, pour protéger les métaux de l'oxydation.
- Dans l'industrie agroalimentaire : par exemple pour éviter le rancissement des corps gras.
- En teinturerie : par exemple pour éviter l'oxydation des colorants au soufre ou des colorants de cuve lors de la teinture.

2-2-5 Principaux composés naturels possédant des propriétés anti oxydantes :

La vitamine E est abondante dans les germes de blé, les légumes verts, les corps gras. Les flavones et flavonoïdes sont retrouvées dans les fruits, le vin, le thé. Les caroténoïdes sont présents dans les carottes, les fruits rouges et jaunes, les légumes verts (β -carotène), les

tomates (lycopène). La vitamine C est abondante dans les agrumes, les fruits rouges, les pommes de primeur, les brocolis.

2-2-6 Évaluation de l'efficacité antioxydante d'un additif :

La mesure du potentiel antioxydant et le suivi des processus d'oxydation sont abordés globalement en déterminant des produits résultant de l'oxydation ou en évaluant l'aptitude à piéger des radicaux de modèles réactionnels. Le premier mode, plus ancien, nécessite une connaissance préalable des composés issus de l'oxydation. En effet ces méthodes recherchent certains groupements fonctionnels (aldéhydes, cétones, dicarbonylés...) dans les dérivés des constituants d'origine. Le second relie la quantité de radicaux piégés à celle d'antioxydant utilisé³⁷.

2-3 Méthode d'analyse :

L'activité antioxydant ne doit pas être conclue sur la base d'un seul modèle de test antioxydant. Et en pratique, plusieurs essais in vitro procédures sont menés pour évaluer les activités antioxydants avec les échantillons d'intérêt.

2-3-1 La méthode l'inhibition 2,2-Diphenyl-1-Picrylhydrazyl (DPPH) :

Elle permet de mesurer le pouvoir anti radicalaire de molécules pures ou d'extraits végétaux dans un système modèle (solvant organique, température ambiante)³⁸.

Le test au radical DPPH est généralement utilisé pour les composés, qui contiennent les groupements donneurs d'hydrogène, comme R₂-NH, R-OH et R-SH. Lorsque le DPPH• réagit avec un antioxydant, un atome d'hydrogène vient se fixer sur le radical, ce qui entraîne une perte de couleur. C'est ce qui permet le suivi de l'efficacité d'un antioxydant par spectrophotométrie³⁹.

Principe :

Le DPPH est un radical relativement stable peut être obtenu sous forme d'un solide cristallisé, paramagnétique (à cause de l'électron libre) qui se dissout dans les solvants organiques en réagissant rapidement sur les autres radicaux présents. Le principe de cette

méthode est basée sur le changement de couleur du DPPH du violet au jaune, cette modification est la conséquence de la capacité de réduction des antioxydants envers le radical DPPH stable (En présence des piègeurs de radicaux libres, le DPPH. (2,2 Diphenyl 1 picrylhydrazyl) de couleur violette se réduit en 2,2 Diphenyl -1- picryl hydrazine de couleur jaune mesurable à 517 nm³⁹).

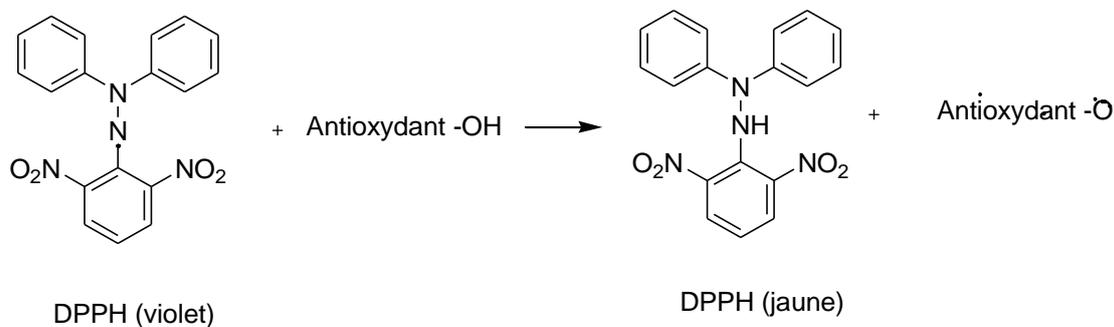


Figure 16 : Réaction de test DPPH (2,2 Diphenyl-1-picryl hydrazyl).

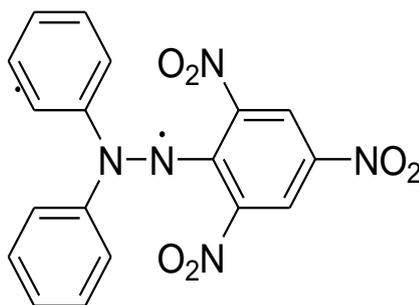


Figure 17: Structure chimique du radical libre DPPH• (2,2DiPhenyl-1-Picryl-Hydrazyl).

La réaction sera plus ou moins rapide selon la nature de l'antioxydant, et la quantité de DPPH-H formée dépendra de la concentration en antioxydant.

Pour l'évaluation de l'activité anti-oxydante par DPPH, deux approches sont appliquées :

- ✓ D'une part, la détermination de la réduction relative du radical DPPH• à un temps de référence, ou la détermination de la quantité d'antioxydant nécessaire pour réduire 50 % de DPPH•.
- ✓ Et d'autre part, le suivi de la cinétique de la réduction.

Chapitre 03

Chapitre 03 : Etude Botanique de Zizyphus Lotus.

3-1 Présentation de *Zizyphus Lotus* :

Le jujubier, *Zizyphus lotus*, est un arbuste épineux appartenant à la famille des Rhamnaceae⁴⁰. Le mot *zizyphus* vient du grec *zizyphos* mais le mot n'apparaît qu'au deuxième siècle, et qui viendrait du nom *zizouf*. Ils sont des arbres et arbustes fruitiers non conventionnels, très communs en Afrique et surtout en Algérie. Leurs fruits traditionnellement exploités sont sources de minéraux et vitamines qui pourraient constituer une matière première non négligeable pour l'alimentation. Ils sont consommés frais ou secs⁴⁰. *Zizyphus Lotus* est connue sous les noms de 'Sedra', 'N'beg', 'Djerdjer' et 'Azar'⁴¹.

3-2 Descriptions botaniques :

C'est un arbrisseau forme des touffes de quelques mètres de diamètre pouvant atteindre 2 m de haut.

Tableau 02: Définitions des parties de *Zizyphus Lotus*.

Parties de la plante	Description
Feuilles	Caduques, courtes, ovales, robustes, pales en dessous, brillants dessus (1 à 2 cm de long, 7mm de large).
Fleurs	Sont jaunes vertes et sont des bisexuelles. ⁴⁴
Fruits	Drupes, jaunes, sphérique (1 à 1,5 cm de long), fade avec un noyau osseux.
Branches	Gris blanc poussant en zig-zag.



Figure 18 : Arbrisseau de *Zizyphus Lotus*.



Figure 19 : Feuilles de *Zizyphus Lotus*.



Figure 20 : Fleurs de *Zizyphus Lotus*.



Figure 21 : Fruits de *Zizyphus Lotus*



Figure 22 : Branches de *Zizyphus Lotus*

3-3 Situations géographiques en Algérie :

L'aire de répartition de *Zizyphus Lotus* (Z.L) s'étend sur tout le nord du Maghreb ⁴², c'est une espèce méditerranéenne et subtropicale très répandue dans les régions arides d'Algérie du Sud : Ain Oussera et Messad (Wilaya de Djelfa) à climat aride et Taghit (Wilaya

de Bechar) au climat saharien⁴³. La plante est très commune dans toute l'Algérie sauf dans le tell algéro-constantinois⁴³.

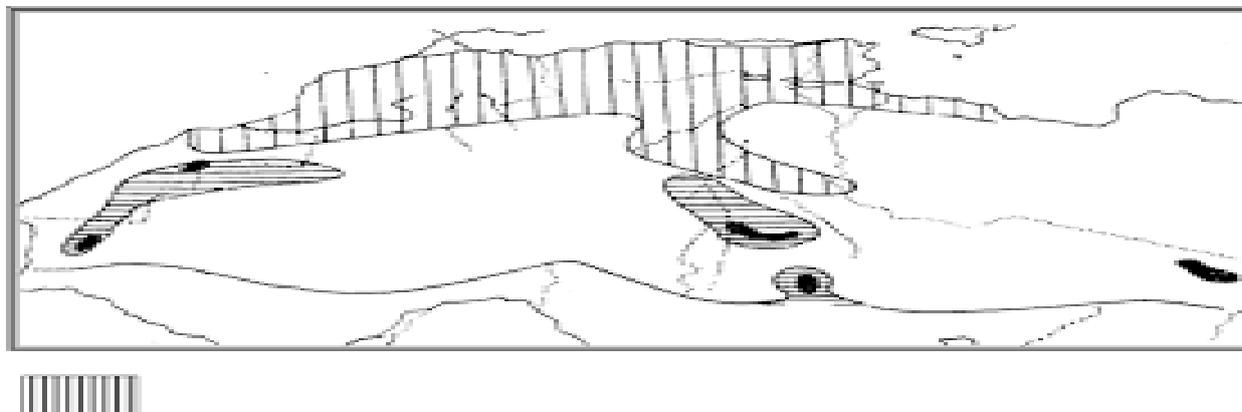


Figure 23 : Situations géographiques de *Z.L* en Algérie.

3-4 Classifications :

La classification botanique de cette plante est résumée ci-dessous :

Tableau 03 : Classification de *Zizyphus Lotus*

Taxonomie	Description
Genre	<i>Zizyphus</i>
Espèce	<i>Zizyphus lotus</i>
Famille	Rhamnacées
Règne	Végétal
Sous-règne	Tracheobionta
Classe	Dicotylédones
Sous-classe	Dialypétales
Ordre	Celastrales
Série	Disciflores

3-5 Composition biochimique du *Zizyphus lotus* :

Certains travaux ont conduit à l'identification de quelques molécules, et d'autres sont concerné à la détermination des activités biologiques. Les études phytochimiques menée sur *Zizyphus lotus* montrent la présence de métabolites primaires et secondaires⁴⁴

✓ Métabolite primaire :

Tableau 04 : Teneur de la pulpe du jujubier frais en métabolite primaire.

La fraction de la pulpe du fruit	Le pourcentage
Sucres	20% à 32%
Lipides	0,1% à 0,3%
Protides	0,8% à 2,1%

✓ Métabolites secondaires :

Le *Zizyphus lotus* est connu par son contenu en molécules biologiquement actives tels que les polyphénols (flavonoïdes, tanins), les triterpènes, les antrachinones, les alcaloïdes (cyclopeptides et isoquinolides), les saponosides⁴⁵.

Tableau 05 : Composition en métabolites secondaires des différents organes du *Z.L* ⁴⁶.

Organe végétal	Composition chimique
Fruits	<ul style="list-style-type: none"> • Flavonoïdes, tanins, saponines, alcaloïdes
Feuilles	<ul style="list-style-type: none"> • Flavonoïdes, tanins, alcaloïdes. • Saponines de type damarane <ul style="list-style-type: none"> -Jujuboside B -Jujubogenin glycoside -Dérivé sulfaté de jujuba saponine IV
Ecorce des racines	<ul style="list-style-type: none"> • Flavonoïdes, saponines de type damarane, Tanins, Alcaloïde cyclopeptidiques lotusines A-G

3-6 Utilisations pharmaco-thérapeutique :

Zizyphus Lotus est une plante médicinale utilisée dans la médecine traditionnelle de nombreux pays comme sédatif, analgésique, tonique et anti-inflammatoire^{47, 48-49}. L'utilisation de cette plante a été réalisée selon leurs différentes parties :

- Le décocté des racines est utilisé pour ses propriétés antidiabétiques dans la médecine traditionnelle et pour soigner le tube digestif et le foie⁵⁰
- Les feuilles sont employées afin de soulager la douleur du rhumatisme, leur astringence est prescrite dans les helminthiases et les diarrhées.
- Les fruits entrent dans la composition des tisanes pour soulagement des irritations de gorge et les affections respiratoires⁵⁰⁻⁵¹

Chapitre 04

Chapitre 04 : Partie Expérimental Résultats & Discussions.

4- 1 Origine et période de récolte :

4-1-1 Cueillette et période de cueillette :

Zizyphus lotus provient de la wilaya de Tlemcen située à l'ouest algérien entre 35°05' et 35°25' de latitudes nord et entre 0°15' et 2°15' de longitude ouest. Elle est collectée en Octobre 2019 dans la zone de Nedroma distante de 77 km de Tlemcen. . Les fruits de la plante ont été séchés à l'abri de la lumière et à une température ambiante, puis elle est finement broyée à l'aide d'un moulin à café.

4-1-2 Préparation des extraits à partir des fruits du *Zizyphus lotus* :

L'extraction des principes actifs de *Zizyphus lotus L.* a été effectuée par l'utilisation des solvants organiques à polarité croissante : dichlorométhane , l'éthanol et l'eau distillé

Dans un ballon surmonté d'un réfrigèrent nous avons mis **10g** de poudre de la plante sèche et 100 ml du solvant et nous portons à l'ébullition pendant **3h** à température ($T^{\bullet}=100-200^{\bullet}C$).

Ensuite, une filtration est réalisée sur papier filtre. Les filtrats obtenus subissent à une évaporation sous vide dans un rotavapor (rotavapor R-210 BUCHI) jusqu'à l'obtention d'extraits sec .Ces extraits brutes sont alors récupérés et pesés, puis solubilisé par un volume connu de solvant.



Figure 24 : Montage à reflux pour la préparation des extraits.



Figure 25 : Filtration et évaporation des extraits.

4-1-3 Calcul de rendement

Le rendement d'extraction est le rapport de la quantité de substances naturelles extraites par l'action extractive d'un solvant à la quantité de ces substances contenues dans la matière végétale. Il est dépend de plusieurs paramètres tels que: le solvant, le pH, la température, le temps d'extraction et la composition de l'échantillon.

Le rendement des extraits a été calculé par la formule suivante:

$$R \% = \frac{P1 - P2}{P3} * 100$$

Où : **R**: est le rendement en %;

P1 : Poids du ballon après évaporation ;

P2 : Poids du ballon avant évaporation (ballon vide) ;

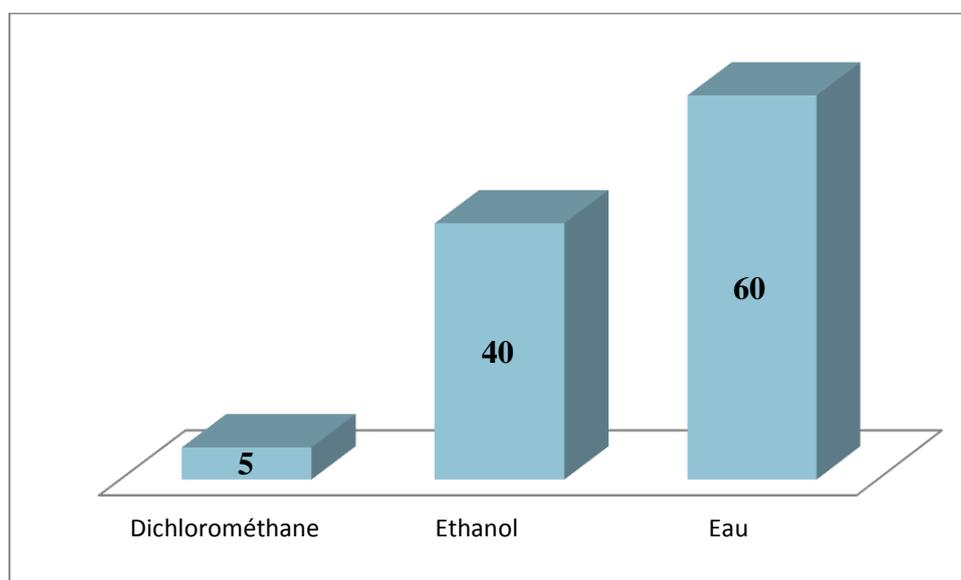
P3 : Poids de la matière végétale de départ en g

D'après **Quy Diem Do et al., 2014**, l'utilisation combinée de l'eau et du solvant organique peut faciliter l'extraction des substances chimiques qui sont solubles dans l'eau et ou dans le solvant organique.

Dans ce contexte, nous avons observé que le solvant le plus efficace pour extraire les métabolites secondaires à partir de la plante *Zizyphus lotus* est l'eau (0.60%) suivie par l'éthanol (0,40%) et enfin le dichlorométhane (0.05%) (Tableau 6, Histogramme 01).

Tableau 06 : Résultats des rendements des différents extraits.

Extrait	La masse (g)	Aspect	Couleur	Rendement (%)
Dichlorométhane	0.1	Des cristaux	Jaune	5
Ethanol	0.80	Des cristaux	Jaune	40
Eau	1.2	Des cristaux	Rouge brique	60



Histogramme 01 : Rendements des différents extraits.

4-2 Examens phytochimique :

Une grande partie de l'intérêt des recherches actuelles porte sur l'étude des produits naturels et des métabolites secondaires, qui ont montré un grand potentiel dans le traitement des maladies humaines. L'objectif de cette étude est l'analyse phytochimique des extraits aqueux, éthanoliques et de dichlorméthane obtenus à partir des fruits de notre plante *Zizyphus lotus* L.

Les tests phytochimiques qualitatives consistent à la mise en évidence des différentes familles de composés dans la plantes, elles sont basées sur les réactions de précipitation, de turbidité ou de coloration par des réactifsspécifiques⁵²⁻⁵³.

➤ **Les alcaloïdes :**

Dans deux tubes à essai, introduire 0,5 ml de l'extrait, acidifier le milieu par quelques gouttes de HCl à 1% puis ajouter 0,5ml de réactif de Mayer dans le premier tube et 0,5ml de réactif de Wagner dans le deuxième tube. La formation d'un précipité blanc ou brun, respectivement révèle la présence des alcaloïdes.

➤ **Les polyphénols :**

❑ **Les tannins :**

Dans un tube à essai, introduire 1ml d'extrait à analyser et ajouter 0,25 ml d'une solution aqueuse de FeCl₃ (1%), incuber 15min à température ambiante. L'apparition d'une coloration verdâtre ou bleu-noirâtre indique la présence des tannins.

❑ **Les flavonoïdes :**

Dans un tube à essai, introduire 1ml d'extrait à tester, 1ml de HCl concentré et quelques copeaux de magnésium. L'apparition d'une coloration rose ou rouge ou jaune indique la présence des flavonoïdes.

❑ **Les quinones libres :**

Introduire 1ml de l'extrait dans un tube à essai plus 100µl de lessive de soude (NaOH 10%). L'apparition d'une couleur qui vire au jaune, rouge ou violet révèle la présence des quinones libres.

❑ **Les coumarines :**

Dans un tube à essai, ajouter 500µl de NH₄OH à 10% à 1ml de l'extrait, prélever une goutte puis déposer sur un papier filtre et la lecture ce fait sous U.V. à 366 nm. Une fluorescence intense indique la présence des coumarines.

❑ Les anthraquinones :

Dans un tube à essai, déposer 1ml de l'extrait, 1ml de NH_4OH à 10% puis agité. Une coloration violette indique la présence d'anthraquinones libres.

➤ Les saponines :

Test de mousse : Dans un tube à essai, introduire 10ml de l'extrait à analyser, agiter pendant 15 secondes et laisser le mélange au repos pendant 15min. Une hauteur supérieure à 1 cm d'une mousse indique la présence des saponines.

➤ Les composés réducteurs :

Dans un tube à essai, ajouter à 1ml de l'extrait, 2ml de liqueur de Fehling (1ml de réactif A et 1ml de réactif B), incuber les tubes 10 min au bain marie. L'apparition d'un précipité rouge brique indique la présence des composés réducteurs.

➤ Les terpénoïdes :

Test de Slakowski : Sur 1ml de l'extrait, ajouter 0,4ml de chloroforme et 0,6 ml d'acide sulfurique concentré. La formation de deux phases et une couleur marron à l'interphase indique leur présence.

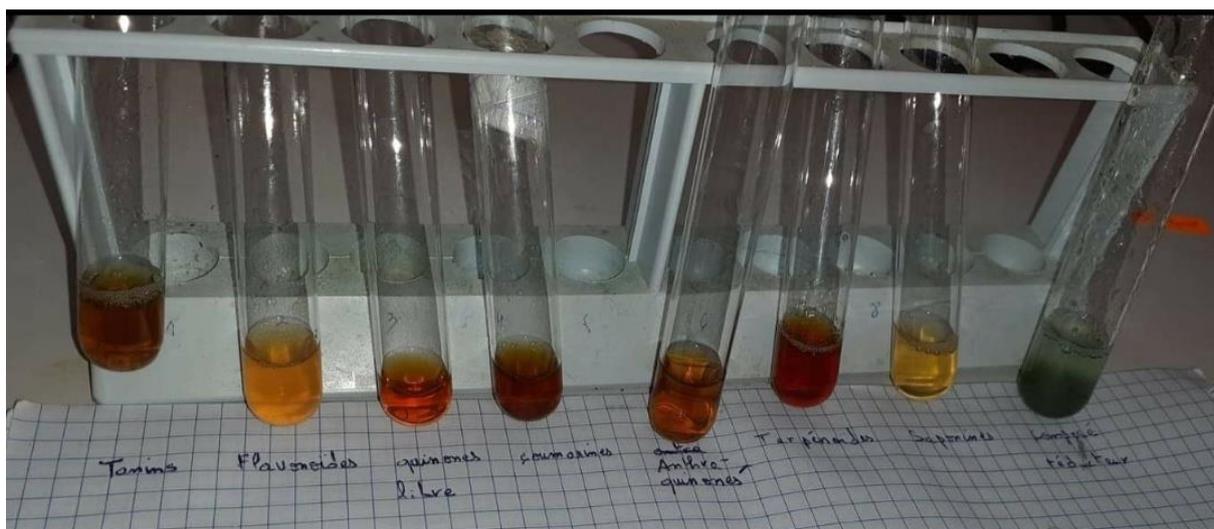


Figure 26 : Exemple de coloration obtenu pour l'un des extraits.

➤ **Résultats**

D'après les résultats du screening phytochimique nous remarquons :

- Les tests très positifs avec le réactif de Mayer et Wagner ce qui confirme l'existence des Alcaloïdes dans le dichlorométhane .
- Une présence importante des flavonoïdes et des tanins dans l'extrait aqueux et l'absence totale dans le dichlorométhane et l'éthanol.
- Les Coumarines et les anthraquinones sont totalement absentes dans les trois extraits.
- Une présence forte des terpenoïdes (présence de couleur deux phases marron en éthanol et une seule phase marron dans l'eau) et saponines dans toute les solvants.
- L'absence totale des quinones libre et des composés réducteurs dans le dichlorométhane et l'éthanol et une présence positifs dans l'eau (**Tableau7**)

Tableau 07 : Epuisement au dichlorométhane, éthanol et l'eau.

Les familles	Dichlorométhane	Ethanol	Eau
1/alcaloïdes	+++	+	-
2/poly phénols			
a- tanins	-	-	++
b- flavonoïdes	-	-	+++
c- quinones libres	-	-	++
d- coumarines	-	-	-
e- anthraquinones	-	-	-
3/terpenoïdes	+	+++	+++
4/saponines	++	+++	++
5/composés réducteurs	-	-	+

+++ : Test très positif, ++ : test moyennement positif, + : test faiblement positif, - : test négatif.

4-3 Le dosage des polyphénols :

Le dosage des polyphénols totaux a été déterminé par spectrophotométrie, selon la méthode colorimétrique utilisant le réactif de Folin-Ciocalteu⁵⁴, la coloration produite est proportionnelle à la quantité des polyphénols présents dans l'extrait analysé. Ce dosage est basé sur la quantification de la concentration totale de groupements hydroxyyles présents dans l'extrait. Le protocole utilisé est basé sur celui décrit par (Singleton et Ross, 1965)⁵⁵ en y apportant quelques modifications.

4-3-1 Protocole :

Pour chaque extrait un volume de 1ml, on additionne 5 ml de réactif de Folin Ciocalteu dilué 10 fois, on laisse reposer 5min puis on ajoute 4 ml de solution de carbonate de Sodium (75g/ L). Le mélange est agité et incubé à l'obscurité à température ambiante pendant 30 minutes et l'absorbance a été mesurée à 760 nm en utilisant un spectrophotomètre UV.

La quantité des phénols totaux, a été déterminée à partir de l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage, tracée en utilisant l'acide gallique comme standard à différentes concentrations (Figure 28). Les valeurs obtenues sont exprimées en mg **EAG/g ES** et en mg **EAG/g MS**. L'absorbance a été mesurée pour déterminer les teneurs en polyphénols totaux en utilisant l'Équation suivante :

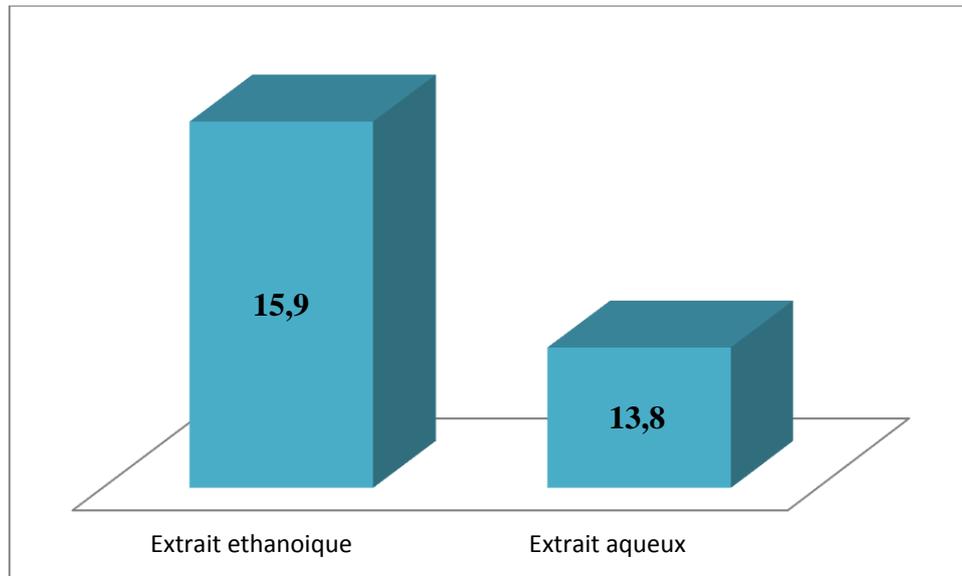
$$C = (C1 \times V) / m$$

C : la teneur en polyphénols totaux exprimée en (mg équivalent acide gallique / g de matière sèche).

C1 : la concentration d'acide gallique établie à partir de la courbe d'étalonnage en (mg / L).

V : le volume d'extrait en (L).

m : le poids de l'extrait de plante en (g).



Histogramme 02 : Teneurs des polyphénols totaux des différents extraits.

D'après l'histogramme 02 nous avons remarqué que la teneur la plus élevée est celle de l'extrait éthanolique elle est de l'ordre de 15.9 mg EAG/g suivie par l'extrait aqueux avec une teneur de 13.8 mg EAG/g .

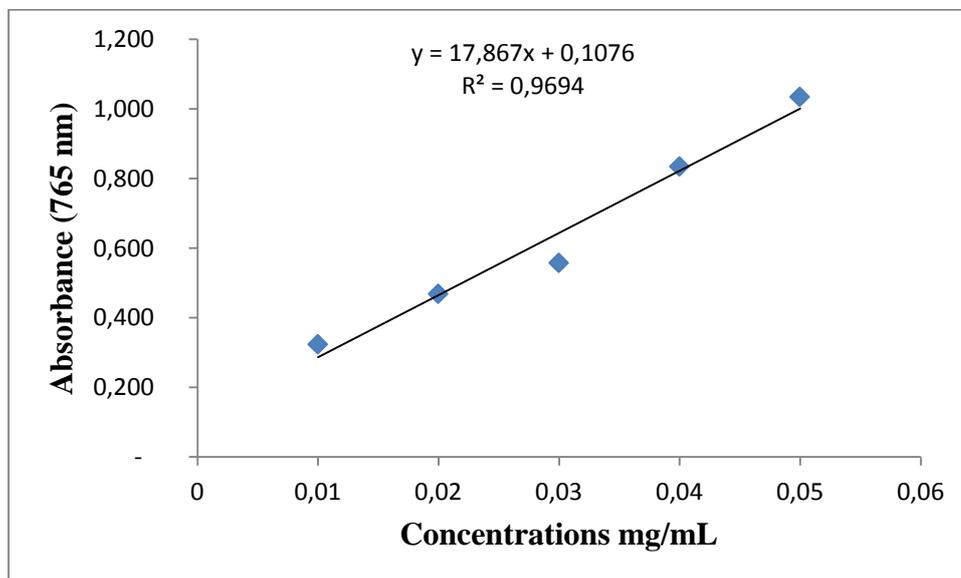


Figure 27 : Courbe d'étalonnage d'acide gallique.



Figure 28 : l'incubation d'acide gallique à concentrations différentes.

4-4 Extraction des huiles essentielles :

En se basant sur les résultats de l'examen phytochimique, nous avons trouvé que les fruits contiennent des quantités importantes des H.E. Ce résultat nous a incités à l'extraire. Nous avons procédé à l'extraction de l'huile essentielle. Pour ce faire, nous avons procédé à l'extraction des huiles essentielles par hydrodistillation.

4-4-1 Principe :

La méthode utilisée appelée hydrodistillation consiste à immerger la matière première dans un bain d'eau l'ensemble est porté à l'ébullition et l'opération est généralement conduite à pression atmosphérique, la distillation peut s'effectuer avec ou sans recyclage. L'appareil utilisé est de type Clevenger. L'extraction est effectuée durant cinq heures.

✚ Montage de Clevenger :

Le montage Clevenger est désigné par le nom de son inventeur, Joseph Franklin Clevenger. Cet appareil permet l'extraction d'huiles essentielles à partir d'échantillons de plantes. On introduit une quantité suffisante de matériel végétal (637g) dans un ballon en verre contenant une quantité suffisante d'eau distillée sans pour autant remplir le ballon pour éviter les débordements de l'ébullition. On chauffe le mélange à l'aide d'une chauffe ballon (5h). Les vapeurs chargées d'huiles essentielles passent à travers le tube vertical, puis dans le réfrigérant où aura lieu la condensation.

Les huiles essentielles sont stockées à 4°C à l'obscurité dans des flacons codés, jusqu'à leur analyse. Le calcul du rendement est effectué selon la relation suivante : $R_{dt} = (m/M) \cdot 100$

Où m et M représentent respectivement la masse de l'huile essentielle et la masse de la charge végétale (**Tableau 8**).



Figure 29 : Montage d'hydrodistillation

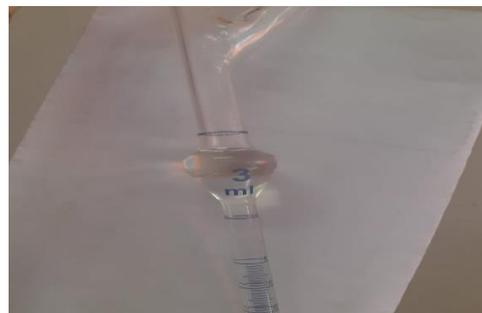


Figure 30 : Séparation des huiles essentielles.

L'huile essentielle extraite à partir des fruits de *Zyziphus lotus* a une couleur jaune, portant une odeur forte et caractéristique. Le rendement d'hydrodistillation est de l'ordre 0.050%

Une fois l'huile obtenue, l'analyse permet d'identifier et de quantifier les produits qui la composent. L'analyse de la partie volatile est réalisée par deux techniques chromatographiques (CPG & CPG/SM).

La méthodologie d'analyse est basée sur l'utilisation conjointe de la CPG/Ir et de la CPG/SM-IE. L'analyse s'organise en deux étapes, d'une part le calcul des Ir, polaires et apolaires, et la quantification des composés par CPG/Ir et, d'autre par l'analyse par CPG/SM permet d'obtenir les spectres de masse des divers constituants correspondants.

Les analyses ont permis d'identifier plusieurs composés. Les identifications sont établies sur la base des bibliothèques « Arômes » propres au Laboratoire de l'université de Corse et à l'aide des bibliothèques commerciales.

Tableau 08 : Résultats des huiles essentielles.

Rendement (%)	Aspect	Couleur
0.050	Liquide (huileuse)	Jaune

4-5 Activités biologiques du *Zizyphus lotus* :

Zizyphus lotus est riche en polyphénols, alcaloïdes, saponines, vitamines, minéraux, acides aminés et acides gras polyinsaturés, donc les propriétés médicinales de cette plante dépendent de la teneur et la répartition de ces composés dans les différents organes de la plante.

4-5-1 Activité antioxydant:

Plusieurs études ont souligné que les flavonoïdes de différentes sources botaniques agissent comme puissant antioxydants encore plus que la vitamine C, ces composés peuvent empêcher les dommages oxydatifs par différents mécanismes d'actions : soit par capture des radicaux hydroxyles, superoxydes, alkoxydes ou peroxydes.

Z. lotus est riche en composés antioxydants tels que les acides phénoliques et les flavonoïdes, ces composants préviennent le stress oxydatif et l'inflammation. Les recherches réalisées par Benammar et ses collègues en 2010 et en 2014 confirment la richesse de la plante en vitamines (A, C et E), qui présentent des propriétés antioxydants in vitro. D'autres travaux mentionnent que l'acide oléique des fruits du jujubier est responsable des propriétés antioxydants. La mise en évidence du pouvoir antioxydant des extraits a été réalisée par test au radical DPPH•.

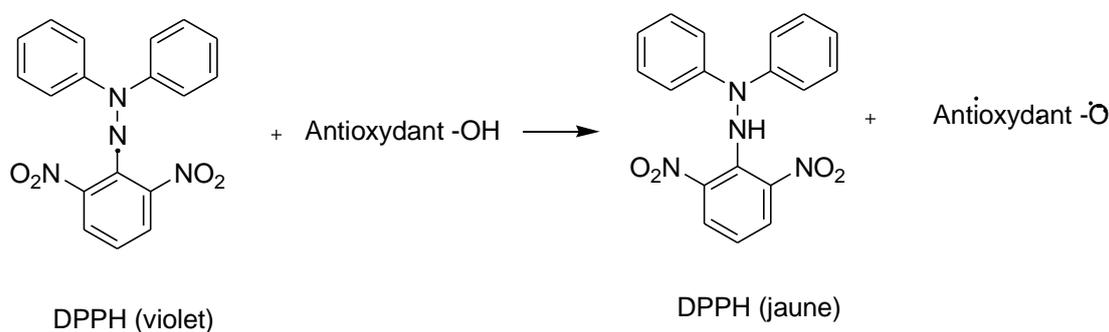
4-5-2 Test de DPPH• :

Le test DPPH° permet de mesurer le pouvoir anti radicalaire de molécules pures ou d'extraits végétaux dans un système modèle (solvant organique, température ambiante). Il mesure la capacité d'un antioxydant (AH, composés phénoliques généralement) à réduire le radical chimique DPPH° (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) par transfert d'un hydrogène.

4-5-2-1 Principe :

Le composé chimique 2, 2diphényl-1- picrylhydrazyl (α , α - diphényl- β -picrylhydrazyle) fut l'un des premiers radicaux libres utilisé pour étudier la relation structure- activité antioxydante des composés phénoliques, du fait que ce composé possède un électron non apparié sur un atome du pont d'azote. Les molécules du radical ne forment pas des dimères, il reste donc sous sa forme monomère relativement stable à température ambiante. Cette

délocalisation qui provoque la coloration violette foncé bien caractéristique de la solution de DPPH. La diminution de cette coloration permet de mesurer l'efficacité d'un antioxydant, due à une recombinaison des radicaux DPPH qui possède une absorbance maximum à 515 nm. Concernant les composés phénoliques, le mécanisme principal d'action est le piégeage des radicaux libres par transfert de l'atome H sur le DPPH° alors transformé en une molécule stable DPPH. Les résultats peuvent être exprimés en tant qu'activité anti radicalaire ou en pourcentage d'inhibition des radicaux libres en utilisant la formule suivante :



4-5-2-2 Mode opératoire :

L'activité antioxydant des extraits aqueux, éthanoliques et de dichlorométhane de *Z.L* et de l'antioxydant standard (acide ascorbique) vis-à-vis du radical DPPH à été évaluée à l'aide d'un spectrophotomètre en suivant la réduction de ce radical qui s'accompagne par son passage de la couleur violette (DPPH•) à la couleur jaune (DPPH-H) mesurable à 517nm.

Nous avons prend 1 ml d'extrait à différentes concentration sont mélangés avec 1 ml de la solution de DPPH. Après 30 minutes d'incubation à température ambiante, l'absorbance est lue à 517 nm.

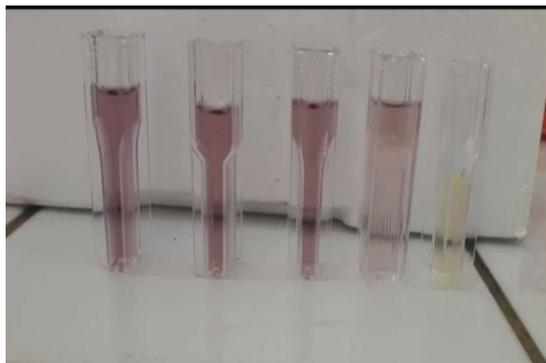


Figure 31 : Changement de couleur après l'incubation

4-5-2-2-1 Détermination du pourcentage d'inhibition du DPPH :

L'inhibition du radical libre de DPPH en pourcentage est calculée de la manière suivante :

$$\text{Activité anti radicalaire} = (\text{A blanc} - \text{A échantillon}) / \text{A blanc}$$

Avec : **A blanc** : Absorbance du blanc (contenant tous les réactifs excepté le composé d'essai) (DPPH + éthanol).

A échantillon : Absorbance du DPPH en présence du composé d'essai.

- Les IC50 (concentrations donnant 50 % d'inhibition) de chaque échantillon ont été calculées à partir des graphes présentant les pourcentages d'inhibition (I%) en fonction des concentrations.

Chaque test a été réalisé deux fois et les résultats sont exprimés en tant que la moyenne de chacun des deux tests plus ou moins l'écart type.

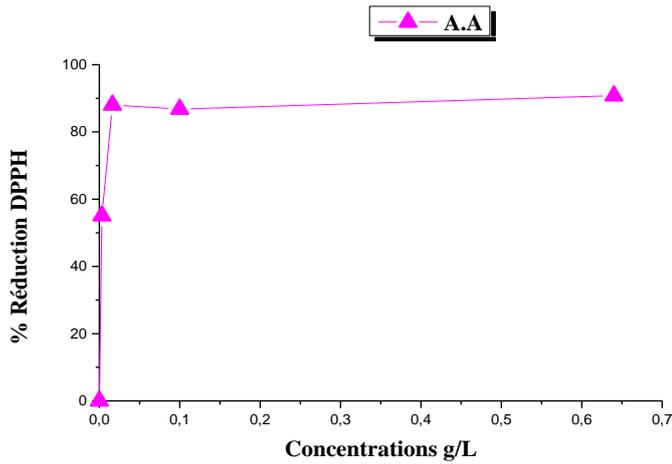


Figure 32: Variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration d'acide ascorbique.

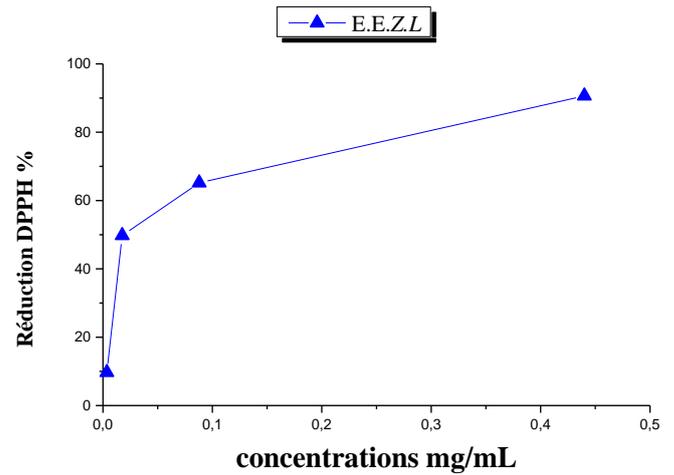


Figure 33: Variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'extrait ethanolique

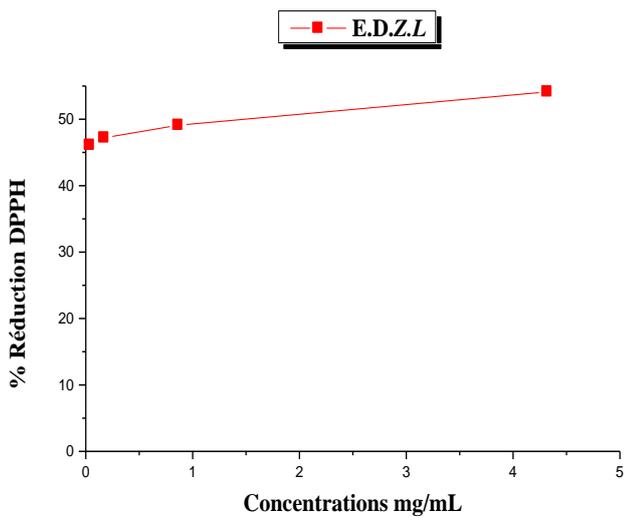


Figure 34: Variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'extrait de dichlorométhane

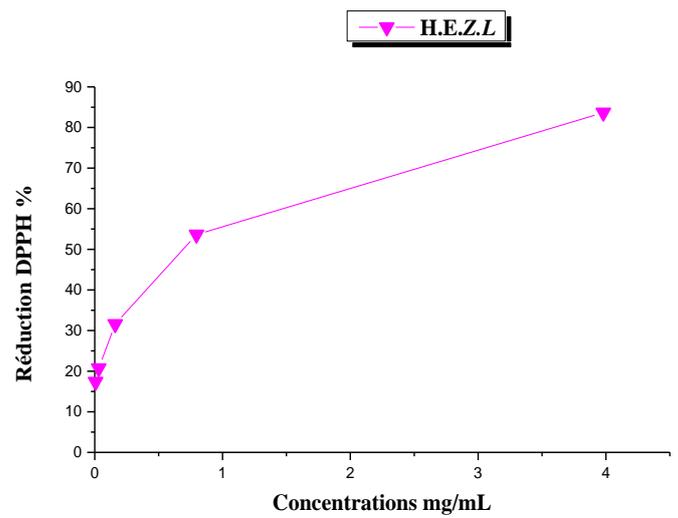
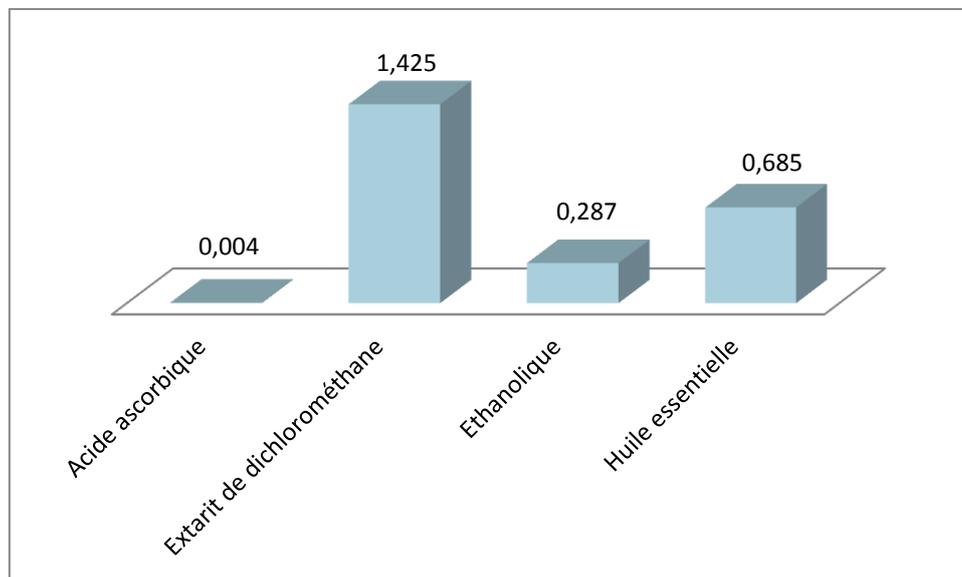


Figure 35: Variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'extrait aqueux

D'après les résultats mentionnés les Figure 33-35, une activité radicalaire modéré a été exposée par l'extrait de dichlorométhane et de l'huile essentielle ces derniers montrent une concentration inhibant 50% de la réaction respectivement (IC50% : 1.426 mg/ml et 0.685

mg/ml, tandis que la plus forte activité (92.89%) a été exposée par l'extrait éthanolique à une concentration respectivement de 0.4 mg/M (**IC50% : 0.287mg/ml**).



Histogramme 03 : IC50 des extraits et d'huile essentielle et de vitamine C.

- ✚ Selon les résultats trouvés, l'extrait éthanolique possède une activité antioxydant très importante. Donc, cet extrait pourrait donc constituer une alternative à certains additifs synthétiques (**Histogramme 03**).

Conclusion Générale

Conclusion Générale

Dans le monde, les plantes ont toujours été utilisées traditionnellement comme des remèdes contre diverses maladies. Les médicaments à base de plantes sont considérés comme peu toxiques et doux par rapport aux médicaments pharmaceutiques; c'est ainsi que leur industrie est de plus en plus développée grâce aux diverses études ethnobotaniques des plantes. La transmission des savoirs thérapeutiques ancestraux, qui s'effectue très souvent de façon orale dans les zones africaines, se trouve menacée d'extinction en parallèle à l'ingérence des "cultures occidentales" dans les mœurs des jeunes. Nous sommes intéressés à l'étude d'une plante de la région de Tlemcen appelée localement Sedra (*Zizyphus lotus L.*), c'est une plante de la famille des rhamnacées utile, en médecine populaire, pour soigner le tube digestif, le foie et les affections respiratoires. Elle est connue pour ses activités : anti-inflammatoires, anti-ulcérogénique, analgésique et antibactérienne.

Dans cette étude nous avons tenté par l'adoption d'une méthodologie scientifique, de valoriser les avantages de cette plante. En effet, plusieurs axes de recherches sont investis et des résultats intéressants sont obtenus. Ces derniers peuvent être résumés comme suit :

- ✚ Criblage phytochimique : plusieurs familles de composés chimiques sont détectées dans le fruit de *Zizyphus Lotus L.* telles que les alcaloïdes, les flavonoïdes, les tanins et les saponosides avec des quantités importantes. Les résultats du screening permettent de souligner aussi la faible teneur en composés réducteurs, stérols, stéroïdes et l'absorbance totale des coumarines, amidon et les anthracénosides dans les autres parties étudiées.
- ✚ L'analyse quantitative des extraits du *Zizyphus lotus* est représentée par le dosage spectral des trois substances bioactives : les polyphénols, les flavonoïdes et les tanins. Les extraits polaires sont les extraits les plus riches aux teneurs considérables en métabolites dosés, alors les extraits apolaires (dichlorométhane) sont les extraits en teneurs faibles (moins actifs)
- ✚ La fraction volatile (huile essentielle) des fruits de *Zizyphus Lotus* a été extraite par hydrodistillation de type Clevenger.

- ✚ Selon les résultats de l'activité antioxydante, l'extrait éthanolique possède une activité antioxydante très importante. Donc, cet extrait pourrait donc constituer une alternative à certains additifs synthétiques.

En fin, l'ensemble de ces résultats obtenus in-vitro ne constitue qu'une première étape dans la recherche de substances et source naturelle biologiquement active. Des essais complémentaires seront nécessaires et devront pouvoir confirmer les performances mises en évidence.

Références bibliographiques

- ¹Salhi, S., Fadli, M., Zidane, L., & Douira, A. (2010). Etudes floristique et ethnobotanique des plantes médicinales de la ville de Kénitra (Maroc). *Lazaroa*, 31, 133.
- ²Fekih, N. (2016). Contribution d'étude chimique de zizyphus lotus L (thèse de doctorat).
- ³Amari, I., Gourissi, H. (2017). Etude de l'activité antioxydante et antibactérienne in vitro des extraits méthanolique et aqueux des feuilles du Zizyphus lotus (Maurice), 20.
- ⁴ Waterman, C., Smith, R.A., Pontiggia, L.? & Dermarderosian, A. (2010). Anthelmintic screening of Sub-Saharan African plants used in traditional medicine. *Journal of ethnopharmacology* 127.3: 755-759.
- ⁵Bruneton, J. (1999). Pharmacognosie-Phytochimie-Plantes médicinales, 2ème Edition, Tec & Doc, (Paris), ISBN 2-7430-0315-4, p.10.
- ⁶ Lehmann, H., Pabst, J. Y. (2016). La phytovigilance: impératif médical et obligation légale. (*Annales Pharmaceutiques Françaises*) 74, No. 1, pp. 49-60. Elsevier Masson.
- ⁷Thévenin, T. (2017). Quelle éthique, quelles pratiques pour des plantes médicinales de qualité?. *Phytothérapie*, 15(3), 123-130.
- ⁸ Sarrade, S. (2015). La chimie d'une planète durable. Le Pommier.
- ⁹Fouché, J.J., Marquet, A., Hambuckers, A. (2000). Les plantes médicinales : de la plante au médicament.
- ¹⁰ Macheix, J. J., Fleuriet, A., & Jay-Allemand, C. (2005). Les composés phénoliques des végétaux: un exemple de métabolites secondaires d'importance économique. PPUR presses polytechniques.
- ¹¹ toutou, P. Y. (2005). Biochimie: structure des glucides et lipides. PAES. Pierre et Marie Curie, p48.

- ¹²Vârban, D.I., Duda, M., Vârban, R., et Muntean S. (2009) Research Concerning the Organic Technology for Satureja Hortensis L.Culture.Bulletin UASVM Agriculture. 66(2), 225- 229
- ¹³Suhaj, M. (2006). Spice antioxidants isolation and their antiradical activity: a review.Journal of Food Composition and Analysis 19,531–537.
- ¹⁴Petsko, Gregory A., Dagmar, R., and Mme Dominique. (2008) C. Structure et fonction des protéines. De Boeck Supérieur.
- ¹⁵Mulvihill, Erin E., and Murray, W. Huff. (2010). Antiatherogenic properties of flavonoids: implications for cardiovascular health. Canadian Journal of Cardiology 26: 17A-21A.
- ¹⁶Bruneton, J. (2009). Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales 4e éd. Lavoisier.
- ¹⁷Gildas, K. A. T., David, M. B. O. A., Yves-Alain, M. B., & Zana, M. O. Etude phytochimique et évaluation du pouvoir antioxydant des extraits d'alcaloïdes totaux d'une Amaryllidaceae: Crinum jagus L.
- ¹⁸Chiasson, H., & Beloin, N. (2007). Les huiles essentielles, des biopesticides" Nouveau genre. Bulletin de la Société d'Entomologie du Québec, 14(1), 3-6.
- ¹⁹Huet, R. (1991). Les huiles essentielles d'agrumes.
- ²⁰Kaloustian, J., Chevalier, J., Mikail, C., Martino, M., Abou, L., & Vergnes, M. F. (2008). Étude de six huiles essentielles: composition chimique et activité antibactérienne. Phytothérapie, 6(3), 160-164.
- ²¹Ramdane, F., and Hadj, M. M. (2018). Contribution à l'étude des activités biologiques de quelques plantes médicinales du Sahara algérien: Nauplius graveolens, Ziziphus lotus et Capparis spinosa. Diss.
- ²² Festy, D. (2008). 100 Réflexes Aromatherapie : Je me soigne avec les huiles essentielles, Pratiques Efficaces et Faciles, Ed Leduc. S, p. 6-20.
- ²³ Scimeca, D. (2007). Les plantes du bonheur, Ed. Alpen, p.12-17.

²⁴Teixeira, B., Marques, A., Ramos, C. (2013). Chemical composition and antibacterial and antioxidant properties of commercial essential oils. *Industrial Crops and Products*, 43: 587– 595.

²⁵ Meziani, A. (2017). Evaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle des feuilles de l'oranger amère (*Citrus aurantium*) seule et combinée avec la vitamine E (Doctoral dissertation, Université de Bouira).

²⁶Kanko, C., Sawaliho, B.E.H., Kone, S., Koukoua, G., & N'Guessan, Y.T. (2004). Étude des propriétés physico-chimiques des huiles essentielles de *Lippia multiflora*, *Cymbopogon citratus*, *Cymbopogon nardus*, *Cymbopogon giganteus*. *Comptes rendus chimie* 7.10-11: 1039-1042.

²⁷Fekih, N. (2015). Propriétés chimiques et biologiques des huiles essentielles de trois espèces du genre PINUS poussant en Algérie.

²⁸Kabera, J., Koumaglo, K.H., Ntezurubanza, L., Ingabire, M.G., & Kamagaju, L. (2005). Caractérisation des huiles essentielles d'*Hyptis spicigera* Lam., *Pluchea ovalis* (Pers.) DC. et *Laggera aurita* (LF) Benth. Ex. CB Clarke, plantes aromatiques tropicales. *Etudes rwandaises* 10 : 7-18.

²⁹Boukhatem, M. N., Hamaidi, M. S., Saidi, F., & Hakim, Y. (2010). Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens* L.) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie). *Nature & Technology*, (3), 37.

³⁰Moro - Buronzo A. (2008). *Grand guide des huiles essentielles : Santé, Beauté, Bien- Etre*, HACHETTE pratique, p.14.

³¹Reynal, B., Multon, J.L. (2009). *Additif et auxiliaire de fabrication dans les industries agroalimentaire*, Ed. Tec & Dec, p.119, ISBN: 978-2-7430-1071-3.

- ³²Oussou, K.R., Kanko, C., Guessend, N., Yolou, S., Dosso, M., N'Guessan, Y.T., & Koukoua, G. (2004). Activités antibactériennes des huiles essentielles de trois plantes aromatiques de Côte-d'Ivoire. *Comptes Rendus Chimie* 7.10-11: 1081-1086.
- ³³Djerrari, A. (1986). Influence du mode d'extraction et des conditions de conservation sur la composition des huiles essentielles de thym et de basilic. Diss. Montpellier 2.
- ³⁴Ouahiba, B. (2013). Etude phytochimique et activités biologiques de *Matricaria pubescens*. Diss.
- ³⁵Blot, W., Lijy., Taylor, P. (1993). Nutrition intervention trials in Linxian, China: supplementation with specific vitamin/mineral combinations, cancer incidence, and disease – specific mortality in the general population. *The Journal of the National Cancer Institute*, 85: 1483-1491.
- ³⁶Bidie, A.P., N'Guessan, B.B., Yapou, A.F., N'Guessan, J.D., & Djaman, A.J. (2011). Activités antioxydantes de dix plantes médicinales de la pharmacopée ivoirienne. *Sciences & Nature* 8.1-2: 1-12.
- ³⁷Marc, F., Davin, A., Deglene-Benbrahim, L., Ferrand, C., Baccaunaud, M., & Fritsch, P. (2004). Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. *M/S: médecine sciences* 20.4: 458-463.
- ³⁸*Int J Food Sci Nutr* .(2005) 56 :473-481 ; *J Agric Food Chem*. (2006) 54 :607-616.
- ³⁹Meziani, A. (2017). Evaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle des feuilles de l'oranger amère (*Citrus aurantium*) seule et combinée avec la vitamine E. Diss.
- ⁴⁰Boudraa, S., Hambaba, L., Zidani, S., & Boudraa, H. (2010). Mineral and vitamin composition of fruits of five underexploited species in Algeria: *Celtis australis* L., *Crataegus azarolus* L., *Crataegus monogyna* Jacq., *Elaeagnus angustifolia* L. and *Zizyphus lotus* L. *Fruits (Paris)*, 65(2), 75-84.
- ⁴¹Baba, A.F. (1990). Les plantes médicinales en Algérie, Bouchène et Addiwen Ed., Alger, Algérie, 159 p.
- ⁴²Quezel, P., Santa S. (1962). Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales, Tome 1, CNRS Ed., Paris, Fr, 566 p.

- ⁴³Boudy, L. (1952). Guide du forestier en Afrique du Nord, La Maison Rustique, Paris, 505p.
- ⁴⁴Hadjer, R., and Bachiri, K. Etude de l'activité antioxydante in vitro extraites à partir des plantes.
- ⁴⁵Abdelatif., Pr Haggoud., Pr Lairini, S., and Pr Squalli, H.H. Activités antimicrobienne et antioxydante d'extrait aqueux du fruit de *Zizyphus lotus* et de l'écorce du fruit de *Punica granatum*.
- ⁴⁶Borgi, W., Recio, M.C., Rios, J.L., & Chouchane, N. (2008). Anti-inflammatory and analgesic activities of flavonoid and saponin fractions from *Zizyphus lotus* (L.) Lam. South African Journal of Botany 74.2: 320-324.
- ⁴⁷Claudine, R. (2007). Le nom de l'arbre : le grenadier, le caroubier, le jujubier, le pistachier et l'arbousier. Ctes sud le Majan, 1^{er} edition France, p.45-62.
- ⁴⁸Mounni, S. (2008). Etude de la fraction glucidique des fruits de *celtis australis* L., *Crataegus azarolus* L., *Crataegus monogyna* Jacq., *Elaeagnus Angustifolia* L., et *Zizyphus lotus* L.
- ⁴⁹Ghedira, K., Chemli, R., Caron, C., Nuzillard, J., Zeches, M. (1994). Fcyclopeptide alkaloids from *Zizyphus lotus*, *Phytochemistry*, 38, 767-772.
- ⁵⁰Baba A.F. (2000). Encyclopédie des plantes utilisées. Flore d'Algérie et du Maghreb – Substance végétale, Edition EDAS, p.145.
- ⁵¹Memarpoor, Y.M., Hanie, M., and Hadi Z.Z. (2013). Antioxidant activity of protein hydrolysates and purified peptides from *Zizyphus jujuba* fruits. *Journal of functional foods* 5.1: 62-70.
- ⁵²Van, G.P., and Henri, A. (1997). Biologie générale. Masson.
- ⁵³Pauwels, H., Jean-Claude, F., and Wolfram K. (2000). Denitrification and mixing in a schist aquifer: influence on water chemistry and isotopes. *Chemical Geology* 168.3-4: 307-324.

⁵⁴Singleton, V.L., Orthofer, R., Lamuela-Raventos, R.M. (1999). *Analysis of total phenols and other oxidant substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. Methods Enzymol.* Vol. (299), page: 152.

⁵⁵Singleton, V.L., Rossi, J.R.(1965). *Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic – phosphotungstic acid.* Am. J. Enol. Vitic, Vol. (16), page : 144.

ملخص

تركز هذه الدراسة على شجيرة فاكهة تسمى زيزيفوس لوتس معروفة في الجزائر تحت الاسم العامي سدرا. وهو نبات مفيد في الطب الشعبي لعلاج الجهاز الهضمي وأمراض الكبد والجهاز التنفسي. الجزء الأول من هذه الدراسة يتعلق باستخراج وقياس إجمالي الفينول من قبل كاشف فولين-سيوكالوي ، الجزء الثاني هو دراسة النشاط المضاد للأكسدة من مستخلصات النبات باستخدام طريقة د.ب.ب.ش

أظهر التحليل النوعي لهذه المستخلصات وجود مركبات الفلافونويد والعفص في المستخلصات المختلفة ، وهذا ما يؤكد التحليل الكمي على أساس الجرعة ، من المركبات الفينولية والفلافونويد والعفص بما في ذلك المستخلصات القطبية الأكثر غنية بهذه الجزيئات حيث تم قياس محتوى البوليفينول الكلي بتركيزات مختلفة ، أعلى تركيز (مهم) من الفينولات في المستخلص الإيثانولي بمعدل 15.9 و المستخلص المائي بمعدل 13.8. بالنسبة لطريقة النشاط المضاد للأكسدة من قبل د.ب.ب.ش تظهر أن جميع المستخلصات من النبات التي تمت دراستها، لها خصائص مضادة للأكسدة في مستويات مختلفة.

الكلمات الرئيسية : زيزيفوس لوتس ، المركبات الفينولية ، مركبات الفلافونويد ، نشاط مضاد الأكسدة .

Résumé

Cette étude porte sur la valorisation d'un arbrisseau fruitier appelé *Zizyphus lotus L.* (Rhamnacees) connu dans l'Algérie sous le nom vernaculaire Sedra. C'est une plante utile, en médecine populaire, pour soigner le tube digestif, le foie et les affections respiratoires.

La première partie de cette étude concerne l'extraction et la quantification des phénols totaux par le réactif Folin-Ciocalcu,

La deuxième partie est l'étude de l'activité antioxydante des extraits de plante en utilisant la méthode de DPPH

L'analyse qualitative de ces extraits a révélé la présence des flavonoïdes et des tanins dans différents extraits, d'où les teneurs en poly phénols totaux élevée ont été mesurée dans l'extrait éthanolique avec un taux de 15.9 mg EAG/gES et l'extrait aqueux 13.8 mg EAG/g..

La méthode de l'activité antioxydante par DPPH montre que tous les extraits de la plante étudiée présente des propriétés antioxydantes à différents niveaux.

Mots clés : *Zizyphus lotus* ; composés phénoliques ; activité antioxydante ; Folin-Ciocalcu ; DPPH

Abstract

This study focuses on the enhancement of a fruit tree called *Zizyphus lotus L.* (Rhamnaceae) known in Algeria under the vernacular name Sedra. It is a useful herb in folk medicine to treat the digestive tract, liver and respiratory ailments.

The first part of this study concerns the extraction and the quantification of total phenolics, by the Folin-Ciocalcu.

The second part is the study of the antioxidant activity of the plants extracts using: DPPH radical scavenging,

The qualitative analysis of these extracts revealed the presence of flavonoids and tannins in different extracts, this is confirmed by a quantitative analysis based on the dosage, of phenolic compounds where the total polyphenol contents of the different concentrations, the highest (important) concentration of phenols was measured in the ethanolic extract with a rate of 15.9 mg EAG / gES compared to the aqueous extract or we record a content of the order of 13.8 mg EAG / g and that of dichloromethane is negligible. The antioxidant activity methods showed that all the plant extracts present the antioxidant properties at various levels.

Key words: *Zizyphus lotus*; phenolic compounds: antioxidant activity; Folin-Ciocalcu ; DPPH.