# République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université Abderrahmane Mira – Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département de biologie physico-chimique

Filière: Sciences Biologiques

Spécialité : Pharmacotoxicologie



**Réf :....** 

Mémoire de Fin de Cycle En vue de l'obtention du diplôme

# **MASTER**

# Thème

Etude de l'effet de quelques paramètres d'extraction sur l'activité antioxydante d'une plante médicinale

Présenté par :

ZIDAT Karima & BOUKRARA Cylia

Soutenu le: 13 Juillet 2022

Devant le jury composé de :

Mme KARA S. MCA Présidente

Mme AMIR H. MCA Encadreur

Mme ADRAR S. MAA Examinatrice

Année universitaire: 2021/2022

# Remerciement

Avant tout, nous remercions le bon Dieu de nous avoir donné le Courage, la patience et la volonté pour achever ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer notre profond remerciement à notre encadreur Mme Amir Hassiba pour avoir encadré et dirigé ce travail et pour la confiance qu'elle nous a témoignée.

Nous remercions également les membres de jury d'avoir accepté

Nos remerciements s'adressent également aux ingénieurs de laboratoire de l'université de Bejaia en particulier, Madame SAHAB Meriem et Madame BENYAHIA Lydia pour leur aide et leurs conseils.

d'examiner ce travail.

Nous remercions l'ensemble des enseignants ayant contribué à notre formation durant notre cycle d'étude.

Nous tenons à leur exprimer notre sincère reconnaissance pour leur patience, gentillesse, sacrifices, et encouragements tout au long de ce chemin.

Nous remercions les étudiants MEKHNACH Yasmine, et SADOUDI Hani, pour leurs aides.

Enfin, on adresse nos sincères sentiments de gratitude et de reconnaissances à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail mais qui ne sont pas cités ici, merci pour tout.

# **Dédicace**

Je dédie ce modeste travail,

À mes très chers parents, qui m'ont soutenu tout au long de Ces années, avec leur affection et leur amour, et que Dieu leur offre une bonne santé et une longue vie.

A notre promoteur Mme AMIR qui a été toujours avec nous.

A mes très chers frères : Abid et Lounisse

A mes très chères sœurs : Fahima, Razika, Zoulikha, Tassadit, Rebiha,
Souraya, Yamina, et Aida.

A mes meilleures amies Cylia, Yasmine, Meriem, Dounya, et Aicha.

A toute la famille ZIDAT.

A toute personne qui me connais.

A tous ceux qui ont été à mes côtés de près ou de loin.

Karima

# Dédicace

Je dédie ce modeste travail,

À mes très chers parents, qui m'ont soutenu tout au long de Ces années, avec leur affection et leur amour, et que Dieu leur offre une bonne santé et une longue vie.

A notre promoteur Prof. Mme AMIR qui a été toujours avec nous.

A mes très chers frères : Mouaad et Anis

A mes meilleures amies Karima, Asia, Litissia, Nariman, Wissam, et Halima.

A toute la famille BOUKRARA.

A toute personne qui me connais.

A tous ceux qui ont été à mes côtés de près ou de loin.

$C_{\cdot}$	yi	lia	A

# Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction	1
Synthèse bibliographique	
I. Stress oxydant, radicaux libres et antioxydants	3
I.1. Stress oxydant	3
I.2. Radicaux libres	3
I.3. Dommages oxydatifs des radicaux libres	3
I.4. Antioxydants et systèmes de défense	4
II. Généralité sur les composés phénoliques	4
II.1. Définition	4
II.2. Voies de synthèse des composés phénoliques	4
II.3. Principales classes des composés phénoliques	5
II.4. Propriétés biologiques des composés phénoliques	
III. Méthodes d'extraction des composés phénoliques	7
III.1. Définition	7
III.2. Méthodes conventionnelles.	7
III.2.1. Infusion.	7
III.2.2. Décoction.	7
III.2.3. Macération	8
III.2.4. Extraction par Soxhlet	8
III.3. Méthodes vertes	9
III.3.1. Extraction assistée par ultrasons (UAE)	9
IV. Présentation de « Matricaria pubescens »	10
IV.1. Description botanique et répartition géographique	10
IV.2. Classification botanique	11
IV.3. Composition chimique	12
IV.4. Utilisation pharmacologique et traditionnelle	12
Partie expérimentale	
I. Matériel et méthodes	13

I.1.Préparation du matériel végétal	13
I.2. Extraction des composés phénoliques	13
I.2.1. Effet de la nature du solvant d'extraction	13
I.2.2. Effet de la concentration du solvant d'extraction	13
I.2.3. Effet de la durée d'extraction	13
I.2.4. Effet du rapport solide/liquide	14
I.3. Détermination de la teneur en antioxydants	14
I.3.1. Dosage des composés phénoliques	14
I.3.2. Dosage des flavonoïdes	15
I.4. Evaluation de l'activité antioxydante	15
I.4.1. Activité « scavenger » du radical DPPH	15
I.4.2.Pouvoir réducteur du fer	15
I.5. Etude statistique	16
II. Résultats et discussion.	17
II.1. Effet de la nature du solvant d'extraction	17
II.2. Effet de la concentration du solvant d'extraction	21
II.3. Effet de la durée d'extraction	25
II.4. Effet du rapport solide/liquide	30
Conclusion et perspectives	35
Références bibliographiques	36
Annexe	

# Liste des abréviations

Acet 50%: Acétone 50%

ADN: Acide Désoxyribo Nucléique

**CAT**: Catalase

**EAA**: Equivalent acide ascorbique

**EAG**: Equivalent acide gallique

**EAU**: Extraction assistée par ultrasons

ED: Eau distillée

**EQ** : Equivalent quercétine

**ERA** : Espèces Réactives de l'Azote

**ERO**: Espèces Réactives de l'Oxygéne

**Etha 50%**: Ethanol 50%

**GPx**: Glutathion péroxydase

**Méth 50%**: Méthanol 50%

MS: Matière sèche

S/L: Solide/Liquide

**SOD**: Superoxyde Dismutase

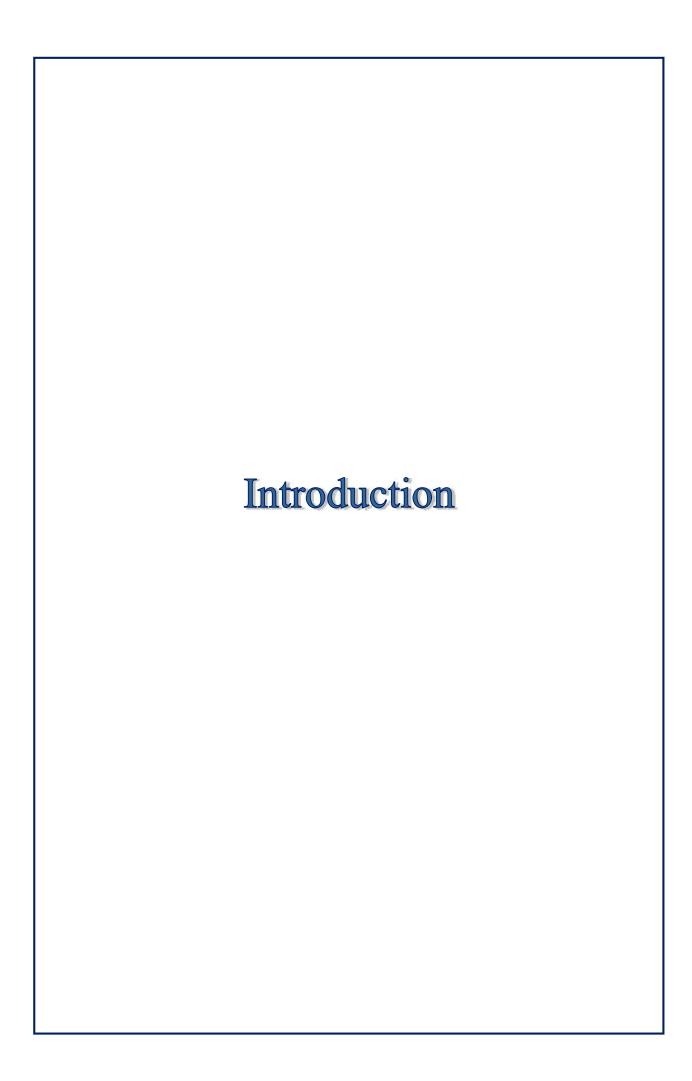
# Liste des figures

Figure	Titre			
	Synthèse bibliographique			
1	Structures chimiques des acides hydroxybenzoïques et hydroxycinnamiques.			
2	Squelette de base des flavonoïdes.	6		
3	Schéma d'un extracteur Soxhlet.	8		
4	(A) représente une photo d'un sonificateur à ultrasons, et (B) représente une photo d'un bain à ultrasons.	9		
5	Mécanisme de libération des composants actifs des cellules à l'aide d'ondes ultrasonores.	10		
6	Photographe de Matricaria pubescens.			
	Partie expérimentale			
7	Effet de la nature du solvant et de la technique d'extraction sur la teneur en composés phénoliques du <i>M. pubescens</i> .	18		
8	Effet de la nature du solvant et de la technique d'extraction sur la teneur en flavonoïdes du <i>M. pubescens</i> .	18		
9	Effet de la nature du solvant et de la technique d'extraction sur l'activité « scavenger » du radical DPPH du <i>M. pubescens</i> .	19		
10	Effet de la nature du solvant et de la technique d'extraction sur le pouvoir réducteur du fer de <i>M. pubescens</i> .	20		
11	Effet de la concentration du solvant et de la technique d'extraction sur la teneur en composés phénolique de M. pubescens.	22		
12	Effet de la concentration du solvant et de la technique d'extraction sur la teneur en flavonoïdes de <i>M. pubescens</i> .	23		

13	Effet de la concentration du solvant et de la technique d'extraction sur l'activité «scavenger » du radical DPPH de <i>M. pubescens</i> .	23
14	Effet de la concentration du solvant et de la technique d'extraction sur le pouvoir réducteur du fer de <i>M. pubescens</i> .	24
15	Effet de la durée d'extraction sur la teneur en composés phénoliques de <i>M. pubescens</i> , (a) extraction par macération, (b) extraction assistée par les ultrasons.	26
16	Effet de la durée d'extraction sur la teneur en flavonoïdes de <i>M. pubescens</i> . (a) Extraction par macération, (b) Extraction assistée par les ultrasons.	27
17	Effet de la durée d'extraction sur l'activité « scavenger » du radical DPPH de <i>M. pubescens</i> . (a) Extraction par macération, (b) Extraction assistée par les ultrasons.	28
18	Effet de la durée d'extraction sur le pouvoir réducteur du fer de <i>M. pubescens</i> . (a) Extraction par macération, (b) Extraction assistée par les ultrasons.	29
19	Effet du rapport solide/liquide et de la technique d'extraction sur la teneur en composés phénoliques de <i>M. pubescens</i> .	30
20	Effet du rapport solide/liquide et de la technique d'extraction sur la teneur en flavonoïdes de <i>M. pubescens</i> .	31
21	Effet du rapport solide/liquide et la technique d'extraction sur l'activité « scavenger » du radical DPPH de <i>M. pubescens</i> .	32
22	Effet du rapport solide/liquide et la technique d'extraction sur le pouvoir réducteur du fer de <i>M. pubescens</i> .	33

# Liste des tableaux

Tableaux	Titre	
Synthèse bibliographique		
1	Principales classes des composés phénoliques.	5
2	Classification botanique de <i>Matricaria pubescens</i> .	11



# Introduction

Le stress oxydatif est défini comme un déséquilibre entre la production des radicaux libres et leur élimination par des mécanismes protecteurs, appelés systèmes antioxydants. Ce déséquilibre entraîne des dommages aux biomolécules (L'ADN, les lipides, les glucides, et les protéines) et aux organes importants avec un impact potentiel sur l'ensemble de l'organisme. Les antioxydants constituent une famille de substances capables de neutraliser les radicaux libres et aussi d'empêcher la survenue des maladies liées au stress oxydant (**Duracková**, 2009).

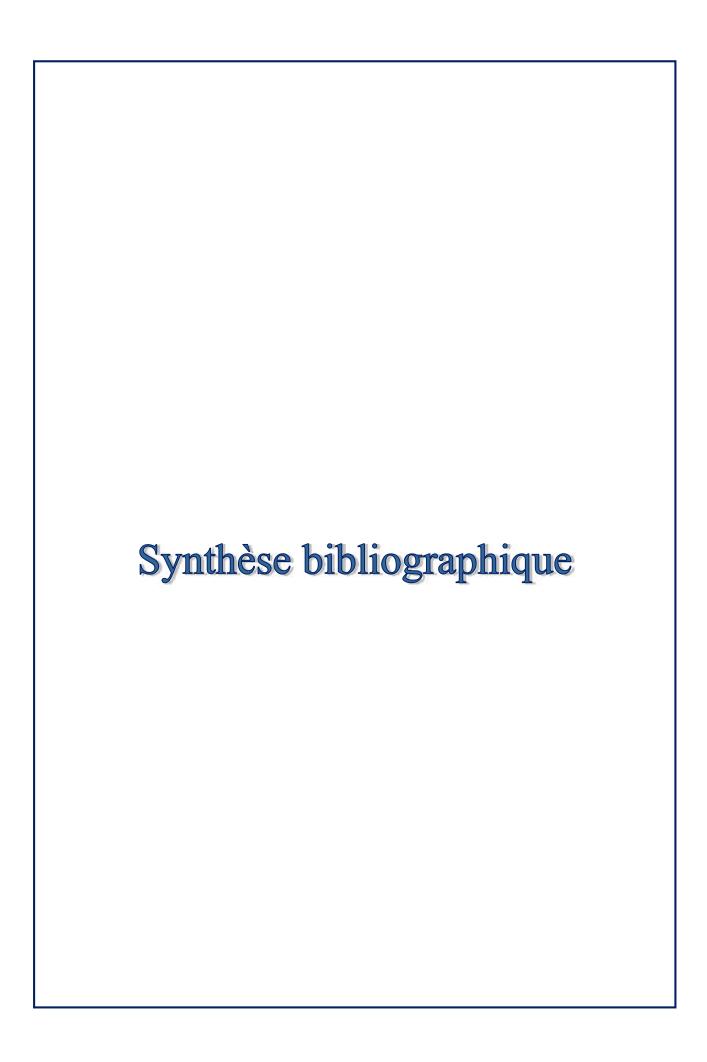
Ces dernières années, plusieurs recherches scientifiques ont été développées pour l'extraction, l'identification et la quantification des antioxydants naturels à partir des substances naturelles à savoir, les plantes médicinales et les produits agroalimentaires (Fadili et al., 2015). Les polyphénols représentent une famille importante d'antioxydants présents dans les végétaux, ce sont d'excellents piégeurs des ERO et de très bons chélateurs des métaux de transition comme le fer et le cuivre (Haleng et al., 2007). L'extraction des principes actifs est une étape essentielle dans leur isolement, et leur identification. La qualité thérapeutique d'un extrait naturel est liée à l'efficacité et à la sélectivité de la méthode utilisée pour l'extraction (Gouegoui Bohui et al., 2019). La solubilité des composés phénoliques dépend de leur nature chimique dans la plante, et la polarité du solvant utilisé. Par conséquent, il est très difficile de développer un procédé d'extraction approprié à l'extraction de tous les composés phénoliques de la plante (Mahmoudi et al., 2013).

Au cours des dernières décennies, il y a eu un intérêt croissant pour l'étude des plantes médicinales et leur utilisation traditionnelle dans différentes régions du monde. *Matricaria pubescens* Desf est une plante endémique d'Afrique du Nord et qui pousse en abondance dans le Sahara Algérien, elle regroupe 1500 espèces dont beaucoup sont utilisées en pharmacie grâce à leurs propriétés antioxydantes. Elle est plus commune dans l'Ahaggar, les oueds sableux, caillouteux et visqueux, la steppe et les pâturages désertiques (**Cherif, 2017**). *M. pubescens* Desf est fréquemment utilisé en médecine traditionnelle contre les douleurs rhumatismales et musculaires, les douleurs osseuses et articulaires, la toux, les allergies, les affections oculaires, la dysménorrhée, les piqûres de scorpion, la déshydratation et les maux de dents (**Maiza et al., 1995**).

L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de quatre paramètres (nature et concentration du solvant, durée et le rapport solide/ liquide) et de la méthode d'extraction (macération et extraction assistée par ultrasons) sur la teneur en composés phénoliques et

l'activité « scavenger » du radical DPPH et le pouvoir réducteur du fer de *Matricaria* pubescens.

Le présent mémoire est composé de deux parties principales ; la première partie est une synthèse bibliographique permettant de cerner l'essentiel du sujet, alors que la deuxième partie est une étude expérimentale incluant les différentes méthodologies utilisées dans le but d'atteindre l'objectif fixé pour ce mémoire.



# I. Stress oxydant, radicaux libres et antioxydants

#### I.1. Stress oxydant

Le stress oxydant représente l'incapacité de l'organisme à se défendre contre l'agression des espèces réactive de l'oxygène (ERO), due à un déséquilibre lié à une production accrue d'ERO ou bien à une diminution de la capacité antioxydante. Ce déséquilibre peut survenir par des sources de production d'ERO (la pollution, le tabagisme, une consommation excessive d'alcool...) (**Defraigne et Pincemail, 2008**).

#### I.2. Radicaux libres

Les radicaux libres sont des molécules ou atomes ayant un ou plusieurs électrons non appariés sur leur couche externe. La présence d'électrons non appariés confère une instabilité énergétique et cinétique (**Koechlin-Ramonatxo**, 2006).

#### a) Espèces réactives de l'oxygène (ERO)

Les ERO peuvent être produites à partir des substances de source endogène et exogène. Les sources endogènes comprennent les mitochondries, le métabolisme du cytochrome P<sub>450</sub>, les peroxysomes et l'activation des cellules inflammatoires. Puisque les mitochondries sont le principal site des radicaux libres, ils sont fortement enrichis en antioxydants y compris les enzymes, comme la superoxyde dismutase (SOD) et la glutathion peroxydase (GPx) (Valko et *al.*, 2006).

## b) Espèces réactives de l'azote (ERA)

La surproduction d'espèces azotées réactives est appelée stress nitrosatif. Cela peut se produire lorsque la génération d'espèces azotées réactives dans un système dépasse la capacité du système à les neutraliser et à les éliminer. L'oxyde nitrique (NO•) est un radical réactif abondant qui agit comme une importante molécule de signalisation biologique oxydative dans une grande variété de processus physiologiques divers, y compris la neurotransmission, la régulation de la pression artérielle, les mécanismes de défense, la relaxation des muscles lisses et la régulation immunitaire (Valko, et al., 2007).

# I.3. Dommages oxydatifs des radicaux libres

Les ERO non détoxiquées par le système antioxydant, et l'efflux continu des ERO provenant de sources endogènes et exogènes entraînent des dommages oxydatifs continus et cumulatifs sur les composants cellulaires et modifient de nombreuses fonctions cellulaires (Koechlin-Ramonatxo, 2006). Les cibles biologiques les plus vulnérables aux dommages

oxydatifs sont les enzymes protéiques, les membranes lipidiques et l'ADN (kohen et Nyska, 2002).

# I.4. Antioxydants et systèmes de défense

L'exposition aux radicaux libres de diverses sources a conduit les organismes à développer une série de mécanismes de défense impliquant : des mécanismes de prévention, des mécanismes de réparation, des défenses physiques et des défenses antioxydantes. Les défenses antioxydantes enzymatiques comprennent la superoxyde dismutase (SOD), la glutathion peroxydase (GPx), et la catalase (CAT). Les antioxydants non enzymatiques sont représentés par l'acide ascorbique (Vitamine C), le -tocophérol (Vitamine E), le glutathion, les caroténoïdes, les flavonoïdes et d'autres antioxydants. Dans des conditions normales, il existe un équilibre entre les activités et les niveaux intracellulaires de ces antioxydants. Cet équilibre est essentiel à la survie des organismes et à leur santé (Valko, et al., 2007).

# II. Généralités sur les composés phénoliques

#### II.1. Définition

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires caractérisés par la présence d'un cycle aromatique portant des groupements hydroxyles. Ils sont présents dans toutes les parties des végétaux supérieurs (racines, tiges, feuilles, fleurs, pollens, fruits, graines et bois) (Boizot et Charpentier, 2006). Ils jouent un rôle important dans les mécanismes de défense de la plante contre des champignons et des prédateurs, comme les insectes et les oiseaux. Actuellement il est reconnu que les composés phénoliques sont une source majeure d'antioxydants naturels permettant de lutter contre le vieillissement cellulaire (Khady Ba et al., 2010).

### II.2. Voies de synthèse des composés phénoliques

Les composés phénoliques sont synthétisés à partir des hydrates de carbone par la voie de l'acide shikimique (conduisant après transamination et désamination aux acides cinnamiques et à leurs dérivés) et par la voie de l'acétate (conduisant aux poly-cetoesters ou polyacetates). La structure des composés phénoliques va du simple noyau aromatique de faible poids moléculaire jusqu'aux tanins complexes de très haut poids moléculaire (Chira et al., 2008).

# II.3. Principales classes des composés phénoliques

Les composés phénoliques peuvent être regroupés en plusieurs classes. Les premiers critères de distinction entre ces classes sont le nombre d'atomes de carbone constitutifs et la structure de base du squelette carbone (**Tableau I**) (**Macheix, 1996**).

Tableau I : Les principales classes des composés phénoliques (Macheix, 1996).

Nombre d'atomes de carbone	Squelette de base	Classe	Exemple	Plante alimentaire (exemple)
6	C6	Phénols simples	Catechol	/
7	C6-C1	Acides hydroxybenzoiques	p-Hydroxybenzoique	Epices, fraise
9	C6-C3	Acides hydroxycinnamiques Coumarines	Acide caféique Scopoline	Pomme de terre, Citrus
10	C6-C4	Naphthoquinones	Juglone	Noix
13	C6-C1-C6	Xanthones	Mangiferine	Mangue
15	C6-C3-C6	Flavonoids Quercetol, cyar Isoflavonoides Daidzeine		Fruits, légumes Soja, pois
N	(C6-C3) n	Lignines	/	Fruits A noyau
N	(C15) n	Tannins	/	Raisin rouge, Kaki

# a) Acides phénoliques et leurs dérivés

# • Acides hydroxybenzoiques

Les acides hydroxybenzoïques ont une structure de C6-C1, composée d'un noyau benzénique sur lequel vient s'attacher une chaine aliphatique à un carbone. Dans cette classe se trouve l'acide vanillique, l'acide syringique, l'acide gentisique et l'acide gallique (Chira et al., 2008) (Figure 1).

### • Acides hydroxycinnamiques

L'acide cinnamique est un composé de C6-C3 produit par une désamination de la phénylalanine catalysée par la phénylalanine amonia-lyase. Leur squelette de base est un

noyau benzénique avec une chaine aliphatique à 3 carbones, avec un ou plusieurs groupements hydroxyles souvent estérifies en ester d'alcool aliphatique. Les acides hydroxycinnamiques communs sont les acides caféique, p-coumarique, ferulique et sinapique (Chira et al., 2008) (Figure 1).

**Figure 1:** Structures chimiques des acides hydroxybenzoïques et hydroxycinnamiques (**Chira et** *al.*, **2008**).

#### b) Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des composés possédant un squelette de base à quinze atomes de carbone, constitués de deux noyaux aromatiques et d'un hétérocycle central de type pyranne (Figure 2), formant une structure C6-C3-C6 (De Souza et De Giovani, 2004). Ce sont les composés les plus abondants parmi tous les composés phénoliques. Il existe plusieurs classes de flavonoïdes, dont les principales sont les flavones, les flavonols, les flavan-3-ols, les isoflavones, les flavanones et les anthocyanidines (Afanas'ev et al., 2000).

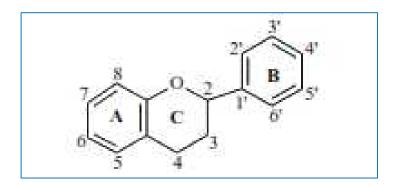


Figure 2 : Squelette de base des flavonoïdes (Atmani et al., 2009).

#### c) Tanins

Les tanins sont des polyphénols possédant la propriété de précipiter les protéines. Ils Sont classiquement subdivisés en tanins hydrolysables, dérivés de l'acide gallique et en tanins condensés, formés à partir des flavanols et des flavanes-3,4-diols (Macheix, 1996).

### II.4. Propriétés biologiques des composés phénoliques

Les composés phénoliques ont la capacité à promouvoir des avantages pour la santé humaine tels que la réduction de l'incidence de certaines maladies dégénératives comme le cancer, le diabète, la réduction des facteurs de risque de maladies cardiovasculaires, aussi ils ont des activités anti-inflammatoires, antioxydantes, antimutagènes et antimicrobiennes (Dahmoune et al., 2015).

Les polyphénols exercent une activité antioxydante via plusieurs mécanismes, dont le piégeage direct des espèces réactives de l'oxygène (ERO), l'inhibition des enzymes génératrices d'ERO, et l'induction de la biosynthèse d'enzymes antioxydantes (Halliwell, 1994).

# III. Méthodes d'extraction des composés phénoliques

#### III.1. Définition

Des solvants comme l'eau, les alcools (principalement l'éthanol et le méthanol) sont utilisés pour extraire les polyphénols. Dans les méthodes traditionnelles, un équipement simple est utilisé tels que; la macération, l'extraction par Soxhlet, etc., où souvent la qualité, la quantité et le temps d'extraction sont discutables. Au fil du temps, ces méthodes ont été améliorées pour augmenter l'efficacité et réduire le temps d'extraction. De nombreuses techniques d'extraction modernes telle que l'extraction assistée par ultrasons (EAU), ont été développées pour une extraction rapide et sélective avec moins de solvant (**Palash, 2018**).

## III.2. Méthodes conventionnelles

#### **III.2.1 Infusion**

Elle convient pour la préparation de tisane à base d'herbes délicates ou finement hachées (feuilles, fleurs, graines, écorce, et racines). La préparation faite en versant de l'eau bouillante sur une quantité requise d'herbes, fraîches ou séchées, puis couvrir et laisser infuser 10 à 15 minutes, puis filtrer. (**Kraft et Hobbs, 2004**).

#### III.2.2. Décoction

La décoction est une méthode d'extraction des principes actifs d'un végétal par dissolution dans un liquide maintenu bouillant (Gouegoui Bohui et al., 2019).

#### III.2.3. Macération

La macération est un procédé qui consiste à laisser séjourner une plante dans un solvant à froid pour en extraire les principes actifs. Elle est également utilisée pour empêcher l'extraction de constituants indésirables qui se dissolvent dans l'eau chaude. (**Kraft et Hobbs**, 2004).

#### III.2.4. Extraction par Soxhlet

L'extraction par Soxhlet est une technique utilisée pendant longtemps, et la référence principale pour évaluer la performance d'autres méthodes d'extraction solide-liquide (Nguyen Van, 2010). Dans l'appareil de Soxhlet, l'échantillon est placé dans une cartouche en papier-filtre épais et pendant l'opération est progressivement rempli de solvant frais condensé provenant de tube de distillation. Lorsque le liquide atteint un niveau de débordement, un siphon aspire tout le contenu de la cartouche et le refoule dans la distillation, transportant les extraits dans le liquide en vrac. Cette opération est répétée jusqu'à la fin de l'extraction. Soxhlet est une technique très simple. Cette simplicité rend les procédures pour différents échantillons très similaires (Luque de Castro et Garcea Ayuso, 2000).

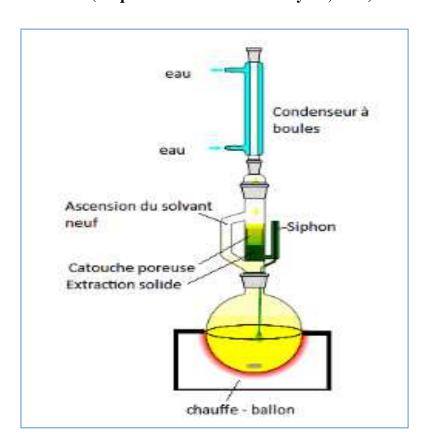


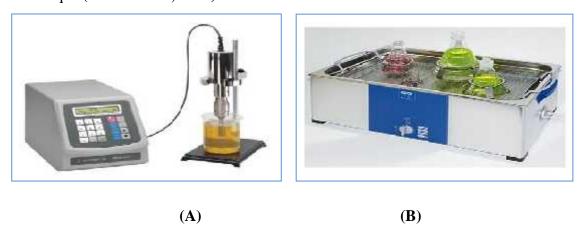
Figure 3: Schéma d'un extracteur Soxhlet (Nguyen Van, 2010).

#### III.3. Méthodes vertes

# III.3.1. Extraction assistée par ultrasons (EAU)

#### Définition

L'utilisation des ultrasons est de plus en plus employée comme méthode alternative par rapport à l'extraction traditionnelle des produits naturels car ils raccourcissent les temps de traitement et de séjour et accélèrent le transfert de chaleur et de masse, respectueux de l'environnement (**Dahmoune et al., 2015**). Les ondes sonores génèrent des vibrations mécaniques supérieures de 20 kHz dans un liquide, un solide, ou un gaz. Elles peuvent se propager dans une matière et impliquent des cycles d'expansion et de compression (**Luque-García et Luque de Castro, 2004**). Il existe deux conceptions générales des extracteurs assistés par ultrason : les bains ultrasoniques ou les extracteurs fermés équipés d'un capteur ultrasonique (**Mason et al., 1996**).



**Figure 4:** (A) représente une photographie d'un sonificateur à ultrasons, et (B) représente une photo d'un bain à ultrasons (1, 2).

### • Principe d'extraction assistée par ultrasons

Le principe est basé sur la génération des bulles de cavitation à l'intérieur du milieu ; en s'effondrant, des millions de ces bulles microscopiques libèrent de l'énergie, créant des zones localisées de haute pression et de température. Le mécanisme est connu sous le nom d'effet de cavitation. Le mécanisme peut être décrit en 4 étapes (**Chemat et al., 2011**) (**Figure 5**) :

- Dans la première étape, des bulles de cavitation sont générées près de la surface de la matrice végétale lors de l'application d'ondes ultrasonores ;
- ➤ Dans la deuxième étape, les bulles sont effondrées, libérant un micro-jet avec une pression et une température vers la surface ;

- Dans la troisième étape, la surface de la matrice est rompue et un contact direct est établi entre les ingrédients actifs à l'intérieur de la cellule et le solvant extérieur ;
- Enfin, les composants actifs sont libérés et transportés vers le solvant.

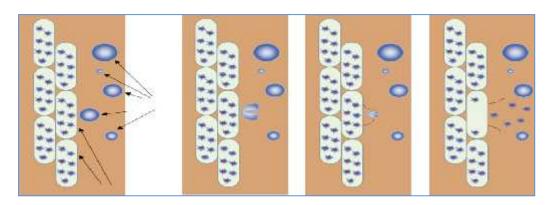


Figure 5 : Mécanisme de libération des composants actifs des cellules à l'aide d'ondes ultrasonores (Palash, 2018).

# • Avantages de l'extraction assistée par les ultrasons

Les EAU présentent de multiples avantages (Palash, 2018).

- ✓ C'est un moyen écologique et efficace d'augmenter le transfert de masse ;
- ✓ Il nécessite moins de solvant et il est compatible avec n'importe quel solvant (toutefois, l'affinité des solvants pour les composants actifs doit être prise en compte) ;
- ✓ Tous ces facteurs réduisent le coût de l'extraction par ultrasons ;
- ✓ Les applications des EAU sont variées, notamment des extractions d'huiles essentielles ou polyphénols.

# IV. Présentation de « Matricaria pubescens »

### IV.1. Description botanique et répartition géographique

*Matricaria pubescens* Desf est une espèce appartenant à la famille des Astéracées, elle pousse en abondance dans les régions sahariennes, et elle est endémique d'Afrique du Nord (Cherif, 2017).

M. pubescens Desf est une petite plante annuelle de 10 à 20 cm de haut, atteignant rarement 40 cm, avec de nombreuses tiges rostrées, qui deviennent dressées. Les fines tiges vertes foncées ne sont que très peu ramifiées. Les feuilles profondément disséquées, dont chaque lobe se termine par une pointe blanche, sont légèrement charnues et mesurent entre 10 et 20 mm de long. Les fleurs tubulaires jaunes sont regroupées en têtes discoïdes hémisphériques. Les capitules mesurent environ 5 à 8 mm de diamètre et sont fixés aux extrémités des tiges. Les fruits sont des akènes à petite membrane pappus pour aider à la

dispersion. Toute la plante a un parfum très agréable. La floraison a lieu au printemps dans le nord du Sahara algérien, et à tout moment après la pluie dans le centre du Sahara algérien (Makhloufi et *al.*, 2012).



Figure 6 : Photographe de Matricaria pubescens Desf. (Makhloufi et al., 2012).

# IV.2. Classification botanique

La dénomination de l'espèce Matricaria pubescens diffère d'une région à l'autre, appelée Guertoufa à El Goléa et Ouargla, Ainasnis au Tassili et à Béchar Ouazouaza et Guertoufa Khadra (Maiza et al., 1993). La classification botanique de la plante *Matricaria pubescens* est représentée dans le tableau II.

Tableau II : Classification botanique de Matricaria pubescens (Bouden, 2018).

Embranchement	Spermaphytes
S/embranchement	Angiospermes
Classe	Monocotyledones
Sous classe	Compositea
Ordre	Asterales
Famille	Asteraceae
Genre	Matricaria
Espèce	Matricaria pubescens Desf.

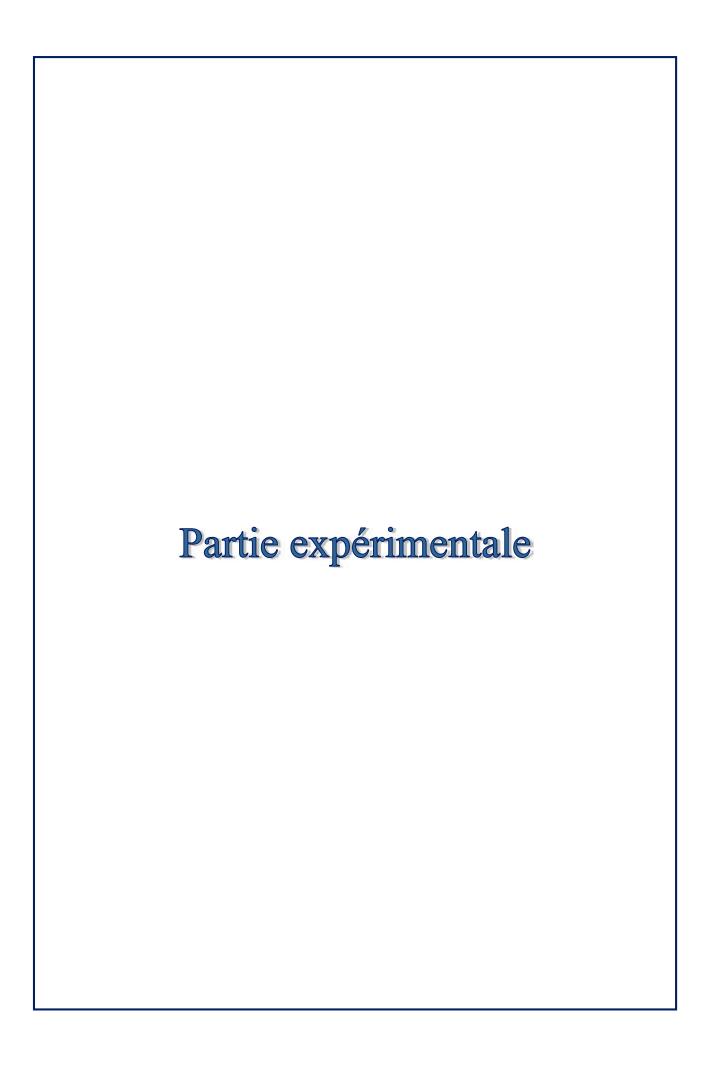
# IV.3. Composition chimique

L'analyse phytochimique de *M. pubescens* a révélé la présence d'un certain nombre de composés chimiques tels que les composés phénoliques, les flavonoïdes, les tanins (**Metrouh-Amir et** *al.*, **2015**), les alcaloïdes, les saponines, les terpénoïdes, les stéroïdes et les cardénolides (**Djellouli et** *al.*, **2013**).

# IV.4. Utilisation pharmacologique et traditionnelle

Matricaria pubescens est fréquemment utilisée en médecine traditionnelle contre les douleurs rhumatismales et musculaires, les douleurs osseuses et articulaires, la toux, les allergies, les affections oculaires, la dysménorrhée, les piqûres de scorpion, la déshydratation et les maux de dents (Maiza et al., 1995). Les tiges et les feuilles broyées sont utilisées comme filtre pour le beurre de chèvre, donnant un bel arôme au beurre et aidant à sa conservation (Laouini et al., 2016).

Matricaria pubescens est une plante utilisée pour préparer l'une des tisanes à ingrédient unique les plus couramment consommées par la population du M'Zab (Sahara septentrional algérien), et qui est également utilisée comme condiment dans le "couscous" ou "chorba" ou un arôme de boisson lactée (Boutaghane et al., 2010). M. pubescens est relativement abondante et largement utilisée en médecine populaire comme anti-inflammatoire, analgésique et antiseptique (Bellakhdar et al., 1987; Bellakhdar, 1997).



### I. Matériel et Méthodes

# I.1. Préparation du matériel végétal

La plante entière *Matricaria pubescens*, a été récoltée d'une manière aléatoire en Mars 2022 à la Wilaya de Bechar (Algérie). Après la récolte, la plante a été nettoyée des poussières et de toutes autres impuretés, puis séchée à une température ambiante dans un endroit aéré et à l'abri de la lumière. Le matériel végétal séché a été broyé puis tamisé. Les fractions dont le diamètre est inférieur à 250 µm ont été retenues pour l'extraction.

# I.2. Extraction des composés phénoliques

Dans la présente étude, l'extraction des composés phénoliques à partir du *M* .*pubescens*, a été réalisée en testant l'effet de la nature et la concentration du solvant, la durée d'extraction et le rapport solide/liquide, tout en appliquant deux techniques d'extraction a savoirs ; extraction par macération et extraction assistée par ultrasons.

#### I.2.1. Effet de la nature du solvant d'extraction

Afin d'étudier l'effet de la nature du solvant d'extraction, les composés phénoliques totaux de *M. pubescens* ont été extraits par macération pendant 1 heure 30 min et par ultrasons pendant 30 min, en utilisant comme solvants l'eau distillée, l'acétone 50%, le méthanol 50% et l'éthanol 50%.

Une quantité de 0,1 g de la poudre de *M. pubescens* a été mélangée avec 20 mL du solvant d'extraction. Après 1 heure 30 min de macération ou 30 min d'extraction assistée par ultrasons, les mélanges obtenus ont été filtrés et conservés pour le dosage des composés phénoliques et les flavonoïdes et l'évaluation de l'activité antioxydante.

# I.2.2. Effet de la concentration du solvant d'extraction

Pour étudier l'effet de la concentration du solvant, l'extraction a été réalisée en utilisant le solvant qui a donné le meilleur rendement en composés phénoliques à différentes concentrations : 30%, 50%, 70% et 90%.

Une quantité de 0,1 g de la poudre a été mélangée avec 20 mL du solvant d'extraction. Après 1 heure 30 min de macération ou 30 min d'extraction par ultrasons, les mélanges obtenus ont été filtrés et conservés.

## I.2.3. Effet de la durée d'extraction

L'effet de la durée d'extraction sur la teneur en composés phénoliques, en flavonoïdes et sur l'activité antioxydante de *M. pubescens* a été étudié en réalisant des

extractions par macération pendant : 1 heure 30 min, 2 heures, 2 heures 30 min et 3 heures, et par ultrasons pendant 10 min, 20 min, 30 min et 40 min, en mélangeant 0,1 g de la poudre avec 20 mL du solvant qui a donné les meilleurs résultats précédemment.

# I.2.4. Effet du rapport solide-liquide

Pour les deux techniques d'extraction étudiée, l'effet du rapport solide/liquide a été évalué en testant quatre rapport solide/liquide à savoirs : 0.05/20 ; 0.1/20 ; 0.2/20 et 0.4/20 (g/mL).

L'extraction a été réalisée en sélectionnant les meilleures conditions déterminées précédemment. Une quantité de 0,05 ; 0,1 ; 0,2 ou 0,4 g de la poudre a été mélangée avec 20 mL d'acétone (50%). Après 1 heure 30 min de macération, ou 30 min d'extraction par ultrasons, les mélanges obtenus ont été filtrés et conservés.

### I.3. Détermination de la teneur en antioxydants

# I.3.1. Dosage des composés phénoliques

#### Principe

Le principe est basé sur la réduction en milieu alcalin de l'acide phosphotungstique (H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) et phosphomolybdique (H<sub>3</sub>PMo<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) du réactif de Folin-Ciocalteu en un mélange d'oxydes bleus de tungstène (W<sub>8</sub>O<sub>23</sub>) et de molybdène (Mo<sub>8</sub>O<sub>28</sub>), lors de l'oxydation des polyphénols. L'absorbance est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans l'échantillon (**Ribéreau-Gayon et al., 1982**).

# Mode opératoire

La teneur en composés phénoliques est estimée selon la méthode de **Kähkonen et** *al.* (1999). Un volume de 0,5 mL du réactif de Folin-Ciocalteu est ajouté à 100 uL d'extrait. Après 3 minutes, 0,4 mL de la solution de carbonate de sodium (7,5%) sont ajoutés. Après 1 heure d'incubation, l'absorbance est mesurée à 740 nm. La concentration en composés phénoliques des extraits, exprimée en gramme équivalent de l'acide gallique (EAG) par 100 g de matière sèche (Poudre), est déterminée en se référant à la droite d'étalonnage (**Annexe N°1**).

# I.3.2. Dosage des flavonoïdes

# • Principe

Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres avec l'aluminium sous forme d'ions Al<sup>+3</sup> après décomposition de chlorure d'aluminium (AlCl<sub>3</sub>). Les complexes formés sont responsables de l'absorption de la lumière dans le visible (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

# Mode opératoire

Les teneurs en flavonoïdes des extraits obtenus sont déterminées par la méthode de **Lamaison et Carnet, (1990)**. Une quantité de 0,5 mL de chaque extrait a été ajoutée à un volume égal de chlorure d'aluminium (2%). L'absorbance a été lue à 430 nm après 20 min d'incubation. Les résultats sont exprimés en gramme équivalent quercétine (EQ) par 100 g de matière sèche à partir de la droite d'étalonnage (**Annexe N°2**).

# I.4. Evaluation de l'activité antioxydante

L'activité antioxydante des extraits de *M. pubescens* a été déterminée en utilisant deux tests différents à savoir : l'activité « scavenger » du radical DPPH et le pouvoir réducteur du fer.

# I.4.1. Activité « scavenger » du radical DPPH

#### • Principe

Un antioxydant a la capacité de donner un hydrogène au radical synthétique DPPH (2,2-diphenyl-1-picryl hydrazyl) de coloration violette (forme oxydée) pour le réduire en DPPH-H (2,2-diphenyl-1-picryl hydrazine) de coloration jaune-verte (**Molyneux, 2004**).

### Mode opératoire

L'effet « scavenger » du DPPH est déterminé par la méthode de **Kroyer et Hegedus**, (2001), 100 uL d'extrait sont ajoutés à 900  $\mu$ L de DPPH (60  $\mu$ M). Après 1 heure d'incubation à l'obscurité, l'absorbance a été lue à 517 nm. L'activité « scavenger » du DPPH est exprimée en gramme équivalent acide ascorbique (EAA) par 100 grammes de matière sèche à partir de la droite d'étalonnage (**Annexe N°3**).

### I.4.2.Pouvoir réducteur du fer

# • Principe

L'analyse du pouvoir réducteur est basée sur la réduction du fer ferrique (Fe<sup>3+</sup>) du complexe ferricyanure-Fe<sup>3+</sup> en fer ferreux (Fe<sup>2+</sup>), en présence d'antioxydants réducteurs

(Bijoy et al., 2008). La forme réduite donne une couleur verte qui est proportionnelle au pouvoir réducteur de l'extrait (Gülçin et al., 2003).

# • Mode opératoire

Le pouvoir réducteur est estimé par la méthode de **Yildirim et al.** (2001); 1 mL d'extrait est additionné à 2,5 mL de tampon phosphate (0,2 M, pH 6,6) et 2,5 mL de ferricyanure de potassium (1%). Après incubation à 50°C pendant 20 min, 2,5 mL d'acide trichloracétique (10%) sont ajoutés au mélange. Après centrifugation à 3000 g pendant 10 min, 2,5 mL du surnageant sont mélangés avec 2,5 mL d'eau distillée et 0,5 mL de chlorure ferrique (0,1%). L'absorbance est mesurée à 700 nm, les résultats sont exprimés en gramme équivalent acide ascorbique (EAA) par 100 grammes de matière sèche à partir de la droite d'étalonnage (**Annexe N°4**).

# I.5. Etude statistique

L'analyse statistique des résultats a été effectuée avec l'ANOVA univariée (test Tukey-Kramer, logiciel JMP14) et la comparaison des résultats est prise à la probabilité (P<0,05). Toutes les données représentent la moyenne de trois essais ± écart type.

### II. Résultats et discussion

La présente étude a été consacrée à la détermination de l'effet de la technique d'extraction (macération et ultrasons) et de plusieurs paramètres à savoir : la nature et la concentration du solvant, la durée et le rapport solide/liquide d'extraction sur la teneur en polyphénols totaux, en flavonoïdes et l'activité antioxydante de *M. pubescens*.

#### II.1. Effet de la nature du solvant d'extraction

Pour les deux techniques d'extraction testées, l'effet de la nature du solvant d'extraction sur la teneur en polyphénols, en flavonoïdes, et sur l'activité antioxydante de *M. pubescens*, a été évalué par l'eau distillée, le méthanol 50%, l'éthanol 50% et l'acétone 50%. L'extraction par macération a été réalisée pendant 1 heure 30 min, et l'extraction assistée par ultrasons pendant 30 min.

### • Sur la teneur en composés phénoliques

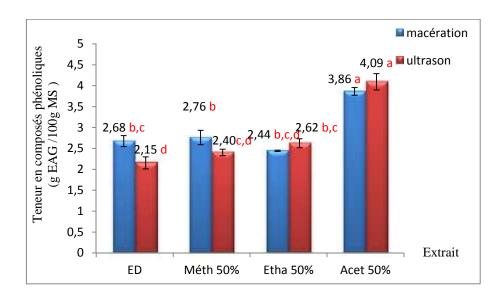
L'analyse statistique des teneurs en composés phénoliques des extraits du *M. pubescens* a révélé des différences significatives en fonction du solvant utilisé pour les deux techniques suivies pour l'extraction (p 0,05) (**Figure 7**).

Cette étude a révélé que pour les deux techniques d'extractions testées, les meilleures teneurs en composés phénoliques de *M. pubescens* ont été obtenues en utilisant l'acétone aqueux (50%) comme solvant d'extraction, avec des valeurs de 4,09 g EAG/100 g MS par ultrasons et 3,86 g EAG/100 g MS par macération. Tandis que les plus faibles teneurs ont été trouvées par macération dans l'extrait éthanolique (50%) et par ultrasons dans l'extrait aqueux avec des valeurs de 2,44 g EAG/100 g MS et 2,15 g EAG/100 g MS, respectivement.

La solubilité des composés phénoliques dépend de leur nature chimique et elle est affectée par la polarité du solvant utilisé.

L'étude menée par **AL-Farsi et Lee, (2008)** a montré que l'acétone diluée à 50% est le meilleur solvant d'extraction des composés phénoliques à partir des graines de datte. De plus, **Farhoosh, (2009)** a rapporté que l'acétone diluée à 50% est le solvant le plus efficace pour l'extraction des polyphénols dans sa recherche et cela est dû à sa meilleure sélectivité et sa faible viscosité, du coup cette optimisation est similaire aux résultats obtenus.

Pour mieux extraire les composés phénoliques il est préférable d'utiliser le solvant acétonique plutôt que le méthanol ou l'éthanol, car il a l'avantage de précipiter les protéines est d'extraire faiblement les sucres (**Boizot et Charpentier**, **2006**).

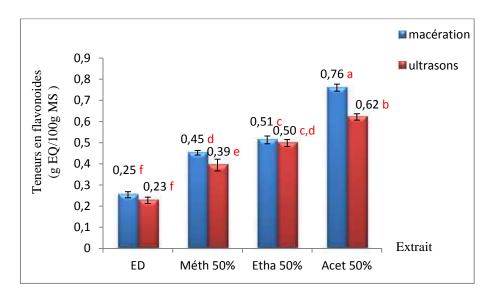


**Figure 7 :** Effet de la nature du solvant et de la technique d'extraction sur la teneur en composés phénoliques du *M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

# • Sur la teneur en flavonoïdes

Les teneurs en flavonoïdes des extraits de *M. pubescens* varient d'une façon significative selon la nature du solvant et la technique d'extraction utilisés (**Figure 8**).



**Figure 8 :** Effet de la nature du solvant et de la technique d'extraction sur la teneur en flavonoïdes du *M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

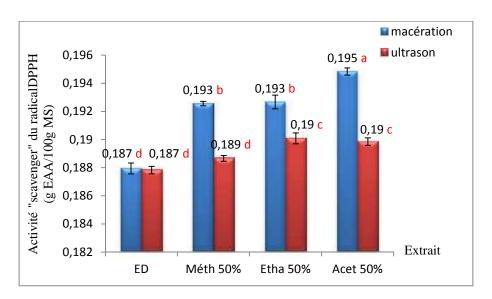
Les résultats obtenus ont montré que les meilleures teneurs en flavonoïdes sont enregistrées dans les extraits acétoniques (50%) avec une teneur de 0,76 g EQ/100 g MS

obtenue par macération et une teneur de 0,62 g EQ/100 g MS obtenue par ultrasons, alors que la teneur la plus faible a été trouvée dans l'extrait aqueux pour les deux techniques testées avec des valeurs de 0,25 g EQ/100 g MS (macération) et 0,23 g EQ/100 g MS (ultrasons).

D'après **Boulekbache-Makhlouf et al.** (2013), l'acétone (70%) est le meilleur solvant pour l'extraction des composés phénoliques et des flavonoïdes de l'aubergine pelée par rapport à l'éthanol (70%) et le méthanol (70%). Ce qui pourrait soutenir les résultats trouvés.

# • Sur l'activité « scavenger » du radical DPPH

L'analyse statistique a montré une différence significative entre les activités antiradicalaire (DPPH) des extraits obtenus selon la technique et le solvant utilisés (p<0,05) (Figure 9).



**Figure 9** : Effet de la nature du solvant et de la technique d'extraction sur l'activité « scavenger » du radical DPPH du *M. pubescens*.

 $(Les\ r\'esultats\ qui\ portent\ des\ lettres\ diff\'erentes\ sont\ significativement\ diff\'erents).$ 

Dans la présente étude, tous les extraits ont présenté une activité anti-radicalaire (DPPH). Les résultats ont montré que le meilleur pouvoir anti-radicalaire (DPPH) (0,195 g EAA/100 g MS) a été obtenu en utilisant la technique de macération et l'acétone dilué à 50% pour l'extraction, suivi par les extraits ethanolique (50%) et méthanolique (50%) de valeur 0,193 g EAA/100 g MS.

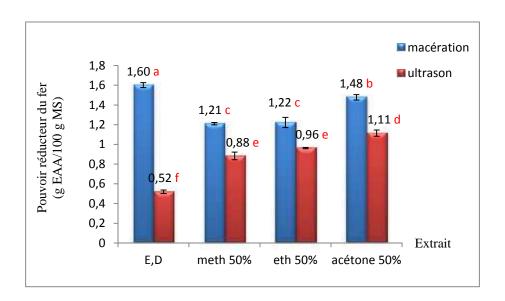
La technique d'extraction assistée par ultrasons a permis de donner le meilleur pouvoir anti-radicalaire (DPPH) dans l'extraits acétonique (50%) et éthanolique (50%) avec la même valeur qui est de 0,19 g EAA/100 g MS, suivi par l'extrait méthanolique (50%) avec une valeur de 0,189 g EAA/100 g MS.

Tandis que les faibles activités «scavenger» du radical DPPH ont été trouvées dans les extraits préparés avec l'eau distillée pour les deux techniques d'extractions avec la même valeur (0,187 g EAA/100 g MS).

Les solvants utilisés pour l'extraction des polyphénols ont des effets significatifs sur la détermination de la capacité de piégeage du radical DPPH pour l'aubergine pelée (Boulekbache-Makhlouf et *al.*, 2013). Ce qui confirme les résultats de ce travail.

# • Sur le pouvoir réducteur du fer

L'analyse statistique des résultats du pouvoir réducteur du fer a révélé des différences significatives en fonction du solvant utilisé et de la technique suivie pour l'extraction (p 0,05) (**Figure 10**).



**Figure 10 :** Effet de la nature du solvant et de la technique d'extraction sur le pouvoir réducteur du fer de *M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

Les résultats obtenus ont montré que les meilleurs pouvoirs réducteurs du fer ont été trouvés dans l'extrait aqueux obtenu par macération et dans l'extrait acétonique diluée (50%) obtenu par ultrasons avec des valeurs de 1,60 g EAA/100 g MS et 1,11 g EAA/100 g MS, respectivement. Tandis que l'extrait aqueux obtenu par ultrasons, et l'extrait méthanolique et

éthanolique obtenus par macération ont enregistrés les pouvoirs réducteurs les plus faibles avec des valeurs de 0,52, 1,21, et 1,22 g EAA/100 g MS, respectivement.

**Settharaksa et al. (2014)** ont révélé que l'extrait aqueux de *Syzygium gratum* a un pouvoir réducteur du fer plus élevé que les extraits méthanolique et ethanolique. Ce qui confirme les résultats de ce travail.

L'analyse globale des résultats a montré que le meilleur solvant d'extraction des composés phénoliques est l'acétone. Concernant la méthode appliquée pour l'extraction, l'étude a révélé que la meilleure teneur en composés phénoliques a été obtenue par la technique d'extraction assistée par ultrasons, tandis que la teneur la plus élevée en flavonoïdes et les meilleures activités antioxydantes ont été obtenues par macération.

D'après **Quiroz-Reyes et al.** (2013), les teneurs en composés phénoliques des extraits de cacao obtenus par ultrasons sont plus élevées que celles des extraits obtenus par macération. Les effets mécaniques de la sonication permettent une plus grande pénétration du solvant dans les cellules, améliorent le transfert de masse et permettent l'extraction de teneurs en composés phénoliques plus élevées par rapport à la teneur extraite par macération.

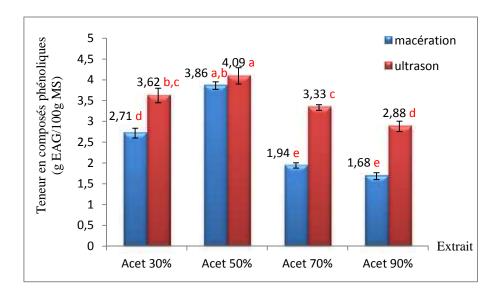
#### II.2. Effet de la concentration du solvant d'extraction

Pour déterminer l'effet de la concentration du solvant d'extraction sur la teneur en polyphénols, en flavonoïdes et sur l'activité antioxydante de *M. pubescens*, l'extraction a été réalisée par macération pendant 1 heure 30 min et par ultrasons pendant 30 min en utilisant quatre concentrations de l'acétone (30%, 50%, 70% et 90%).

#### • Sur la teneur en composés phénoliques

L'analyse statistique des teneurs en composés phénoliques des extraits du *M. pubescens* a révélé des différences significatives en fonction de la concentration du solvant utilisé et de la technique suivie pour l'extraction (p 0,05) (**Figure 11**).

Cette étude a révélé que pour les deux techniques d'extractions testées, les meilleures teneurs en composés phénoliques de *M. pubescens* ont été obtenues en utilisant l'acétone (50%), avec des valeurs de 4,09 g EAG/100 g MS obtenue par ultrasons et 3,86 g EAG/100 g MS obtenue par macération. Suivi par l'acétone (30%), avec des valeurs de 3,62 g EAG/100 g MS obtenue par ultrasons, et 2,71 g EAG/100 g MS obtenue par macération. Tandis que les plus faibles teneurs, ont été obtenues en utilisant l'acétone (90%) avec des valeurs de 2,88 g EAG/100 g MS par ultrasons, et de 1,68 g EAG/100 g MS par macération.



**Figure 11** : Effet de la concentration du solvant et de la technique d'extraction sur la teneur en composés phénolique *de M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

L'analyse de ces résultats révèle que la teneur en composés phénoliques des extraits de *M. pubescens* a augmenté avec l'augmentation de la concentration d'acétone de 30 à 50%. A partir de la concentration en acétone de 50%, cette teneur a été diminuée.

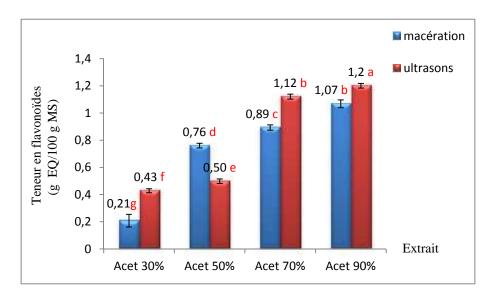
L'étude menée par **Uma et** *al.* (2010) a montré que la teneur en composés phénoliques des extraits des feuilles de henné a augmenté avec l'augmentation de la concentration d'acétone de 20 à 60%. A partir de la concentration en acétone de 60%, cette teneur a été diminuée.

#### • Sur la teneur en flavonoïdes

Les teneurs en flavonoïdes des extraits de *M. pubescens* varient d'une manière significative selon la concentration du solvant et la technique d'extraction testée (**Figure 12**).

L'analyse statistique a montré que la teneur en flavonoïde a augmenté d'une façon proportionnelle avec la concentration du solvant d'extraction.

Dans la présente étude, les meilleures teneurs en flavonoïdes ont été trouvées dans les extraits acétoniques (90%) pour les deux techniques d'extraction avec des valeurs de 1,2 g EQ/100 g MS (par ultrasons) et de 1,07 g EQ/100 g MS (par macération). Tandis que les plus faibles teneurs ont été trouvées dans les extraits acétoniques dilués à 30%.

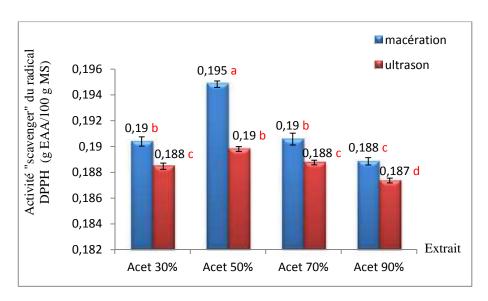


**Figure 12**: Effet de la concentration du solvant et de la technique d'extraction sur la teneur en flavonoïdes de *M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

# • Sur l'activité « scavenger » du radical DPPH

L'étude statistique a montré une différence significative entre les activités antiradicalaire (DPPH) des extraits obtenus selon la concentration du solvant et la technique utilisée (p<0,05) (**Figure 13**).



**Figure 13** : Effet de la concentration du solvant et de la technique d'extraction sur l'activité «scavenger » du radical DPPH de *M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

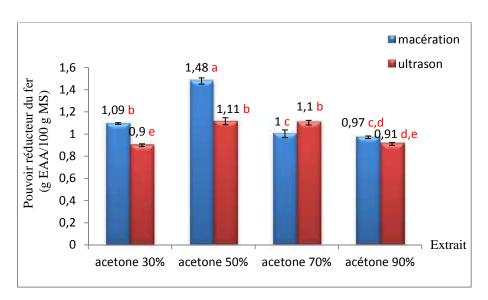
Dans la présente étude, tous les extraits ont exercé une activité anti-radicalaire (DPPH). Les résultats obtenus ont montré que les extraits acétoniques (50%) de *M. pubescens* ont exercé le meilleur pouvoir anti-radicalaire (DPPH), pour les deux techniques avec des valeurs de 0,195 g EAA/100 g MS (par macération) et 0,19 g EAA/100 g MS (par ultrasons), suivi par les extraits acétoniques dilués à 30 et à 70%, avec des valeurs de 0,19 g EAA/100 g MS (par macération) et 0,188 g EAA/100 g MS (par ultrasons).

Tandis que les plus faibles activités « scavenger » du radical DPPH ont été trouvées dans les extraits acétoniques dilués à 90%, pour les deux techniques d'extractions, avec des valeurs de 0,188 g EAA/100 g MS (par macération) et 0,187 g EAA/100 g MS (par ultrasons).

Chirinos et *al.* (2007) ont montré que l'eau en combinaison avec le solvant contribue à la création d'un solvant modérément polaire qui assure à la fois l'extraction des composés phénoliques et la préservation de leur activité antioxydante.

### • Sur le pouvoir réducteur du fer

Pour les deux techniques d'extraction (macération et ultrason), l'étude statistique de l'effet de la concentration du solvant sur le pouvoir réducteur du fer a montré une différence significative entre les activités antioxydantes obtenues selon la concentration du solvant et la technique d'extraction (p 0,05) (**Figure 14**).



**Figure 14** : Effet de la concentration du solvant et de la technique d'extraction sur le pouvoir réducteur du fer de *M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

Dans la présente étude, les extraits acétoniques dilués à 50% de *M. pubescens* ont exercé le meilleur pouvoir réducteur du fer pour les deux techniques d'extraction. Tandis que les faibles pouvoirs réducteurs ont été observés dans les extraits acétoniques dilués à 30% obtenus par ultrasons et les extraits acétoniques dilués à 90% obtenus par macération, avec les valeurs 0,90 g EAA/100 g MS et 0,97g EAA/100 g MS, respectivement.

Le changement de la polarité du solvant modifie sa capacité à dissoudre un groupe sélectionné de composés antioxydants et influence l'estimation de l'activité antioxydante (Turkmen et al., 2006).

L'analyse des résultats obtenus a montré que la meilleure concentration de l'acétone pour l'extraction des composés phénoliques est 50%, et pour l'extraction des flavonoïdes est 90%.

Pour la technique d'extraction la plus efficace, dans cette étude les meilleurs teneurs en composés phénoliques et en flavonoïdes ont été obtenues par la technique d'extraction assistée par ultrasons. Alors que les plus fortes activités antioxydantes ont été obtenues par macération.

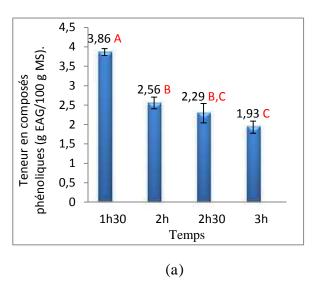
L'étude menée par **Javanovic et** *al.* (2017), a montré que la teneur la plus élevée en polyphénols totaux des extraits d'herbe de *Thymus serpillum* est obtenue par ultrason. **Saini et** *al.* (2019) ont trouvé que l'extraction par ultrasons a donné la teneur la plus élevée en flavonoïdes. Ce qui concorde avec les résultats de la présente étude.

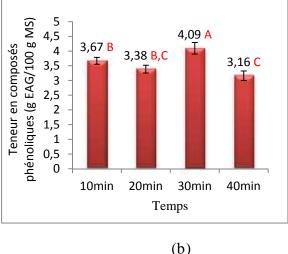
#### II.3. Effet de la durée d'extraction

Pour déterminer l'effet de la durée d'extraction en utilisant l'acétone 50% comme solvant sur la teneur en polyphénols et en flavonoïdes et sur l'activité antioxydante de *M. pubescens*, quatre durées ont été utilisées 1 heure 30 min, 2 heures, 2 heures 30 min, et 3 heures par macération, et 10 min, 20 min, 30 min, et 40 min par ultrasons.

## • Sur la teneur en composés phénoliques

L'analyse statistique des teneurs en composés phénoliques des extraits de *M. pubescens* obtenus par les deux techniques a révélé des différences significatives en fonction de la durée d'extraction utilisée (p 0,05) (**Figure 15**).





**Figure 15** : Effet de la durée d'extraction sur la teneur en composés phénoliques de *M. pubescens*, (a) extraction par macération, (b) extraction assistée par les ultrasons.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

Cette étude a révélé que la meilleure teneur en composés phénoliques (3,86 g EAG/100 g MS) de *M. pubescens* a été trouvée dans l'extrait obtenu après 1 heure 30 min de macération, suivie par les teneurs (2,56 et 2,29 g EAG/100 g MS) des extraits obtenus après 2 heures et 2 heures 30 min, respectivement. Tandis que la plus faible teneur (1,93 g EAG/100 g MS) a été trouvée dans l'extrait obtenu après 3 heures.

Cependant la meilleure teneur en composés phénoliques de *M. pubescens* trouvée par la technique d'extraction assistée par ultrasons a été révélée dans l'extrait obtenu après 30 min d'extraction, avec une valeur de 4,09 g EAG/100 g MS. Tandis que la plus faible teneur a été trouvée dans l'extrait obtenu après 40 min avec une valeur de 3,16 g EAG/100 g MS.

Le temps pendant lequel le solvant et le matériel végétal sont mis en contact peut influencer la libération progressive de soluté à partir de la matrice végétale vers le solvant, et par conséquent l'efficacité de l'extraction (**Michiels et al., 2012**). En revanche, un temps de contact prolongé n'améliore pas toujours l'efficacité de l'extraction en favorisant l'oxydation des composés phénoliques (**Santos-Buelga et al., 2012**).

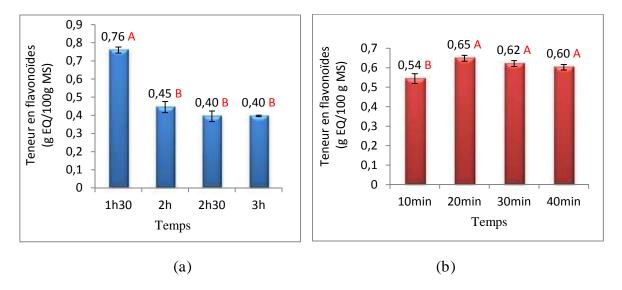
Les résultats de la présente étude révèlent que les teneurs en composés phénoliques ont été affectées par la durée d'extraction. Ce qui a été confirmé par l'étude réalisée par Cavuldak, (2021), sur l'extraction des polyphénols de *Arbutus unido* L. et celle de **Fu et** al. (2016) sur l'extraction des polyphénols des algues marines : *Sargassum polycystum*,

Kappaphycus alvarezzi variance Buaya, Kappaphycus alvarezzi variance Giant et Eucheuma denticulatum.

Weng et Weller, (2006) ont rapporté que le rendement d'extraction par les ultrasons est affecté par le temps d'extraction. Chemat et al. (2011) rapportent que l'utilisation des ultrasons permet d'effectuer des extractions pendant une courte durée avec une reproductibilité élevée, ce qui simplifier l'opération et donne une plus grande pureté au produit final, ceci permet de justifier l'obtention d'un rendement élevé en polyphénols en utilisant les ultrasons dans la présente étude.

#### • Sur la teneur en flavonoïdes

Les résultats obtenus ont montré une différence significative sur les teneurs en flavonoïdes. Cependant, aucune différence significative n'a été observée à un temps d'extraction de 2 heures à 3 heures par macération, et de 20 min à 40 min par ultrason (**Figure 16**).



**Figure 16 :** Effet de la durée d'extraction sur la teneur flavonoïdes de *M. pubescens*. (a) Extraction par macération, (b) Extraction assistée par les ultrasons.

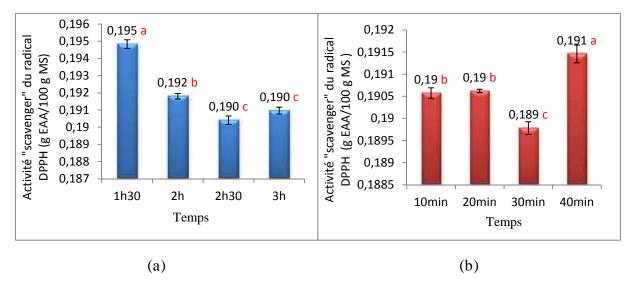
(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

Cette étude a révélé que pour la technique de macération la meilleure teneur en flavonoïdes (0,76 g EQ /100 g MS) a été trouvée dans l'extrait obtenu après 1 heure 30 min, cependant à partir de 2 heures d'extraction les teneurs en flavonoïde obtenues n'ont pas présentées aucune différence significative.

Les résultats des teneurs en flavonoïdes obtenues par la technique d'extraction assisté par ultrasons ont montré que la durée de 20 min est suffisante pour obtenir la teneur la plus élevé en flavonoïdes (0,65 g EQ/100 g MS). L'extrait obtenu après 10 min a montré la teneur la plus faible en flavonoïdes (0,54 g EQ/100 g MS).

## • Sur l'activité « scavenger » du radical DPPH

L'étude statistique a montré une différence significative entre les activités antiradicalaire (DPPH) des extraits obtenus par les deux techniques selon la durée d'extraction (p<0,05) (**Figure 17**).



**Figure 17 :** Effet de la durée d'extraction sur l'activité « scavenger » du radical DPPH de *M. pubescens.* (a) Extraction par macération, (b) Extraction assistée par les ultrasons.

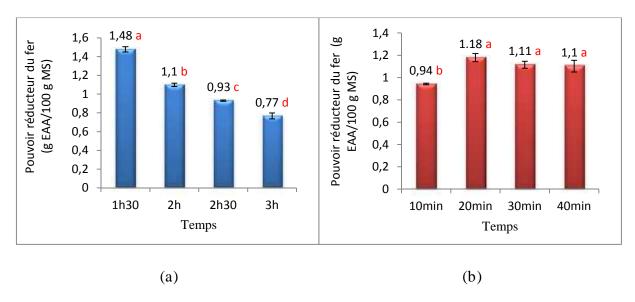
(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

Les résultats obtenus ont montré que le meilleur pouvoir anti-radicalaire (DPPH) (0,195 g EAA/100 g MS) a été trouvé dans l'extrait obtenu par macération après 1 heure 30 min, et dans l'extrait obtenu par ultrasons après 40 min (0,191 g EAA/100 g MS).

Tandis que les faibles activités « scavenger » du radical DPPH ont été trouvée dans les extraits obtenus après 2 heures 30 min et 3 heures de macération avec une valeur de 0,190 g EAA/100 g MS, et dans l'extrait obtenu après 30 min par ultrasons avec une valeur de 0,189 g EAA/100 g MS.

## • Sur le pouvoir réducteur du fer

L'analyse des données a montré une différence significative entre les pouvoirs réducteurs du fer des extraits obtenus par les deux techniques selon la durée d'extraction (p<0,05) (**Figure 18**).



**Figure 18 :** Effet de la durée d'extraction sur le pouvoir réducteur du fer de *M.pubescens*. (a) Extraction par macération, (b) Extraction assistée par les ultrasons.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

La présente étude a montré que le pouvoir réducteur du fer exprimé par les extraits obtenus par macération est inversement proportionnel à la durée d'extraction. Le meilleur pouvoir réducteur a été obtenu après 1 heure 30 min de macération (1,48 g EAA/100 g MS). Tandis que le plus faible a été obtenu après 3 heures de macération (0,77 g EAA/100 g MS).

Concernant la technique d'extraction assisté par ultrasons, les résultats de la détermination du pouvoir réducteur ont montré que l'extraction pendant 20 min s'est révélée la meilleure durée avec un pouvoir réducteur estimé à 1,18 g EAA/100 g MS. Tandis que l'extrait obtenu après 10 min a montré le plus faible pouvoir réducteur avec une valeur de 0,94 g EAA/100 g MS.

L'analyse des résultats a montré que la meilleure durée d'extraction des composés phénoliques et des flavonoïdes par macération est 1 heure 30 min. Tandis que la meilleure durée d'extraction par ultrasons est 30 min pour les composés phénoliques, 20 min pour les flavonoïdes.

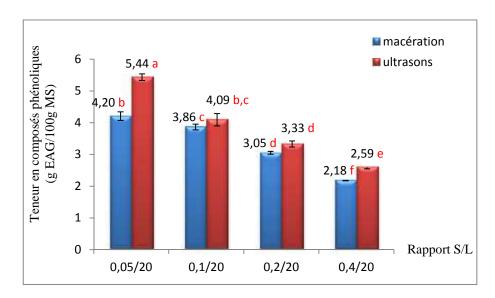
Comparant entre les deux techniques d'extraction testées, l'étude a révélé que la meilleure teneur en composés phénoliques a été obtenue par la technique d'extraction assistée par ultrasons, cependant que la teneur la plus élevé en flavonoïdes, et les meilleures activités antioxydantes ont été obtenues par macération.

### II.4. Effet du rapport solide/liquide

Pour déterminer l'effet du rapport solide/liquide des extraits obtenus par macération pendant 1 heure 30 min et par ultrasons pendant 30 min, on utilisant l'acétone 50% comme solvant, sur la teneur en polyphénols et en flavonoïdes et sur l'activité antioxydante de *M. pubescens*, quatre rapports ont été utilisés ; 0,05/20, 0,1/20, 0,2/20, et 0,4/20 (g/mL).

## • Sur la teneur en composés phénoliques

L'analyse statistique des teneurs en composés phénoliques des extraits du M. pubescens a révélé des différences significatives en fonction du rapport solide/liquide et de la technique suivie pour l'extraction (p 0,05) (**Figure 19**).



**Figure 19 :** Effet du rapport solide/liquide et de la technique d'extraction sur la teneur en composés phénoliques de *M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

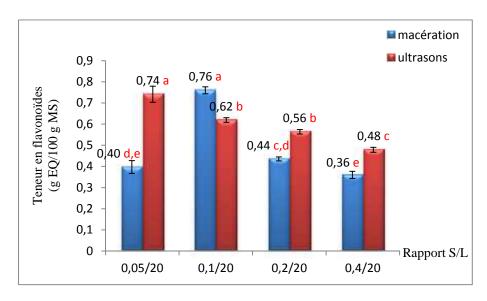
Cette étude a révélé que pour les deux techniques d'extractions testées, les meilleures teneurs en composés phénoliques de *M. pubescens* ont été trouvées dans les extraits obtenus par le rapport 0,05/20 (g/mL), avec des valeurs de 5,44 g EAG/100 g MS (par ultrasons) et 4,20 g EAG/100 g MS (par macération).

Tandis que les plus faibles teneurs, ont été obtenues par les extraits du rapport 0,4/20 (g/mL) avec une valeur de 2,59 g EAG/100 g MS (par ultrasons), et de valeur de 2,18 g EAG/100 g MS (par macération).

La teneur en composés phénoliques la plus élevée a été obtenue avec le faible rapport solide/liquide utilisé.

#### • Sur la teneur en flavonoïdes

L'analyse statistique des teneurs en flavonoïdes des extraits de *M. pubescens* a révélé des différences significatives en fonction du rapport solide/liquide et de la technique suivie pour l'extraction (p 0,05) (**Figure 20**).



**Figure 20 :** Effet du rapport solide/liquide et de la technique d'extraction sur la teneur en flavonoïdes de *M. pubescens*.

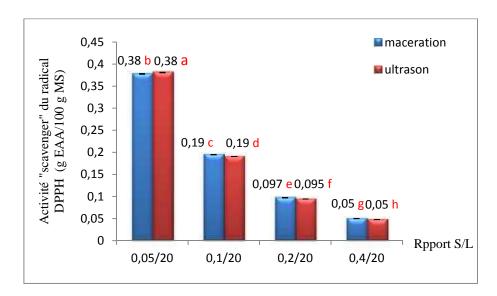
(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

Les résultats obtenus ont montré que les valeurs les plus élevées en flavonoïdes ont été trouvées dans l'extrait préparé par le rapport 0,1/20 (g/mL) et par macération avec une valeur de 0,76 g EQ/100 g MS, et dans l'extrait préparé par ultrasons en appliquant le rapport 0,05/20 (g/mL) avec une valeur de 0,74 g EQ/100 g MS.

Les teneurs en flavonoïdes obtenues par macération ont augmenté avec l'augmentation du rapport solide/liquide de 0,05/20 à 0,1/20 (g/mL) après, a commencé à diminuer jusqu'à ce qu'elle atteigne le minimum pour l'extrait préparé avec le rapport 0,4/20 (g/mL). Tandis que les teneurs en flavonoïdes dans les extraits obtenus par ultrasons sont inversement proportionnelle aux rapports solides/liquides testés.

## • Sur l'activité « scavenger » du DPPH

L'étude statistique a montré une différence significative entre les activités antiradicalaire (DPPH) des extraits selon les différentes rapports solide/liquide testés (p<0,05) (**Figure 21**).



**Figure 21** : Effet du rapport solide/liquide et la technique d'extraction sur l'activité « scavenger » du radical DPPH de *M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

Pour les deux techniques d'extraction étudiée, les extraits du rapport 0,05/20 (g/mL) ont exercé le meilleur pouvoir anti-radicalaire (DPPH) (0,38 g EAA/100 g MS), suivi par les rapports 0,1/20 et 0,2/20 (g/mL), successivement.

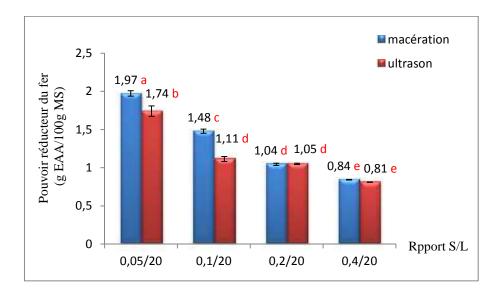
Tandis que la plus faible activité « scavenger » du radical DPPH a été trouvée dans les extraits du rapport 0.4/20 (g/mL) pour les deux techniques avec une valeur de 0.05 g EAA/100 g MS.

Selon **Benchikh et Louailèche, (2014)**, la meilleure capacité anti-radicalaire a été obtenue avec le faible rapport échantillon/solvant.

**Fu et** *al.* (2016) ont rapporté que la diminution de l'activité anti-radicalaire de DPPH peut s'expliquer par la diminution de la teneur en composés phénoliques et en flavonoïdes. Ce qui est en accord avec les résultats de *M. pubescens*.

## • Sur le pouvoir réducteur du fer

L'analyse statistique des résultats a montré une différence significative entre les pouvoirs réducteurs selon le rapport solide/liquide (p 0,05) (**Figure 22**).



**Figure 22 :** Effet du rapport solide/liquide et la technique d'extraction sur le pouvoir réducteur du fer de *M. pubescens*.

(Les résultats qui portent des lettres différentes sont significativement différents).

La présente étude a montré que le plus fort pouvoir réducteur a été trouvé dans les extraits du rapport 0,05/20 (g/mL) avec une valeur de 1,97 g EAA/100 g MS (par macération) et 1,74 g EAA/100 g MS (par ultrason), suivi par les rapports 0,1/20 (g/mL), 0,2/20 (g/mL) et 0,4/20 (g/mL), successivement.

Le pouvoir réducteur trouvé dans les extraits obtenus pour les deux techniques d'extraction est inversement proportionnel aux rapports solides/liquides.

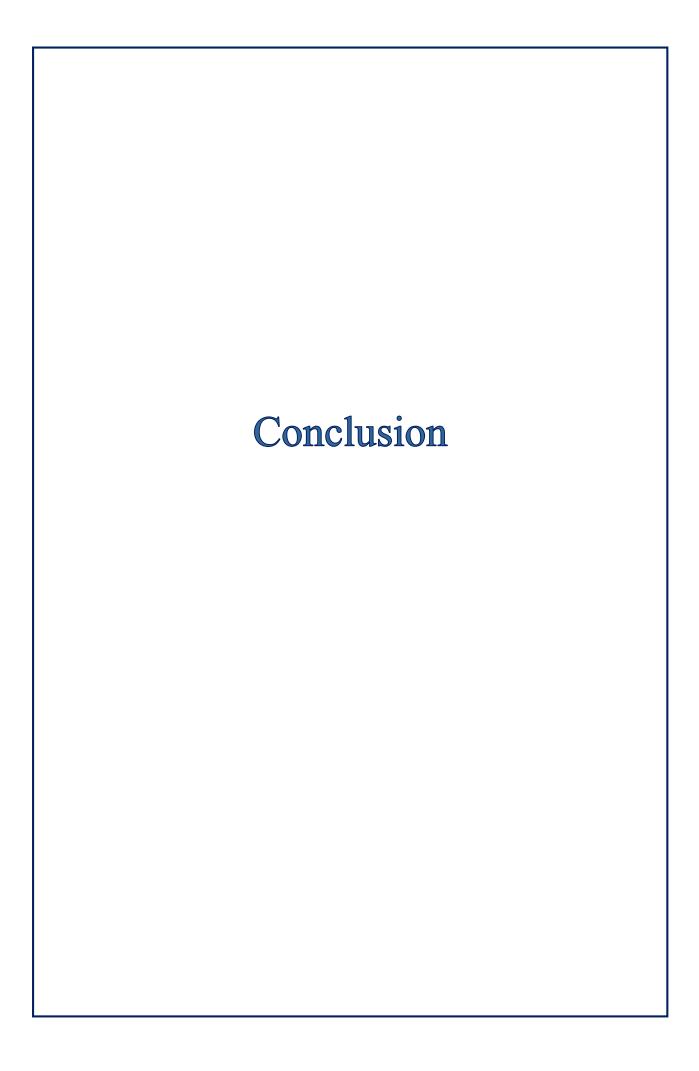
Selon **Benchikh et louailèche, (2014)**, le meilleur pouvoir réducteur a été obtenu lorsqu'un faible rapport échantillon/solvant est utilisé. Ce qui concorde avec les résultats obtenus.

L'analyse globale des résultats a montré que le meilleur rapport solide/liquide utilisé pour l'extraction des composés phénoliques est 0,05/20 (g/mL), et pour les flavonoïdes est 0,1/20 (g/mL).

En revanche, la meilleure teneur en composés phénoliques a été obtenue par la technique d'extraction assistée par ultrasons, cependant que la teneur la plus élevée en flavonoïdes, et le meilleur pouvoir réducteur ont été obtenus par macération. Pour

l'activité anti-radicalaire (DPPH), aucune différence significative n'a été constatée entre les deux techniques d'extraction.

Selon **Quiroz-Reyes et** *al.* **(2013)** les extraits de cacao obtenus par les ultrasons ont montré une plus grande activité antioxydante vis à vis les extraits obtenus par la méthode conventionnelle. Ce qui ne concorde pas avec les résultats de la présente étude.



## **Conclusion et perspectives**

Cette étude a été consacrée à la détermination de l'effet de quatre paramètres d'extraction (la nature et la concentration du solvant, la durée, et le rapport solide/liquide) en utilisant deux techniques d'extraction (macération et ultrasons) sur la teneur en composés phénoliques (polyphénols totaux et flavonoïdes) et l'activité antioxydante de *M. pubescens*.

Les résultats obtenus révèlent que l'acétone 50%, la durée de 30 min, le rapport 0.05/20 (g/mL) et la technique d'extraction par ultrasons sont les meilleurs paramètres pour l'extraction des polyphénols totaux de *M. pubescens*, alors que la meilleure teneur en flavonoïdes de cette plante a été obtenue par la technique d'extraction assisté par ultrasons avec l'acétone 90%, la durée de 30 min, et le rapport 0,1/20 (g/mL).

L'activité antioxydante des extraits a été testée par deux méthodes : activité « scavenger » du radical DPPH et le pouvoir réducteur du fer.

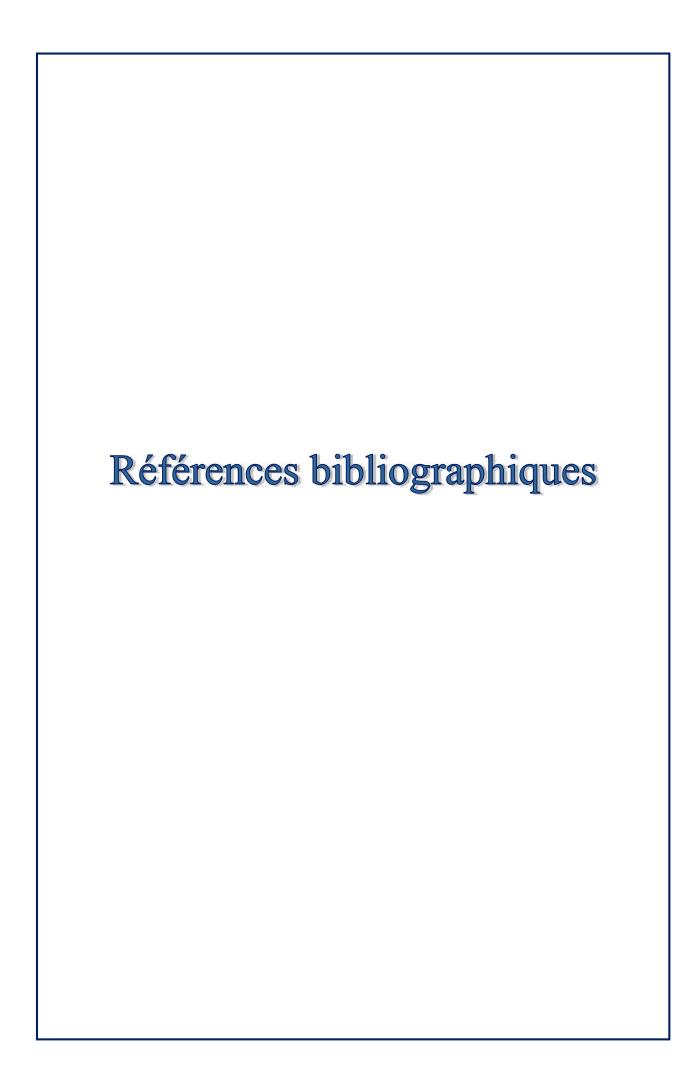
Les résultats de l'évaluation de l'activité antioxydante ont montré que tous les extraits de *M. pubescens* ont présenté des activités antioxydantes qui varient en fonction des paramètres et de la technique d'extraction utilisée d'une manière significative (p<0,05).

La plus forte activité antioxydante a été obtenue en utilisant la macération, l'acétone 50%, la durée 1 heure 30 min et le rapport 0,05/20 (g/mL) pour l'extraction.

*M. pubescens* est une source potentielle de composés phénolique, qui pourraient remplacer les antioxydants synthétiques qui ont des effets néfastes sur l'organisme.

Dans le but de compléter cette étude il serait intéressant :

- D'étudier l'effet d'autres paramètres d'extraction telle que : la température, le pH et la taille des particules.
- D'utiliser d'autres techniques pour l'extraction des polyphénols telle que l'extraction par micro-ondes.
- D'utiliser des modèles mathématiques pour l'optimisation des paramètres d'extraction des composés phénoliques telle que les plans d'expériences.



# Références bibliographiques

#### A

**Afanas'ev I.B, Ostrakhovitch E.A, Mikhal'chik E.V, Ibragimova G.A, Korkina L.G**. Enh ancement of antioxidant and anti-inflammatory activities of bioflavonoid rutin by complexation with transition metals. Biochimical Pharmacology; 2000, 61 (2001): 677-684

**Al-Farsi M.A, Lee C.Y**. Optimization of phenolics and dietary fibre extraction from date seeds. *Food Chemistry*; 2008, 108: 977-985.

**Arab K, Bouchenak O, Yahiaoui K**. Évaluation de l'activité biologique des feuilles de l'olivier sauvage et cultivé. *Afrique science* ; 2013, 09 (3) : 159-166.

**Atmani D, Chaher N, Atmani D, Berboucha M, Debbache N, and Boudaoud H.** Flavonoids in Human Health: From Structure to Biological Activity. *Current Nutrition and Food Science*; 2009, 5: 225-237.

B

**Bellakhdar J, Baayaoui A, Kazdari A, Marechal J**. Herboristes et médecine traditionnelle à Tissint, oasis présaharienne du sud marocain (province de Tata). *Albiruniya. Revue Marocaine de Pharmacognosie*; 1987, 3:7-50.

**Bellakhdar, J.** La pharmacopée marocaine traditionnelle. Médecine arabe ancienne et savoirs populaires. Saint-Étienne : Édition Ibis Press, 1997 : 764 p.

**Benchikh Y, Loualèche H**. Effects of extraction conditions on the recovery of phenolic compounds *in vitro* antioxidant activity of carob (*Ceratonia siliqua L.*) pulp. *Acta Botanica Gallica: Botany Letters*; 2014, 161 (2): 175-181.

**Bijoy M, Jayati S, Prabir K.S**. Antioxidant activities of soybean as affected by Bacillus-fermentation to kinema. *Food Research International*; 2008, 41 (6): 586-593.

**Boizot N, Charpentier J**. Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Cahier des Techniques de l'INRA* ; 2006, 79-82.

**Bouden I**. Etude de l'activité antiarthritique, antioxydante et antimicrobienne des extraits de *Matricaria pubescens*. Thèse de doctorat : Biochimie. Sétif : Université Ferhat Abbas ; 2018, 106 p.

Boulekbache-Makhlouf L, Medouni L, Medouni-Adrar S, Arkoub L, Madani K. Effect of solvents extraction on phenolic content and antioxidant activity of the byproduct of eggplant. *Industrial Crops and Products*; 2013, 49: 668-674.

Boutaghane N, Kabouche A, Touzani R, Maklad Y, ElAzzouny A, Bruneau C, and Kabouche Z. GC/MS Analysis and analgesic effect of the essential oil of *Matricaria* pubescens from Algeria. Natural Product Communications; 2010, 6 (2): 2011, 251-252.

 $\mathbf{C}$ 

**Cavuldak O.A**. Determination of the extraction conditions of phenolic compounds from Arbutus unedol L. Leaves. *Gida the Journal of Food*; 2021, 46 (5): 1218-1232.

**Chemat F, Zill H, Khan MK**. Applications of ultrasound in food technology: processing, preservation and extraction. *Ultrason Sonochem*; 2011, 18 (8): 13-835.

Cherif H.S, Ferrah R, Bennacer A, Tail G, Saidi F. Traditional use of Matricaria pubescens (Desf.) Schultz in two regions of southern Algeria and contribution to study the antioxidant activity. *Indian Journal Traditional Knowledge*; 2017, 16 (4): 562-567.

Chira K, Suh J.H, Saucier C, Teissedre, P.L. Les polyphénols du raisin. *Phytothérapie*; 2008, 6:75-82.

**Chirinos R, Rogez H, Campos D, Pedreschi, R, Larondelle L**. Optimization of extraction conditions of antioxidant phenolic compounds from *mashua* (*Tropaeolum tuberosum Ruiz* and *Pavon*) tubers. *Separation Purification Technology*; 2007, 55: 217-225.

D

**Dahmoune F, Remini H, Dairi S, et** *al*. Ultrasound assisted extraction of phenolic compounds from P. lentiscus L. leaves: Comparative study of artificial neural network (ANN) versus degree of experiment for prediction ability of phenolic compounds recovery. *Industrial Crops and Products*; 2015, 77 (2015): 251-261.

**Defraigne J.O, Pincemail J.** Stress oxydant et antioxydants : mythes et réalités. *Revue Médicale de Liège* ; 2008, 63 : 10-19.

**De Souza R.F, De Giovani W.F.** Antioxidant properties of complexes of flavonoids with met -al Ions. *Redox Report*; 2004, 9(1): 97-104.

Djellouli M, Moussaoui A, Benmehdi H, Ziane L, Belabbes A, Badraoui M, Slimani N, Hamidi N. Ethno-pharmacological study and phytochemical screening of three plants

(Asteraceae family) from the region of south west Algeria. *Asian Journal of Natural & Applied Sciences*; 2013, 2 (2): 159-165.

**Durackova Z**. Some Current Insights into Oxidative Stress. *Physiological Research*; 2009, 59:459-469.

F

Fadili K, Amalich S, N'Dedianhoua K, Bouachrine M, Mahjoubi, M, Elhilali F, Zair T. Teneurs en polyphénols et évaluation de l'activité antioxydante des extraits de deux espèces du Haut Atlas du Maroc: *Rosmarinus Officinalis* et *Thymus Satureioides*. *International Journal of Innovation and Scientific Research*; 2015, 17 (1): 24-33.

**Farhoosh R, Khodaparast M.H.H, Sharif A**. Bene hull oil as a highty stable and antioxydative vegetable oil. European Journal of Lipid Science and Technology; 2009, 111: 1259-1265.

**Fu C.W.F, Ho C.W, Yong W.T.L, Abas F, Tan T.B, Tan C.P.** Extraction of phenolic antioxidants from four selected seaweeds obtained from Sabah. *International Food Research Journal*; 2016, 23 (6): 2363-2369.

G

Gouegoui Bohui P, Amissa Adima A, Bobelé Niamké F, et N'Guessan J. Etude comparative de trois méthodes d'extraction des flavonoïdes totaux à partir des feuilles de plantes médicinales : *Azadirachta indica* et *Psidium guajava*. *Journal de la Société Ouest-Africaine de Chimie* ; 2019, 046 : 50 – 58.

Gülçin , Oktay M, Kirreçci E, Küfr evioglu Ö.I. Screening of antioxidant and antimicrobial activities of anise (*Pimpinelle anisum L*). Seed extracts. *Food Chemistry*; 2003, 83:371-382.

Η

Haleng J, Pincemail J, Defraigne J.O, Charlier C, Chapelle J.L. Le stress oxydant. *Revue Médicale de Liège*; 2007, 62 (10): 628-638.

**Halliwell B.** Free radicals and antioxidants: A personal view. *Nutrition Reviews*; 1994, 52: 253-265.

J

**Jovanovic A, Dordevic V.B, Zdunic G.M, et** *al.* Optimization of the extraction process of polyphenols from Thymus serpyllum L. herb using maceration, heat- and ultrasound-assisted techniques. *Separation and Purification Technology*; 2017,179 (2017): 369-380.

### K

Kähkönen M.P, Hopia, A.I., Vuorela, H.I., Rauha, J., Pihlaja, K., Kujala, T.S., Heinonen, M. Antioxidant activity of plant extracts containing phenolic compounds. *Journal of Agricultar Food Chemistry*; 1999, 47: 3954-3962.

Khady Ba, Tine E, Destain J, Cissé N, Thonart P. Étude comparative des composés phénoliques, du pouvoir antioxydant de différentes variétés de sorgho sénégalais et des enzymes amylolytiques de leur malt. *Biotechnology Agronomy Society and Environment*; 2010, 14 (1): 131-139.

**Koechlin-Ramonatxo** C. Oxygène, stress oxydant et supplémentassions antioxydantes ou un aspect different de la nutrition dans les maladies respiratoires. *Nutrition clinique et métabolisme*; 2006, 20 : 165-177.

**Kohen R, Nyska A**. Oxidation of Biological Systems: Oxidative Stress Phenomena, Antioxidants, Redox Reactions, and Methodes for Their Quantification. *Toxicologic Pathology*; 2002, 30 (6): 620-650.

**Kraft K, et Hobbs C**. Pocket Guide to Herbal Medicine. NewYork: Thieme Stuttgart, 2004: 16p.

**Kroyer G, Hegedus N**. Evaluation of bioactive properties of pollen extracts as functional dietary food supplement. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*; 2001, 2: 171-174.

 $\mathbf{L}$ 

**Lamaison J.L.C, Carnet A**. Teneurs en principaux flavonoïdes des fleurs de *Crataegeus monogyna* Jacq et de *Crataegeus laevigata* (Poiret D.C) en fonction de la végétation. *Pharmaceutica Acta Helvetiae*; 1990, 65 : 315-320.

**Laouini S, Berra D, Ouahrani M**. Solvent pH extraction effect on phytochemical composition and antioxidant properties of Algerian *Matricaria Pubescens*. *Journal of Pharmacy Research* 2016; 2016, 10 (2): 106-112.

Luque de Castro M.D, et Garcea Ayuso L.E. Soxhlet extraction. *Academic Press*; 2000, 2701-2709.

**Luque-García J.L, Luque de Castro M.D.** Ultrasound-assisted Soxhlet extraction: an expeditive approach for solid sample treatment: Application to the extraction of total fat from oleaginous.seeds. *Journal of Chromatography A*; 2004, 1034: 237-242.

#### $\mathbf{M}$

**Macheix J**. Les composés phénoliques des végétaux : quelles perspectives à la fin du XXème siècle. *Acta Botanica Gallica* ; 1996, 143 (6) : 473-479.

**Mahmoudi S, Khali M, et Mahmoudi N**. Etude de l'extraction des composés phénoliques de différentes parties de la fleur d'artichaut (*Cynarascolymus L*.). *Revue « Nature & Technologie ». B- Sciences Agronomiques et Biologiques*; 2013, 09 : 35 - 40.

Maiza K, Brac de la Perrière R.A, Hammiche V. Pharmacopée traditionnelle saharienne: Sahara septentrional. *Médicaments et Aliments. L'Approche Ethno pharmacologique*; 1993, 169-171p.

Maiza K, Brac de la Perrière R.A, Hammiche V. Pharmacopée traditionnelle saharienne. Revue de Médecines et Pharmacopées Africaines ; 1995, 9 (1) : 71-75.

**Makhloufi A, Moussaoui A, and Lazouni H.A**. Antibacterial activities of essential oil and crude extracts *from Matricaria pubescens* (Desf.) growing wild in Bechar, South west of Algeria. *Journal of Medicinal Plants Research*; 2012, 6 (16): 3124-3128.

**Mason T.J, Paniwnyk L, Lorimer J.P**. The uses of ultrasound in food technology. *Ultrasonics Sonochemistry*; 1996, 3:253-260.

**Metrouh-Amir H, Duarte C.M.M, Maiza F**. Solvent effect on total phenolic contents, antioxidant, and antibacterial activities of Matricaria pubescens. *Industrial Crops and Products*; 2015, 67: 249-256.

**Michiels J.A.C, Pincemail J, Defraigne J.O, Dommes J**. Extraction condition can greatly influence antioxydant capacity assays in plant food matrices. *Food Chemistry*; 2012, 130:986-993.

**Molyneux P**. The use of the stable free radical diphenyl picrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin Journal of Science and Technology*; 2004, 26 (2): 211-219.

N

**Nguyen Van, C**. Maîtrise de l'aptitude technologique des oléagineux par modification structurelle ; applications aux opérations d'extraction et de transestérification in-situ. Thèse de doctorat : Génie des Procédés Industriels. La Rochelle : université de la Rochelle, 2010 : 163 p.

P

**Palash P.** Green extraction methods of food polyphenols from vegetable materials. *Current Opinion in Food Science*; 2018, 23: 173–182.

Q

**Quiroz-Reyes C.N, Aguilar-Mendez M.A, Ramirez-Ortiz M.E, Ronquillo-De Jesus y E.** Comparative study of ultrasound and maceration techniques for the extraction of polyphenols from cocoa. *Revista Mexicana d'Ingenieria Quimica*; 2013, 12 (1): 11-18.

R

**Ribéreau-Gayon P.** (1982). Notions générales sur les composés phénoliques, méthodes générales d'études des composés phénoliques. In : « Composés phénoliques des végétaux ». Paris : Dunod, 1982 : 173-201p.

**Ribéreau-Gayon**. (1968). Notions générales sur les composés phénoliques In « composés phénoliques des végétaux ». Paris: Dunod, 1968: 27 p.

S

**Saini A, Panesar P.S, Bera M.B**. Comparative Study on the Extraction and Quantification of Polyphenols from Citruss Peels using Maceration and Ultrasonic Technique. *Current Research in Nutrition and Food Science*; 2019, 7 (3): 678-685.

Santos-Buelga C, Gonzalez-Manzano S, Dueñas M, Gonzalez-Par amas A.M. Extraction and isolation of phenolic compounds. *Natural products isolation*; 2012, 427-464.

Settharaksa S, Madaka F, Sueree L, Kittiwisut S, Sakunpak A, Moton C, Charoenchai L. Effect of solvent types on phenolic, flavonoid contents and antioxidant activities of syzygium gratum (wight) S.N. International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences; 2014, 6 (2): 114-116.

 $\mathbf{T}$ 

**Turkmen N, Sari F, Sedat-Velioglu, Y**. Effects of extraction solvent on concentration and antioxidant activity of black and black mate tea polyphenols determined by ferrous tartrate and Folin-Ciocalteu methods. *Food Chemistry*; 2006, 99: 835-841.

U

**Uma D.B, Ho C.W, Wan aida W.M**. Optimization of Extraction Parameters of Total Phenolic Compounds from Henna (*Lawsonia inermis*) Leaves. *Sains Malaysiana*; 2010, 39 (1):119-128.

 $\mathbf{V}$ 

Valko M, Leibfritz D, Moncol J, Cronin M.T, Mazur M, Telser J. Free radicals and antioxydants in normal physiological functions and human disease. *The International Journal of Biochemistry & Cell Biology*; 2007, 39 (1): 44-84.

**Valko M, Rhodes C.G, Monocol J, Izakovic M, Mazur M**. Free radicals, metals and antioxidants in oxidative stress-induced cancer. *Chemico-Biological in Interactions*; 2006, 160 (1): 1-40.

 $\mathbf{W}$ 

**Wang L, and Weller C.L**. Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Trends in Food Science & Technology*; 2006, 17 (2006): 300-312.

 $\mathbf{Y}$ 

**Yildirim A, Oktay M, Bilaloglu V**. The antioxidant activity of the leaves of Cydonia vulgaris. *Turkish Journal of Medical Sciences*; 2001, 31: 23-27.

## **Site internet**

- 1) **AVANTOR.** Sonificateurs à ultrasons, Vibra-Cell<sup>TM</sup>, VC 505 et VC 750 [en ligne]. (Page consulter le 22/05/2022). <a href="https://fr.vwr.com/stibo/bigweb/std.lang.all/54/97/2335497.jpg">https://fr.vwr.com/stibo/bigweb/std.lang.all/54/97/2335497.jpg</a>
- 2) LABO AND CO. Nettoyage ultrasons- bain ultrasons ElmaElmasonic S150[en ligne]. (Page consulter le 22/05/2022). <a href="https://cdn.laboandco.com/nettoyage-ultrasons-bain-ultrasons-elma-elmasonic-s150\_300\_300-83164.jpg">https://cdn.laboandco.com/nettoyage-ultrasons-bain-ultrasons-elma-elmasonic-s150\_300\_300-83164.jpg</a>

# **Annexes**

# Annexes N°1:

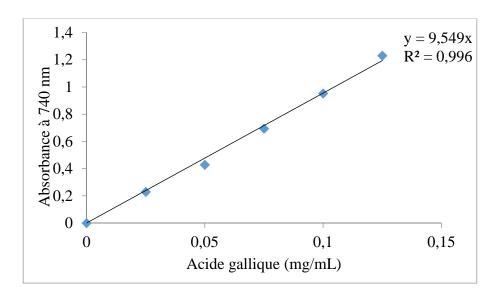


Figure 1 : Droite d'étalonnage des composés phénoliques.

# Annexes N°2:

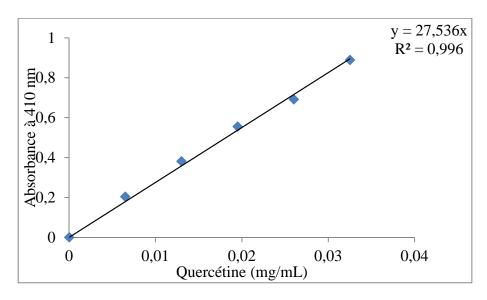


Figure 2 : Droite d'étalonnage des flavonoïdes.

## Annexe $N^{\circ}3$ :

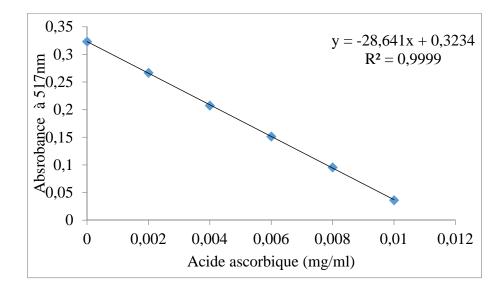


Figure 3 : Droite d'étalonnage de l'activité « scavenger » du DPPH.

# Annexe N°4:

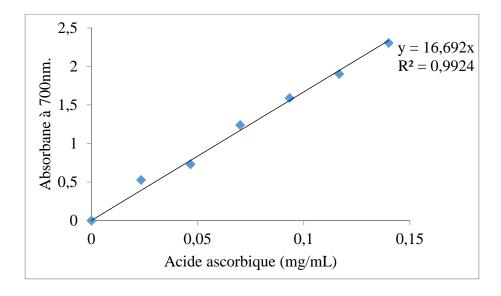


Figure 4 : Droite d'étalonnage du pouvoir réducteur du fer.

#### Abstract

The present work is based on the study of the effects of some extraction parameters (nature and concentration of solvent, the duration and the solid/liquid ratio) on the contents of total phenolic compounds, flavonoids and on the antioxidant activity of *Matricaria pubescens*, by the application of two extraction techniques (maceration and ultrasound). The results obtained showed that acetone is the best solvent for the extraction of polyphenols by ultrasound (4.09 g EAG/100 g DM) and flavonoids (0.76 g EQ/100 g DM) by maceration. While the best concentration which gave the highest content of polyphenols by ultrasound is 50% (4.09 g EAG/100 g DM), and for flavonoids it is 90% (1.2 g EQ/100 g DM). The duration of 30 min by ultrasound is sufficient to extract the maximum of polyphenols (4.09 g EAG/100 g DM) and 1 hour 30 min for the flavonoids by maceration. However, the 0.05/20 (g/ml) ratio is perfect for extracting more polyphenols by ultrasound (5.44 g EAG/100 g DM) and the 0.1/20 (g/ml) ratio for flavonoids by maceration (0.76 EQ/100 g DM). The results of the antioxidant activity of *M.pubescens* indicate that maceration for 1 hour 30 min is the best technique for the inhibition of DPPH radical and for the reducing power of iron, however acetone 50% remains the best extraction solvent.

**Key words**: *Matricaria pubescens*, polyphenols, flavonoids, maceration, ultrasound, antioxidant activity.

#### Résumé

Le présent travail est basé sur l'étude des effets de quelques paramètres d'extraction (nature et concentration de solvant, la durée d'extraction et le rapport solide/liquide) sur les teneurs en polyphénols totaux, en flavonoïdes et sur l'activité antioxydante de *Matricaria pubescens*, par l'application de deux techniques d'extraction (macération et ultrasons). Les résultats obtenus ont montré que l'acétone c'est le meilleur solvant pour l'extraction des polyphénols par ultrasons (4,09 g EAG/100 g MS) et les flavonoïdes (0,76 g EQ/100 g MS) par macération. Tandis que la meilleure concentration qui a donné la teneur la plus élevée en polyphénols par ultrasons c'est 50% (4,09 g EAG/100 g MS), et en flavonoïdes c'est 90% (1,2 g EQ/100 g MS). La durée 30 min d'extraction par ultrasons est suffisante pour extraire le maximum de polyphénols (4,09 g EAG/100 g MS) et 1 heure 30 min pour les flavonoïdes par macération. Cependant le rapport de 0,05/20 (g/ml) est parfait pour extraire plus de polyphénols par ultrasons (5,44 g EAG/100 g MS) et le rapport 0,1/20 (g/ml) pour les flavonoïdes par macération (0,76 EQ/100 g MS). Les résultats de l'activité antioxydante de *M. pubescens* indiquent que la macération pendant 1 heure 30 min est la meilleure technique pour l'inhibition de radical DPPH et pour le pouvoir réducteur du fer, toutefois l'acétone 50 % reste le meilleur solvant d'extraction.

**Mots clés** : *Matricaria pubescens*, polyphénols, flavonoïdes, macération, ultrasons, activité antioxydante.

```
تأثير ات
                                                              الأسيتون هو
                  الصوتية هو 50
                                                                                       تركيز
                                                                                                                و الفلافو نو يدات
    30 دقيقة للفلافونوبدات
                                   البو ليفينو ل 1
                                                                              الصوتية
                                                                                                      30 دقىقة
                                                                                                                           90
                                              البوليفينول
                                                                              0.05 / 20 مثالية
/ 0.1
                                                                                                                         طر يق
تقنية
            30 دقيقة هو
                                                                                                                     20 للفلافو
                                                  M. pubescens
                                                                 يظل الأسيتون
                                                                                                   DPPH والتقليل
                                                       50
                                                                                      الكلمات المفتاحية: ماتريكاريا بوبيسونس
                                                                الفلفو نو پدات
                                   الصوتية
```