

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



جامعة الإخوة منتوري قسنطينة I  
Frères Mentouri Constantine I University  
Université Frères Mentouri Constantine I

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

كلية علوم الطبيعة والحياة

Département de Biochimie et Biologie Cellulaire et Moléculaire.

قسم .....

**Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de Master**

N° d'ordre :

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

N° de série :

Filière : Science Biologique

Spécialité : Biochimie de La nutrition

Intitulé :

---

**Etude phytochimique et biologique de la plante *Paronychia capitata* L. (Caryophelaceae)**

---

Présenté par : AYADI Amani

Le 19/06/2023

BOUKHMIS Leila

**Jury d'évaluation :**

**Encadreur :** LEHBILI Meryem (MCB - Université Frères Mentouri, Constantine 1).

**Examineur 1 :** SEMRA Ilhem (Pr - Université Frères Mentouri, Constantine 1).

**Examineur 2 :** KHALFALLAH Assia (MCA- Centre universitaire Abdelhafid Boussouf-Mila).

**Année universitaire  
2022 – 2023**

# Dédicaces

*Je dédie ce mémoire :*

♥ *À ma chère mère, Qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie,*

*Que Dieu le Tout Puissant te garde et te procure santé et bonheur.*

♥ *À mon défunt père, Des mots ne pourront jamais exprimer la profondeur de mon respect, ma considération, ma reconnaissance et mon amour éternel. Tu resteras à tout jamais dans mon cœur.*

♥ *À mes frères Haroun, Hatem et particulièrement Amine et son fils, prince Racim.*

♥ *À mes sœurs Samra, Wissem, Que Dieu vous garde tous pour toujours de mes côtés.*

♥ *À La femme de mon frère Sawssen, pour ses encouragements et son soutien moral.*

♥ *À ma grand-mère qui m'a soutenu tout au long de ma vie scolaire, et toute la famille Boukfmis.*

♥ *À mes belles copines Noura, Asma, Hadjer et Aya, Je vous ai trouvé derrière moi surtout dans les Moments les plus difficiles, je vous aime tellement.*

♥ *À mon binôme et mon Amie Amani avec elle les joies et les difficultés au suivi de notre travail, merci pour tous les bons souvenirs que nous avons créés ensemble.*

♥ *À toute l'équipe de laboratoire LOST, Un grand merci par leur soutien et amitié.*

♥ *À tous mes enseignants depuis le primaire jusqu'à l'université.*

*Leila*



 *Dédicaces* 

*Je dédie ce modeste travail à :*

*À celle qui m'a donné la vie, le symbole de tendresse, qui s'est sacrifié pour mon bonheur et ma réussite, à la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie, ma mère*

*Fatima.*

*À mon exemple éternel, mon soutien moral se source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, mon père*

*Larbi.*

*À mes frères Merci de m'avoir soutenu et témoigné votre affection durant tout ce Temps. J'ai toujours pu compter sur vous quel que soit le moment*

*Amar, Djamel, Imad et Fouad.*

*À mes très chères sœurs Merci pour votre soutien et votre amour, vous êtes ma source de force*

*Wahiba, Djehaina et à leurs maris Mohamed ET Hamza*

*À mes petits princes*

*Djoud, Koussay et taim*

*À mes adorables amies avec qui j'ai passé mes plus belles années j'espère que nous resterons toujours ensemble*

*Wiam, Selsabila et Amira*

*À celle qui est la plus proche de mon cœur, merci à l'université qui nous a réunies. Awadi El Djamil*

*Ahlam.*

*Sans oublier mes chères amies : Manar, Lamia, Nadjla, Aya et Asma.*

*À mon binôme et amie Leila, avec qui j'ai partagé tous les moments de stress et de fatigue, mais aussi de fous rires, merci pour votre soutien.*

*AMANI*

## **Remerciements**

*Avant toutes choses, Nous remercions «ALLAH», le Tout Puissant, pour nous avoir donné la force et la patience pour achever ce travail.*

*Nous adressons en premier lieu mes remerciements les plus sincères à Madame **Meryem LEHBILI**, Docteur de l'Université Frères Mentouri Constantine 1, pour avoir encadré et dirigé ce travail avec une grande rigueur scientifique, sa disponibilité, ses précieux conseils, la confiance qu'elle nous a accordé et pour son suivi régulier à l'élaboration de ce travail.*

*Un grand merci également :*

*À Pr. **Zahia KABOUCHE** professeur à l'Université Frères Mentouri Constantine 1, pour nous nous avoir accueillies dans le Laboratoire d'Obtention de Substances Thérapeutiques (LOST), pour nous avoir encouragées et conseillées tout au long de ce travail.*

*Nous remercierons respectueusement les Professeurs : **Ilhem SEMRA et Assia KHALFALLAH**, de l'Université Frères Mentouri Constantine 1, pour avoir aimablement accepté de se consacrer à la lecture de ce manuscrit et d'en être les membres de jury, qu'elles trouvent ici le témoignage de nos reconnaissances et de notre respectueuse gratitude.*

*Tous les enseignants qui nous ont enseigné au long de toutes les années d'étude.*

*Enfin, nous remercions tous ceux et celles qui étaient à nous côté durant*

*La réalisation de notre projet.*

*Nous remercions nos collègues et amis pour les moments conviviaux passés ensemble.*

*Avec tous nos remerciements et croyez a notre sincère gratitude.*

*Amani, Leïla*

## Liste des Abréviations

**AcOEt** : Acétate d'éthyle  
**C** : concentration  
**CC** : Chromatographie sur colonne  
**CCM** : Chromatographie sur couche mince  
**CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>** : Dichlorométhane  
**CHCl<sub>3</sub>** : Chloroforme  
**DMSO** : Diméthylsulfoxyde  
**°C** : Degré Celsius  
**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>**: acide sulfurique  
**H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>**: acide borique  
**HCl**: chlorure d'hydrogène  
**I** : taux d'inhibition  
**g** : gramme  
**m** : masse  
**mg** : milligramme  
**ml** : millilitre  
**MeOH**: Methanol  
**MH** : gélose Mueller hinton  
**Milieu PDA** : Milieu potatoes dextrose agar  
**NaCl** : chlorure de sodium  
**NaOH**: hydroxide de sodium  
**NaOAc**: acétate de sodium  
**P** : Produit  
**RMN** : Résonance magnétique nucléaire  
**R%** : Rendement  
**V**: Volume  
**VLC** : Vacuum Liquid Chromatographie  
**UV**: Ultra-violet  
**λ** : Longeur d'onde  
**%** : Pourcentage

## Liste des Figures

<b>Figure 01.</b> Quelques espèces du genre <i>Paronychia</i> .....	4
<b>Figure 02.</b> La plante <i>paronychia capitata</i> à l'état de floraison.....	14
<b>Figure 03.</b> Structure de base des flavonoïdes.....	17
<b>Figure 04.</b> Schéma représentant l'absorption des flavonoïdes dans le domaine UV-visible.....	20
<b>Figure 05.</b> La plante étudiée <i>Paronychia Capitata</i> .....	24
<b>Figure 06.</b> Les concentrations (M1-3) de l'extrait éthanolique de <i>P. capitata</i> .....	28
<b>Figure 07.</b> Étapes de préparation de l'extrait brut de <i>Paronychia capitata</i> .	31
<b>Figure 08.</b> Profil CCM de l'extrait éthanolique de <i>P. capitata</i> sous les lampes UV et après révélation.....	32
<b>Figure 09.</b> Profil CCM des fractions de la VLC de de l'extrait éthanolique de <i>P. capitata</i> L.....	33
<b>Figure 10.</b> Colonne sur gel de polyamide de la fraction B.....	34
<b>Figure 11.</b> Schéma d'extraction et de purification des produits de <i>P. capitata</i> .....	35
<b>Figure 12.</b> Plaques CCM dans différents systèmes d'éluion de produit P1.....	36
<b>Figure 13.</b> Structure partielles du composé P1.....	38
<b>Figure 14.</b> Série spectrale UV-Visible du composé P1.....	38
<b>Figure 15.</b> Structure chimique du composé P1.....	39
<b>Figure 16.</b> Spectre de RMN <sup>1</sup> H étalé du composé P1 (250 MHz, acétone-d <sub>6</sub> ).....	40
<b>Figure 17.</b> Spectre de RMN <sup>1</sup> H du composé P1 (250 MHz, acétone-d <sub>6</sub> ).....	40
<b>Figure 18.</b> Résultats de test antifongique de l'extrait EtOH de <i>P. capita</i> contre <i>Fusarium oxysporum</i> .....	42

## Liste des tableaux

<b>Tableau 01.</b> Les flavonoïdes isolés du genre <i>Paronychia</i> .....	11
<b>Tableau 02.</b> Relation entre la fluorescence sous lumière de Wood et les structures flavoniques.....	19
<b>Tableau 03.</b> Interprétation des déplacements des maximums des bandes <b>I</b> et <b>II</b> après addition des réactifs.....	21
<b>Tableau 04.</b> Déplacement chimique et multiplicité des protons du noyau A.....	22
<b>Tableau 05.</b> Déplacement chimique et multiplicité des protons du noyau B monosubstitué.....	23
<b>Tableau 06.</b> Déplacement chimique et multiplicité des protons du noyau A. disubstitué.....	23
<b>Tableau 07.</b> Les systèmes d'élution utilisés en CCM. ....	26
<b>Tableau 08.</b> Les concentrations de l'extrait éthanolique préparées.....	28
<b>Tableau 09.</b> Les fractions de la VLC RP-18 de l'extrait éthanolique des parties aériennes de <i>P. capitata</i> L.....	33
<b>Tableau 10.</b> Les sous- fractions de la colonne de gel de silice normal de fractions C. ....	33
<b>Tableau 11.</b> Sous- Fractions obtenues de colonne sur gel de polyamide de la fraction B.....	34
<b>Tableau 12.</b> Résultats des données spectrales UV-Visible du produit P1.....	37
<b>Tableau 13.</b> Données spectroscopiques RMN <sup>1</sup> H (250MHz, acétone-d <sub>6</sub> ) de <b>P1</b> . ....	39
<b>Tableau 14. Tableau 14.</b> Résultats du test antifongique de l'extrait EtOH de <i>P. capita</i> contre <i>Fusarium oxysporum</i> .....	41
<b>Tableau 15.</b> Résultats de l'activité antibactérienne de l'extrait éthanolique de <i>P.capitata</i> (C=300mg/ml). ....	43
<b>Tableau 16 :</b> Le résultat de l'activité antifongique de l'extrait éthanolique de <i>P.capitata</i> (C=300mg/ml). ....	44

# Table des matières

*Liste des abréviations*

*Liste des figures*

*Liste des tableaux*

<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I. Aperçu bibliographique</b>	
<b>I.1. La famille des caryophyllaceae .....</b>	<b>3</b>
<b>I.2. Le genre <i>Paronychia</i> Miller. ....</b>	<b>3</b>
I.2.1. Répartition géographique .....	3
I.2.2. Description botanique.....	4
I.2.3. Utilisation en médecine traditionnelle du genre <i>Paronychia</i> .....	4
I.2.4. Quelques Activités biologiques du genre <i>Paronychia</i> .....	6
I.2.4.1. Ativité Antioxydante.....	6
I.2.4.2. Activité Anti-inflammatoire.....	6
I.2.4.3. Activité antimicrobienne.....	6
I.2.4.4. Activité antifongique .....	7
I.2.4.5. Autres activités.....	7
I.2.5. Métabolites isolés du genre <i>paronychia</i> .....	8
I.2.5.1. Saponines .....	8
I.2.5.2. Flavonoïdes .....	9
I.2.5.3. Polyphénols et tocophérol.....	11
I.2.5.4. Hydrocarbures.....	12
<b>I.3. <i>Paronychia Capitata</i> L. ....</b>	<b>13</b>
I.3.1. Place dans la systématique.....	13
I.3.2. Description botanique de la plante <i>Paronychia capitata</i> L .....	13
I.3.2 .Usage Traditionnelle .....	14
I.3.3. Travaux Antérieurs sur <i>P. Capitata</i> .....	14
I.3.4. Les activités biologiques .....	16
<b>I.4. Les Flavonoïdes .....</b>	<b>17</b>
I.4.1. Définitions .....	17
I.4.2. Classification des flavonoïdes .....	17
I.4.3. Propriétés biologiques des flavonoïdes .....	19
I.4.4. Analyse Structurale des flavonoïdes.....	19
I.4.4.1. La spectrophotométrie UV-Visible.....	20



I.4.4.2. Résonance magnétique nucléaire (RMN) .....	22
<b>Chapitre II. Matériel et méthodes</b>	
<b>II.1. Matériel végétale.....</b>	<b>24</b>
<b>II.2. Réactifs et produits chimiques .....</b>	<b>24</b>
<b>II.3. Appareils utilisés.....</b>	<b>24</b>
<b>II.4. Méthodes .....</b>	<b>25</b>
II.4.1. Extraction par macération .....	25
II.4.1.1. Filtration et élimination du solvant.....	25
II.4.2. Séparation et purification .....	25
II.4.2.1. Chromatographie sur couche mince (CCM).....	25
II.4.2.2. Chromatographie liquide sous vide (VLC) .....	26
II.4.2.3. Chromatographie sur colonne (CC).....	27
II.5. Les Activité biologique .....	27
II.5.1. Activité antifongique .....	27
II.5.2. Activité antimicrobienne .....	29
<b>Chapitre III. Rsultats et discussion</b>	
<b>III.1. Etude phytochimique de <i>Paronychia capitata</i> .....</b>	<b>31</b>
III.1.1. Macération .....	31
II.1.2. Détermination de rendement d'extraction.....	31
II.1.2. Séparation et purification .....	31
II.1.4. Fractionnement et purification de la fraction C .....	33
II.1.5. Fractionnement et purification de la fraction B .....	34
II.1.6. Détermination structurale du composé P1 .....	36
<b>III.2. Activité biologique .....</b>	<b>41</b>
III.2.1. Activité antifongique .....	41
III.2.2. Activité antibactérienne .....	42
<b>Conclusion.....</b>	<b>47</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>48</b>

# Introduction

## Introduction

Dans le règne végétal, de nombreuses plantes cachent des trésors insoupçonnés, tant en termes de constituants chimiques que de propriétés biologiques, et l'usage actuel des plantes médicinales est d'un grand intérêt, afin de lutter contre diverses maladies ou de protéger la santé humaine dans le monde, Comprendre la composition chimique de ces plantes et déterminer leur activité biologique est crucial, car leurs propriétés médicinales sont certainement dues aux produits chimiques qu'elles contiennent.

La richesse et la diversité de la flore algérienne constituent une véritable bibliothèque phylogénétique avec environ 4000 espèces et sous-espèces de plantes vasculaires. Cependant, les plantes médicinales en Algérie restent méconnues à ce jour, car seules 146 sont dénombrées comme médicinales (**Baba Aissa, 1999 ; Hamel et al., 2018**).

La plante *Paronychia capitata*, appartenant à la famille des Caryophyllaceae, connu en Algérie avec un nom traditionnel Atai El Djebel (**Quezel et Santa, 1963**), elle représente l'une des espèces les plus intéressantes, après *Paronychia argenteana* (**Alcazar et al , 1990, Gonzalez-Tejero et al., 1995**).

Bien que l'utilisation de *Paronychia capitata* en médecine traditionnelle n'est pas très connue. Les informations sur ses propriétés médicinales sont limitées, des études récentes a été porté sur les constituants chimiques de *Paronychia capitata* (**Allaoua et al, 2022**). De même, l'évaluation des activités biologiques a fait l'objet dans un nombre limité d'études récentes (**Bouzidi, 2018 ; Dris et al, 2022**).

Notre travail consiste à faire une étude phytochimique et biologique sur l'espèce *paronychia capitata*. Ce manuscrit est divisé en trois chapitres principaux :

- Le premier chapitre concerne la recherche bibliographique, une première partie consacré aux aspects botaniques et l'étude chimique antérieure, du genre *paronychia* et particulièrement l'espèce *paronychia capitata* L. La deuxième partie représentera les flavonoïdes sur le plan classification et méthodes d'analyse structurale.
- Le deuxième chapitre décrit le matériel utilisé et résume les différentes étapes d'extraction et de purification des molécules de *P. capitata*, ainsi que les protocoles suivis de détermination de l'activité antimicrobienne.

- Le troisième chapitre est consacré à nos travaux réalisés concernant l'étude phytochimique de *P. capitata*, ainsi que la discussion des résultats obtenus de cette étude et des tests biologiques réalisés sur l'extrait de la plante.

Le manuscrit se termine par une conclusion générale.

# Chapitre I.

## Aperçu bibliographique

## I.1. La famille des caryophyllaceae

Le nom caryophyllaceae donné par **Antoine-Laurent de Jussieu** en 1789 de **caryon**= noeud, et **phyllon**= feuille (**Botineau, 2010**). Cette famille communément appelée famille rose, comprend plus de 80 genres avec plus de 2600 espèce (**Jakimiuk K et al, 2021**).

La famille des Caryophyllaceae présente une large répartition, et surtout bien représentée dans les régions tempérées et chaudes de l'hémisphère nord et particulièrement dans les régions méditerranéens. De nombreuses espèces occupent des habitats secs et exposés, mais certaines se trouvent dans les habitats humides tels que les forêts tempérées et les prairies (**Greenberg et Donoghue, 2011**).

En Algérie, elle se trouve dans la région méditerranéenne. Au Sahara septentrional et central, dont 12 genres et une vingtaine d'espèces sont répertoriés (**Quezel et Santa, 1962**).

Les caractéristiques morphologiques principaux des plantes relevant de cette famille sont des arbustes dressés ou des herbes, annuels ou vivaces avec des feuilles simples opposées et entières et des nœuds renflés. Les fleurs tétramères ou pentamères sont fréquemment rassemblées en inflorescences en panicule, en grappe ou en capitule sont pollinisées par divers insectes (**Jakimiuk et al, 2021 ; Allaoua, 2016**).

## I.2. Le genre *Paronychia* Miller.

### I.2.1. Répartition géographique

Le nom de *Paronychia*, dérivé d'un mot grec désignant un panaris (une infection aiguë des ongles des doigts) Para "à côté de" et onyx, onychos "ongle", la plante supposée le guérir (**Quattrocchi, 2013**). Aussi, car la forme du calice est semblable à un ongle.

Le genre *Paronychia* de la famille Caryophyllaceae représente le plus grand genre de la tribu Paronychieae et de la sous-famille Paronychioideae, avec environ 110 espèces annuelles, bisannuelles ou vivaces répandues dans le monde entier sauf l'Asie du Sud-Est et l'Afrique australe (**Chaudhri, 1968 ; Bittrich, 1993**). Le genre *Paronychia* est connu dans le monde sous le nom de thé algérien (**Albyrak et Aksoy, 2010**).

En Algérie, on trouve environ de 40 espèces distribués dans les régions subtropicales et tempérées. On peut citer principalement les espèces suivantes : *Paronychia argentea*, *P. capitata*, *P. kapela*, *P. echinata*, *P. arabica* et *P. chlorothursa* (**Ozenda, 1991**).

De nombreuses espèces de *Paronychia* ont un nombre de chromosomes est  $2n = 36$ , mais il existe également des espèces avec des nombres chromosomiques différents tels que  $2n = 10, 14, 16, 18$  et  $28$  (Eroglu *et al.*, 2017).

### I.2.2. Description botanique

Les espèces de ce genre sont caractérisées par :

- Les feuilles des *Paronychia* sont simples, petites, entières et opposées souvent assez étroites, lancéolées et munies de petites stipules connées.
- Les fleurs des *Paronychia* sont petites, discrètes, actinomorphes et bisexuées ou plus rarement unisexuées selon l'espèce, sont groupées en cymes ou en capitules plus ou moins condensées ou terminales et par fois, elles peuvent être solitaires.
- Les pétales des *Paronychia* sont composent de 5 sépales soudés à la base de cinq étamines libres et d'un ovaire supère et uniloculaire. pour former un tube.
- Les fruits des *Paronychia* sont des capsules ovoïdes à globuleuse.
- Les graines sont lenticulaires à globulaires (Quezel et Santa, 1962; Bittrich, 1993).



Figure 01. Quelques espèces du genre *Paronychia* (Eroglu *et al.*, 2021 ; Tan et Strid, 2008 ; [www.florealpes.com](http://www.florealpes.com)).

### I.2.3. Utilisation en médecine traditionnelle du genre *Paronychia*

Certain espèce du genre *paronychia* (les paronyques) ont été utilisées en médecine traditionnelle pendant des siècles pour pour traiter ou prévenir plusieurs maladies. Elles sont également utilisées dans le traitement de la tuberculose (Turker et Koyluoglu, 2012).

Les plantes du genre *Paronychia* (les paronyques) sont utilisées généralement en infusion à la place du thé (infusion à un gout agréable) (Eroglu *et al.*, 2017).

● ***Paronychia Argentea*** : c'est la plante la plus utilisée en Algérie, elle célèbre sous le nom de thé arabe (Kassaret lahjer, Fettat lahjer ou B'sat el moulouk) (Veeraraghavan *et al*, 2020), l'usage en médecine traditionnelle de cette plante diffère d'un pays à un autre :

- Dans le Maghreb, *P.argentea* est utilisée comme boisson et remède populaire pour prévenir la formation des calculs rénaux et vésiculaires (Mohammedi, 2013).

- Au Portugal, *paronychia Argentea* est utilisé comme analgésique, pour l'ulcère d'estomac, l'anorexie et la flatulence (Adjadj *et al*, 2015).

- La population Algérienne, l'utilise comme un thé médicinal car il soulage l'inflammation entre les mains et les doigts (Eroğlu *et al*, 2017), ses parties aériennes sont utilisées en médecine populaire algérienne comme diurétique et pour le traitement les maladies rénales, le diabète (hypoglycémique). Ainsi, les feuilles de cette plante sont utilisées comme diurétique et purificateur de sang (Adjadj *et al*, 2015) et pour traiter les ulcères d'estomac, anorexie, maladies de la vessie et de la prostate (Muti, 2018). De plus, les feuilles et fleurs sont également utilisées pour traiter les calculs rénaux et les maladies cardiovasculaires (Mohammedi, 2013 ; Abismail, 2014).

● ***Paronychia chlorothysra*** : généralement connue par le nom arabe (Fersch n'dah, Ataï el djebel), La population algérienne la confond avec l'espèce précédente et l'utilise de manière identique à *p.argentea* (Mohammedi, 2013).

● ***Paronychia kapela*** : Il est également connu sous le nom de Sanguinaria Cette plante est utilisée dans le Sud et l'Ouest de l'Europe, en particulier en Espagne, en Italie et en Croatie, en infusion comme agent diurétique, hypotenseur, antirhumatismal et dépuratif et dans le traitement des infections respiratoire et urinaires, pour les calculs rénaux, et par la voie locale (cutané) comme liniment pour les contusions, les plaies et les brûlures (Curini *et al*, 2004).

● ***Paronychia chionaea*** : Utilisée en médecine traditionnelle palestinienne et jordanienne pour réduire l'activité glycémique et traiter les troubles urinaires. (Avunduk *et al*, 2011).

● ***Paronychia arabica*** : est utilisée dans la médecine traditionnelle pour son activité médicinale, et pour nourriture comestible (Al-Harbi, 2021).



*Paronychia mughlaii Chaudhri* : Elle est endémique de l'Anatolie, est généralement connue sous le nom de « dolama otu » et a été utilisée dans la médecine populaire contre les furoncles en Turquie (Albayrak et Aksoy, 2010).

● *Paronychia illecebroides* : plante endémique du cap vert, mélangé avec du cresson de fontaine sous forme de sirops pour prévenir la calvitie (Gomes et al, 2008).

#### I.2.4. Quelques Activités biologiques du genre *Paronychia*

Les plantes de ce genre sont connues aussi pour leurs propriétés thérapeutiques et biologiques, les extraits d'espèces du genre *Paronychia* présentent des activités biologiques importantes telles que d'activité antioxydante et hypoglycémisante (Elshamy et al, 2021).

##### I.2.4.1. Activité Antioxydante

*Paronychia chionaea* une biovaleur élevée, il a une capacité antioxydante. a révélé que l'effet de piégeage des radicaux de l'extrait méthanolique de *paronychia chionae* (70,5%) était similaire à celui de l'antioxydant synthétique BHT (74,8%), le statut antioxydant et oxydant total de l'extrait de *paronychia chionaea*, méthanol était de 2,84 ± 0,3 µmol TroloxEq /g et sa teneur en Mn, Fe et Cu, qui sont des minéraux incorporés dans la structure enzymatique (Karafakioğlu et al, 2018).

##### I.2.4.2. Activité Anti-inflammatoire

Les extraits de *P. argentea* peuvent servir d'excellents agents antioxydants et anti-inflammatoires et soutenir l'utilisation traditionnelle de cette plante pour le traitement des maladies inflammatoires de l'intestin (Adjadj et al, 2015).

##### I.2.4.3. Activité antimicrobienne

Les extraits chloroformiques de *P. argentea* présentent une bonne activité antimicrobienne contre la souche *Escherichia Coli*, *Morganella morganii*, *Klebsiella pneumoniae* (Mohammedi, 2013), l'espèce *P. argentea* a également une activité contre *Bacillus subtilis*, *Staphylococcus aureus* (Türker et al, 2008), *Candida albicans* et *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853 (Guerziz, 2017).

Tous les extraits de *C. chionaea* ont montré une inhibition contre *Aeromonas hydrophila* (Türker et al, 2008),

#### I.2.4.4. Activité antifongique

L'extrait méthanolique de *P. kapela* a été préalablement testé pour son activité antimycotique in vitro contre *Candida albicans*, *Trichophyton mentagrophytes*, *Aspergillus flavus* et *Fusarium culmorum*, mais aucune activité n'a été observée (Curini et al, 2004).

L'extrait de *P. Argentea* a manifesté une faible activité contre de la croissance de la souche *A. flavus* avec un taux d'inhibition de 24.67%. Contrairement, cet extrait est un bon inhibiteur de la production de l'aflatoxine B1 (Taux d'inhibition 73.19%) (Mohammedi, 2013).

#### I.2.4.5. Autres activités

L'extrait chloroformique de *P. argentea* a manifesté une activité inhibitrice contre l'ACHé (acétylcholinestérase) (Benfalami, 2019).

L'extrait méthanolique de *C. chionaea* a montré une activité antitumorale forte (inhibition de la tumeur 57,7%) à 100.000 mg/L (Turker et Koyluoglu, 2012). De plus cette plante a fait l'objet d'une étude sur le traitement de l'infection SARS-COV-2 (Elshamy et al, 2021).

L'Etude *in vivo* de l'effet d'extraits de *P. argentea* sur le syndrome métabolique induit par le fructose montre que l'extrait hydro alcoolique de la partie aérienne de *P. argentea* et les systèmes thérapeutiques sont efficaces contre l'hyperglycémie et l'hyperlipidémie ce qui permet de limiter le développement des maladies comme le diabète et ses complications (Frikha et Sefari, 2020).

La protection rénale et les effets anti-urolithiasiques de *P. argentea*, ont été prouvés par Bouanani et al, 2010. En 2014, Belarbi et ses collaborateurs ont constaté que *P. argentea* agit comme un bon anti-précipitant du carbonate de calcium (CaCO<sub>3</sub>). Ce qui peut contribuer à la validation de son utilisation médicinale pour traiter les calculs rénaux. D'autre part, Hamdan et Afifi (2004) et Sait et ses collaborateurs (2015) ont démontré que l'activité hypoglycémiant de cette plante est due à l'inhibition de la  $\alpha$ -amylase par ses différents flavonoïdes aglycones et glycosides.

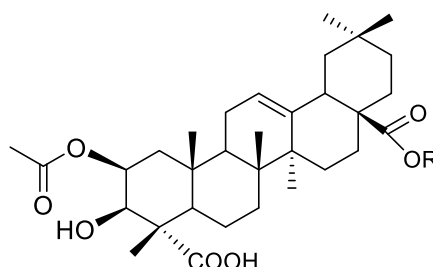
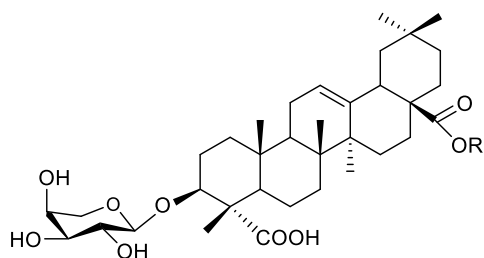
### I.2.5. Métabolites isolés du genre *paronychia*

Quelques espèces de ce genre ont fait l'objet d'études phytochimiques, il s'agit de *P. Argentea*, *P.kapela*, *P. chionaea* et *P. anatolica*. Ces études indiquent une prédominance des saponines triterpénoïdes et des flavonoïdes.

#### I.2.5.1. Saponines

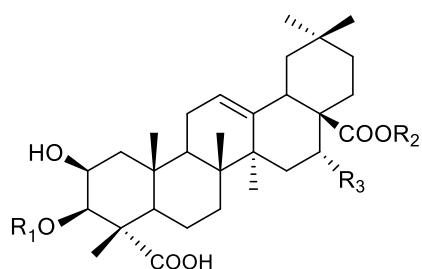
Les travaux menés sur trois paroniques ont permis d'isoler 13 saponines, dont 10 sont caractérisées pour la première fois :

A partir des racines de *P. Chionaea*, quatre glycosides de l'acide sogénique nommés Chionaeoside A, B, C et D, ont été caractérisés pour la première fois (Avunduk *et al*, 2007).



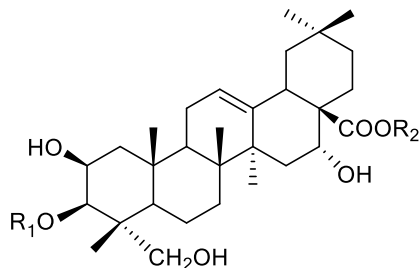
	<b>R</b>	
<u>1</u>	Chionaeoside A	Glc(1→6)Glc
<u>2</u>	Chionaeoside B	Glc(1→3)Glc(1→6)Glc
<u>3</u>	Chionaeoside C	Glc
<u>4</u>	Chionaeoside D	H
		<b>R</b>
		<u>11</u>
		Rha(1→4)Glc(1→6)Glc

De même, les travaux réalisés sur les racines de *P. anatolica subsp. Balansae*, ont permis d'isoler sept saponosides (5-11), dont quatre sont de structures nouvelles (5-8). (Gülcemal *et al*, 2014).



	<b>R1</b>	<b>R2</b>	<b>R3</b>
<u>5</u>	GluA	Rha(1→2)Qui	OH
<u>6</u>	GluA	Xyl(1→4)Rha(1→2)Qui	OH
<u>7</u>	GluA	Arafu(1→2)Qui	OH
<u>8</u>	H	Rha(1→4)Glc(1→6)Glc	H
<u>9</u>	H	Rha(1→4)Glc(1→6)Glc(1→2) Glc	H
<u>10</u>	GluA	Rha(1→2)Ara	H

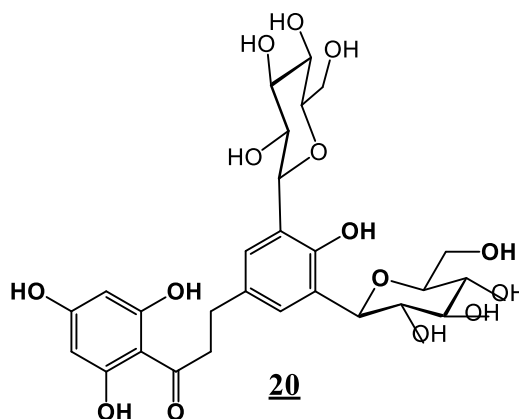
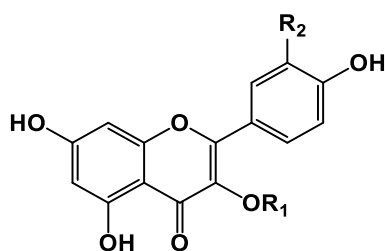
Deux saponines de structures nouvelles ont été isolées à partir des parties aériennes de *P. argentea*, dont la génine est de l'acide polygalacique (Braca *et al*, 2008).



	<b>R1</b>	<b>R2</b>
<b>12</b>	Apfur(1→3)Xyl(1→4)[ Apfur(1→3)]Rha(1→4)Ara	Ara(1→2)Gal(1→2)Mannurono
<b>13</b>	Apfur(1→3)Xyl(1→4)[ Apfur(1→3)]Rha(1→4)Ara	Mannurono

### I.2.5.2. Flavonoïdes

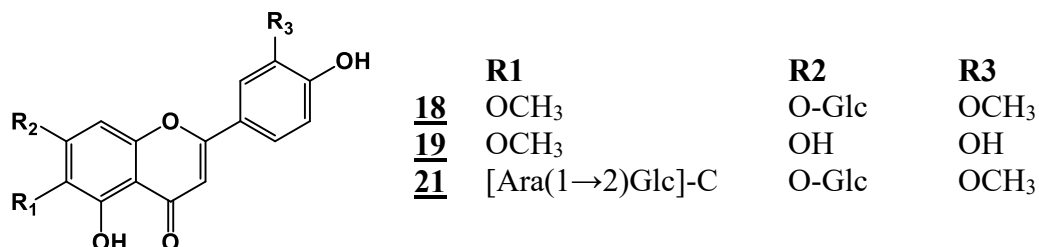
Des flavonoïdes ont été isolés à partir de *P. argentea* de la même étude citée précédemment. Parmi les sept flavonoïdes identifiés (**14-20**), un est de nouvelle structure (**14**), ce sont des dérivés de la quercétine et lutéiline (Braca *et al*, 2008).



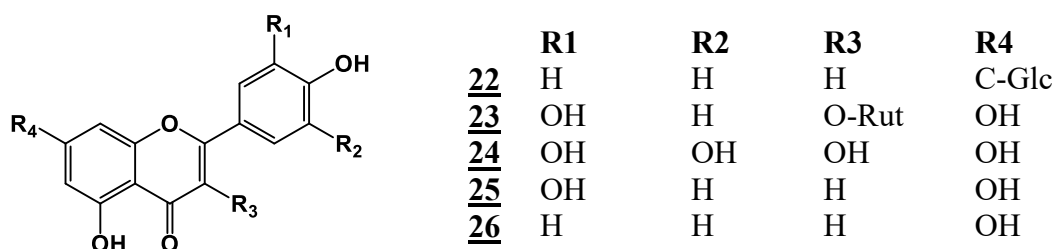
	<b>R1</b>	<b>R2</b>
<b>14</b>	2'''acetylGlc(1→6)Gal	OH
<b>15</b>	Gl(1→6)Gal	OH
<b>16</b>	Gal	OH
<b>17</b>	Glc	OCH <sub>3</sub>

3',5'-di-C-β-D-glucopuanosyl ploreline

L'étude menée sur les racines de *P. chionaea* a permis d'isoler un nouveau dérivé de la lutéoléine (**21**) (Avunduk *et al*, 2011).



Le profil HPLC des extraits méthanoïques des différentes parties de *P. kapela* (fleurs, racines, feuilles et graines) a permis de caractériser six composés (**16**, **22-26**) (Curini *et al*, 2004).



L'analyse HPLC-UV/DAD et ESI-MS<sup>n</sup> a été menée sur l'extrait éthanolique et de la décoction de la partie aérienne de *P. argentea*. La composition chimique est constituée majoritairement des flavonoides déjà isolés de cette plante (**14-18**), en plus de cinq composés connus identifiés pour la première fois dans cette espèce (**27-30**) (Sait *et al*, 2015).

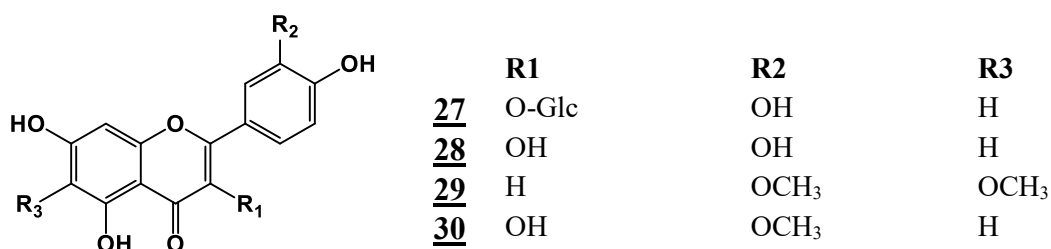
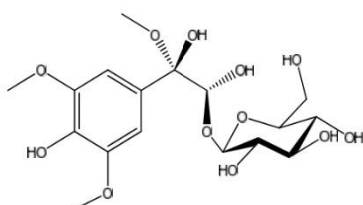


Tableau 01. Les flavonoïdes isolés du genre *Paronychia*.

	Composé	Source	Références
<u>14</u>	Quercétine 3-O-[(2'''acetyl)-β-D-glucopyranosyl]-(1 → 6)-β-D-galactopyra[noside.	<i>P argentea</i>	Braca et al, 2008 Sait et al, 2015
<u>15</u>	Quercétine 3-O-β-D-glucopyranosyl]-(1 → 6)-β-D-galactopyra[noside.		Braca et al, 2008
<u>16</u>	Quercétine 3-O-β-D-galactopyranoside (hyperine)	<i>P. kapela</i> <i>P argentea</i>	Curini et al, 2004 Braca et al, 2008 Sait et al, 2015
<u>17</u>	Isorhamnetine 3-O- β-D-glucopyranoside	<i>P argentea</i>	Braca et al, 2008 Sait et al, 2015
<u>18</u>	Jaceoside		
<u>19</u>	6-méthoxy lutéoline		
<u>20</u>	3',5'-di-C- β-D-glucopyranosyl phloretine		
<u>21</u>	6-C-[α-L-arabinopyranosyl(1→2)-β-D-glucopyranosyl]-7-O-[β-D-glucopyranosyl]-luteolin 3'-methyl ether	<i>P.chionaea</i>	Avunduk et al, 2011
<u>22</u>	vetexine	<i>P. Kapela</i>	Curini et al, 2004
<u>23</u>	Rutine		
<u>24</u>	Myricetine		
<u>25</u>	Lutéoline		
<u>26</u>	Kaempferol		
<u>27</u>	Quercétine 3-O-β-D-glucopyranoside		
<u>28</u>	Quercétine		
<u>29</u>	Jaseocidine		
<u>30</u>	Isorhamnetine		

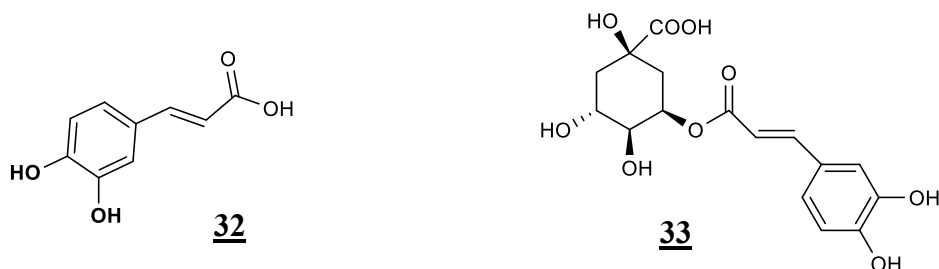
### I.2.5.3. Polyphénols et tocophérol

Un phénol glucoside (**31**) a été isolé des travaux réalisés sur les sur les racines de *P. chionaea* (Avunduk et al, 2011).



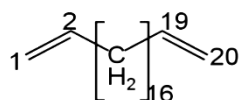
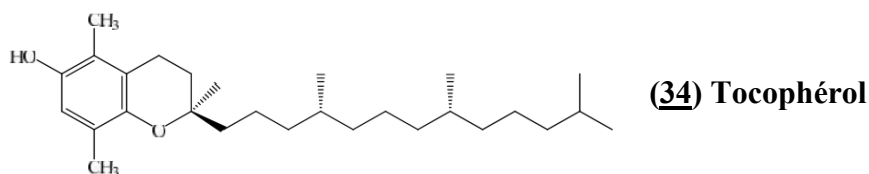
(**31**): 2-(méthoxy)-2-(3,5-diméthoxy 4-hydroxyphenyl)-ethane-1,2-diol 1-O-β-D glucopyranoside.

L'acide caféique (**32**) et l'acide chlorogénique (**33**) ont été identifiés par HPLC dans les différentes parties de *P kapela*.

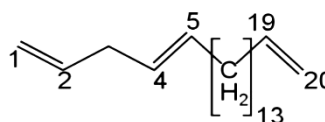


#### I.2.5.4. Hydrocarbures

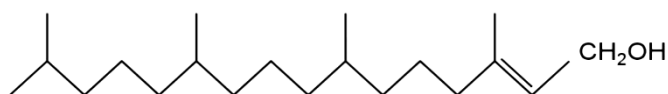
D'après **Curini et al (2004)** Sept hydrocarbures à longue chaîne et tocophérol ont été identifiés par GC-MS de l'extrait n-hexane de la partie aérienne de *P. kapela* (**34-40**).



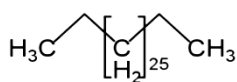
(26) 1,19-Eicosadiène



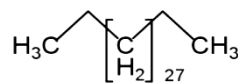
(27) 1,4-Eicosadiène



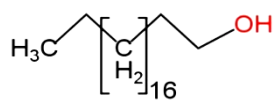
(28) phytol



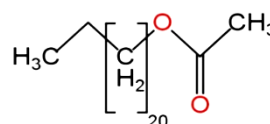
(29) Nonacosane



(30) Hentriacontane



(31) Eicosanol



(32) 1-Docosanol acetate

### I.3. L'espèce *Paronychia Capitata* L.

*Capitata* du latin *capitatus* (*capitado*) : sous la forme d'une tête (Quattrocchi, 2013), en Algérie, cette espèce est appelée Atai el Djabel. Elle est distribuée dans la région méditerranéenne et les Aurès à niveau des zones montagneux (Quezel et Santa, 1962).

► **La nomenclature vernaculaire** : Nom français : Paronyque en tête, thé algérien.

Arabe : بساط الأرض ، بساط الملوك ، en algérien, حمام رجل en Syrie.

#### 1.3.1. Place dans la systématique

La plante est classée selon la taxonomie suivante :

**Ordre** : Caryophyllaceae

**Famille** : Caryophyllaceae

**Sous-famille** : Paronychioideae

**Tribu** : Paronychieae

**Genre** : *Paronychia*

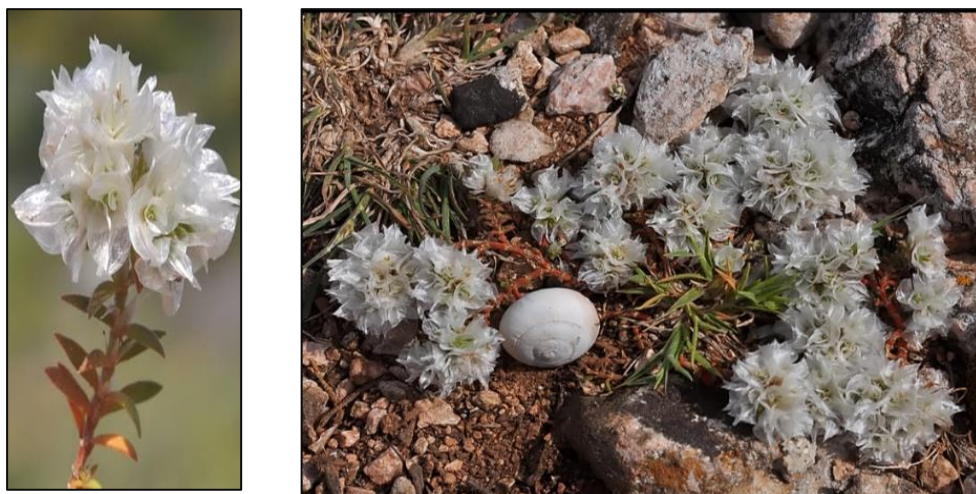
**Espèce** : *Paronychia capitata* Lamarck.

#### 1.3.2. Description botanique de la plante *Paronychia capitata* L

*Paronychia capitata* est une plante vivace de 5-15 cm, très polymorphe, formant des touffes denses et possède les caractères suivants :

- Souche sous ligneuse, tortueuse.
- Les tiges ascendantes ou dressée, gazonnantes, couvertes de poils étalés denses formant comme un velours
- Les fleurs blanc argenté, sont regroupés en têtes terminales d'un calice long de 3,5-5mm, les sépales égaux, linéaires obtus, ni voûtés, ni assistés, ni nébuleux aux bords, capsule indéhiscence ; les bractées largement ovales-pointu.
- Les feuilles toujours aiguës, linéaires, le plus souvent très petites, opposées, obtuses, imbriquées, ciliées, ovales ou lancéolées, les stipules sont étroitement lancéolées acuminées, les bractées ovales- aiguës au sommet et très changement.





**Figure 02.** La plante *paronychia capitata* à l'état de floraison.

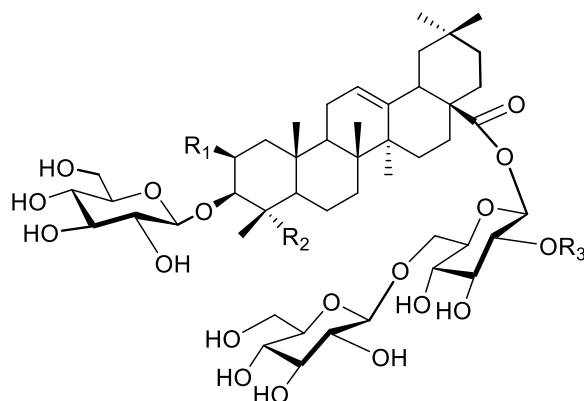
Cette petite espèce pousse sur des sols secs et exposition au soleil et le substrat doit être sableux, on la rencontre dans les sols rocheux du haut à 300m d'altitude. Le temps de floraison de *Paronychia capitata* est d'Avril à Juin (**Quezel et Santa, 1963 ; Bittrich, 1993 ; Abismail, 2014**).

### **I.3.3. Usage Traditionnelle**

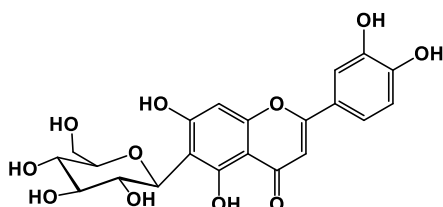
En médecine populaire, cette espèce ne se distingue généralement pas de *paronychia argentea* et dans certaines parties de l'Europe, les deux plantes portent le même nom. Les fleurs sont utilisées comme un thé (**Lim, 2012**). Une infusion des feuilles est aphrodisiaque et diurétique. Elle est aussi employée dans le traitement de tuberculose (**Abismail, 2014**).

### **I.3.4. Travaux Antérieurs sur *P. Capitata***

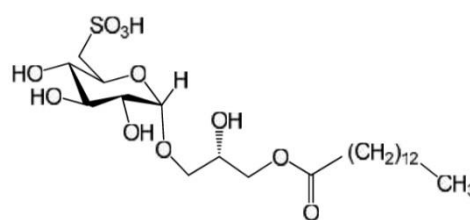
Une étude a été publiée récemment par **Allaoua et al, (2022)**, portée sur l'investigation phytochimique de l'extrait n-butanolique des parties aériennes de *P. capitata*, Cette étude a abouti à l'isolement et la caractérisation de deux saponines de structures nouvelles nommés capitatoside A (**41**) et B (**42**), en plus de sept composés connus (**27, 43-48**).



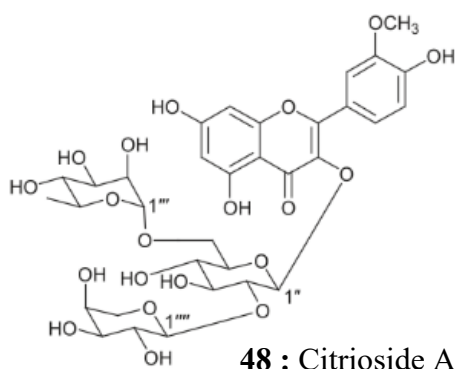
		<b>R1</b>	<b>R2</b>	<b>R3</b>
<b>41</b>	Capitatoside A	OH	COOH	H
<b>42</b>	Capitatoside B	H	CH <sub>3</sub>	H
<b>43</b>	Ageratoside B1	OH	COOH	Xyl



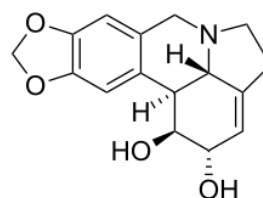
**44** : Isoorientine



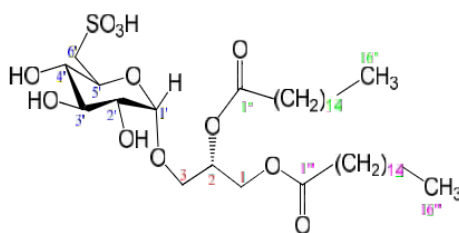
**46** : 1-O-myristoyl-3-O-(6-sulfo- $\alpha$ -D-quinovopyranosyl)-glycérol



**48** : Citrioside A



**45** : Narcissine



**47** : 1,2-di-O-palmitol-3-O-(6-sulfo- $\alpha$ -D-quinovopyranosyl)-glycérol

#### I.3.4. Les activités biologiques de *P. capitata*

Récemment, l'évaluation de l'activité antioxydante de l'extrait aqueux des parties aériennes, par le test au DPPH a révélé que l'extrait possède un pouvoir antioxydant puissant avec un  $IC_{50} = 1.4 \mu\text{g/ml}$  ( $IC_{50}$  de standard (Acide ascorbique) =  $6.56 \mu\text{g/ml}$ ). L'activité antilithiasique par la méthode turbidimétrique a montré que l'extrait à la concentration de  $0,5 \text{ mg/ml}$  a un taux d'inhibition moyen ( $56,95\%$ ) qui correspond à un taux d'agrégation faible (**Dris et al, 2022**).

Les activités antioxydante, antimicrobienne (*in-vitro*), antiinflammatoire et antiperitique (*in-vivo*) des extraits butanolique et acétate de *P. capitata* ont été évaluées par **Bouzidi (2018)**.

L'évaluation de l'activité antioxydante *in vitro* a été réalisée par différentes méthodes, à savoir : le piégeage du radical libre DPPH, la capacité antioxydante totale CAT, le pouvoir réducteur des ions ferriques FRAP et l'inhibition du blanchiment du  $\beta$ -carotène. L'extrait butanolique a montré un pouvoir antiradicalaire et antioxydante intéressant.

L'activité anti-inflammatoire de l'extrait butanolique à la dose de 250 et 500 mg/kg réalisée chez les rats, a montré que les deux doses présentent une forte activité anti-inflammatoire. L'investigation sur l'activité antipyrétique chez les rats de l'extrait butanolique a montré un effet antipyrétique net à la dose de 500 mg/kg, comparable à celle du paracétamol (150 mg/kg) après 5 heures de traitement.

Les résultats microbiologiques ont montré que les extraits de *P. capitata* L. n'ont pas manifesté une inhibition contre les souches microbiennes testées. D'autre part, la toxicité aigüe par voie orale de l'extrait butanoliques évaluée sur les rats a montré que ces extraits n'induisent aucun effet toxique à la dose de 2000 mg/kg de poids corporel (**Bouzidi, 2018**).

## I.4. Les Flavonoïdes

### I.4.1. Définitions

Le terme flavonoïde dérive du mot grec *flavus* qui veut dire jaune, (**Duval C et Duval R., 1978**). Les flavonoïdes constituent un grand groupe de composés bioactifs végétaux, très abondants dans nos aliments, et qui pourraient exercer au niveau de l'organisme des effets biologiques bénéfiques, notamment pour la santé cardio-métabolique (**Morand C., 2014**).

Ces substances ou pigments responsables de colorations jaune, orange et rouge des fleurs (**Ghedira K., 2005**). Ils représentent l'un des plus grands groupes de produits naturels phénoliques. Ils interviennent dans la protection des plantes contre les rayonnements UV de types B et leur défense contre les herbivores et les attaques microbiennes (**Harborne J.B, Williams C.A., 2000**).

Les flavonoïdes constituent le principal groupe de polyphénols, avec plus de 9000 composés différents et distribués de manière générale, dans toutes les plantes vasculaires (**Hernández., 2009**). Cette grande diversité de composés flavonoïdes est due à la variété des structures chimiques possibles. Leur squelette chimique commun possède 15 atomes de carbones, constitué de deux noyaux benzéniques A et B reliés par un cycle puranique central C (Figure 08). Ils diffèrent les uns des autres par la position des substitutions sur les noyaux A et B, et la nature de C (**Ghedira, 2005 ; Saffidine, 2015**).

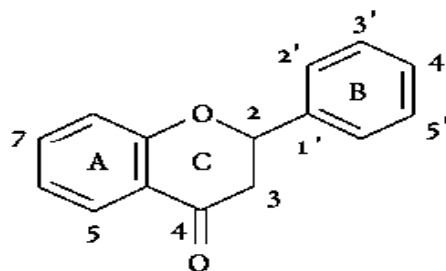
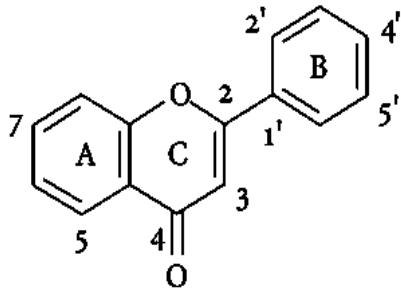


Figure 03. Structure de base des flavonoïdes.

### I.4.2. Classification des flavonoïdes

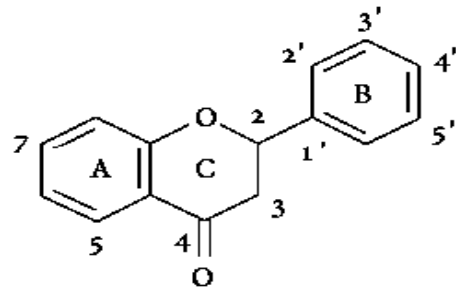
Les flavonoïdes sont divisés en plusieurs classes principalement : les flavonols, les flavones, les flavanones, les flavanols, les isoflavones et les dihydroflavonols (**Ghedira, 2005**).

**Flavones**



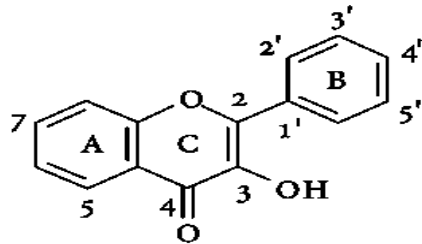
		5	6	7	4'
Apigénine	OH	_	OH	OH	
Lutéoline	OH	_	OH	_	

**Flavanones**



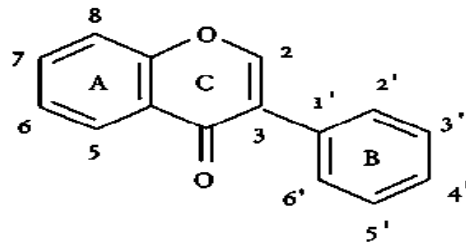
		5	7	4'
Naringénine	OH	OH	OH	

**Flavonols**

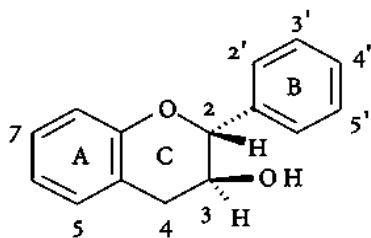


		5	7	3'	4'	5'
Quercétine	OH	OH	OH	OH	_	
kaempférol	OH	OH	_	OH	_	
myricétine	OH	OH	OH	OH	OH	

**Isoflavone**

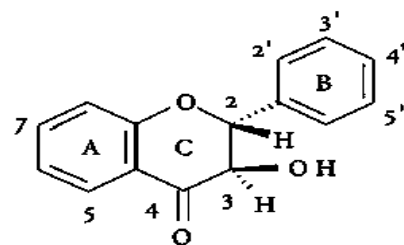


**Dihydroflavonols**



		5	7	3'	4'
Dihydrokaempférol	OH	OH	H	OH	
Dihydroquercétine	OH	OH	OH	OH	

**Flavanols**



		5	7	3'	4'
Catèchine	OH	OH	OH	OH	

### I.4.3. Propriétés biologiques des flavonoïdes

Les flavonoïdes très abondants dans les cellules photosynthétisantes et se trouvent couramment dans les fruits, les légumes, les noix, les graines, les tiges, les fleurs, le thé, la propolis et le miel. Pendant des siècles, les préparations contenant ces composés à mesure que les principaux constituants physiologiquement actifs ont été utilisés pour traiter les maladies humaines (Tim Cushnie et Lamb, 2005), Ils peuvent jouer un rôle dans la prévention des maladies cardiovasculaires et du cancer (Djahra *et al*, 2012). Ils possèdent des Effets contre le stress oxydatif, antiinflammatoire, effets Antibactériennes, antiallergiques et plusieurs autres propriétés biologiques (Emeraux, 2019).

### I.4.4. Analyse Structurale des flavonoïdes

Suggestions proposées pour les méthodes d'analyse structurale comprennent les méthodes physico-chimiques. La technique la plus couramment utilisée est la spectroscopie UV-Visible et la RMN.

#### I.4.4.1. La fluorescence sous lumière de Wood

L'absorption des substances flavoniques sous lumière de Wood à la longueur d'onde de 365 nm donne des renseignements préliminaires sur la structure chimique. Tous les flavonoides apparaissent en UV sous forme de spots colores. (Tableau 3).

**Tableau 02.** Relation entre la fluorescence sous lumière de Wood et les structures flavoniques (Markham, 1982).

La fluorescence	Les structures possibles
Violette noire	- Flavones. -Flavonol avec (5-OH). - Flavonol avec (3-OR). -Flavones avec 5, 6,7 ou 5,7, 8 trihydroxy flavone -Chalcones.
Bleue	-Flavone ou flavonol sans OH en 5. -Flavanone avec OH en 3 ou flavanol.
Jaune ou jaune terne	-Flavonol avec 3-OH, et avec ou sans 5-OH
Orange fluorescente	-Isoflavones

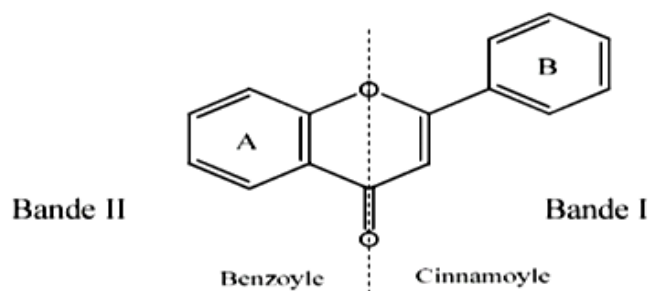
#### I.4.4.2. La spectrophotométrie UV-Visible

C'est la méthode la plus importante pour l'identification partielle des structures flavoniques. Cette technique a l'avantage de ne nécessiter qu'une très faible quantité de produit et d'être facilement mise en œuvre. Elle ne fournit cependant qu'un nombre limité d'informations structurales (**Jurd, 1962 ; Mabry *et al*, 1970**).

Les spectres des flavones et flavonols sont généralement enregistrés dans le méthanol ou l'éthanol, caractérisé par deux bandes d'absorption :

**Bande I** : Située entre 304-357 nm, représentative de l'absorption du noyau **B** conjugué avec le groupe carbonyle et la double liaison (C2-C3) donnant la forme cinnamoyle.

**Bande II** : Située entre 250-280 nm, représentative de l'absorption du noyau **A** conjugué avec la fonction cétone donnant la forme benzoyle (**Jurd et Horowitz, 1962**) (figure 04).



**Figure 04.** Schéma représentant l'absorption des flavonoïdes dans le domaine UV-visible.

L'utilisation de réactifs tels que le chlorure d'aluminium, l'éthylate de sodium, l'acétate de sodium et l'acide borique dans l'acétate de sodium a permis d'augmenter considérablement le nombre d'informations nécessaire à l'identification et à l'analyse structurale de ces pigments. L'addition de chacun de ces réactifs à une solution alcoolique de flavonoïde peut produire un déplacement des bandes d'absorption du spectre UV-visible du composé, l'amplitude de ce déplacement étant caractéristique de la localisation des différents groupements fonctionnels présents sur la molécule (**Jurd, 1962 ; Mabry *et al*, 1970**).

Le tableau 03 résume les différentes interprétations des déplacements  $\lambda$  max dans bandes **I** et **II**, en présence de différents réactifs (**Markham., 1982**).

**Tableau 03.** Interprétation des déplacements des maximums des bandes I et II après addition des réactifs.

Réactifs	Bande I	Bande II	Interprétation
<b>MeOH</b>	304-350	250-280	Flavone
	352-385	250-280	Flavonol (3-OH)
	328-357	250-280	Flavonol (3-OR)
<b>NaOH</b>	+44 à + 65 1. stabilité d'intensité /MeOH 2. diminution d'intensité L'intensité diminue avec le Temps (décomposition).		OH en 4' OR en 4' et OH en 3  3',4' OH ou ortho di -OH sur A ou ortho di OH sur B
	Nouvelle bande/MeOH entre 320 à 335		OH en 7
<b>NaOAc</b>		+5 à+20 Déplacement diminue-en présence d'un substituant en 6 ou 8	OH en 7
		Pas de déplacement ou très faible	OR en 7
		Spectre qui se décompose avec le temps	5, 6, 7-tri OH ou 5, 7, 8- tri OH
<b>NaOAc+H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub></b>	+12 à +36		Ortho di OH sur B.
<b>AlCl<sub>3</sub></b>	Une seule bande entre 420-430		Ortho di OH sur B avec 5-OH
<b>MeOH/AlCl<sub>3</sub> +HCl</b>	+17 à +20		5-OH avec une oxygénation en 6
	+35 à +55		5-OH et 3-OMe
	+50 à +60		OH en 3 avec ou sans OH en 5
<b>AlCl<sub>3</sub>/ (AlCl<sub>3</sub>+HCl)</b>	-20 à -40 avec sommet où épaulement entre (350- 360)		Ortho di OH sur B
	-20 à -25		Ortho di OH sur A et Ortho di OH sur B ou tri-OH sur B.

/= par rapport à.

(-) = hypsochrome.

(+)=bathochrome.



### I.4.4.3. Résonance magnétique nucléaire (RMN)

La résonance magnétique nucléaire (RMN) est une technique spectroscopique la plus importante pour la détermination de la structure des molécules organiques, basée sur les propriétés magnétiques de noyaux atomiques (**Günther, 1994**).

La RMN du proton ( $^1\text{H}$ -RMN) nous informe sur l'environnement des différents protons dans la molécule par les valeurs des déplacements chimiques et donc leurs positions sur la molécule ainsi que leurs nombres. Tandis que la RMN du carbone-13 ( $^{13}\text{C}$ -RMN) nous donne des informations sur le nombre d'atomes de carbone et le type de leurs hybridation et l'environnement où ils se trouvent.

On utilise cette méthode dans l'analyse qualitative des flavonoïdes pour déterminer :

- Le nombre total de proton à partir de la courbe d'intégration.
- Le degré d'oxydation des noyaux A, B et C
- Le nombre et la position de groupements méthoxyle dans le produit.

#### - Protons du noyau A

Selon les substitutions possibles, les résonances et les multiplicités des protons H 5, H6 et H8 sont résumées dans le tableau 04 :

**Tableau 04.** Déplacement chimique et multiplicité des protons du noyau A.

Flavonoïdes	H <sub>5</sub>		H <sub>6</sub>		H <sub>8</sub>	
	$\delta$ (ppm)	$J$ (Hz)	$\delta$ (ppm)	$J$ (Hz)	$\delta$ (ppm)	$J$ (Hz)
5-7 dihydroxy	-		6.00-6.20 (d)	2.5	6.30-6.50 (d)	2.5
5-OH, 7-OR (R: sucre)	-		6.20-6.40 (d)	2.5	6.50-6.90 (d)	2.5
5, 6, 7-OR (R=H, sucre)	-		-		6.3 (s)	
5, 7, 8-OR	-		6.3 (s)		-	
7-OR R=H, sucre	8.00 (d)	9,0	6.70-7.10 (dd)	9,0 2.5	6.70-7.00 (d)	2.5

#### - Protons du noyau B

Les protons de ce noyau apparaissent dans l'intervalle {6.7-8.1 ppm}, le déplacement chimique est basé sur les substituants dans le noyau B et le degré d'oxydation du noyau C.

**Tableau 05.** Déplacement chimique et multiplicité des protons du noyau B monosubstitué.

Flavonoïde	Déplacement chimique (ppm)		Déplacement chimique (ppm)	
	$H_2', H_6'$ ( $J \approx 8.5\text{Hz}$ )		$H_3', H_5'$ ( $J \approx 8.5\text{Hz}$ )	
4'-hydroxyflavone	7.70 - 7.90	(d)	6.50 - 7.10	(d)
4'-hydroxyflavonol	7.90 - 8.10	(d)	6.50 - 7.10	(d)

**Tableau 06.** Déplacement chimique et multiplicité des protons du noyau A. disubstitué.

Flavonoïdes	$H_2'$		$H_5'$		$H_6'$	
	$\delta$ (ppm)	$J$ (Hz)	$\delta$ (ppm)	$J$ (Hz)	$\delta$ (ppm)	$J$ (Hz)
Flavone (3',4'OH ; 3'OH, 4'OMe ; 3'OMe, 4'OH)	7.3 – 7.2 (d)	2.5	6.7 – 7.1 (d)	8.5	7.5 – 7.3 (dd)	8.5, 2.5
Flavonol (3',4'OH ; 3'OH, 4'OMe)	7.7 – 7.5 (d)	2.5	6.7 – 7.1 (d)	8.5	7.9 – 7.6 (dd)	8.5, 2.5
Flavone (3',4'OH ; 3'OMe, 4'OH)	7.8 – 7.6 (d)	2.5	6.7 – 7.1 (d)	8.5	7.6 – 7.4 (dd)	8.5, 2.5

### -Protons du noyau C

Le proton H3 dans la Flavone, résonne sous forme d'un singulet dans l'intervalle {6.20-6.40 ppm}, mais dans le cas des flavonols il disparaît.

# Chapitre II.

## Matériel et méthodes

## **II. Matériel et méthodes**

Ce travail a été réalisé au niveau de laboratoire d'obtention des substances thérapeutiques « LOST » de l'Université des Frères Mentouri-Constantine 1 et le centre de recherche en biotechnologie de Constantine (CRBT).

### **II.1. Matériel végétale**

Les parties aériennes de *Paronychia capitata* ont été récolté au stade de floraison (mois de juin 2021) de la région de Djebel Elwahch de la wilaya de Constantine.



**Figure 05.** La plante étudiée *Paronychia Capitata*.

### **II.2. Réactifs et produits chimiques**

Dans cette étude nous avons utilisé les produits chimiques :

- Méthanol, éthanol, n-butanol, acétate d'éthyle, cyclohexane, chloroforme, toluène et l'eau distillée comme solvants et les réactifs chimiques : Acide sulfurique, Vanilline,
- Plaques CCM (gel de silice 60 F 254,).

### **II.3. Appareils utilisés**

Evaporateur rotatif de type Buchi R-200, Bain ultrasonique, Micropipette, Etuve, Bain marie, VLC, Colonne en verre.

## **II.4. Méthodes**

### **II.4.1. Extraction par macération**

La macération est la méthode d'extraction solide-liquide la plus simple par contact prolongé entre les matériaux végétaux et les solvants, les éléments actifs diffusent bien, il est extrait à température ambiante. Afin de préserver les substances thermosensibles (Aberkane, 2019).

#### **II.4.1.1. Filtration et élimination du solvant**

Le mélange résultant a été filtré, la filtration est effectuée après chaque macération (48h). Après filtration, le solvant présent dans le filtrat (éthanol et eau distillée) est éliminé à l'aide d'un évaporateur rotatif sous pression réduite. Il est important de régler le bain de l'évaporateur rotatif à la température d'évaporation de solvant utilisée (40°C) pour éviter la dégradation des molécules, évaporer le filtrat jusqu'à élimination de l'eau afin de récupérer l'extrait sèche.

### **II.4.2. Séparation et purification**

#### **II.4.2.1. Chromatographie sur couche mince (CCM)**

La chromatographie sur couche mince est une technique analytique rapide, simple et économique. Elle repose sur la séparation des substances chimiques, principalement due à des phénomènes d'adsorption et migration. Les principaux éléments d'une séparation chromatographique en couche mince sont les suivants :

- Le récipient de chromatographie (cuve) : un récipient généralement constitué de verre de forme variable et fermé par un couvercle étanche.
- L'échantillon
- La phase stationnaire : plaque de silice CCM.
- Eluent : un solvant pur ou un mélange de deux ou trois solvants selon l'échantillon à tester et le type de séparation souhaitée. Il se déplace lentement le long de la plaque en emportant les composants de l'échantillon (Boumidouna et Kouar, 2019).

➤ **Protocole**

Dans le but d'évaluer la richesse de l'extrait de *P. capitata* en composés chimiques, nous avons effectué des analyses phytochimique des composés contenus dans les extraits par chromatographie sur couche mince (CCM), la phase stationnaire est une couche de gel de silice 60 F<sub>254</sub> fixé sur une plaque en aluminium 20 × 20 cm.

Le développement de ces plaques s'effectue dans des cuves en verre, le solvant de migration est un mélange de solvants doit être choisi en fonction de la polarité des molécules contenues dans l'échantillon, donc essayer plusieurs système d'élution (Tableau 07):

**Tableau 07.** Les systèmes d'élution utilisés en CCM.

Eluent	Pourcentage
CH <sub>2</sub> Cl <sub>3</sub> / MeOH / H <sub>2</sub> O	(7 : 3 : 1,5)
CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> / AcOEt	(8:2)
Cyclohexane /AcOEt	(8:2)
AcOEt /MeOH / H <sub>2</sub> O	(8:2:0,5)
AcOEt / MeOH / H <sub>2</sub> O	(8:1,5:1,5)

Les plaques de chromatographie sont ensuite placées sous une lampe UV à 254 et 365 nm avant révélation. Les révélateurs utilisés sont la Vanilline ou l'acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 50%). Les plaques sont ensuite chauffées pendant quelques minutes.

Les CCM sont utilisées à chaque étape chromatographique pour le suivi et le contrôle des purifications, les CCM permettent de vérifier la présence et l'état de pureté des produits élués.

**II.4.2.2. Chromatographie liquide sous vide (VLC)**

La VLC est une technique de fractionnement préliminaire de l'extrait brut de plante Cette technique peut être considérée comme une chromatographie sur colonne préparative sous vide, un verre fritté de diamètre et hauteur variable selon le poids de l'échantillon est fixé sur une fiole à vide permettant un fractionnement grossier des constituants de l'extrait selon leur polarité.

C'est une étape qui précède généralement les étapes de séparation les plus avancées telles que la MPLC, HPLC, etc. En pratique, elle permet principalement la séparation des

composés lipophiles comme les chlorophylles, des composés amphiphiles comme les saponines, et des composés polaires comme les sucres libres, les flavonoïdes et les tanins (Andriamasinoro, 2018).

#### II.4.2.3. Chromatographie sur colonne (CC)

C'est une technique basée sur des phénomènes d'adsorption. La phase solide, le plus souvent la silice, remplit une colonne de longueur variable : l'échantillon, en solution concentrée ou solide, est déposé en haut de la colonne et la séparation des composants résulte de l'écoulement continu d'un éluant, traversant la colonne par gravité ou sous l'effet d'une faible pression. On peut utiliser comme éluant un solvant unique ou bien accroître progressivement la polarité de l'éluant de façon à accélérer le déplacement des composés (Bentaleb et Kenouz, 2020), La taille et le diamètre de la colonne sont choisis en fonction de la quantité d'échantillon à purifier et de la résolution souhaitée.

La quantité de le gel utilisée est généralement 30 à 40 fois supérieure à la quantité de l'échantillon à fractionner.

### II.5. Les Activité biologique

Nous avons effectué deux essais pour évaluer les activités biologiques. Un test antifongique contre une seule souche réalisé au niveau du centre de recherche en biotechnologie CRBT (Constantine). Un test antimicrobien contre plusieurs souches est réalisé au niveau du laboratoire de recherche de microbiologie de l'Université de Constantine 1.

#### II.5.1. Activité antifongique

##### ➤ Protocole

Ce test est effectué au sein du Laboratoire de Mycologie dans le Centre de Recherche en Biotechnologie (C R B T) à Constantine. Pour évaluer l'activité antifongique de l'extrait éthanolique de *P. capitata* contre la souche champignon phytopathogène *Fusarium oxysporum*, selon la méthode décrite par Song *et al*, (2004).

- Milieu de culture

Le milieu de culture utilisé dans le présent travail est favorable pour le développement de la souche fongique *Fusarium oxysporum*, il s'agit de milieu suivant :

- pour préparer 1000 ml de Potato Dextrose Agar (PDA) : D-glucose 20 g, l'extrait de pomme de terre 200g, Ager 15 g et eau distillée).

- le milieu de culture est distribué dans les erlenmeyer (5), 100 ml dans chaque erlenmeyer puis stérilisation à 120C° pendant 5 h.

- **Préparation des solutions de l'extrait de *P. capitata***

- Dissoudre 2 g d'extrait éthanolique de *P. capitata* dans l'eau stérile, avec agitation pour obtenir une solution M avec un volume total de 1750 ml et la concentration est de 300 mg/ml. Ensuite, deux dilutions sont préparées : M2 et M3 (Tableau 8, figure 06).

**Tableau 08.** Les concentrations de l'extrait éthanolique préparées.

	Solution M (µL)	Eau stérilisée (µL)	Concentration (mg/mL)
<b>M1</b>	1000	0	300
<b>M2</b>	500	500	150
<b>M3</b>	250	750	75



**Figure 06.** Les concentrations (M1-3) de l'extrait éthanolique de *P. capitata*.

- Ensuite, un volume de 1 mL de solution **M<sub>1</sub>** a été ajouté à 100 mL de milieu de PDA à 60 ° C, puis distribué dans 4 boîtes de Petri. De même pour **M<sub>2</sub>** et **M<sub>3</sub>**, 1 mL de l'eau stérile a été ajouté à 100 mL de milieu PDA et a été considéré comme un témoin positif. Le témoin négatif contient le milieu PDA sans aucun autre produit.

- Un disque de 5 mm de diamètre de champignon phytopathogène *Fusarium oxysporum* est prélevé sur une jeune culture fongique et placé aseptiquement au centre d'une boîte de Pétri contenant du milieu PDA et la solution. Chaque traitement a été répété 4 fois avec chaque concentration.

- La croissance mycélienne des phytopathogènes a été mesurée en millimètres après incubation pendant 6 jours à 25°C.



- Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition de la croissance de champignon de solution par rapport au diamètre moyen de chaque colonie fongique cultivée dans un milieu témoin. Ainsi, le taux d'inhibition est exprimé en pourcentage et calculée selon la formule

$$I = (C-T/C) 100$$

Où I = taux d'inhibition en %; C = croissance radiale de l'agent phytopathogène en mm sur milieu PDA avec l'eau stérile (témoin +); T = croissance radiale, en mm, de l'agent phytopathogène sur milieu PDA contenant le complexe à tester.

### **II.5.2. Activité antimicrobienne**

Ce teste a été réalisé au niveau du laboratoire de recherche en microbiologie de l'université Frères Mentouri Constantine 1. L'évaluation de l'activité antimicrobienne a été réalisée par la méthode de diffusion par puits

- **Les souches testées**

Bactériennes : *Escherichia coli* (gram -), *Staphylococcus aureus* (gram +), *Bacillus subtilis* (gram +), *Pseudomonas aeruginosa*, *Salmonella sp*, *Klebsiella pneumoniae* (gram -).

Fongiques : *Penicillium sp*, *Aspergillus niger*, *Alternaria.sp*, *Fusarium oxysporum*, *Aspergillus fumigatus*. *Candida albicans* (levure).

- **Milieu de culture**

Il s'agit de la gélose Mueller-Hinton, le milieu de culture utilisé pour le test antifongique est la gélose de Sabouraud.

- **Ré-isolément des souches bactériennes**

Prélever une ose à partir de la colonie par une anse de platine et réaliser un ensemencement en stries dans une boîte à pétri avec gélose nutritive.

Incuber les boîtes pendant 24 heures à 37 °C.

- **Préparation de l'inoculum**

-Souches bactériennes

-Préparer des suspensions : à l'aide d'une pipette pasteur on prélève deux ou trois colonies pures et bien isolées pour chaque espèce qu'on décharge dans un tube contenant 9 ml d'eau physiologique stérile. Agiter au vortex pendant quelques secondes.

Nous avons comparé l'inoculum par le tube de mac ferland. La densité doit être équivalente à 0,5 Mc ferland.

-Souches fongiques

Dans cette étapes nous avons utilisé le spectrophotomètre pour connaître le nombre de spores dans chaque tube, Le réglage de spectrophotométer par des cuves en plastique.

- Calibrer le spectrophotomètre avec de l'eau physiologique.
- Ajuster la longueur d'onde a 650 nm.
- Le number des spores doit etre entre 0,15-0,20.

le protocole de la préparation est le même que on a utilisé pour les bactéries.

- **L'ensemencement**

-Tremper un écouvillon stérile dans la suspension microbienne.

-Passer l'écouvillon sur toute la surface de la gélose sèche en bandes serrées de haut en bas.

-Renouveler l'opération 3 fois, en tournant la boîte de pétri de 60° à chaque fois, sans oublier de faire pivoter l'écouvillon sur lui-même. Finir l'ensemencement en passant l'écouvillon autour de la gélose MH.

-Nous avons utilisé l'autre côté d'une pipette pasteur stérile pour créer des puits dans le milieu (gélose + suspension).

- **Préparation de l'extrait**

Dissoudre 500g d'extrait éthanolique de *paronychia capitata* à l'état sec dans le DMSO (Dimethylsulfoxyde) avec agitation pour obtenir une solution M avec un volume total de 1750 ml et la concentration est de 300 mg/ml.

A l'aide d'une micro pipette nous déposons 40µl d'extrait éthanolique de *P.capitata* dans chaque puits.

- **Incubation**

Une dernière étape, les boites de Pétri sont incubées à l'étuve pendant 18 à 24 heures à 37°C. L'activité antibactérienne est déterminée en termes de diamètre de chaque zone d'inhibition produit autour des puits.

Pour le test antifongique, les boîtes de Pétri sont placées dans le réfrigérateur pendant 30 min, après les avoir incubées au four pendant 48 h à 72 h à 37°C.

## Chapitre III.

# **Résultats et discussion**

### III.1. Etude phytochimique de *Paronychia capitata*

#### III.1.1. Macération

334,46g des parties aériennes de la plante *P. capitata* ont été coupé en petits morceaux et macérés dans un mélange hydroalcoolique (EtOH - H<sub>2</sub>O) dans une proportion de (70 :30 v/v). Macérer trois fois (5L de solvant), à température ambiante. L'extrait hydroalcoolique récupéré est concentré à sec puis pesé, comme illustré dans la figure 07.

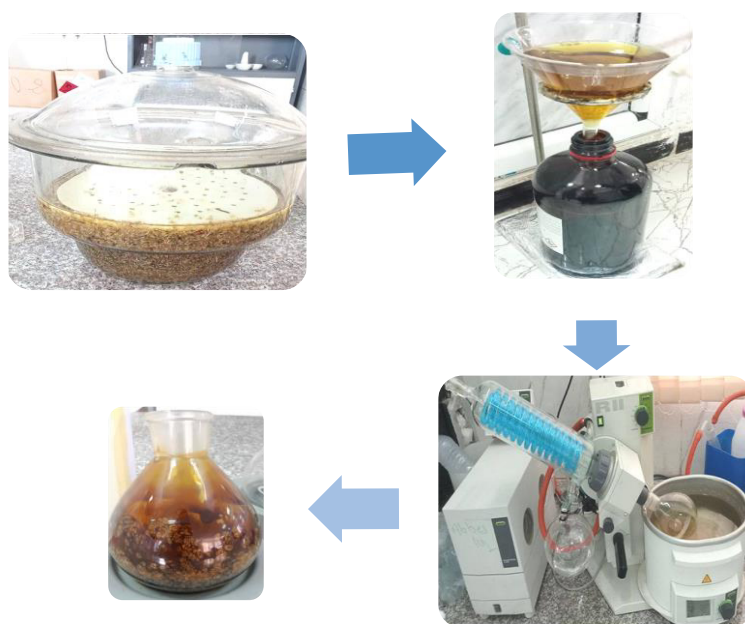


Figure 07. Étapes de préparation de l'extrait brut de *Paronychia capitata*.

#### II.1.2. Détermination de rendement d'extraction

$$Re = (\text{masse résidu d'extrait} / \text{masse végétale}) \times 100$$

$$\text{Masse d'extrait} = 51,71 \text{ g}$$

$$\text{Masse d'échantillon} = 334,46 \text{ g}$$

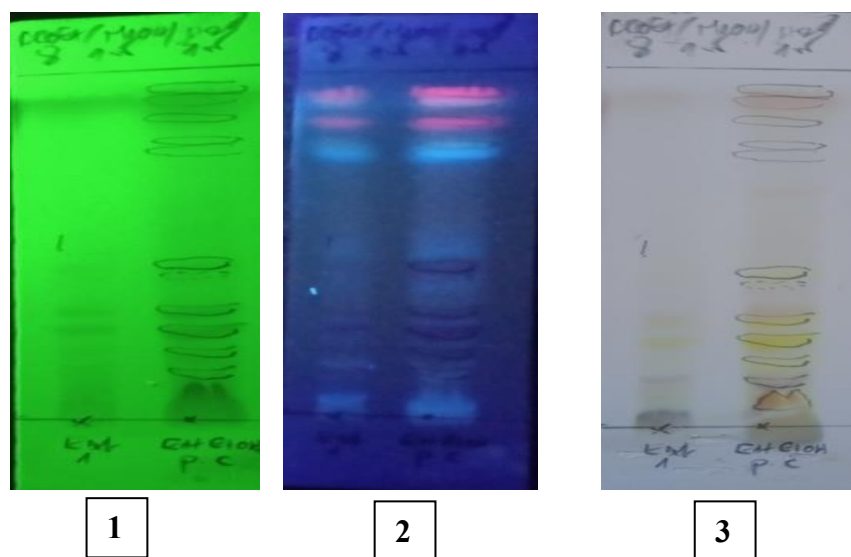
$$\text{Donc : } Re(\%) = 15,46\%$$

La macération a donné un extrait brut de 51,71g, ce qui correspond à un rendement de 15,46%.

#### II.1.2. Séparation et purification

Des tests chromatographiques sur couche mince de gel de silice normale ont été réalisées sur l'extrait de *P. capitata*, afin d'examiner la richesse de cet extrait (figure 08).

Système d'éluion : AcOEt / MeOH / H<sub>2</sub>O (8 :1,5 :1,5).

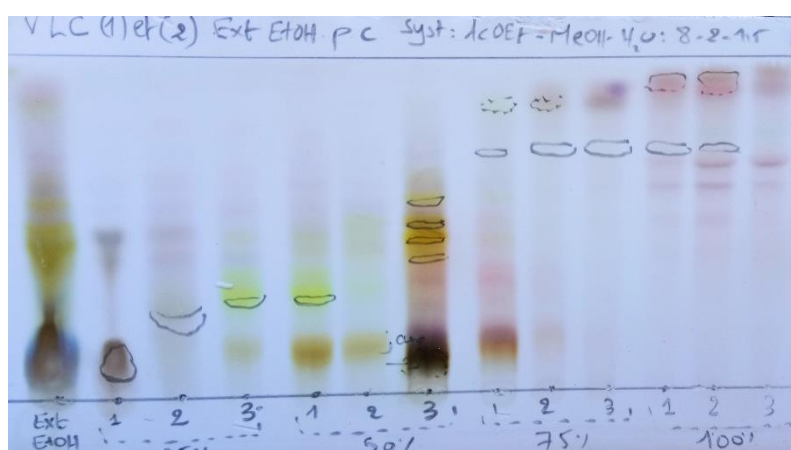


1 : plaque CCM sous la lampe UV 325. 2 : plaque CCM sous la lampe UV 235. 3 : plaque CCM après révélation  
**Figure 08.** Profil CCM de l'extrait éthanolique de *P. capitata* sous les lampes UV et après révélation.

### II.1.3. Chromatographie liquide sous vide (VLC)

Une VLC sur gel de silice RP-18 a été réalisé sur l'extrait brut en deux parties (10g x 2 fois). Le système d'éluion est le gradient H<sub>2</sub>O-MeOH : (250mL x 3 pour chaque composition), conduisant aux fractions suivantes :

A (25% MeOH), B (50% MeOH), C (75% MeOH) et D (100% MeOH).



**Figure 09.** Profil CCM des fractions de la VLC de de l'extrait éthanolique de *P. capitata* L.

Après analyse des CCM sous les deux lampes UV (365 et 254 nm) et après révélation par l'acide sulfurique (50%), les fractions obtenues sont présentées dans le tableau 09.

**Tableau 09.** Les fractions de la VLC RP-18 de l'extrait éthanolique des parties aériennes de *P. capitata* L.

Fractions	Eluant	La masse (g)
A	25% MeOH	8.2
B	50% MeOH	0.885
C	75% MeOH	2.1
D	100% MeOH	0.837

Avant d'entamer la séparation chromatographique, nous avons procédé à des tests chromatographiques sur couche mince de gel de silice normale (CCM), afin de choisir la fraction et la technique convenable pour une meilleure séparation.

Parmi les fractions obtenues on a étudié celles qui sont simples et séparables et celles qui ont une quantité importante, les fractions B et C.

#### II.1.4. Fractionnement et purification de la fraction C

Une masse de 2.1 g de la fraction C a été soumise à une chromatographie sur colonne de gel de silice normal, en utilisant comme système de séparation le gradient  $\text{CHCl}_3:\text{MeOH}:\text{H}_2\text{O}$  (100%-60/40/6). Des fractions de 25 ml ont été récoltées et regroupées selon leur profil en CCM (phase normale) fournissant 14 sous fractions (C1-C14). Les sous fractions C4, C8 et C10 contiennent successivement les composés **1** (8 mg), **3** (6 mg) et **4** (2 mg) à l'état pur. Le tableau 10 montre le regroupement effectué.

**Tableau 10.** Les sous-fractions de la colonne de gel de silice normal de fractions C.

Sous-fraction	Lot	Masse (mg)	Sous-fraction	Lot	Masse (mg)
C1	F1→F4	20	C8	F-31	6
C2	F5→F11	6	C9	F32- F 33	14
C3	F12→F18	6.4	C10	F34- F35	2
C4	F19→F21	8	C11	F36- F42	17.8
C5	F24→F25	14.6	C12	F43- F55	105
C6	F26→F28	63	C13	F56- F62	48.7
C7	F29→F30	105	C14	-	-



### II.1.5. Fractionnement et purification de la fraction B

La fraction B (0,808 g) a été soumise à une colonne de gel de polyamide, l'élution est réalisée par le toluène enrichi progressivement par le méthanol pour donner 10 sous fractions.

La sous fraction B5 contient le composé **P2** à l'état pur (1.2 mg).

Les résultats relatifs à cette séparation sont rassemblés dans le tableau 11.

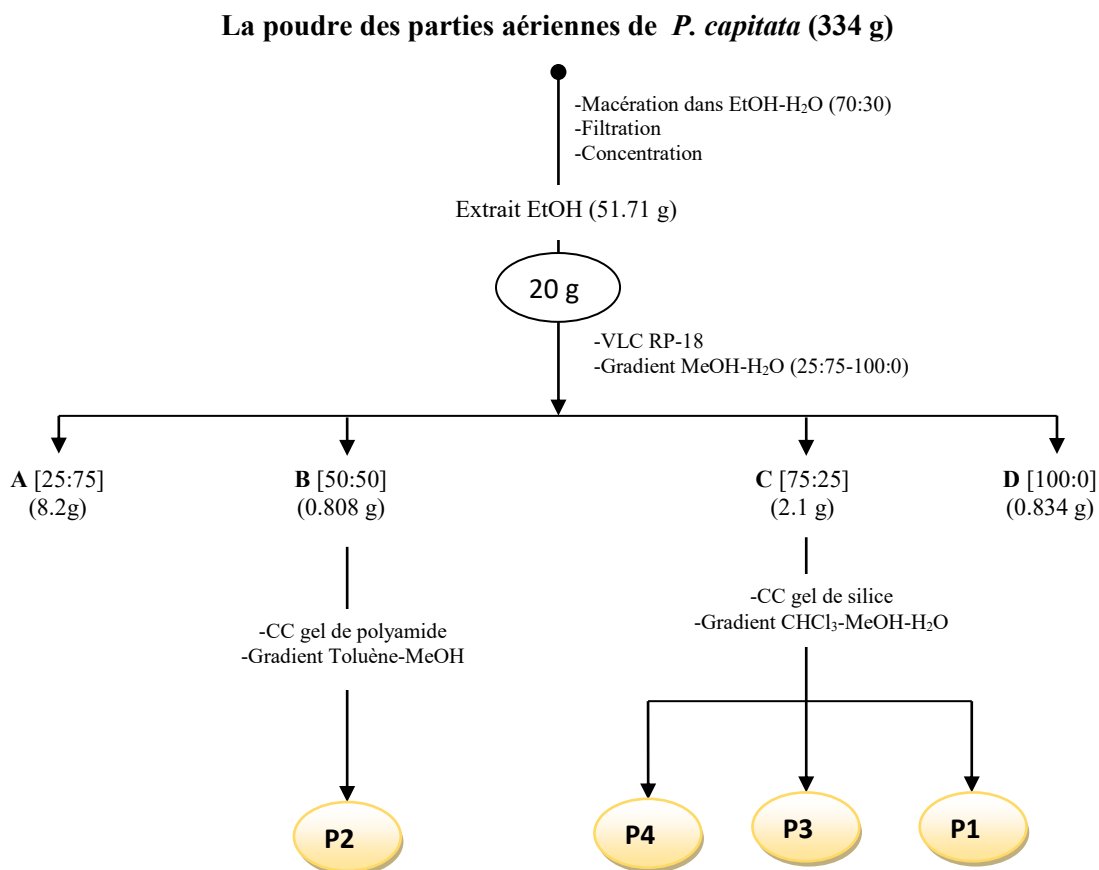


**Figure 10.** Colonne sur gel de polyamide de la fraction B.

**Tableau 11.** Sous- Fractions obtenues de colonne sur gel de polyamide de la fraction B.

Sous-fraction	Lot	Masse (mg)	Sous-fraction	Lot	Masse (mg)
<b>B1</b>	F1-F22	11.4	<b>B6</b>	F-54-F62	45
<b>B2</b>	F23-F25	6	<b>B7</b>	F63-F73	146
<b>B3</b>	F26-F40	32	<b>B8</b>	F74- F82	234
<b>B4</b>	F41-F50	3	<b>B9</b>	F83- F106	256
<b>B5</b>	F51-F53	1.2	<b>B10</b>	107	-

La Figure 11 résume toutes les étapes d'extraction et de séparations chromatographiques effectuées sur l'espèce *P. capita* L.



**Figure 11.** Schéma d'extraction et de purification des produits de *P. capitata*.

Le composé isole P1 a été identifié par les analyses spectrales, particulièrement la RMN  $^1\text{H}$  et UV-Visible sans négliger les autres caractéristiques physicochimiques ( $R_f$  et la Fluorescence sous lumière de Wood).



### II.1.6. Détermination structurale du composé P1

#### ❖ Comportement chromatographique

Il présente une tache visible sous la lumière de Wood UV à 254 et 365 nm (Noire violette) et se colore en jaune après révélation par solution acide sulfurique (50%) et chauffage. Il s'agit d'un flavonoïde, dont la structure peut avoir plusieurs possibilités comme déjà décrit dans le tableau 02 (partie flavonoïdes) :

Un flavone, flavonol avec (5-OH), flavonol avec (3-OR), flavone avec 5, 6,7 ou 5,7, 8 trihydroxy flavone ou bien un chalcone.

Le  $R_f$  du produit sur une plaque CCM de gel de silice normale éluée par différents système organiques (AcOEt-MeOH-H<sub>2</sub>O) et (CHCl<sub>3</sub>-MeOH- H<sub>2</sub>O), indique qu'il est aglycone ( $R_f$  élevé) comme la montre la figure suivante (figure 12).

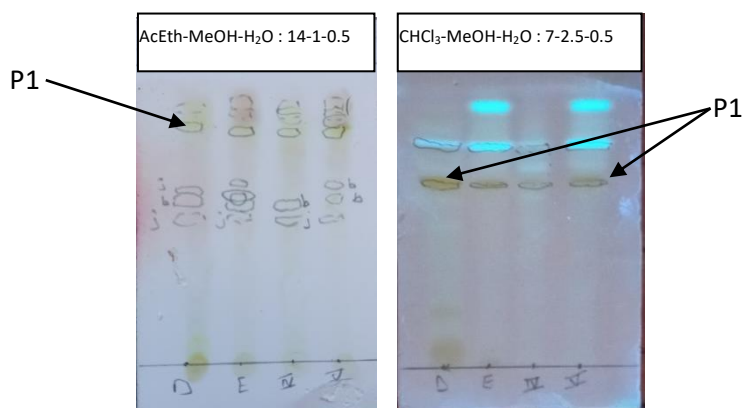


Figure 12. Plaques CCM dans différents systèmes d'élution de produit P1.

#### ❖ L'analyse par spectrophotométrie UV-visible

L'analyse par spectrophotométrie UV- visible donne les informations suivantes :

- Le spectre UV du composé P1, enregistré dans le méthanol (figure 13) montre deux bandes d'absorption : la **bande I** à  $\lambda_{\max}$ =329 nm et **bande II** à  $\lambda_{\max}$ =272 nm. Indique la présence d'un squelette de flavone.
- L'addition de NaOH à la solution méthanolique provoque un effet bathochrome de la bande I ( $\Delta\lambda$ = +66 nm) par rapport au spectre enregistré dans le MeOH, avec stabilité d'intensité, ce qui indique la présence d'un OH libre en position 4'.
- L'effet bathochrome de la bande I ( $\Delta\lambda$ = +20 nm) observé dans le spectre UV enregistré dans MeOH+AlCl<sub>3</sub> par rapport au spectre enregistré dans MeOH indique la présence d'un groupement OH libre en position 5.

- Aucun changement du spectre enregistré après addition d'HCl à la solution MeOH+AlCl<sub>3</sub> par rapport à celui de d'AlCl<sub>3</sub> confirme l'absence des groupements *ortho* di-OH en 3', 4' ; tri-OH en 3', 4' et 5'.
- L'addition de NaOAc à la solution méthanolique, conduit à un faible déplacement bathochrome de la bande II ( $\Delta\lambda = +13$  nm) indiquant la présence de 7-OH. De plus, la décomposition du spectre, suggère la présence de : 5, 6, 7 ou 5, 7, 8 ou 3, 3', 4' tri-OH. Cependant cette dernière est éliminée selon les données des réactifs précédents (AlCl<sub>3</sub>+HCl).
- L'addition de H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> à la solution MeOH+NaOAc n'a provoqué aucun déplacement de la bande I, ce qui confirme l'absence d'un système *Ortho* di-hydroxyle sur le cycle B. confirmant ainsi les résultats précédents.

Le tableau suivant présente les données spectrales UV obtenues après enregistrement dans le méthanol et en présence des réactifs spécifiques.

**Tableau 12.** Résultats des données spectrales UV-Visible du produit P1.

Réactifs	Bande I $\lambda_{\max}(\text{nm})$	Bande II $\lambda_{\max}(\text{nm})$	Interprétation
MeOH	329	272	flavone
+ NaOH	393	280	Présence de 4' OH
+ AlCl <sub>3</sub>	349	280	Présence de 5-OH
+ AlCl <sub>3</sub> + HCl/ AlCl <sub>3</sub>	Aucun changement		Absence de 3', 4' di-OH/ 3', 4', 5' tri-OH.
+ NaOAc	Spectre se décompose + diminution d'intensité		Présence de 5,6,7 ; 5,7,8 ; 3,3',4' tri-OH
+ NaOAc+H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	339	-	Présence de 6,7 ; 7,8 di- OH

A noté qu'une étude récente portée sur les propriétés spectroscopiques de la scutellaréine dans trois solvants, dont il a été montré que les processus d'isomérisation peuvent être l'une des raisons de changement observé dans le spectre UV (Ushakou et Wróblewski, 2022). Ces changements sont assemblables à celles observés du spectre UV enregistré avec le NaOAc.

Ces données spectrales UV permettent la proposition de la structure partielle suivante pour le produit P1.

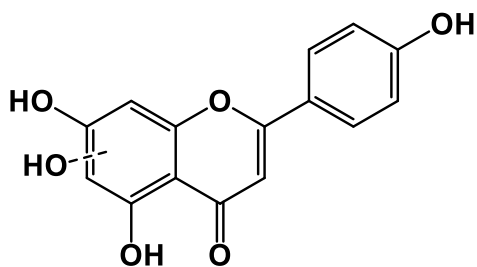


Figure 13. Structure partielles du composé P1.

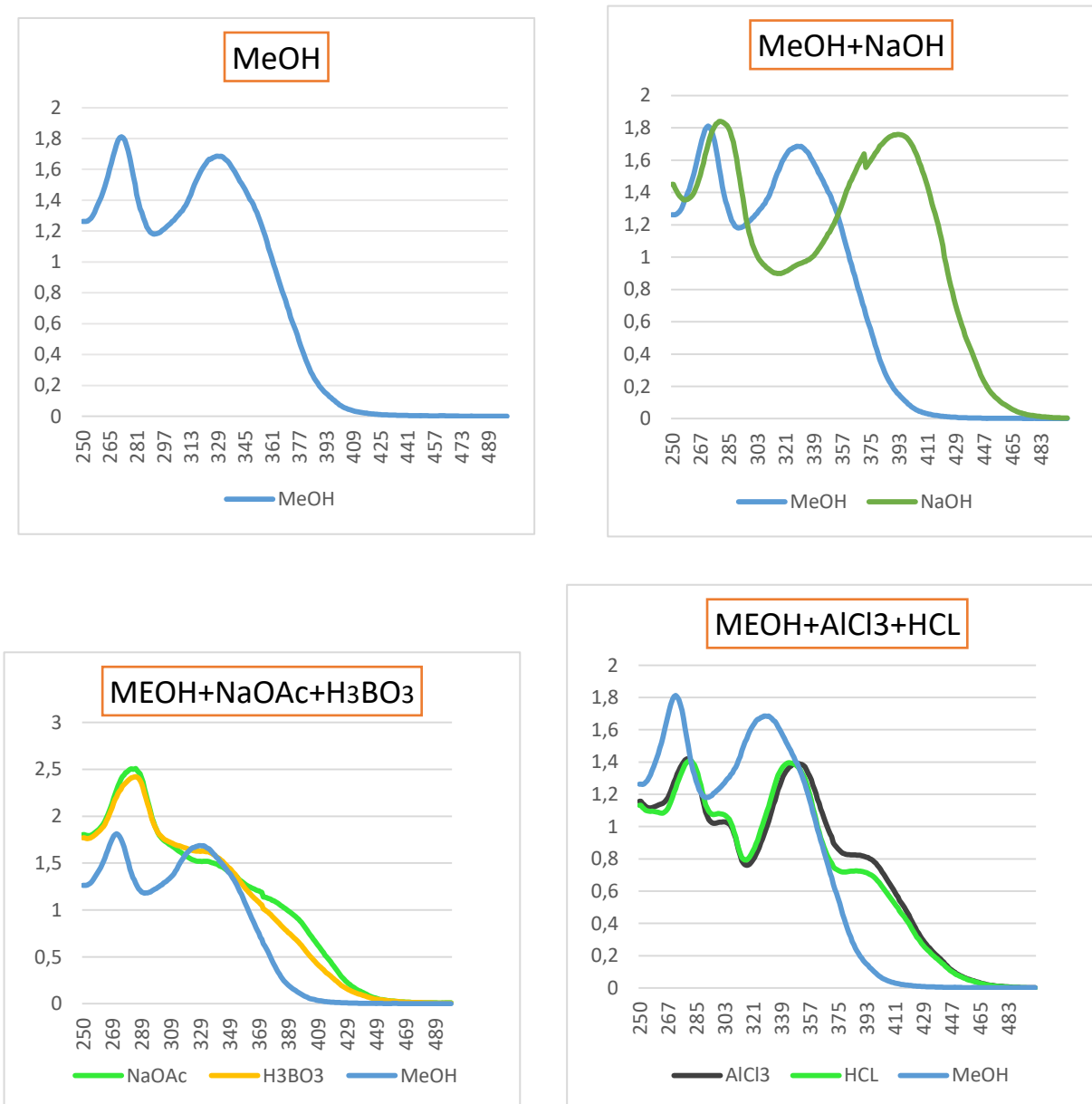


Figure 14. Série spectrale UV-Visible du composé P1.

❖ L'analyse par spectrométrie RMN  $^1\text{H}$ 

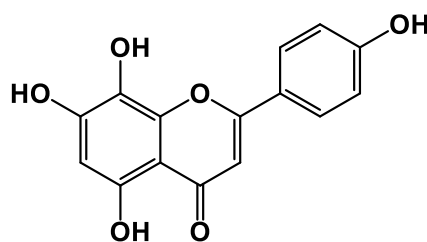
Le spectre de RMN  $^1\text{H}$  enregistré dans l'acétone deutérée (figure 15, tableau 13) confirme les informations apportées par la spectroscopie UV-Visible, avec confirmation de l'hydroxylation en position 8. Donnant ainsi, les signaux caractéristiques de iscutellareine. Cela a été confirmé par la comparaison des déplacements chimiques de la littérature (Xia *et al*, 2007).

- Un doublet à  $\delta = 7.62$  ppm d'intégration 2H ( $J = 8.7$  Hz), attribuable aux protons H2', H6'.
- Le signal le signal d'intégration 2H sous forme de doublet qui apparaît à  $\delta_{\text{H}} = 6.88$  ppm ( $J = 8.7$  Hz) est attribuable aux protons H3', H5'.
- Deux singulets d'intégration 1H à  $\delta_{\text{H}} = 6.69$  ppm et  $\delta_{\text{H}} = 6.53$  ppm attribuable à H-3 et H6, respectivement (figure 15).

**Tableau 13.** Données spectroscopiques RMN $^1\text{H}$  (250MHz, acétone-d $_6$ ) de P1.

Déplacement chimique (ppm)	intégration	Multiplicité	Constante de couplage	attribution
6.53	1H	s	-	H6
6.69	1H	s	-	H3
6.88	2H	d	8.7	H3', H5'
7.62	2H	d	8.7	H2', H6'

L'ensemble des données spectrales accumulées, et la comparaison avec les données de la littérature permettent d'assigner pour le composé P1 la structure 5, 7, 8, 4'-tétra hydroxy flavone connu sous le nom de l'isocutellareine (Xia *et al*, 2007). Ce composé est isolé de l'espèce *P. capitata* pour la première fois.



Isocutellareine

**Figure 15.** Structure chimique du composé P1.

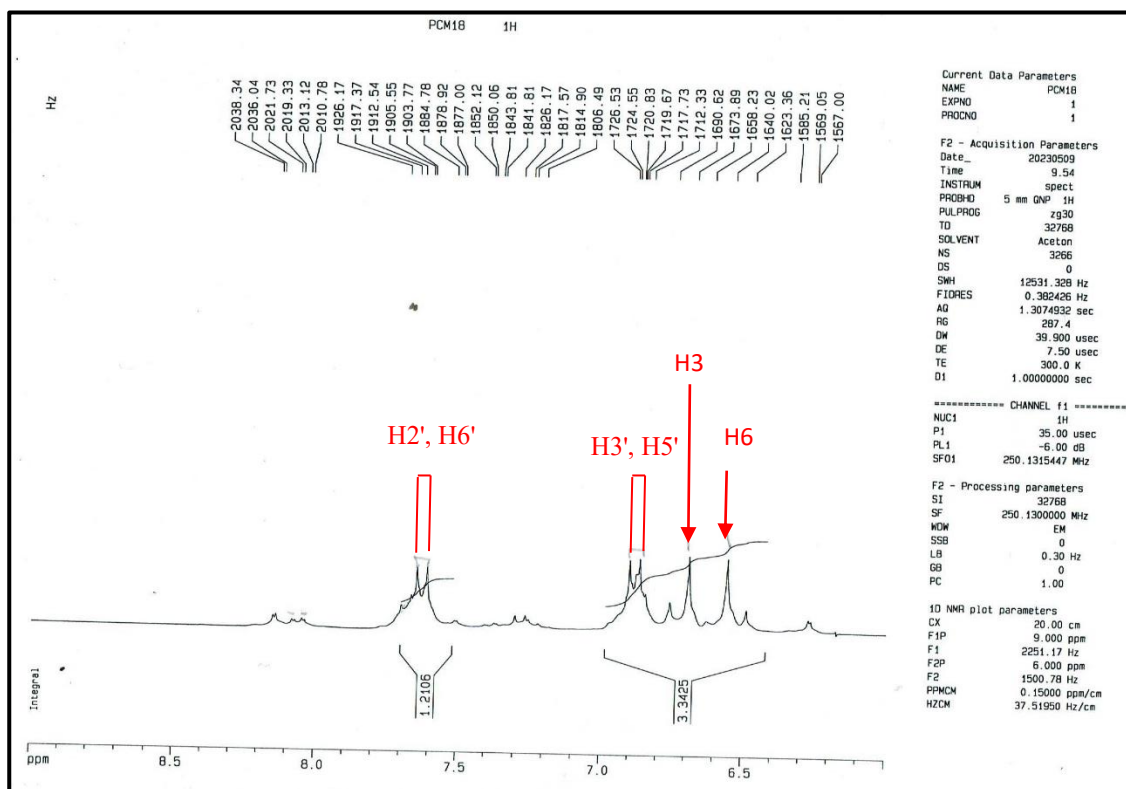


Figure 16. Spectre de RMN  $^1\text{H}$  étalé du composé P1 (250 MHz, acétone- $\text{d}_6$ ).

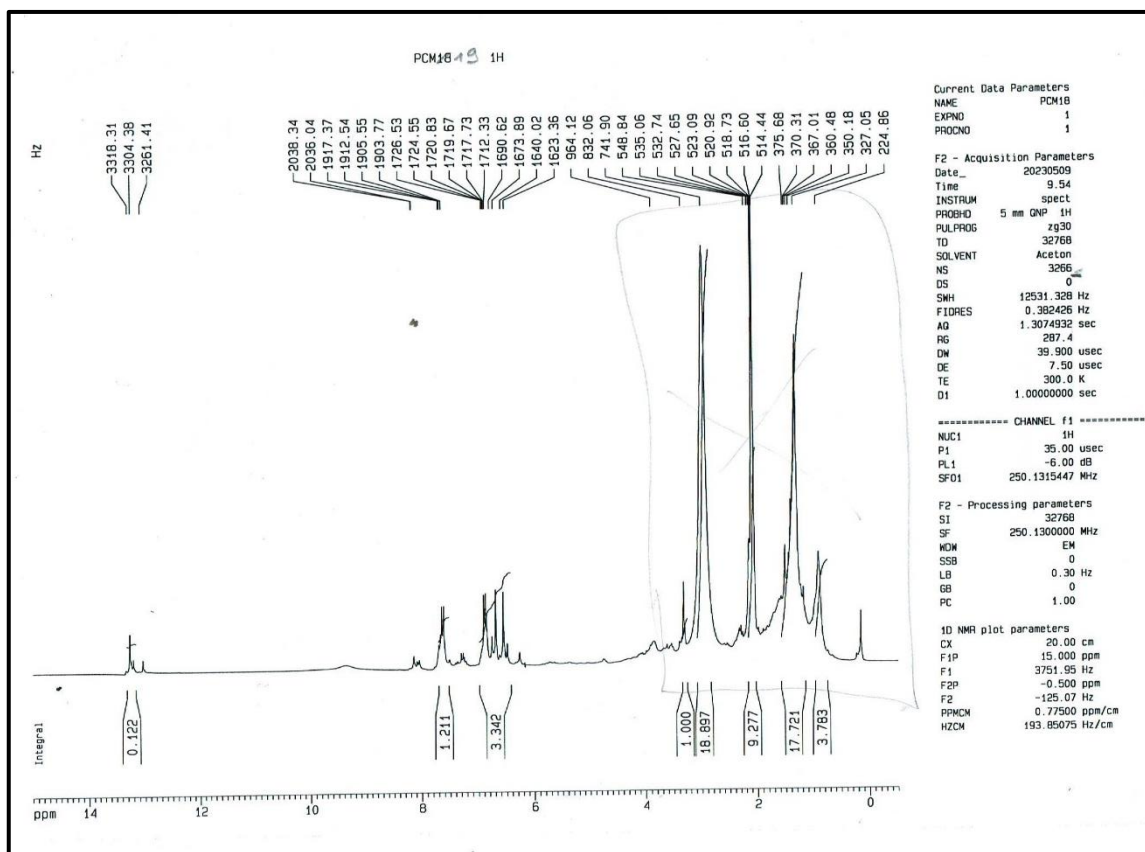


Figure 17. Spectre de RMN  $^1\text{H}$  du composé P1 (250 MHz, acétone- $\text{d}_6$ ).

## III.2. Activité biologique

### III.2.1. Activité antifongique

Les résultats du test antifongique de l'extrait EtOH de *P. capita* contre *Fusarium oxysporum* Sont regroupés dans le tableau ci-dessous (tableau 14).

**Tableau 14.** Résultats du test antifongique de l'extrait EtOH de *P. capita* contre *Fusarium oxysporum*.

Boite pétri	Moyen de Diamètre après 3 jours (cm)	Moyen de Diamètre après 6 jours (cm)
Fol(-)	3,075	6,825
Fol(+)	2,825	7
M <sub>1</sub>	2,175	4,575
M <sub>2</sub>	2,475	5,505
M <sub>3</sub>	2,525	5,5

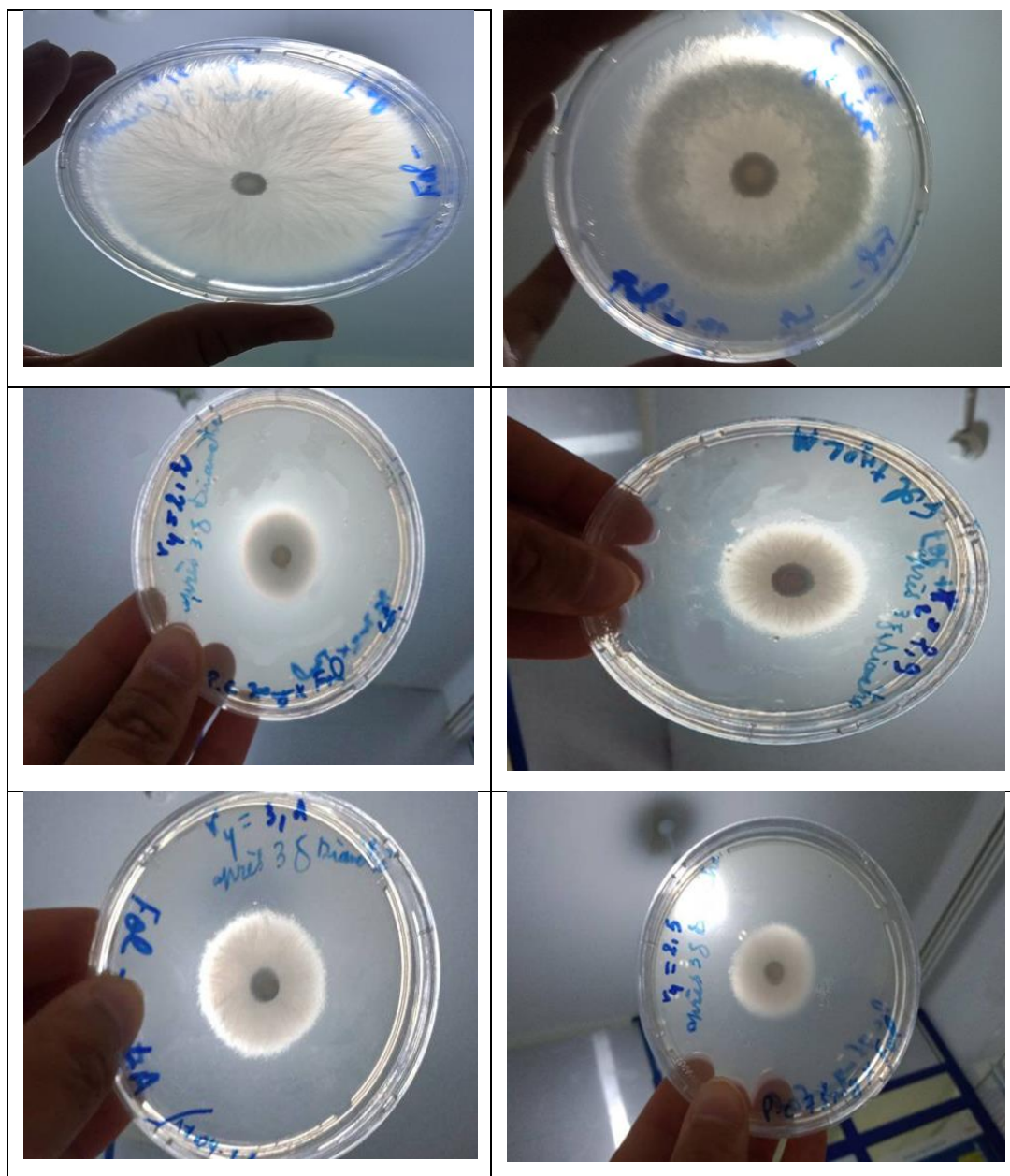
❖ **Calcule le taux d'inhibition** : selon la formule  $I = (C-T/C) 100$

$$I_{M1} = (7 - 4,575 / 7) 100 = 34,64\%$$

$$I_{M2} = (7 - 5,5 / 7) 100 = 27,86\%$$

$$I_{M3} = (7 - 5,05 / 7) 100 = 21,42\%$$

Le taux d'inhibition de la solution mère (34.64%) indique que l'extrait éthanolique de *P. capitata* a une activité antifongique modérée contre le champignon *Fusarium oxysporum*.



**Figure 18.** Résultats de test antifongique de l'extrait EtOH de *P. capita* contre *Fusarium oxysporum*.

### III.2.2. Activité antibactérienne





D'après les résultats obtenus (tableau 15), on constate que l'extrait éthanolique de *P. capitata* est inactif contre les souches testées.

Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés par **Alaoua (2017)** et **Bouzidi (2018)**, dont les résultats ont montré que les extraits butanolique, acétate d'éthyle, éther de pétrole et aqueux de *P. capitata* L. n'ont pas manifesté une inhibition contre les souches microbiennes




testées: *Escherichia coli*, *Escherichia coli* clinique, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus aureus* clinique, *Pseudomonas aeruginosa*, *Pseudomonas aeruginosa* clinique, *klebsiella Sp*, *proteus mirabilis* clinique.

**Tableau 15.** Résultats de l'activité antibactérienne de l'extrait éthanolique de *P.capitata* (C=300mg/ml).

Les Souches	Photo	Diamètre mm	Sensible
<i>Escherichia coli</i>		abs	-
<i>Staphylococcus aureus</i>		abs	-
<i>bacillus subtilis</i>		abs	-
<i>pseudomonas aeruginose,</i>		abs	-
<i>salmonella sp,</i>		abs	-




<i>Klebsiella pneumoniae</i>		abs	-
------------------------------	---	-----	---





Les résultats obtenus montrent que les champignons *Pinicillium. Sp*, *Aspergillus niger* sont sensibles à l'extrait éthanolique de *P. capitata*, d'après les zones d'inhibition obtenus (15 mm et 20 mm, respectivement). Cependant, les résultats de **Bouzidi (2018)** ont révélé que les extraits de *P. capitata* sont inefficaces contre *Aspergillus niger*, pour les 3 concentrations (150, 75 et 37,5 mg/ml), ce qui suggère que la concentration 300mg/ml peut inhiber la croissance de *Aspergillus niger*.

D'autre part, l'extrait éthanolique de *P. capitata* est inactif contre les quatre autres souches testées : *Alternnaria.sp*, *Fusaruim oxysporum*, *Aspergillus fumigatus*, *Candida albicans* (levure).

Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant.

**Tableau 16** : Le résultat de l'activité antifongique de l'extrait éthanolique de *P.capitata* (C=300mg/ml).

Les Souches	Lecture (la boîte de pétri)	Diamètre (mm)	Sensible
<i>Pinicillium. sp,</i>		15	++

<p><i>Aspergillus niger</i>,</p>		<p>20</p>	<p>++</p>
<p><i>Alternaria sp</i>,</p>	<p>contaminé</p>	<p>/</p>	<p>/</p>
<p><i>Fusarium oxysporum</i>,</p>		<p>abs</p>	<p>-</p>
<p><i>Aspergillus fumigatus</i></p>		<p>abs</p>	<p>-</p>
<p><i>Candida albicans</i> (levure).</p>		<p>abs</p>	<p>-</p>

# Conclusion

## Conclusion

Ce travail a été consacré à l'étude phytochimique et l'évaluation des activités biologiques de l'espèce *paronychia capitata* (Parties aériennes) de la famille Caryophyllaceae, connue sous le nom Atai El- Djabel. Notre objectif principal était d'isoler et d'identifier les métabolites secondaires de l'extrait Éthanolique de cette plante et d'évaluer son activité antibactérienne et antifongique, ainsi contribué à la valorisation de la flore de notre pays, Nous avons utilisé différentes méthodes chromatographiques pour la séparation et la purification (CCM, VLC, CC), ce qui a abouti à la séparation de quatre composés, parmi les deux sont des flavonoïdes.

De plus, la détermination structurale d'un des flavonoïdes isolés a été effectuée par technique spectrophotomètre UV-Visible et la RMN <sup>1</sup>H, ce qui a permis d'identifier le scutellarein. Ce composé est isolé pour la première fois dans le genre et l'espèce *P. capitata*.

L'évaluation de l'activité antibactérienne et antifongique de l'extrait éthanolique de *Paronychia capitata* ; *in vitro* ; vis-à-vis de quelques souches pathogènes. Les résultats antifongique ont montré que l'extrait EtOH de *p.capitata* possède une bonne activité antifongique contre les champignons : *Pinicilliuim sp*, *Aspergillus niger* (zones d'inhibition : 15mm et 20mm à la dose de 300mg/ml, respectivement). Tandis que l'extrait est avéré inactif contre les quatre souches testées : *Alternnaria sp*, *Fusaruim oxysporum*, *Aspergillus fumigatus*, *Candida albicans*. De même, une absence d'activité antimicrobienne de cette plante contre les 6 souches suivantes : *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Klebsiella pneumoniae*, *Salmonella sp*, *Bacillus subtilis* et *Escherichia coli*.

# Références bibliographiques

***Références bibliographiques***

**Abdelkhalek A, Al Asskar A. A, Alsubaie M. M, Behiry S. I, 2021.** First report of protective activity of paronychia argentea extract against tobacco mosaic virus infection. *Plants*, 10, 1-17.

**Aberkane K, Bourenane R, 2019.** Etude de l'effet de la méthode d'extraction sur la teneur en polyphénols et en flavonoïdes. Mémoire du diplôme master en biochimie appliquée. Université de Bouira. Algérie.

**Abismail Y, 2014.** Contribution à l'étude de l'effet des extraits aqueux de *Paronychia argentea* L. et *Paronychia capitata* L. *in vitro* sur la dissolution des calculs rénaux : Approche théorique. Mémoire de magister en biotechnologie. Université d'Oran Mohamed Boudiaf. Algérie.

**Adjadj M, Boumerfeg S, Charef N, Baghiani A, Khennouf S, Arrar L, Mubarak M .S, (2015).** Protective effect of *Paronychia argentea* L. on acetic acid induced ulcerative colitis in mice by regulating antioxidant parameters and inflammatory markers. *Jornal Klagenfurt, Austria*, 22(12), 148-172.

**Albayrak S. et Aksoy A.(2010).** *In vitro* antioxidant and antimicrobial properties of *Paronychia mughlaii* Chaudhri, *Acta Botanica Gallica*, 157:3, 411-418, DOI: 10.1080/12538078.2010.10516218

**Alcazar M D, Garcia C, Rivera D, Obon C, 1990.** Lesser-Known herbal remedies as sold in the market at Murcia and Cartagena Spain. *J Ethnopharmacol*, 28(2), 243-247.

**AL-Jaber N A, Awaad A S, Moses J E, (2011).** Review on some antioxidant plants growing in Arab world. *Jornal of Saudi chemical society*, 15(4), 293-307.

**Alloua Z. (2017).** Etude phytochimique des espèces : *Pteranthus dichotomus* et *Paronychia capitata*. Université de Batna 1. Thèse de doctorat troisième cycle en chimie des substances 2022. Two new saponins from *paronychia capitata*

*Phytochemistry Letters*, 49, 152-156. naturelles d'intérêt biologique. chimie organique.

**Allaoua Z, Benabdelaziz I, Rahmouni N, Bouzidi S, Artur M. S .S, Benkhaled M, Haba H, 2022.** Two new saponins from *paronychia capitata*. *Phytochemistry Letters*, 49, 152-156.

- Andriamasinoro N. A, 2018.** Purification et caractérisation des métabolites secondaires extraits de plantes de la famille des Asparagaceae et Caprifoliaceae, et évaluation de leurs activités biologiques. Université de Bourgogne Franche. Thèse de doctorat de pharmacie.
- Avunduk, S., Lacaille-Dubois, M.-A., Miyamoto, T., Bedir, E., Şenol, S. G., & Çalışkan, Ö. A. (2007).** *Chionaeosides A–D, Triterpene Saponins from Paronychia chionaea. Journal of Natural Products, 70(11), 1830–1833.* doi:10.1021/np0704607.
- Avunduk S, Alankuş-Calışkan O, Miyamoto T, Tanaka C, Lacaille-Dubois M., 2011.** Secondary metabolites from the roots of *Paronychia chionaea*. *Nat Prod Commun*,6: 205–208.
- Baba Aissa F. 1999.** Encyclopédie des plantes utiles (Flore d’Algérie et du Maghreb). Substances végétales d’Afrique, d’Orient et d’Occident, Ed. Edas, 178 p.
- Bellakhdar J , 1997 .** La pharmacopée marocaine traditionnelle. Ibis Press.
- Beukelman C. J, Worm V, Henriette C, Ufford V, Kroes B H, Berg V, 2002 .**Discovery of new anti-inflammatory drugs from plant origin .*Annals of gastroenterology, 15(4), 320\_323.*
- Benfalami R, Mouarsia S, 2019.** Etude phytochimique et évaluation in vitro des activités antioxydantes et enzymatique des extraits d'une plante médicinale «*Paronychia argentea.L*». Université freres mentouri constantine 1 . mémoire du diplôme de master en biochimie appliquée.
- Bentaleb H, Kenouz C , 2020 .** Extraction et séparation chromatographique des composés de l'espèce *Centaurea montana* . Université de Guelma. Diplôme de master en chimie physique et analytique .
- Bittrich, V., 1993.** Caryophyllaceae, in : Kubitzki, K., Rohwer, G., Bittrich, V. (Eds.), THE FAMILIES AND GENERA OF VASCULAR PLANTS. Flowering Plants. Dicotyledons Magnoliid, Hamamelid and Caryophyllid Families. Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH, German, pp. 206–236.
- Botineuau M ., 2010.** Botanique systématique et appliquée des plantes à fleurs. Tec c& Doc - Edition Lavoisier , (376-382).

**Bouanani S. Henchiri C. Migianu-Griffoni E. Aouf N. et Lecouvey M. 2010.** Pharmacological and toxicological effects of *Paronychia argentea* in experimental calcium oxalate nephrolithiasis in rats. *Journal of Ethnopharmacology*. 129, 38–45.

**Boumidouna A, Kouar A, 2019** . Contribution à l'étude phytochimique (par chromatographie à couche mince : CCM) ; des activités antibactériennes et des activités antioxydantes de l'extrait des feuilles de myrte (*Myrtus Cummnis L.*) de la région du nord constantinoise. Université Ziane Achour\_Djelfa .Diplôme de master en sciences alimentaire.

**Bouzidi S, Benkiki N, Allaoua Z, 2017** . In vitro antioxidant activity, *in vivo* antipyretic and anti-inflammatory activities of *Paronychia capitata L.* *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 10(3), 177-179.

**Bouzidi S, 2018.** Evaluation des activités biologiques des extraits de deux plantes : *Eryngiu campestre L* .et *Paronychia capitata L.* Thèse de Doctorat. Université Mostefa Ben Boulaïd\_Batna 2.

**Braca, A., Bader, A., Siciliano, T., & De Tommasi, N. (2008).** Secondary metabolites from *Paronychia argentea*. *Magnetic Resonance in Chemistry*, 46(1), 88–93. doi:10.1002/mrc.2113

**Chaudhri, M. N. (1968).** A revision of the Paronychiinae. *Mededelingen van het Botanisch Museum en Herbarium van de Rijksuniversiteit te Utrecht*, 285(1), 3-440.

**Core, E.L. 1941.** North American Species of *Paronychia*. *Am. Midl. Nat.* 26, 369–397.

**Curini M, Epifano F, Menghini L, Pagiotti R., 2004.** Flavonoids and tocopherols from *Paronychia kapela*. *Chem Nat Compd.* 40: 190–191

**Dennis C and Webstert J. (1971).** Antagonistic properties of species-groups of *Trichoderma* III. Hyphal interaction. *Trans. Br, mycol, Soc.* 57 (3): 363–369.

**Djahra B. A, Bordjiba O, Benkherara S, 2012.** Activité antibactérienne des flavonoids d'une plante médicinale spontanée *Marrubium vulgare L.* de la région d'el Tarf (nord-est-algérien). *Algerian scientific jornal platform*,18(1), 29-37.

**Duval C, Duval R, 1978.** Dictionnaire de la Chimie et de ses Applications, Edition Tec & Doc, Lavoisier, Paris.



- Gülcemal, D., Masullo, M., Alankuş-Çalışkan, Ö., & Piacente, S. (2014).** *Oleanane type glycosides from Paronychia anatolica subsp. balansae. Fitoterapia, 92, 274 - 279.* doi:10.1016/j.fitote.2013.11.013
- Elshamy A. I , Mohamed T . A , Ibrahim M . A . A , Atia M.A . A , Yoneyama T , Umeyama A , Hegazy M. E . F , 2021 .** Two novel oxetane containing lignans and a new megastigmane from *Paronychia arabica* and in silico analysis of them as prospective SARS\_CoV\_2 inhibitors. *Royal society of chemistry*, 11, 20151\_20163.
- Emeraux E. (2019).** Propriétés biologiques des flavonoïdes : étude bibliographique et évaluation de l'activité antioxydante. Thèse de doctorat en pharmacie. Université de Lorraine. France.
- Eroğlu H. E , Budak Ü ,2020 .** Karyotype analysis of *Paronychia anatolica* subsp. *anatolica* (caryophyllaceae, paronychioideae). *Journal of institute of science and technologie*, 10(4), 2424\_2430.
- Eroğlu H. E, Doğan H, Altay D, Budak Ü, 2017.** The medicinal plant of Genus *Paronychia* and Karyotype Analysis of *Paronychia adalia*. *International Journal of Secondary Metabolite*, 4 (3), 103\_107.
- Frikha R. et Sefari R. (2020).** Etude *in vivo* de l'effet d'extraits de *P. argentea* sur le syndrome métabolique induit par le fructose. Mémoire de Master. Université Frères Mentouri-Constantine 1. Algérie.
- Ghedira k, 2005.** Les flavonoïdes: structure, propriétés biologiques, rôle prophylactique et emplois en thérapeutique. *Phytothérapie*, (4), 162-169.
- Gomes A.R., Vasconcelos T. et Guimarães de Almeida H. (2008).** Plantas na medicina tradicional de CABO VERDE. *Workshop Plantas Medicinai e Fitoterapêuticas nos Trópicos*, IICT /CCCM, 1-13.
- González-Tejero M R , Molero-Mesa J , Cacaes-Porcel M , Martínez Lirola M J , 1995 .** New contributions to the ethnopharmacology of spain. *J Ethnopharmacol*, 45(3), 157\_165.
- Greenberg, A.K., Donoghue, M.J., 2011.** Molecular systematics and character evolution in Caryophyllaceae. *Taxon* 60, 1637–1652.
- Guerziz S, Noun N, 2017.** Essai de l'activité anti\_infectieuse de plantes : *Fumaria officinalis* et *Paronychia argentea* Lam. Mémoire de master. Université de Guelma. Algérie.

**Gülcemal, D., Masullo, M., Alankuş-Çalışkan, Ö., & Piacente, S. (2014).** Oleanane type glycosides from *Paronychia anatolica subsp. balansae*. *Fitoterapia*, 92, 274 -279.

**Gunther H, 1994.** La spectroscopie de RMN: principes de bases, concepts et applications de la spectroscopie de résonance magnétiques nucléaires du carbone 13 en chimie. *Elsevier Masson(Eds)*.

**Hamdan I.I et Afifi F.U. 2004.** Studies on the in vitro and in vivo hypoglycemic activities of some medicinal plants used in treatment of diabetes in Jordanian traditional medicine. *Journal of Ethnopharmacology*. 93,117–121.

**Hamel T, Sadou N, Seridi R, Boukhdir S., Boulemtafes A, 2018.** Pratique traditionnelle d'utilisation des plantes médicinales dans la population de la péninsule de l'Edough (nord - est algérien).

**Harborne J. B, Williams C. A, 2000.** Advances in flavonoid research since 1992. *Phytochemistry*, 55(6), 481–504.

**Hernández I, Alegre L, Van Breusegem F, Munné-Bosch S, 2009.** Trends in Plant Science, 14 (3), 125–132.

**Jakimiuk K, Wink M, Tomczyk M., 2021.** Flavonoids of the Caryophyllaceae. *Phytochemistry Reviews*, 21, 179–218.

**Jurd L, 1962.** The chemistry of flavonoids compounds. Pergamon press, New\_York, chap.5, 107.

**Jurd L, Horowrit R, 1962.** Spectral properties of flavonoid compounds, in: the Chemistry of flavonoids compounds. *Pergamon Press, New York*, 107-155.

**Karafakioğlu Y. S, Aksoy L, Kargioğlu M, 2018.** Antioxydant activity and mineral ingredient assessment of different solvent extracts of *Paronychia chionaea*. *Pakistan Journal of Botany*, 50(5), 1913-1916.

**Mabry T. J, Marakham K. R, Tomas M. B, 1970.** The systematic identification of flavonoids. *Springer-Verlag*, Berlin.

**Mahmoudi S, Khali M , Mahmoudi N , 2013 .** Etude de l'extraction des composés phénoliques de différentes parties de la fleur d'artichaut (*Cynara scolymus L.*) . *Nature &Technologie*, (9) , 35–40.

- Markham K. R, 1982.** Technique of flavonoids identification. *Academic press*, London.
- Mohammedi Z ,2013 .** Etude phytochimique et activités biologiques de quelques plantes médicinales de la région nord et sud-ouest de l'Algérie. Thèse de doctorat. Université de Tlemcen. Algérie.
- Morand C, 2014.** Intérêt des aliments riches en flavonoïdes pour le maintien de la santé cardio-métabolique. Médecine.
- Muti H. Y, Olimat S, 2018.** HPLC method of analysis for determination and standardization of luteolin and vanillic acid in dry extract of *Paronchia argentea* Lam. *Oriental Journal Of Chemistry*, 34(6), 2721-2727.
- Ozenda P. 1991.** Flore et végétation du Sahara. 3<sup>ème</sup> éd. Paris: CNRS.( Ozenda P., 1991)
- Quattrocchi U.F.L.S , 2013 .** CRC World Dictionary of Medicinal and Poisonous Plants Common Names, Scientific Names, Eponyms, and Etymology, *Journal of chemical Information and Modeling*. CRC Press Taylor&Francis Group, Boca Raton .p2793.
- Quezel P, Santa S, 1962.** Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales Ed C.N.R.S .Tome I. 565p.
- Sait S, Hamri-Zeghichi S, Boulekbache-Makhlouf L, Madani K, Rigou P, Brighenti V, Prencipe F.P, Benvenuti S, Pellati F., 2015.** HPLC-UV/DAD and ESI-MSn analysis of flavonoids and antioxidant activity of an Algerian medicinal plant *Paronychia argentea* Lam. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis* 111, 231-240.
- Saffidine K, 2015.** Etude analytique et biologique des flavonoïdes extraits de *Carthamuscaeruleus L.* et de *Plantago major L.* université ferhat abbes. thèse de doctorant en microbiologie.
- Song, W., Zhou, L., Yang, C., Cao, X., Zhang, L., and Liu, X. (2004).** Tomato Fusarium wilt and its chemical control strategies in a hydroponic system. *Crop. Protect.* 23, 243–247
- Tan K, Strid A. (2008).** *Paronychia manfrediana* (Caryophyllaceae) , a new species from northeast Greece . *Phytologia Balcanica* ,14(1) , 41-44.
- Turker A.U, Koyluoglu H ,2012.** Biological activities of some endemic plants in turkey. *Romanian Biotechnological Letters*. 17,(1), 6949-6961.

**Türker H. Birinci Yildirim A , Pehlivan Karakaş F , Köylüoğlu H , 2009 .** Antibacterial activities of extract from some turkish endemic plants on common fish pathogens . Turkish Journal of biology ,33(1) , 73\_78.

**Ushakou D. Wróblewski T. (2022).** Scutellarein in organic solvents: changes in spectroscopic properties caused by solute-solvent interactions. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*. 273,121027.

**Veeraraghavan V. P , Hussain S , Balakrishna J. P, Krishna Mohan S, 2020.** Paronychia argentea : A critical comprehensive review on its diverse medicinal potential and future as therapeutics .*Pharmacognosy Journal* , 12(5), 1172\_1179.

**Xia H., Qiu, F., Zhu, S., Zhang, T., Qu, G., & Yao, X. (2007).** Isolation and Identification of Ten Metabolites of Breviscapine in Rat Urine. *Biological & Pharmaceutical Bulletin*, 30(7), 1308–1316. doi:10.1248/bpb.30.1308.

## Résumé

L'étude phytochimique et biologique menés sur les parties aériennes de *Paronychia capitata*, en utilisant les différentes méthodes chromatographiques (CCM, VLC, CC sur gel de silice normale et polymide). Ce qui a permis d'isoler quatre produits purs, parmi les, un flavonoïde le scutellaréine, a l'aides de la spectroscopie UV et la RMN <sup>1</sup>H. ce composé est identifié la première fois dans l'espèce et le genre *Paronychia*.

L'évaluation des activités biologiques a montré que l'extrait éthanolique de *Paronychia capitata* n'a montré aucune action contre les six souches bactériennes testées.

Par ailleurs, nous avons réalisé une étude sur l'activité antifongique en utilisant deux méthodes. La première méthode a été réalisée sur milieu PDA contre un champignon phytopathogène (*Fusarium oxysporum f. sp. lycopersici*). Les résultats ont montré une modeste activité. La deuxième méthode, la diffusion par puits, a été réalisée sur six souches fongiques, et l'extrait a montré une bonne activité contre deux champignons (*Penicillium sp.*, et *Aspergillus niger*).

**Mots-clés : *Paronychia capitata*, flavonoïde, antibactériennes, antifongique.**

## Abstract

The phytochemical and biological investigation of the aerial part of *Paronychia capitata*. With the use of different chromatography methods (CCM, VLC, CC on normal silica and polymide), led to the separation of four compounds, one of which is flavonoid identified as scutellarein, on the bases of UV spectroscopic and NMR <sup>1</sup>H. This compound is isolate for the first time in this species and genus *Paronychia*.

The evaluation of biological activities showed that the ethanolic extract of *Paronychia capitata* did not exhibit any activity against the six tested bacterial strains.

Furthermore, we conducted a study on antifungal activity using two methods. The first method was performed on PDA medium against a phytopathogenic fungus (*Fusarium oxysporum f. sp. lycopersici*). Our extracts showed a moderately active result. The second method, the well diffusion method, was performed on six fungal strains, and the extract exhibited a good activities against two fungi (*Penicillium sp.* and *Aspergillus niger*)

## المخلص

الهدف من هذا العمل هو تقييم التركيب الكيميائي والبيولوجي للجزء العلوي من داحس الداحس، بعد النقع، كروماتوغرافيا السائل الفراغي صنعنا عمودين (سيليس عادي، بولياميد) كنتيجة لذلك قمنا بفصل 3 منتجات و عرفنا احداها على انها فلافونويد.

اظهر تقييم الأنشطة البيولوجية ان مستخلص الايثانول ل داحس الداحس ليس له أي تأثير ضد السلالات الست المختبرة بالإضافة الى ذلك، قمنا بعمل النشاط المضاد للفطريات بطريقتين، واحدة على وسط PDA تتمحور حول فطر ممرض للنبات (*Fusarium oxysporum f. sp lycopersici*) اعطى مستخلصنا نتيجة نشطة بشكل معتدل، الطريقة الثانية تم تنفيذها بطريقة الانتشار بواسطة الأبار على 6 سلالات، فقط نوعين من هذه الفطريات أعطت نتيجة إيجابية.

الكلمات المفتاحية: داحس الداحس النقع، كروماتوغرافيا السائل الفراغي، العمود، النشاط البكتيري، النشاط الفطري.

**Année universitaire  
2022 – 2023**

**Année universitaire : 2022-2023**

**Présenté par : AYADI Amani**

**BOUKHMIS Leila**

**Etude phytochimique et biologique de la plante *Paronychia capitata* L. (Caryophelaceae).**

**Mémoire pour l'obtention du diplôme de Master en Biochimie de La nutrition.**

**Résumé**

L'étude phytochimique et biologique menés sur les parties aériennes de *Paronychia capitata*, en utilisant les différentes méthodes chromatographiques (CCM, VLC, CC sur gel de silice normale et polymide). Ce qui a permis d'isoler quatre produits purs, parmi les, un flavonoïde l'isoscutellaréine, a l'aides de la spectroscopie UV et la RMN <sup>1</sup>H. Ce composé est identifié la première fois dans l'espèce et le genre *Paronychia*. L'évaluation des activités biologiques a montré que l'extrait éthanolique de *Paronychia capitata* n'a montré aucune action contre les six souches bactériennes testées.

Par ailleurs, nous avons réalisé une étude sur l'activité antifongique en utilisant deux méthodes. La première méthode a été réalisée sur milieu PDA contre un champignon phytopathogène (*Fusarium oxysporum f. sp. lycopersici*). Les résultats ont montré une modeste activité. La deuxième méthode, la diffusion par puits, a été réalisée sur six souches fongiques, et l'extrait a montré une bonne activité contre deux champignons (*Penicillium sp*, et *Aspergillus niger*).

**Mots-clefs :** *Paronychia capitata*, activité antibactérienne, activité antifongique, flavonoïde.

**Laboratoires de recherche :**

Laboratoire de LOST, laboratoire de recherche en microbiologie (Université Frères Mentouri, Constantine 1), CRBt de Constantine.

**Encadreur :** LEHBILI Meryem (MCB - Université Frères Mentouri, Constantine 1).

**Examineur 1 :** SEMRA Ithem (Pr - Université Frères Mentouri, Constantine 1).

**Examineur 2 :** KHALFALLAH Assia (MCA - Centre universitaire Abdelhafid Boussouf-Mila).