



RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**Université Abou-Bakr-Belkaïd Tlemcen**

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, des Sciences de la Terre et  
de l'Univers



**Département de Biologie**

Laboratoire des Produits Naturels (LAPRONA)

## Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de MASTER en Sciences Biologiques

Option : Biochimie

### Thème

---

**Etude phytochimique, activité antiradicalaire et activité  
photoprotectrice des extraits d'*Aquilaria malaccensis*, utilisée  
traditionnellement en dermato-cosmétologie**

---

Présenté par

**Boukraa Latifa**

Soutenu le, 08/07/2024 devant le jury composé de :

Dr. CHAUCHE Tarik Mohammed

**Président**

MCA à l'Université de Tlemcen

Dr. MEZOUAR Dounia

**Examinatrice**

MCA à l'Université de Tlemcen

Pr. CHAUCHE - HADDOUCHI Farah

**Encadrante**

Pr à l'Université de Tlemcen

**Année universitaire 2023 – 2024**

# *Remerciements*

Avant toute chose, je remercie Dieu, le tout puissant, qui m'a donné la force et le courage d'aller jusqu'au bout de mes études.

Un remerciement spécial pour mon encadrante **Pr. CHAOUCHE- HADDOCHI Farah**, Professeure à la Faculté de SNV / STU (Université de Tlemcen). Je tiens vivement à lui exprimer ma profonde reconnaissance et ma gratitude pour sa disponibilité, sa patience, sa compréhension. Merci pour votre gentillesse, vos précieux conseils et votre soutien à tous les instants, et surtout merci pour vos qualités scientifiques et humaines qui resteront à jamais pour moi l'exemple.

J'exprime ma vive reconnaissance au **Dr. CHAOUCHE Tarik Mohammed**, Maître de conférences « A » à la Faculté de SNV / STU (Université de Tlemcen), d'avoir accepté de me faire l'honneur de présider le jury de ce travail.

Je remercie **Dr. MEZOUAR Dounia**, Maître de conférences «A» à la Faculté de SNV / STU (Université de Tlemcen), je vous suis reconnaissante d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie également de tout mon cœur **M<sup>elle</sup> GUELLAI Imène**, Doctorante à l'université de Tlemcen, pour son aide précieuse au laboratoire des Produits naturels, sa disponibilité, sa gentille et ses conseils.

En fin, un grand merci à tous mes amis et collègues pour leur soutien moral et matériel.

# *Dédicaces*

Avec joie, fierté et respect, Je dédie ce travail :

A mon cher père qui m'a soutenu et encouragé durant ces années d'études.

A ma chère mère qui a fait beaucoup des sacrifices et toujours été là pour moi.

A ma sœur jumelle **Sabrina**, avec qui j'ai partagé les moments difficiles et  
joyeux de ce long parcours.

A mes sœurs **Houria** et **Meriem** et mon frère **Mohamed** qui m'ont toujours  
soutenu et encouragé durant ces années d'études, que dieu les protège et leur  
offre la chance et le bonheur.

A toute ma famille pour son soutien et son encouragement, je cite mes tantes,  
mes ancies ainsi que mes cousins et cousines.

A tous mes amis qui m'ont toujours encouragé, et à qui je souhaite plus de  
succès.

Sans oublier la promotion de master en Biochimie sans exception.

## ملخص

يعتمد استخدام النباتات الطبية في مستحضرات التجميل والأمراض الجلدية على قرون من المعرفة التقليدية ويتم التحقق من صحتها الآن من خلال البحث العلمي الحديث. يركز هذا العمل على تقييم محتويات المركبات الفينولية وكذلك؛ دراسة النشاط المضاد للجذور والفعالية الوقائية للضوء لمستخلصات اللحاء من جذع نبات *Aquilariamalaccensis* من أجل تحديد تأثيرها للقدرة على حماية الجلد ضد الأشعة فوق البنفسجية .

بعد إجراء الاستخلاص عن طريق النقع في خليط من المذيبات (الميثانول/الأسيتون/الماء ; (70/20/10)) تحت شرطين مختلفين، كشفت دراستنا الكيميائية النباتية أن هذا النوع يحتوي على مركبات الفلافونويد و جليكوسيدات مقوي القلب والعفص والتيربينويدات بكثافة متفاوتة. أظهرت كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة أن المركبات المستخرجة تبقى مستقرة بغض النظر عن زمن الاستخلاص أو تجديد المذيبات .

محتويات البوليفينول و الفلافونويد و العفص المكثفة متقاربة جدًا في جرام من المستخلص الجاف وتتفق مع الاختبارات الكيميائية النباتية، حيث كانت الشدة متشابهة أيضًا. ومع ذلك، أظهر الاستخراج لفترات طويلة زيادة كبيرة في المحتويات، معبرًا عنها بالمليجرام المعادل لحمض الغاليك لكل جرام من المواد النباتية الجافة، لوحظ في مستخلص 48 ساعة ( 8.482 مجم EAG/g DM ، 4.489 مجم EAG/g DM ، 0.540 مجم EAG/g DM على التوالي).

تم تقييم النشاط المضاد للجذور بواسطة طريقتين DPPH و ABTS، في المختبر. على الرغم من أن المستخلصات أظهرت نشاطًا مشابهًا في التخلص من الجذور الحرة في كلا الاختبارين، إلا أنها كانت أقل من المعايير. أخيرًا، أظهر اختبار نشاط الحماية من الشمس حماية منخفضة إلى متوسطة من أشعة الشمس، عند تركيز منخفض من المستخلص لمدة 48 ساعة (SPF من 13.59 إلى 0.1 مجم/مل).

تثبت هذه النتائج أن لحاء الجذع لـ *A. malaccensis* يمثل مصدرًا معتدلًا للبوليفينول الذي يتمتع بقدرة مضادة للأكسدة وواقية من الضوء مفيدة للصناعات الدوائية ومستحضرات التجميل .

الكلمات المفتاحية : المركبات الفينولية، النشاط المضاد للجذور ، DPPH ، ABTS ، CCM ، SPF.

# Résumé

L'utilisation des plantes médicinales dans les formulations cosmétiques et dermatologiques repose sur des siècles de savoir traditionnel et est aujourd'hui validée par la recherche scientifique moderne. Ce travail se concentre sur l'évaluation des teneurs en composés phénoliques ainsi que sur l'étude des activités antiradicalaires et de l'efficacité photoprotectrice des extraits d'écorce du tronc d'*Aquilaria malaccensis*, afin de déterminer son potentiel pour protéger la peau contre les rayons UV.

Après avoir effectué une extraction par macération dans un mélange de solvants (méthanol/acétone/eau ; (70/20/10)) selon deux conditions différentes, notre étude phytochimique a révélé que cette espèce contient des flavonoïdes, alcaloïdes et glycosides cardiotoniques, tanins et terpénoïdes, avec des intensités variables. La chromatographie sur couche mince a montré que les composés extraits restent stables, indépendamment du temps d'extraction ou du renouvellement des solvants.

Les teneurs en polyphénols, en flavonoïdes et en tanins condensés sont très proches dans un gramme d'extrait sec et concordent avec les tests phytochimiques, où les intensités étaient également similaires. Cependant, une extraction prolongée a montré une augmentation significative des teneurs, exprimées en milligrammes équivalents d'acide gallique par gramme de matière végétale sèche, observée dans l'extrait de 48h (8,482 mg EAG/g MS, 4,489 mg EAG/g MS, 0,540 mg EAG/g MS respectivement).

L'activité anti-radicalaire a été évaluée par deux méthodes de piégeage des radicaux DPPH et ABTS, *in vitro*. Bien que les extraits aient montré une activité antiradicalaire similaire pour les deux tests, elle était inférieure aux standards. Enfin, le test de l'activité photoprotectrice a démontré une protection solaire faible à moyenne, à une faible concentration de l'extrait de 48h (SPF de 13,59 à 0,1 mg/ml).

Ces résultats établissent que l'écorce du tronc d'*A. malaccensis* représente une source modérée de polyphénols avec une capacité antioxydante et photoprotectrice bénéfique pour les industries pharmaceutiques et cosmétique.

Mots clés : composés phénoliques, activité anti-radicalaire, DPPH, ABTS, CCM, SPF.

# Abstract

The use of medicinal plants in cosmetic and dermatological formulations is rooted in centuries of traditional knowledge and is now validated by modern scientific research. This study focuses on evaluating the levels of phenolic compounds and investigating the antioxidant and photoprotective activities of extracts from the trunk bark of *Aquilaria malaccensis*, to determine its potential in protecting the skin against UV rays.

After conducting extraction by maceration in a solvent mixture (methanol/acetone/water ; (70/20/10)) under two different conditions, our phytochemical study revealed that this species contains flavonoids, alkaloids, cardiac glycosides, tannins, and terpenoids, with varying intensities. Thin-layer chromatography demonstrated that the extracted compounds remain stable regardless of extraction time or solvent renewal.

The levels of total polyphenols, flavonoids, and condensed tannins were very close per gram of dry extract and aligned with phytochemical tests, where intensities were similarly matched. However, prolonged extraction showed a significant increase in concentrations, expressed in milligrams of gallic acid equivalents per gram of dry plant material, observed in the 48-hour extract (8.482 mg EAG/g DW, 4.489 mg EAG/g DW, 0.540 mg EAG/g DW respectively).

Antiradical activity was assessed using DPPH and ABTS radical scavenging assays in vitro. While both extracts exhibited similar antiradical activity in both tests, it was lower than the standards. Finally, the photoprotective activity test demonstrated low to moderate sun protection at a low concentration of the 48-hour extract (SPF of 13.59 at 0.1 mg/ml).

These findings establish that the bark of *A. malaccensis* represents a moderate source of polyphenols with beneficial antioxidant and photoprotective capacities for pharmaceutical and cosmetic industries.

Keywords : phenolic compounds, antioxidant activity, DPPH, ABTS, TLC, SPF.

# Liste des figures

Figure 01 : Structure du noyau phénol.....	6
Figure 02 : Structures chimiques et dérivés de l'acide hydroxybenzoïque.....	8
Figure 03 : Structures chimiques et dérivés de l'acide hydroxycinnamique.....	8
Figure 04 : Structure générale des composés flavonoïdes.....	9
Figure 05 : Structure chimique de lignine.....	9
Figure 06 : Structure chimique des tanins (a) hydrolysables (b) condensés.....	11
Figure 07 : Les différentes cibles des Espèces Réactives de l'Oxygène.....	16
Figure 08 : Représentation schématique du spectre électromagnétique de la lumière, avec rappel des fréquences des rayons ultraviolets et leur effet sur la peau humaine.....	21
Figure 09 : Mécanisme d'action filtre organique.....	22
Figure 10 : Mécanisme d'action filtres minéraux.....	22
Figure 11 : Quelques biomarqueurs d' <i>Aquilaria malaccensis</i> .....	31
Figure 12 : Les principales étapes de l'extraction par macération.....	38
Figure 13 : La détermination de rapport frontal.....	45
Figure 14 : Fréquences d'utilisation des méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante.....	47
Figure 15 : Piégeage du radical DPPH avec l'antioxydant (AH).....	48
Figure 16 : Formation du radical cation ABTS à partir de l'ABTS.....	49
Figure 17 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols totaux..	60
Figure 18 : Courbe d'étalonnage de la catéchine pour le dosage des flavonoïdes totaux.....	61
Figure 19 : Gamme étalonnage de la catéchine pour le dosage des tanins condensés.....	62
Figure 20 : Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de l'extrait de 24h.....	64

Figure 21 : Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de l'extrait de 48h.....	65
Figure 22 : Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de BHT.....	66
Figure 23 : Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de BHA.....	67
Figure 24 : Pourcentages d'inhibition de l'ABTS en fonction des concentrations de l'extrait de 24h.....	68
Figure 25 : Pourcentages d'inhibition de l'ABTS en fonction des concentrations de l'extrait de 48h.....	69
Figure 26 : Pourcentages d'inhibition de l'ABTS en fonction des concentrations de TROLOX.....	70
Figure 27 : Pourcentages d'inhibition de l'ABTS en fonction des concentrations de BHT...	71

# Liste des photos

Photo 01 : Photographie d'arbres d' <i>Aquilaria</i> (A), les feuilles matures sont vert-foncé avec une cuticule brillante et de forme elliptique (B), Les fleurs sont petites, jaunes et regroupées en inflorescences velues (C).....	29
Photo 02 : La formation de bois d'agar dans l' <i>A. malaccensis</i> .....	30
Photo 03 : Les écorces de tronc d' <i>A. malaccensis</i> avant et après le broyage.....	36
Photo 04 : Les deux extraits au début et à la fin de la macération.....	40
Photo 05 : Les deux extraits après la filtration.....	40
Photo 06 : L'évaporateur rotatif utilisé dans l'étape d'évaporation.....	41
Photo 07 : La solubilisation de l'extrait sec par le DMSO.....	41
Photo 08 : Développement des plaques de CCM dans la cuve chromatographique.....	44
Photo 09 : Les substances détectées dans les deux extraits G24h et G48h, à intensités équivalentes.....	55
Photo 10 : Image montrant l'absence de saponines dans les deux extraits G24h et G48h.....	56
Photo 11 : Amélioration des intensités d'Alcaloïdes (test de Wagner) et de glycosides cardiotoniques entre G 24h et G 48h.....	56
Photo 12 : Plaque CCM à l'œil nu.....	59
Photo 13 : Plaque CCM sous les rayons UV à 365 et 254 nm.....	59
Photo 14 : Gamme étalonnage de l'acide gallique.....	60
Photo 15 : Gamme étalonnage de la catéchine pour le dosage des flavonoïdes totaux.....	61
Photo 16 : Test DPPH de l'extrait G 24h.....	64
Photo 17 : Test DPPH de l'extrait G 48h.....	65
Photo 18 : Test DPPH pour BHT.....	66
Photo 19 : Test ABTS <sup>°+</sup> de l'extrait G 24h.....	69
Photo 20 : Test ABTS <sup>°+</sup> de l'extrait G 48h.....	70

# Liste des tableaux

Tableau 01 : Principales ERO radicalaires et non-radicalaires.....	15
Tableau 02 : Corrélacion comparant les composés phénoliques totaux, l'activité antioxydante par les tests DPPH et ABTS (l'inverse de IC50).....	17
Tableau 03 : Corrélacion entre l'activité antioxydante et la teneur en flavonoïdes et la teneur phénolique.....	17
Tableau 04 : Catégories de protection solaire en fonction de facteur de protection solaire (SPF).....	24
Tableau 05 : Corrélacion, établie par nous-mêmes, entre les teneurs en polyphénols totaux, l'activité anti-radicalaire et les activités anti-collagénase, anti-élastase, anti-hyaluronidase.....	25
Tableau 06 : Corrélacion, établie par nous-mêmes, entre les teneurs en polyphénols totaux et en flavonoïdes, l'activité anti-radicalaire et le facteur SPF.....	25
Tableau 07 : Corrélacion entre les teneurs en polyphénols totaux et en flavonoïdes, l'activité anti-radicalaire et le facteur SPF.....	26
Tableau 08 : Les synonymes et répartition d' <i>Aquilaria malaccensis</i> selon UICN.....	28
Tableau 09 : Classification botanique d' <i>A. malaccensis</i> .....	30
Tableau 10 : Les propriétés médicinales d' <i>A. malaccensis</i> .....	33
Tableau 11 : Les produits chimiques et matériel utilisé.....	37
Tableau 12 : Les protocoles de la macération des écorces d' <i>A. malaccensis</i> .....	39
Tableau 13 : Relation entre l'effet érythémogène et l'intensité du rayonnement à chaque longueur d'onde.....	50
Tableau 14 : Rendements, aspects et couleurs des extraits.....	53
Tableau 15 : Résultats des tests phytochimiques de la plante étudiée.....	54
Tableau 16 : Résultats de l'analyse qualitative des extraits d' <i>A. malaccensis</i> par CCM.....	58
Tableau 17 : Teneurs en polyphénols totaux, en flavonoïdes et en tanins condensés (moyenne ± écart type) dans les deux extraits de l'écorce du tronc d' <i>A. malaccensis</i> .....	63

Tableau 18 : Valeurs de $CI_{50}$ des extraits d'écorce du tronc d' <i>A. malaccensis</i> , du BHT et du BHA (test DPPH).....	67
Tableau 19 : Valeurs de $CI_{50}$ des extraits d'écorces du tronc d' <i>A. malaccensis</i> , du BHT et du TROLOX (test ABTS).....	71
Tableau 20 : Calcul du facteur de protection solaire (FPS) de l'extrait de 24h.....	72
Tableau 21 : Calcul du facteur de protection solaire (FPS) de l'extrait 48h.....	72

# Table des matières

ملخص

Résumé

Abstract

Liste des figures

Liste des photos

Liste des tableaux

*Introduction générale*

## Partie bibliographique

### Chapitre 1 : Les composés phénoliques

1) Introduction .....	6
2) Définition .....	6
3) Biosynthèse des composés phénoliques .....	6
3)1 La voie de l'acide shikimique .....	7
3)2 La voie de l'acétate .....	7
3)3 La voie des phénylpropanoïdes .....	7
4) Classification .....	7
4)1 Les phénols simples .....	7
4)2 Les acides phénoliques .....	7
4)2.1 Les dérivés de l'acidehydroxybenzoïque .....	8
4)2.2 Les dérivés de l'acide hydroxycinnamiques .....	8
4)3 Les flavonoïdes .....	9
4)4 La lignine .....	9
4)5 Les tanins .....	10
4)5.1 Les tanins hydrolysables .....	10
4)5.2 Les tanins condensés .....	10
5) Le rôle des composés phénoliques dans les plantes .....	11
6) Les méthodes d'analyses des composés phénoliques .....	11

6)1	Techniques spectrophotométriques .....	11
6)2	Méthodes chromatographiques .....	12
6)2.1	Chromatographie sur couche mince CCM .....	12
6)2.2	Chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) .....	12

## **Chapitre 2 : L'activité Antioxydants et la cosmétologie traditionnelle**

1)	L'activité antioxydante .....	14
1)1	Le stress oxydant .....	14
1)2	Antioxydants .....	16
1)2.1	Les composés phénoliques et l'activité anti- radicalaire .....	17
1)2.2	Quelques méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante .....	18
2)	Les cosmétiques naturels.....	19
2)1	L'impact des cosmétiques sur la peau.....	20
2)1.1	Quelques méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante .....	20
2)1.2	Produits de protection solaire (PPS).....	21
2)1.3	Indice de protection FPS .....	23
2)1.4	La corrélation entre l'activité antioxydante et l'activité anti-âge et le facteur de protection solaire (SPF).....	24

## **Chapitre 3 : La plante étudiée *Aquilaria malaccensis Lam***

1)	Origine et distribution .....	28
2)	Description morphologique et botanique .....	29
3)	Classification botanique et noms vernaculaires de la plante .....	29
4)	Composition biochimique .....	30
5)	Utilisation et propriétés de la plante .....	31

## **Partie expérimentale**

### **Chapitre 1 : Matériel et méthodes**

1)	Matériel végétal .....	36
----	------------------------	----

2) Produits chimiques et matériel utilisé .....	36
3) Extraction par macération à froid .....	38
3)1 Principe de macération .....	38
3)2 Protocole d'extraction par macération .....	38
3)3 Protocole d'évaporation .....	40
3)4 Calcul des rendements .....	42
4) Etude phytochimique .....	42
4)1 Tests phytochimiques.....	42
4)2 Chromatographie sur couche mince (CCM).....	43
4)3 Quantification de quelques classes phénoliques dans les extraits .....	45
4)3.1 Polyphénols totaux .....	45
4)3.2 Flavonoïdes totaux.....	46
4)3.3 Tanins condensés .....	46
5) Estimation de l'activité antioxydante, <i>in vitro</i> .....	47
5)1 Piégeage du radical DPPH .....	47
5)1 Piégeage du radical ABTS .....	49
6) Estimation de l'activité photoprotectrice par le calcul du SPF .....	50
7) Analyses statistiques .....	50

## **Chapitre 2 : Résultats et discussion**

1) Rendements en extraits .....	53
2) Etude phytochimiques .....	54
2)1 Tests phytochimiques.....	54
2)2 Chromatographie sur couche mince .....	57
2)3 Quantification de quelques classes phénoliques dans les extraits .....	60
2)3.1 Polyphénols totaux .....	60
2)3.2 Flavonoïdes.....	61
2)3.3 Tanins condensés .....	62

3) Estimation de l'activité antioxydante, <i>in vitro</i> .....	63
3)1 Piégeage du radical libre DPPH .....	63
3)2 Piégeage du radical ABTS .....	68
4) Estimation de l'activité photoprotectrice par le calcul du SPF .....	72

### **Conclusion générale et perspectives**

### **Références bibliographiques**

# *Introduction générale*

Les plantes sont utilisées par l'homme depuis des siècles pour répondre à ses besoins quotidiens. Leurs propriétés biologiques extrêmement intéressantes, dues à un grand nombre de molécules actives d'intérêt multiple, sont mises à profit dans l'industrie alimentaire, la cosmétologie et la dermatopharmacie (**Bahorun, 1997**).

Parmi ces molécules, les polyphénols qui jouent un rôle crucial en tant qu'antioxydants naturels, offrant une protection contre certaines maladies chroniques provoquées par le stress oxydatif causé par l'accumulation de radicaux libres (**Bouayed et al., 2008**).

Ces dernières années, l'utilisation d'ingrédients naturels dans les produits cosmétiques est devenue une tendance moderne, notamment pour les utiliser comme filtres solaires dans la formulation des produits de soins de la peau contre les ultraviolets (**Lefahal et al., 2018**).

Les antioxydants sont largement utilisés dans les crèmes et les écrans solaires pour renforcer leur efficacité protectrice, par ce qu'ils jouent un rôle crucial dans la conservation et surtout dans la protection de la peau contre les rayons ultraviolets en neutralisant les radicaux libres résultant de l'exposition au soleil (**Béani, 2001**). Cependant, il existe une forte demande pour des alternatives naturelles aux antioxydants synthétiques et aux ingrédients potentiellement nocifs, afin d'assurer une protection efficace tout en préservant la santé et l'environnement (**Boisnic et al., 2005**).

Dans notre étude, nous avons sélectionné la plante *Aquilaria malaccensis* (le bois d'agar) de la famille des Thyméléacées. Originnaire d'Asie, elle n'est pas naturellement présente en Algérie mais est vendue dans le pays. Elle est largement utilisée dans diverses cultures, y compris la culture algérienne, pour ses applications traditionnelles dans les soins de la peau, la parfumerie et la cosmétologie (**Chena et al., 2012 ; Adam et al., 2017**) Notre objectif est d'évaluer ses teneurs en composés phénoliques, son activité antioxydante, ainsi que son efficacité potentielle dans la protection de la peau contre les rayons ultraviolets.

Ce travail est structuré en deux parties principales :

- ✓ Une étude bibliographique : Divisée en trois chapitres sur les composés phénoliques, l'activité antioxydante et la cosmétologie traditionnelle et la plante étudiée.

- ✓ Une étude expérimentale : Divisée en deux chapitres le premier comprenant le matériel et les méthodes utilisés dans les différentes étapes de notre travail expérimental, et le deuxième est consacrée à la présentation et la discussion des résultats obtenus.

Enfin, notre étude s'achève par une conclusion générale et des perspectives pour le futur.

*Partie*  
*bibliographique*

# **Chapitre 1**

## **Les composés phénoliques**

### 1) Introduction :

Les produits naturels sont des composés chimiques ou des substances isolées d'un organisme vivant. Il peut se présenter sous forme de métabolites primaires ou secondaires. Les métabolites secondaires des plantes sont des composés organiques qui ne sont pas directement impliqués dans la croissance, le développement ou la reproduction normale de la plante (Nwokeji et al., 2016). Ils se répartissent en trois groupes principaux : les isoprénoïdes (terpènes et stéroïdes), les composés phénoliques et les composés azotés (alcaloïdes, glucosinolates et cyanosides...). Les composés phénoliques sont les métabolites secondaires les plus répandus et sont omniprésents dans le règne végétal (Zhang et al., 2019).

### 2) Définition :

L'expression « composés phénoliques » est utilisée pour toute substance chimique possédant dans sa structure un noyau aromatique, portant un ou plusieurs groupements hydroxyles (OH) (Figure 01) (Bloor, 2001 ; Bennetau-Pelissero, 2014). Ces espèces sont des monomères, des polymères ou des complexes dont la masse molaire peut atteindre 9000 g/mol (Harbone, 1993).

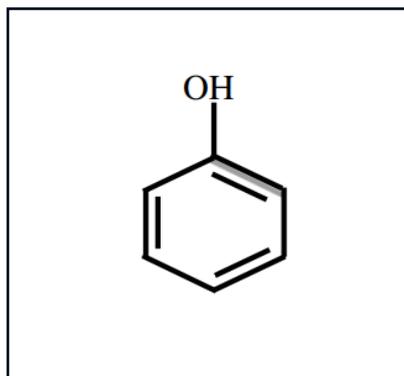


Figure 01 : Structure du noyau phénol (Salta, 2007).

### 3) Biosynthèse des composés phénoliques :

Les composés phénoliques végétaux sont issus de trois principales voies métaboliques : le shikimate, l'acétate et le phénylpropanoïde. La majorité de ces composés proviennent de l'acide trans-cinnamique, formé à partir de L-phénylalanine sous l'action de la L-phénylalanine ammoniaclyase (PAL), enzyme clé qui assure la liaison entre le métabolisme primaire (via la voie du shikimate) et le métabolisme secondaire (via la voie du phénylpropanoïde) (Macheix et al., 2005).

### **3)1 La voie de l'acide shikimique :**

Cette voie conduit aux dérivés aromatiques, qui sont un précurseur crucial pour la biosynthèse de nombreux composés phénoliques : les phénols, les acides phénols, coumarines, lignanes, flavonoides, tanins... (**Ghasemzadeh, 2011 ; Souilah, 2018**).

### **3)2 La voie de l'acétate :**

Cette voie est plus fréquente chez les bactéries, champignons et plantes inférieures, qui consiste à réaliser un ensemble de noyaux aromatiques par cyclisation des chaînes polycétonique. De cette voie résulte : les quinones Naphtodianthrones, Phloroglucinol, orcinols (**Hoffmann et al., 2004**).

### **3)3 La voie des phénylpropanoïdes :**

Les phénylpropanoïdes, que l'on trouve couramment dans les plantes, sont dérivés du groupe phényle aromatique à six carbones et de la queue propène à trois carbones (**Winkel, 2004**). De cette voie résulte : les flavonoïdes, les tanins, les lignines, les acides hydroxycinnamiques (**D'Auria, 2005**).

## **4) Classification :**

La classification des composés phénoliques est basée essentiellement sur la structure, le nombre de noyaux aromatiques et les éléments structuraux qui lient ces noyaux. On peut distinguer deux catégories (**Harrington et Wischik, 1994 ; Halliwell et Gutteridge, 1992**) :

- ✧ Les composés phénoliques simples : phénols et acides phénoliques.
- ✧ Les composés phénoliques complexes.

### **4)1 Les phénols simples :**

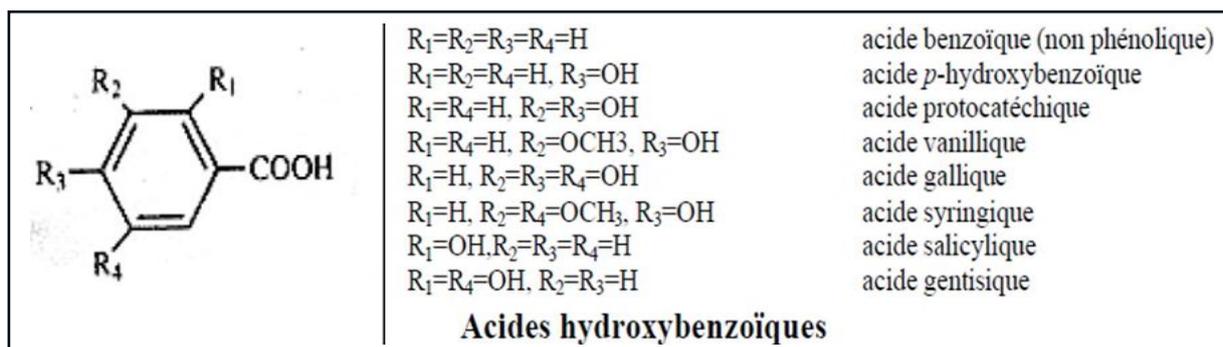
Les phénols simples, tels que le catéchol et l'hydroquinone, sont des composants rares des plantes aromatiques et médicinales (**Lattanzio, 2013**).

### **4)2 Les acides phénoliques :**

Les acides phénoliques se présentent sous forme d'esters, de glycosides ou d'amides, mais rarement sous forme libre. La variation des acides phénoliques réside dans le nombre et l'emplacement des groupes hydroxyle sur le cycle aromatique (**Pereira et al., 2009**). Ils sont représentés par deux sous-classes : les dérivés de l'acide hydroxybenzoïque et de l'acide hydroxycinnamique (**Thompsen et Mottola, 1984**).

#### 4)2.1 Les dérivés de l'acidehydroxybenzoïque :

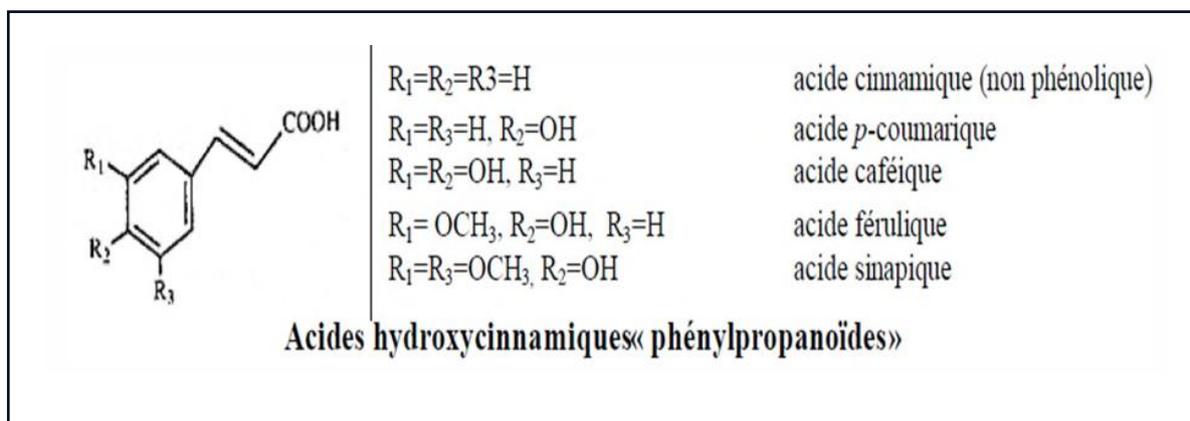
Ils sont fréquemment présents sous forme de dérivés tels que la forme glycosylée, mais ils peuvent aussi être sous forme d'acide libre après hydrolyse (acide, basique ou enzymatique) (Macheix et al., 1990). Ils sont capables d'intégrés dans des structures complexes comme certains tanins (Sarni et Cheynier, 2006 ; Collin et Crouzet, 2011). Les dérivés de l'acide hydroxybenzoïque les plus répandus sont illustrés dans la figure suivante :



**Figure 02 :** Structures chimiques et dérivés de l'acide hydroxybenzoïque (Fleuriet et al., 2006).

#### 4)2.2 Les dérivés de l'acide hydroxycinnamiques :

Ils sont plus abondants que les acides hydroxybenzoïques. Ils sont principalement composés d'acide *p*-coumarique, caféique, férulique et sinapique. L'acide caféique se combine avec l'acide quinine pour former l'acide chlorogénique, que l'on retrouve dans de très nombreux fruits et à forte concentration dans le café (El Gharras, 2009). Les dérivés de l'acide hydroxycinnamique les plus répandus sont illustrés dans la figure suivante :

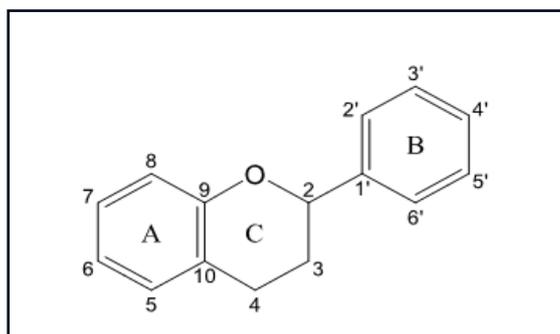


**Figure 03 :** Structures chimiques et dérivés de l'acide hydroxycinnamique (Amaechina et al., 2007).

### 4)3 Les flavonoïdes :

Les flavonoïdes, présents dans la plupart des plantes, sont des pigments polyphénoliques qui contribuent à colorer les fleurs et les fruits en jaune ou en blanc. Ils interviennent dans les processus de défense contre le rayonnement UV, les herbivores et les attaques microbiennes (**Korkina et Afanas'ev, 1997**).

Les flavonoïdes sont des composés possédant un squelette de base à quinze atomes de carbone, constitués de deux noyaux aromatiques et d'un hétérocycle central de type pyrane, formant une structure C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub> (**Figure 04**) (**Souza et Giovani, 2004**).

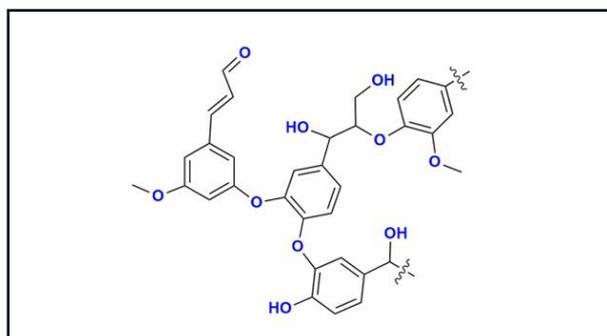


**Figure 04** : Structure générale des composés flavonoïdes (**Pastukhov et al., 2007**).

Quatorze groupes différents ont été identifiés dont six groupes sont particulièrement les plus répandus et les mieux caractérisés : flavones, isoflavones, flavanones, flavanols, flavonols et anthocyanidines (**Annexe 01**) (**Heim et al., 2002 ; Hendrich, 2006**).

### 4)4 La lignine :

Elle est constituée d'unités phénylpropane (C<sub>6</sub>-C<sub>3</sub> ou C<sub>9</sub>). Les unités C<sub>9</sub> sont reliées entre elles par des liaisons éther (C-O-C), représentant environ les deux-tiers des liaisons inter-unités, le reste étant constitué de liaisons carbone-carbone (C-C) (**Harkin, 1969**) (**Figure 05**).



**Figure 05** : Structure chimique de lignine (**Laurichesse et Avérous, 2014**).

Cette macromolécule est très caractéristique des plantes vasculaires et est le constituant principal de la paroi secondaire des cellules végétales. Elle est étroitement associée aux molécules d'hémicelluloses et de cellulose. La lignine confère aux plantes leur rigidité, diminue la perméabilité à l'eau et protège la plante des phénomènes oxydatifs (**Zaafouri, 2008**).

#### **4)5 Les tanins :**

Les tanins représentent une classe très importante de polyphénols et ont la capacité de se combiner et de précipiter. Ces combinaisons varient d'une protéine à une autre selon les degrés d'affinités (**Dangles et al., 1992**). Sur le plan structural, les tanins sont divisés en deux groupes, tanins hydrolysables et tanins condensés (**Monteiro et al., 2007**).

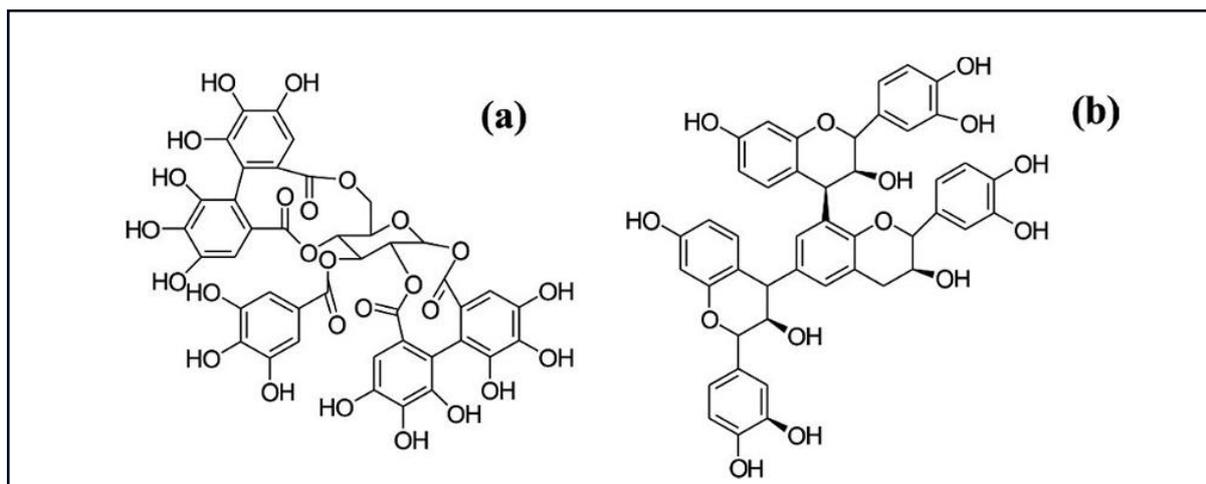
##### **4)5.1 Les tanins hydrolysables :**

Ils sont constitués de produits phénoliques simples comme l'acide gallique, l'acide digallique, l'acide ellagique et de monosaccharides, surtout le glucose. Ils tirent leur nom de leur facilité à s'hydrolyser en présence d'un acide ou d'une base (**Carretero, 2000**). On trouve ce tanin principalement chez certaines dicotylédones et dans les jeunes feuilles d'arbre. Sa toxicité diminue grandement avec la maturité de la feuille (**Martin, 2015**).

##### **4)5.2 Les tanins condensés :**

Ce sont des proanthocyanidines, c'est-à-dire des composés polyphénoliques hétérogènes: dimères, oligomères ou polymères de flavanes, flavan-3-ols, 5-flavanols, 5-deoxy-3-flavanols et flavan-3,4-diols (**Sarni et Cheyner, 2006**).

Les tanins condensés ont la capacité de chélater les minéraux. Certains cations comme Mg, Ca, Zn, Mn, Co, Cu, Al, Fe<sup>3+</sup> et Fe<sup>2+</sup> sont précipités par les tanins condensés à des pH précis comme pour les protéines (**Scalbert, 1991 ; Naumann et al., 2013**).



**Figure 06 :** Structure chimique des tanins (a) hydrolysables (b) condensés (**Raja et al., 2014**).

### 5) Le rôle des composés phénoliques dans les plantes :

Les composés phénoliques sont connus pour avoir diverses fonctions chez les végétaux au niveau de la physiologie de la plante et des relations avec son environnement (**Macheix et Fleuriet 2005**).

Les polyphénols ont un rôle dans le contrôle de la croissance et le développement des plantes en interagissant avec les diverses hormones végétales de croissance. Ils permettent aux végétaux de se défendre contre les rayons ultraviolets. Certains d'entre eux jouent le rôle de phytoalexines comme les isoflavonols permettant de lutter contre les infections causées par les champignons, ou par les bactéries (**Makoi et Ndakide mi, 2007**).

L'interaction des groupements hydroxyles et des électrons du cycle aromatique entraîne la formation de radicaux libres pouvant interagir avec les espèces réactives de l'oxygène, très dommageable pour les cellules vivantes. On parle alors de capacité antioxydante, principal rôle physiologique attribué aux polyphénols (**Colin, 2008**).

### 6) Les méthodes d'analyses des composés phénoliques :

#### 6)1 Techniques spectrophotométriques :

La spectrophotométrie est une technique simple et rapide de quantification des composés phénoliques à partir de matières végétales, qui repose principalement sur différents principes de mesure des différentes structures présentes dans les composés phénoliques (**Gogia et al., 2014**).

Parmi ces dosages, nous citons le dosage des polyphénols totaux par le réactif de Folin-Ciocalteu (**Singleton et Rossi, 1965**), le dosage des flavonoïdes par le trichlorure d'aluminium( $AlCl_3$ ) (**Skerge et al., 2005**) et le dosage des tanins condensés s par la méthode à la vanilline en milieu acide (**Price et al., 1978**).

## **6)2 Méthodes chromatographiques :**

La chromatographie, méthode d'analyse physico-chimique, sépare les constituants d'un mélange par entraînement au moyen d'une phase mobile (liquide ou gaz) le long d'une phase stationnaire (solide ou liquide fixé) grâce à la répartition sélective des solutés entre ces deux phases. Diverses techniques chromatographiques ont été utilisées pour la séparation, l'isolement, la purification et l'identification des composés phénoliques (**Nacz et Shahidi, 2006**), à savoir :

### **6)2.1 Chromatographie sur couche mince CCM :**

La chromatographie sur couche mince (CCM) est une méthode simple, de faible coût (**Rouessac, 2004**) et largement utilisée pour séparer les composants de mélanges, notamment dans sa forme préparative (**Zahir et al., 2018**).

### **6)2.2 Chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) :**

La chromatographie liquide à haute performance (CLHP) en phase inversée, combinée à la détection électronique ou à la spectroscopie ultraviolette et visible (UV-VIS) est sans doute, la méthode la plus communément utilisée pour l'identification et la quantification des différents composés phénoliques (**Mattila et Kumpulainen, 2002 ; Merken et Beecher, 2000**).

Les avantages de la chromatographie liquide haute-performance (CLHP) sur la chromatographie gaz-liquide (CG) et les autres techniques de chromatographie ne sont plus à démontrer en ce qui concerne la rapidité et la sensibilité de la méthode pour la séparation et le dosage des composés phénoliques dans les extraits de plantes (**Wulf et al., 1976**).

**Chapitre 2**  
**L'activité Antioxydants et la cosmétologie  
traditionnelle**

## 1) L'activité antioxydante :

### 1)1 Le stress oxydant :

Le stress oxydant représente l'incapacité pour l'organisme à se défendre contre l'agression des espèces oxygénées réactives (EOR), en raison de l'existence d'un déséquilibre entre la production de ces substances et la capacité de défense des antioxydants (**Haliwell et Gutteridge, 1989**). Il peut résulter d'une défaillance des systèmes antioxydants protégeant notre organisme d'un effet néfaste des radicaux libres (**Sies, 1997**). De plus, les anomalies génétiques peuvent rendre les systèmes antioxydants incapables de réagir efficacement à un excès de radicaux libres, compromettant ainsi la capacité de l'organisme à se défendre contre le stress oxydant (**Alain, 2003**).

Les radicaux libres sont des atomes ou molécules possédant un ou plusieurs électrons célibataires, ce que les rend très instables (**Hokayem et al., 2012**). Lorsque cet électron célibataire est situé sur un atome d'oxygène, on parle alors « d'espèces réactives de l'oxygène » (ERO) ou « reactive oxygen species » (ROS) (**Denys et al., 2013**).

La durée de vie des radicaux libres est très courte et la recherche avide d'électrons pour réapparier leurs électrons célibataires fait de ces espèces chimiques de redoutables agresseurs potentiels à l'égard des molécules biologiques (**Clavel et al., 1985**). Ils peuvent se combiner avec d'autres radicaux libres, ou agir sur des molécules par des processus d'arrachement ou de fragmentation susceptibles d'être à l'origine de réactions en chaîne (**Emerit et Michelson, 1982**).

En biologie, les radicaux libres sont formés le plus souvent par gain d'électron à partir de l'O<sub>2</sub> (**Droge, 2002**). Les radicaux dérivés d'oxygène représentent, en effet, la classe la plus importante d'espèces radicalaires générées dans les systèmes vivants à cause de l'importance de leur métabolisme aérobie (**Valko et al., 2007**).

D'autres espèces dérivées de l'oxygène dites espèces actives de l'oxygène, comme l'oxygène singulet (O<sub>2</sub>), le peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) ou le nitroperoxyde (ONOOH), ne sont pas des radicaux libres, mais sont aussi réactives et peuvent être des précurseurs de radicaux. L'ensemble des radicaux libres et de leurs précurseurs est souvent appelé espèces réactives de l'oxygène (**Tableau 01**) (**Favier, 2003**).

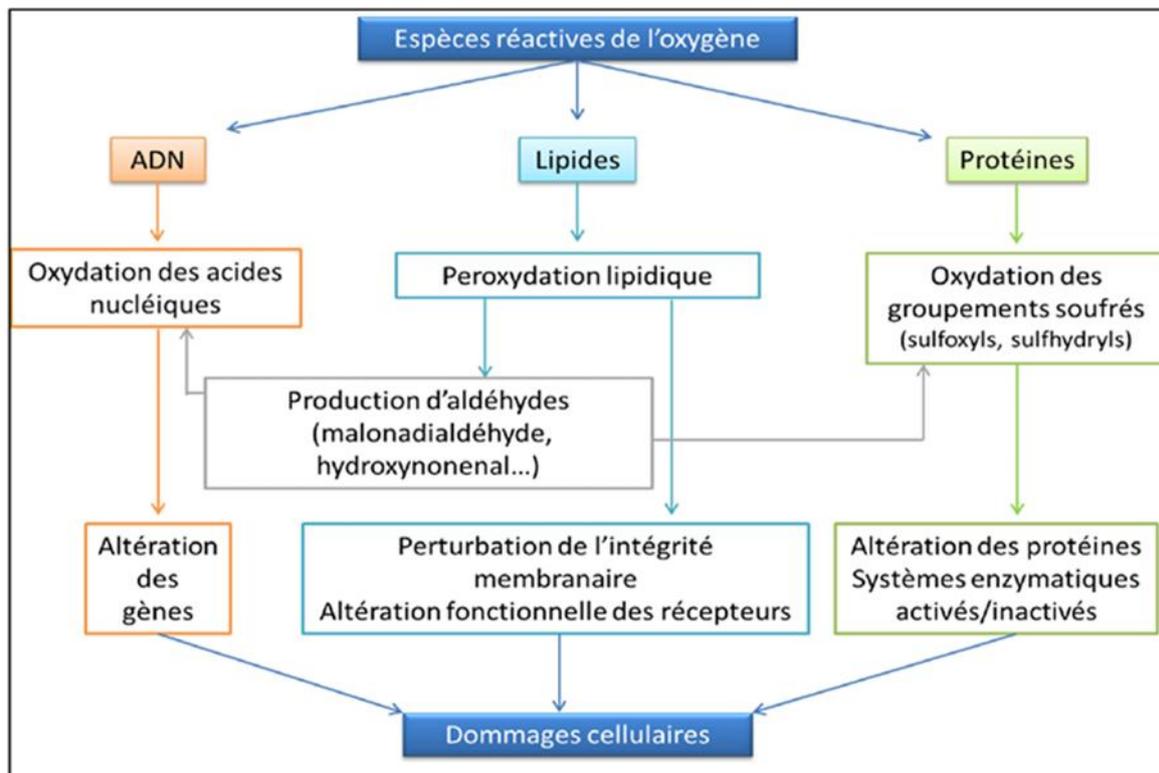
**Tableau 01** : Principales ERO radicalaires et non-radicalaires (Favier, 2003).

Espèces réactives de l'oxygène (ERO)	
Radicalaire	Non radicalaire
- Anion superoxyde ( $O_2^{\cdot -}$ )	- Peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ )
- Hydroxyle ( $OH^{\cdot}$ )	- Acide hypochlorique ( $HOCl$ )
- Hydroperoxyde ( $HO_2^{\cdot}$ )	- Ozone ( $O_3$ )
- Peroxyle ( $RO_2^{\cdot}$ )	- Oxygène singulet ( $^1O_2$ )
- Alkoxyde ( $RO^{\cdot}$ )	- Hydroperoxyde ( $ROOH$ )
- Dioxyde de carbone ( $CO_2^{\cdot -}$ )	- Peroxynitrite ( $ONOO^-$ )

Il existe de nombreuses sources de radicaux libres, elles sont classées en deux catégories :

- **Sources endogènes** : Le métabolisme cellulaire (activité mitochondriale, réactions enzymatiques), l'inflammation et les métaux toxiques (chrome, cuivre) (Favier, 2006 ; Uttara et al., 2009).
- **Source exogène** : Les radiations (rayons X et lumière UV), les polluants de l'air ( $N$ ,  $NO_2$ ), les solvants organiques anesthésiques, les pesticides, les drogues, les xénobiotiques et l'hyperoxie (Halliwell et Gutteridge, 1989).

Lors d'un stress oxydant, les EOR non « détoxiquées » par le système antioxydant attaquent et endommagent par oxydation les macromolécules directement à leur contact, contenues dans les cellules, notamment les lipides, les protéines et l'ADN (Davies, 2000) (figure 07).



**Figure 07 :** Les différentes cibles des Espèces Réactives de l'Oxygène (Montiel et al., 2004).

### 1)2 Antioxydants :

C'est "toute substance qui, lorsqu'elle est présente en faible concentration par rapport à celle d'un substrat oxydable, retarde ou inhibe de manière significative l'oxydation de ce substrat". Il a été ensuite défini comme "toute substance qui retarde, empêche ou supprime les dommages oxydatifs d'une molécule cible" (Göçer et al., 2013 ; Çakmakçi et al., 2015). C'est une molécule suffisamment stable pour donner un électron à un radical libre déchaîné et le neutraliser, réduisant ainsi sa capacité d'endommager (Birben et al., 2012).

Les systèmes antioxydants sont enzymatiques et non enzymatiques. Les principaux systèmes enzymatiques comprennent les superoxydes dismutases (SOD), la catalase (CAT) et plusieurs formes de glutathion peroxydases (GSH-PX) (Garrel et al., 2007).

Différents composés antioxydants non-enzymatiques sont apportés via l'alimentation, tels que les vitamines E (tocophérol) et C (acide L-ascorbique), les caroténoïdes, les flavonoïdes et les polyphénols (Esposito et al., 2002 ; Favier, 2006).

Les oligo-éléments (Cu, Zn, Se, Mn, Fe etc.) ne sont pas des antioxydants en tant que tels, mais agissent comme cofacteurs des enzymes constituant la première ligne de défense face aux attaques oxydatives (Van Der Werf, 2013).

### 1)2.1 Les composés phénoliques et l'activité anti- radicalaire :

L'activité antioxydante des composés phénoliques a fait l'objet de nombreuses études antérieures. Ainsi, nous avons rassemblé les résultats de quelques-unes sur les dosages de ces composés et les tests antioxydants par le DPPH et l'ABTS (l'inverse d'IC<sub>50</sub>) (**annexes 02, Tableaux 1,2 et 3**). Ces résultats ont servi à établir une corrélation entre ces données (**Tableau 02**). De même, dans le travail de **Stanciauskaite et al (2022)**, une corrélation a été déjà établie (**Tableau 03**).

**Tableau 02** : Corrélation comparant les composés phénoliques totaux, l'activité antioxydante par les tests DPPH et ABTS (l'inverse de IC<sub>50</sub>) (**Établie par nous-mêmes**)

	<b>Corrélation 1</b>	<b>Corrélation 2</b>		<b>Corrélation 3</b>
	<b>Flavonoïdes</b>	<b>Flavonoïdes</b>	<b>Polyphénols Totaux</b>	<b>Polyphénols Totaux</b>
<b>DPPH 1/IC50</b>	<b>0,89</b>	0,53	<b>0,85</b>	-
<b>ABTS 1/IC50</b>	0,59	-	-	<b>0,79</b>

**Tableau 03** : Corrélation entre l'activité antioxydante et la teneur en flavonoïdes et la teneur phénolique (**Stanciauskaite et al., 2022**).

	<b>Flavonoïdes</b>	<b>Polyphénols totaux</b>
<b>DPPH 1/IC 50</b>	0,59	<b>0,83</b>
<b>ABTS 1/IC 50</b>	0,57	<b>0,87</b>

Les résultats de ces deux corrélations indiquent que la teneur en polyphénols totaux dans les extraits de plantes est étroitement liée à leur capacité à piéger les radicaux libres (R<sup>2</sup> de 0,79 à 0,87). Cependant, les flavonoïdes ont une corrélation moyenne (R<sup>2</sup>> 0,5) à forte (R<sup>2</sup> de 0,89) avec ces deux tests. Ces observations mettent en évidence l'importance des composés phénoliques dans l'activité antioxydante des extraits de plantes.

## 1)2.2 Quelques méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante :

### a) *In vitro* :

- **Test de l'activité anti-radicalaire au DPPH :**

Le radical DPPH « 2,2-diphényl-1-picrylhydrazil » de couleur violette, est réduit par un transfert d'hydrogène et d'électron qui proviennent des différents antioxydants se trouvant dans le milieu réactionnel. La réaction de réduction du DPPH provoque la diminution de l'intensité de la couleur (décoloration) qui est mesurée par spectrophotométrie à 517 nm (**Molyneux, 2004**).

- **Test de piégeage du cation radicalaire ABTS<sup>+</sup> :**

Le radical cationique ABTS<sup>+</sup> « 2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulphonic acid) » est facilement formé par oxydation en présence de persulfate de potassium pour donner une solution colorée en vert-bleue (**Prouillac, 2009**). En présence d'un composé antioxydant donneur d'atomes d'hydrogènes, le passage du radical ABTS à la forme non radicalaire s'accompagne de la disparition de cette couleur, quantifiable par spectrophotométrie UV/Visible à 734 nm (**Desmier, 2016**).

- **Réduction de fer :**

C'est une méthode basée sur le changement de coloration lors de la réduction du fer, de l'ion ferrique (Fe<sup>3+</sup>) à l'ion ferreux (Fe<sup>2+</sup>) par transfert d'électrons. Cette réduction se fait en présence d'un antioxydant. L'absorbance est mesurée à 593 nm (**Pellegrini, 2003**).

- **Test de blanchissement du β-carotène :**

Dans ce teste, l'oxydation de l'acide linoléique produit des radicaux peroxydes qui attaque les onze doubles liaisons du β-carotène, ce qui entraîne une décoloration de cette dernière. Cependant, la présence d'un antioxydant pourrait neutraliser les radicaux libres dérivés de l'acide linoléique et donc prévenir l'oxydation et le blanchiment du β-carotène (**Kubola et Siriamornpun, 2008**). Le degré de blanchiment est mesuré par la lecture d'absorbance des échantillons à 470 nm chaque 20 minute (**Sun et Ho, 2005**).

- **Test de la réduction de cuivre (CUPRAC) :**

La méthode CUPRAC (Cupricion Reducing Antioxidant Capacity) est basée sur le suivi de la diminution de l'absorbance accrue du complexe Néocuproïne (Nc) cuivre (Cu<sup>2+</sup>) [Nc<sub>2</sub>-Cu<sup>2+</sup>]. En effet, en présence d'un agent antioxydant, le complexe cuivre-néocuproïne est

réduit et cette réaction est quantifiée spectrophotométriquement à une longueur d'onde de 450nm (Apak et al., 2004).

**b) *In vivo* :**

- **Test d'inhibition de l'oxydation du cholestérol LDL :**

L'oxydation des LDL est un processus de peroxydation lipidique dans lequel les acides gras polyinsaturés des LDL sont successivement dégradés en une variété de produits. La cinétique peut être mesurée en continu en surveillant la modification de l'absorbance du diène à 234 nm, qui se développe dans les LDL au cours de l'oxydation par la formation d'hydroperoxydes d'acides gras conjugués (Puhl et al., 1994).

- **Test d'inhibition de la peroxydation lipidique (LPO) :**

La peroxydation lipidique, est utilisée comme indicateur du stress oxydatif dans les cellules et les tissus. Le test est basé sur la réaction d'un réactif chromogène, le N-méthyl-2-phénylindole, avec du malondialdéhyde (MDA) et des 4-hydroxycalcènes à 45°C (Janero, 1990). Le MDA est l'un des produits terminaux de la décomposition des acides gras polyinsaturés (PUFA) sous l'effet des radicaux libres générés pendant le stress oxydatif. Une molécule de MDA ou de 4-hydroxycalcénal réagit avec 2 molécules de N-méthyl-2-phénylindole pour produire un chromophore stable (colorant carbocyanine) avec une absorbance maximale à 586 nm (Esterbauer et Cheeseman, 1990).

- **Test d'activité antioxydante cellulaire (CAA) :**

Ce test est développé pour évaluer l'activité antioxydante des extraits alimentaires et des compléments alimentaires (Wolfe et al., 2007).

La dichlorofluoresceine est une sonde piégée dans les cellules et est facilement oxydée en dichlorofluorescéine fluorescente (DCF). La méthode mesure la capacité de composés à empêcher la formation de DCF par les radicaux peroxyde générés par le dichlorhydrate de 2,2'-azobis (2-amidinopropane) (ABAP) dans les cellules HepG2 d'hépatocarcinome humain (Wolfe et al., 2007).

## **2) Les cosmétiques naturels :**

La définition du Code de la santé publique de 1993 du produit cosmétique « On entend par produit cosmétique toute substance ou préparation destinée à être mise en contact avec les diverses parties superficielles du corps humain (épiderme, système pileux et capillaire, ongles, lèvres et organes génitaux externes) ou avec les dents et les muqueuses

buccales en vue exclusivement ou principalement de les nettoyer, de les parfumer, d'en modifier l'aspect et/ou de corriger les odeurs corporelles et/ou de les protéger ou de les maintenir en bon état » (**Baumann, 2002**).

La cosmétique traditionnelle prend une place importante dans notre société, ce qui a, d'ailleurs, motivé la création du concept de « Cosmétopée » qui est un ensemble de recensements, de recueils des plantes et de leurs usages traditionnels. Ainsi, elle inclue toutes les pratiques concernant le soin du corps (entretien d'hygiène et à la protection de l'épiderme), les phanères (cheveux et ongles), la toilette (dentifrice, soins intimes, le maquillage, le parfum) (**Ansel, 2016 ;Hughesa et al., 2019**).

C'est en septembre 2000 que le Conseil de l'Europe a défini un "cosmétique naturel" : C'est tout produit se composant de substances naturelles et élaboré dans des conditions particulières. En effet, les ingrédients doivent être obtenus et traités exclusivement au moyen de méthodes physiques, telles que la centrifugation, la filtration, la distillation ou la percolation, et de méthodes microbiologiques ou enzymatiques.

Les cosmétiques traditionnels d'origine végétale : les huiles essentielles, les beurres végétaux, les huiles végétales, les cires, le vinaigre... (**Ramirez et Moroni, 2008**).

## **2)1 L'impact des cosmétiques sur la peau :**

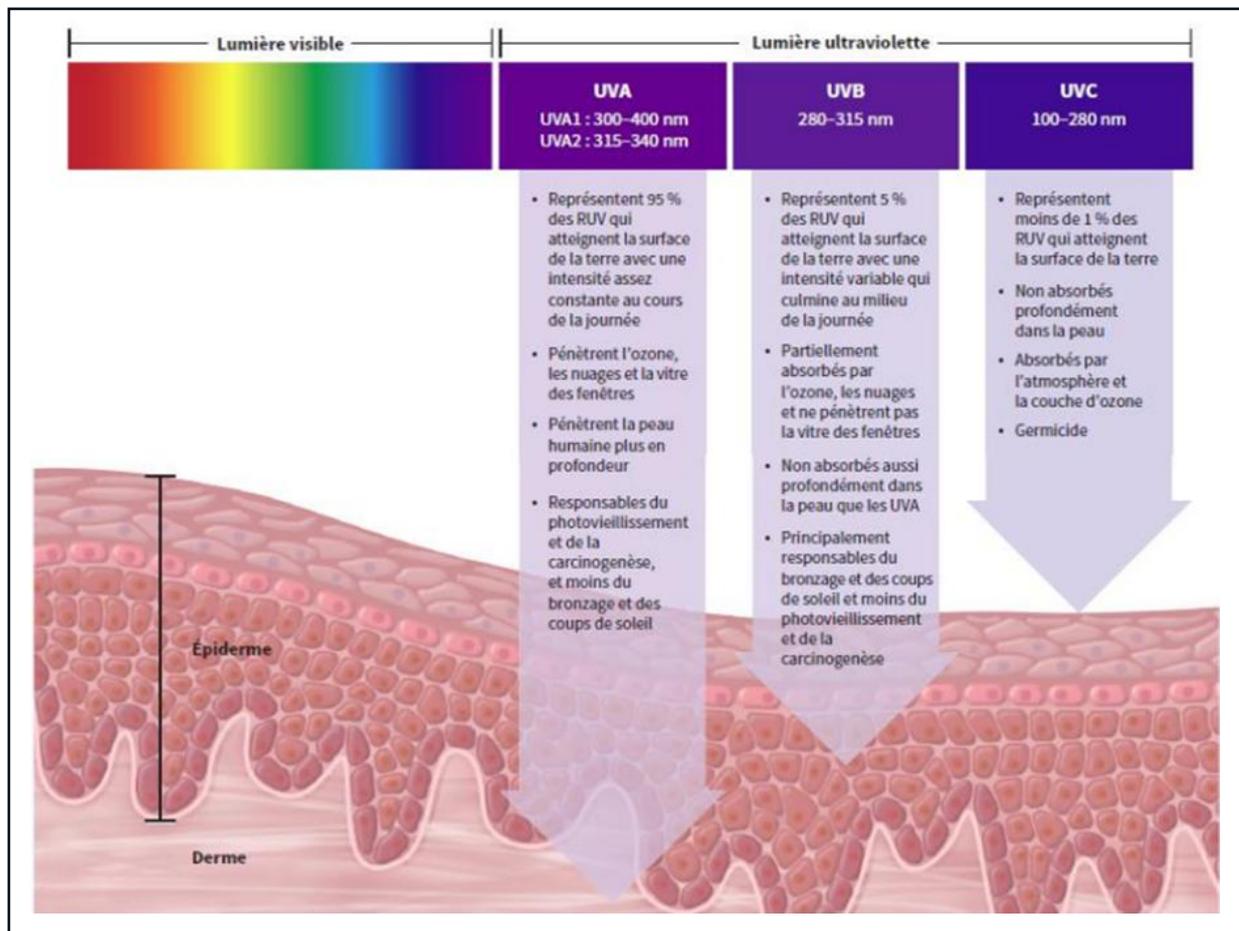
Les produits cosmétiques de soin pour protéger, nettoyer et hydrater la peau sont utilisés quotidiennement dans le monde entier pour maintenir la peau en « bon état » de manière préventive (**Christoph et Irena, 2018**).

La peau, l'organe le plus important du corps humain, est le seul organe en contact direct avec l'environnement extérieur, en constant renouvellement et comportant neuf types cellulaires différents. Elle a un rôle dans la thermorégulation, la protection contre l'environnement bactérien, la protection mécanique et contre les effets néfastes des UV. Cependant, elle est sensible aux stress environnementaux (soleil, pollution, tabac, alcool...) qui vont accentuer son vieillissement chronologique normal (**Philippe et Dorothée, 2008**).

### **2)1.1 Quelques méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante :**

Le rôle de protection de la peau est apporté par les deux tissus majeurs, le derme et l'épiderme. L'une des principales agressions est l'exposition aux rayonnements ultraviolets solaires UV, dont les conséquences à long terme sont le vieillissement photo-induit et l'apparition de cancers (**Françoise, 2005**).

L'ensemble de ces phénomènes touche les deux compartiments cutanés (**Figure 08**), et impliquent les deux grands domaines du spectre UV, les UVB (290-320 nm) et les UVA (320-400 nm) (**Françoise, 2005**).



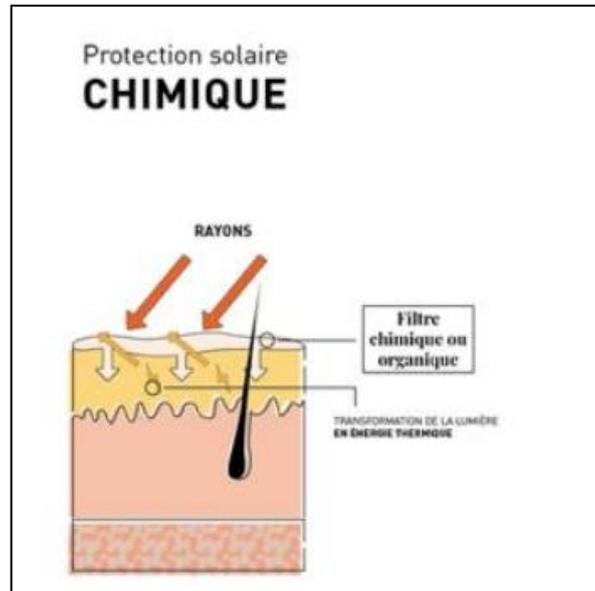
**Figure 08** : Représentation schématique du spectre électromagnétique de la lumière, avec rappel des fréquences des rayons ultraviolets et leur effet sur la peau humaine (**Sander et al., 2021**).

La peau est équipée de moyens de photoprotection naturelle qui s'opposent aux dommages cutanés induits par les radiations solaires. Cependant, ceux-ci sont insuffisants en cas de surexposition ou de photosensibilité anormale. Elle doit alors faire appel aux moyens vestimentaires ou aux produits de protection solaire (**Lacour et Béani, 2007**).

### 2)1.2 Produits de protection solaire (PPS) :

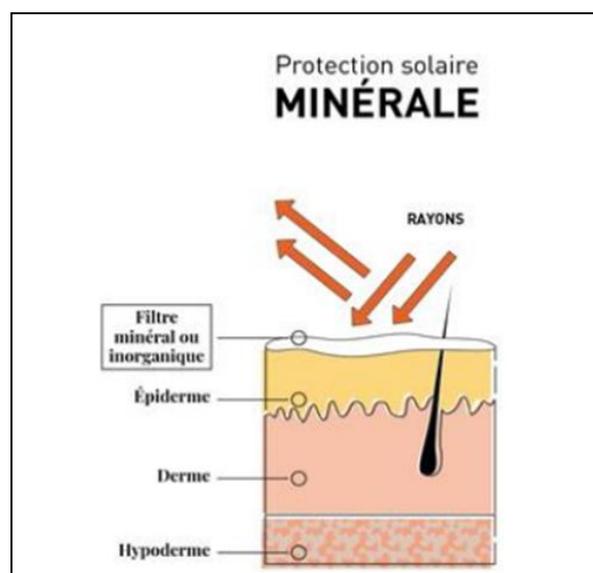
Ces produits occupent aujourd'hui une place centrale en photoprotection. Ils sont composés de filtres chimiques absorbant certaines longueurs d'onde bien définies du spectre solaire et/ou de filtres minéraux (**Beani, 2012**).

a) **Les filtres chimiques** : Ce sont des molécules synthétiques qui agissent par absorption sélective des photons en fonction de la longueur d'onde (**Figure 09**) (**Zerguine, 2015**).



**Figure 09** : Mécanisme d'action filtre organique (**Thomas, 2011**).

b) **Les filtres minéraux** : Aussi appelé filtre physique ou inorganique, a une action différente. Il est composé d'un assemblage de nanoparticules de minéraux inertes et opaques qui diffractent la lumière et réfléchissent les UV à la façon d'une barrière physique. Les filtres minéraux sont efficaces dès l'application et moins allergisants (**Figure 10**) (**Baker et al., 2017**).



**Figure 10** : Mécanisme d'action filtres minéraux (**Thomas, 2011**).

Diverses substances naturelles extraites des plantes pourraient constituer des ressources potentielles de protection solaire en raison de leur absorption des rayons ultraviolets (Cockell et Knowland, 1999 ; Solovchenko et al., 2008) et/ou de leur pouvoir antioxydant (Bonina et al., 1996).

Les tendances récentes de la recherche anti-âge prévoient l'utilisation de composés antioxydants dérivés de produits botaniques. Les acides phénoliques, les flavonoïdes et les polyphénols de haut poids moléculaire font partie des antioxydants capables de protéger la peau humaine contre les effets nocifs de l'irradiation ultraviolette, c'est-à-dire le photovieillissement et le développement du cancer de la peau (Norliza et al., 2014).

### 2)1.3 Indice de protection FPS :

Le critère d'efficacité primaire pour un PPS repose sur son facteur de protection solaire (FPS ou SPF en anglais) mais il doit aussi avoir un spectre large dans l'UVA, l'UVB et l'infrarouge (Zerguine, 2015).

La détermination du facteur de protection solaire est standardisée à l'international et peut être réalisée par des tests *in vivo* ou *in vitro* (Rousseau, 2020).

Les méthodes *in vitro* sont généralement deux types (Dutra et al, 2004) :

- ❖ Méthodes qui impliquent la mesure de l'absorption ou de la transmission du rayonnement UV à travers des films de produits de protection solaire dans des plaques de quartz ou des biomembranes.
- ❖ Méthodes dans lesquelles les caractéristiques d'absorption des agents de protection solaire sont déterminées sur la base de données spectrophotométriques de solutions diluées.

*In vivo*, la mesure du FPS se base sur la réponse érythémale due aux UVB, la mesure des indices anti-UVA sur la pigmentation immédiate (IPD) ou persistante (PPD) (Moyal et al., 2000 ; Routaboul et al., 1999).

Le FPS est mesuré par le rapport entre les mesures de la dose d'UVB nécessaire pour provoquer une rougeur sur une zone non protégée et sur une zone protégée par le PPS (Seite et Fourtanier, 2008 ; Lacours et Beani, 2007). Les PPS sont classés en quatre niveaux de protection en fonction du SPF affiché (Tableau 04).

**Tableau 04** : Catégories de protection solaire en fonction de facteur de protection solaire (SPF) (Meunier, 2008).

Catégorie	SPF indiqué
Photoprotection faible	6 ou 10
Photoprotection moyenne	15, 20 ou 25
Photoprotection haute	30 ou 50
Photoprotection très haute	50+

#### 2)1.4 La corrélation entre l'activité antioxydante et l'activité anti-âge et le facteur de protection solaire (SPF) :

Le collagène est l'un des principaux éléments constitutifs de la peau qui maintient l'élasticité et la force de la peau (Mukherjee et al., 2011). L'élastine est une protéine présente dans le tissu conjonctif et responsable de l'élasticité de la peau et des poumons (Fulop et al., 2012 ; Kurtz et Oh., 2012). Alors que l'acide hyaluronique joue un rôle dans la rétention de l'humidité de la peau, ainsi que dans sa structure et son élasticité (Hsu et Chiang, 2009).

Les niveaux de collagène, d'élastine et d'acide hyaluronique diminuent au cours du processus de vieillissement, l'activité des enzymes augmentant, notamment la collagénase, l'élastase et l'hyaluronidase, entraînant une perte de force et de souplesse de la peau qui génère des rides (Thring et al., 2009 ; Widowati et al., 2016).

Plusieurs travaux antérieurs ont été réalisés sur l'activité antioxydante (mesurée par les tests DPPH et ABTS), ainsi que sur les activités anti-collagénase, anti-élastase et anti-hyaluronidase des extraits de plantes, en plus de leurs teneurs en composés phénoliques totaux. En parallèle, d'autres études ont également évalué l'activité antioxydante et les polyphénols totaux des plantes, ainsi que leur contenu en flavonoïdes et leur facteur de protection solaire (SPF).

Nous avons rassemblé ces résultats (Annexe 2, tableaux 3 et 4), et l'étude de la corrélation entre ces activités révèle des relations remarquables entre les polyphénols totaux, l'activité antiradicalaire par le test ABTS, et les activités enzymatiques anti-collagénase, anti-élastase, et anti-hyaluronidase (Tableau 05). Cette corrélation suggère que les composés phénoliques peuvent contribuer aux effets anti-âges en piégeant les radicaux libres.

Il existe également une corrélation modérée ( $R^2 = 0,5$ ) entre les polyphénols totaux, l'activité antiradicalaire par le test DPPH et le facteur de protection solaire (SPF) (**Tableau 06**). Le facteur SPF présente une faible corrélation avec la teneur des flavonoïdes et l'activité antioxydante mesurée par le test ABTS.

**Tableau 05** : Corrélations, établies par nous-mêmes, entre les teneurs en polyphénols totaux, l'activité anti-radicalaire et les activités anti-collagénase, anti-élastase, anti-hyaluronidase (**Établies par nous-mêmes**).

	Corrélation 3		Corrélation 4
	Polyphénols totaux	ABTS 1/IC50	DPPH %
Anti-collagénase	0,61	0,67	0,2
Anti-élastase	0,5	0,53	-0,04
Anti-hyaluronidase	0,51	0,70	0,49

**Tableau 06** : Corrélations, établies par nous-mêmes, entre les teneurs en polyphénols totaux et en flavonoïdes, l'activité anti-radicalaire et le facteur SPF.

	Corrélation 1		Corrélation 2		
	Flavonoïdes	ABTS 1/IC50	Flavonoïdes	Polyphénols totaux	DPPH 1/IC50
SPF	0,35	0,30	0,31	0,50	0,50

Nos corrélations sont en accord avec celle de **Stanciauskaite et al (2022)** concernant la faible corrélation entre les flavonoïdes et le SPF, mais ils diffèrent par sa forte association avec l'activité antioxydante et la teneur totale en composés phénoliques (**Tableau 07**). Cette divergence pourrait être attribuée à l'influence des méthodes d'extraction variées, des solvants utilisés et des facteurs environnementaux.

**Tableau 07 :** Corrélation entre les teneurs en polyphénols totaux et en flavonoïdes, l'activité anti- radicalaire et le facteur SPF (Stanciauskaite et al., 2022).

	<b>Flavonoïdes</b>	<b>Polyphénols totaux</b>	<b>DPPH 1/IC 50</b>	<b>ABTS 1/IC 50</b>
<b>SPF</b>	0,124	<b>0,845</b>	<b>0,712</b>	<b>0,842</b>

## **Chapitre 3**

### **La plante étudiée**

*Aquilaria malaccensis Lam*

### 1) Origine et distribution :

La première description du genre *Aquilaria* a été faite par Lamarck en 1783, revisitée par Hutchinson en 1924 et par Hou en 1960 (Lee et al., 2013). Il est classé dans la famille des *Thymelaeaceae* (Lim et Noorainie, 2010 ; Mitra, 2007).

Grâce à certaines études, on constate que les différentes espèces d'*Aquilaria* sont assez facilement identifiables par leurs traits végétatifs (Lee et al. 2013). L'espèce la plus dominante, dont la population est répartie dans plusieurs pays, est *A. malaccensis*. Cette espèce est originaire du Sud et du Sud-Est asiatique. L'Indonésie et la Malaisie sont les deux principales sources de bois d'agar (Ahmad et al., 2016). Ce type d'espèce se trouve également au Bangladesh, au Bhoutan, en Inde, en Iran, au Myanmar, aux Philippines, à Singapour et en Thaïlande (Tableau 08) (Huda et al., 2009).

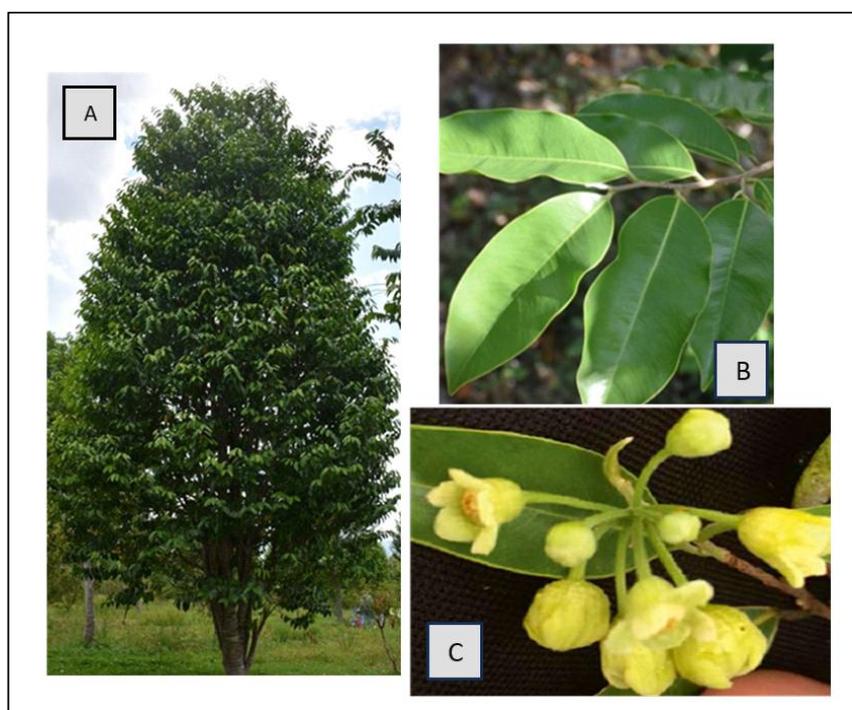
Leur répartition basée sur les enregistrements précédents et leur état de conservation tel que classé par l'UICN (Union internationale pour la conservation de la nature), sont compilés dans le tableau ci-dessous (Shiou et Rozi, 2016) :

**Tableau 08** : Les synonymes et répartition d'*A. malaccensis* selon UICN.

Nom d'espèce	Synonymes	Distribution
<i>Aquilaria malaccensis</i> Lam	<i>Agallochum malaccense</i> <i>Aloexylum agallochum</i> <i>Aquilaria agallocha</i> <i>Aquilaria agallochum</i> <i>Aquilaria ovate</i> <i>Aquilaria moluccensis</i> <i>Aquilaria secundaria</i> <i>Aquilariella malaccense</i> <i>Aquilariella malaccensis</i>	Bhoutan India Indonesia Iran Malaisie Myanmar Philippines Singapour Thaïlande Bangladesh

## 2) Description morphologique et botanique :

Les arbres du genre *Aquilaria* peuvent mesurer entre 10 et 30 mètres (**Photo 01-A**) (**Leti et al., 2013**). Les feuilles sont vert foncé, recouvertes d'une cuticule cireuse et brillante à maturité (**Photo 01-B**). Les jeunes pousses sont vert pâle et peuvent virer au jaune si la plante pousse sur des sols pauvres en azote. La forme et la taille des feuilles dépendent de l'espèce (**Sampson, 2017**). *A. malaccensis* présente des feuilles oblongues lancéolées, caudées acuminées, lisse. Cette espèce produit des capsules avec une forme ovoïde ou ovoïde oblongue, ronde et lisse, un lobe du calice ovoïde oblongue, 2–3 mm de long, étalé ou réfléchi avec un tube du calice en forme de cloche (**Shiou et Rozi, 2016**). Les fleurs d'*A. malaccensis* sont petites, jaunâtres, bisexuelles d'environ 8 à 10 mm de diamètre (**Photo 01-C**) (**Venugopal et Estre, 2015**).



**Photo 01 :** Photographie d'arbres d'*Aquilaria* (A), les feuilles matures sont vert-foncé avec une cuticule brillante et de forme elliptique (B), les fleurs sont petites, jaunes et regroupées en inflorescences velues (C).

## 3) Classification botanique et noms vernaculaires de la plante :

La classification botanique d'*A. malaccensis* est représenté dans le tableau ci-dessous (**Kubitzki et Clemens, 2013**).

**Tableau 09** : Classification botanique d'*A. malaccensis*.

<b>Règne</b>	Plantae
<b>Superdivision</b>	Embryophyta
<b>Division</b>	Trachéophytes
<b>Subdivision</b>	Spermatophytes
<b>Classe</b>	Magnoliopsida
<b>Ordre</b>	Myrtales
<b>Famille</b>	Thymelaeaceae
<b>Genre</b>	<i>Aquilaria</i>
<b>Genre espèce</b>	<i>Aquilaria malaccensis</i>

*A. malaccensis* est un arbre aromatique communément appelé gaharu (**Huda et al., 2009**) ou Oud El-Rih à l'Ouest et A-ghriss au Sahara algérien (**Belhouala et Benarba 2021**). Il est appelé aussi bois d'agar, aloès, bois d'aigle (**Lillian et Lian, 2008**).

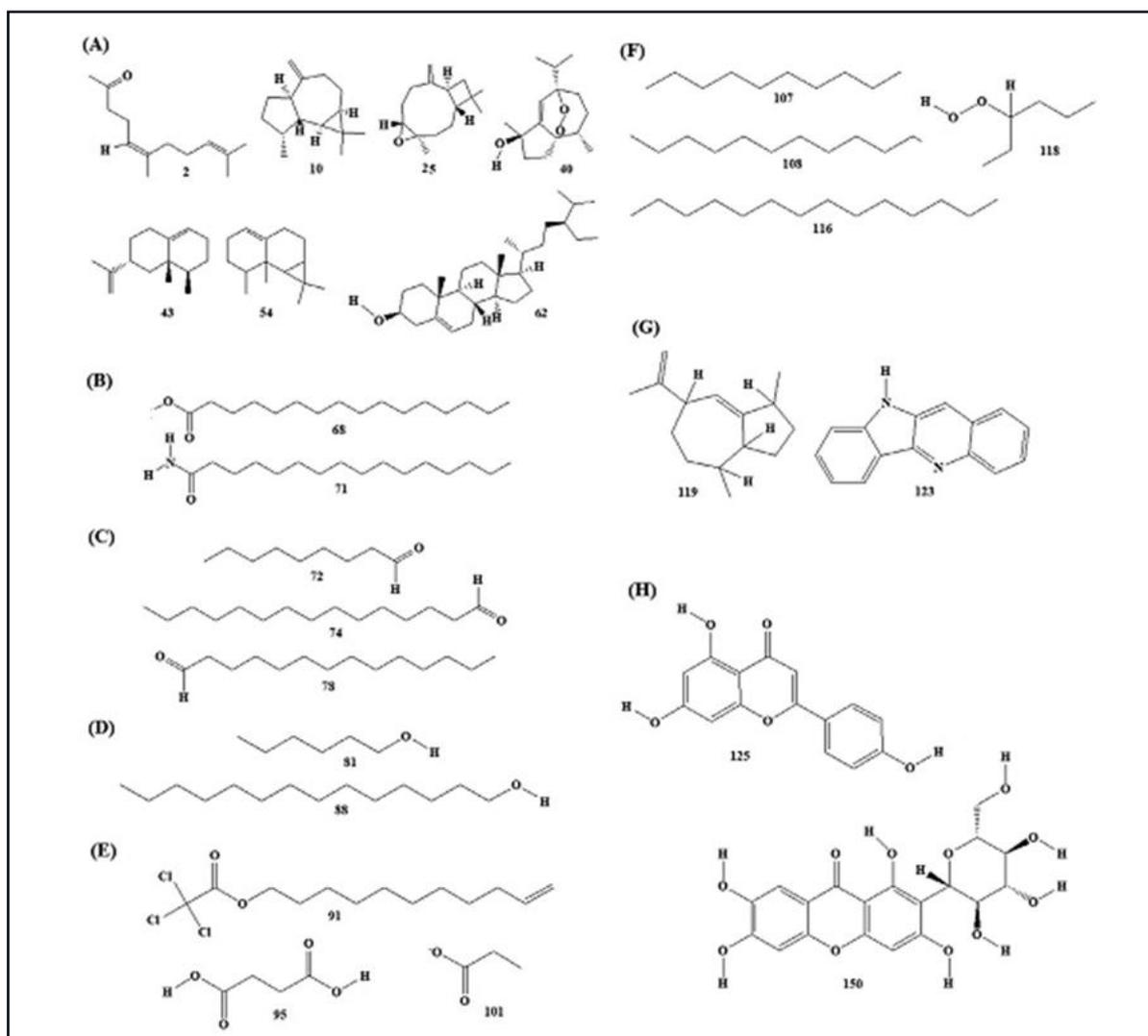
#### 4) Composition biochimique :

La formation de bois d'agar dans la tige d'*Aquilaria* (**Photo 02**) est un type de réponse de défense à l'un ou l'autre de ces facteurs, blessure mécanique, infection fongique, produit chimique, seul ou en combinaison. Cela implique l'activation des gènes de défense et ceux de la voie de synthèse des métabolites secondaires (**Thanh et al., 2015 ; Saikia et al., 2014**).

Les principaux métabolites de défense produits sont des dérivés de terpènes, phénols, flavonoïdes, tanins, alcaloïdes et saponines (**Derouiche et al., 2018**). Les autres biomarqueurs importants d'*A. malaccensis* signalés dans l'une des recherches étaient les acides gras et les aminés, les aldéhydes, les alcools, les acides et les esters, les hydrocarbures alcanes, les hydrocarbures cycliques, les flavanols, les chromones et les xanthones (**Figure 11**) (**Peng et al., 2015**).



**Photo 02** : La formation de bois d'agar dans l'*A. malaccensis* (**Karlinasar et al., 2015**).



**Figure 11** : Quelques biomarqueurs d'*Aquilaria malaccensis* : **A.** Terpènes, **B.** Acides gras et amide, **C.** Aldéhydes, **D.** Alcool et phénols, **E.** Acides et esters, **F.** Hydrocarbure alcane, **G.** Hydrocarbure cyclique, **H.** Flavonoïdes, flavonols, chromones, xanthone (Prasanna et al., 2022).

### 5) Utilisation et propriétés de la plante :

Le bois d'agar est particulièrement apprécié pour son odeur intense et boisée. Il est utilisé en tant qu'encens dans certaines cérémonies religieuses, ou pour la fabrication de bijoux ou d'objets aux connotations religieuses (Barden et al., 2000). Il est également très prisé en parfumerie et dans certaines médecines traditionnelles (Adam et al., 2017).

Ci-dessous les différentes utilisations d'*A. malaccensis* dans quelques pays :

- Les anciens **Égyptiens** auraient utilisé de l'encens de bois d'agar dans leurs rites funéraires il y a plus de trois mille ans (**Gerard, 2012**).
- En **Algérie**, cette plante est très connue par leur utilisation dans la médecine populaire contre le cancer (**Chena et al., 2012**).
- En **Myanmar**, *A. malaccensis* est utilisé en médecine traditionnelle (**Khin Maung, 2003**).
- En **Inde**, l'huile essentielle de bois d'agar est appréciée pour la préparation de plusieurs produits pharmaceutiques et cosmétiques (**Borah et al., 2012**).
- En **Indonésie**, Le bois d'agar est largement utilisé comme plante médicinale pour les plaies cutanées, le diabète, l'asthme, les maux d'estomac et les troubles du sommeil et comme ingrédient pour la préparation du parfum car il a un arôme distinctif (**Syamsul et al., 2020**).

Cependant, le **Japon** préfère le bois d'agar d'*A. crassna* à des fins de méditation. Cependant, d'autres espèces d'*Aquilaria* ont une demande à plus petite échelle en parfumerie, en sculptures ornementales, en accessoires personnels et en cosmétiques (**Shiou et Rozi, 2016**).

Toutes les parties de l'arbre d'*A. malaccensis* peuvent être utilisées et sont bénéfiques notamment dans le domaine médical (**Surjanto et al., 2019**). Il possède des propriétés anticancéreuses et antidépressives dans son extrait (**Khalil et al., 2013 ; Abbas et al., 2013**). De plus, les feuilles de bois d'agar sont également anti-inflammatoires et hépato-protectrices (**Ray et al., 2014**). D'autres études montrent également que les feuilles de bois d'agar ont un potentiel antidiabétique (**Pranakhon et al., 2011**). Des recherches antérieures sur les espèces du genre *A. malaccensis* sont résumées dans le **Tableau 10**.

**Tableau 10** : Les propriétés médicinales d'*A. malaccensis*.

<b>Propriétés médicinales</b>	<b>Partie d'arbre</b>	<b>Description</b>	<b>Références</b>
Anti cancer	Les cals et les pousses	La cucurbitacine contenue dans les cals et les pousses a montré une activité cytotoxique envers les cellules cancéreuses du sein humain.	<b>(Knecht et al., 2010)</b> <b>(Zhong et al., 2014)</b>
Antifongique		La cucurbitacine contenue dans les cals et les pousses a montré une activité antifongique.	<b>(Chen et al., 2014)</b>
Anti arthrite	Le bois de cœur	Les constituants chimiques présents dans l'huile d'oud présentaient des propriétés anti-arthrite.	<b>(Rahman et al., 2016)</b>
Antidiabétique	Les feuilles	Une fraction active provenant des feuilles a augmenté le niveau de GLUT4 dans le muscle squelettique des rats Wistar diabétiques.	<b>(Said et al., 2016)</b>
Antioxydante		Des propriétés antioxydantes de l'extrait éthanolique obtenu à partir du bois d'agar ont été confirmées.	<b>(Simatupang et al., 2015)</b>
Antibactérienne		L'extrait méthanolique des feuilles contenait de l'acide hexadécanoïque, qui présentait une activité antibactérienne.	<b>(Saïdana et al., 2008)</b> <b>(Khalil et al., 2013)</b>

# **Partie expérimentale**

# **Chapitre 1**

## **Matériel et méthodes**

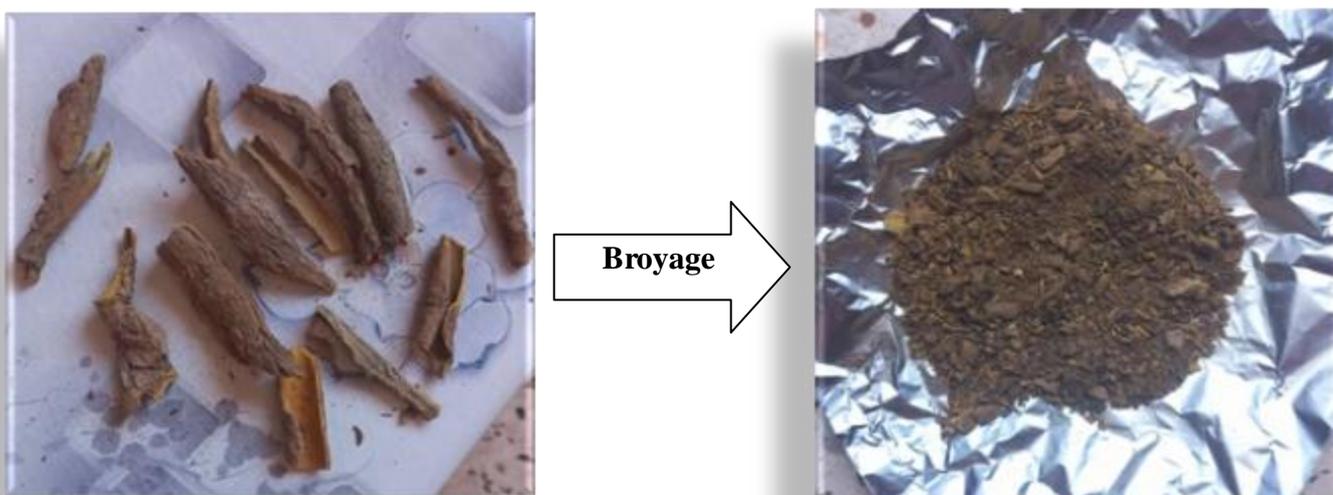
Le présent travail a été réalisé au niveau du laboratoire de recherche de produits naturels « LAPRONA » à l'Université Abou Bakr Belkaïd de Tlemcen.

### 1) Matériel végétal :

Le matériel végétal utilisé est l'écorce de tronc d'*Aquilaria malaccensis* (**Photo 03**). Il a été acheté chez l'herboriste à Maghnia (Tlemcen), en mars 2024.

Les écorces ont été broyées au mixeur jusqu'à obtenir une poudre fine (**Photo 03**). Cette dernière a été conservée à température ambiante dans des récipients hermétiquement fermés à l'abri de la lumière vive jusqu'à le début de l'expérimentation.

Il est à noter que le choix des écorces de tronc d'*A. malaccensis* était basé sur les résultats de plusieurs travaux précédents qui ont montré que le tronc de cette espèce est le principal lieu de la voie de synthèse des métabolites secondaires (**Thanh et al., 2015 ; Saikia et al., 2014**).



**Photo 03** : Les écorces de tronc d'*A. malaccensis* avant et après le broyage  
(photos prises par nous-mêmes).

### 2) Produits chimiques et matériel utilisé :

Les solvants et les différents éléments utilisés dans notre travail sont représentés dans le tableau suivant :

**Tableau 11** : Les produits chimiques et matériel utilisé.

Les produits chimiques	Le matériel utilisé
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Méthanol (CH<sub>3</sub>OH)</li> <li>• Ethanol (CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH)</li> <li>• Acétone (C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O)</li> <li>• Folin-ciocalteu (1N)</li> <li>• Carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)</li> <li>• Acide gallique (C<sub>7</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>)</li> <li>• Nitrite de sodium (NaNO<sub>2</sub>)</li> <li>• Chlorure d'aluminium (AlCl<sub>3</sub>)</li> <li>• Hydroxyde de sodium (NaOH)</li> <li>• Vanilline (C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>)</li> <li>• L'acide chlorhydrique (HCL)</li> <li>• Catéchine (C<sub>15</sub>H<sub>14</sub>O<sub>6</sub>)</li> <li>• DPPH (C<sub>18</sub>H<sub>12</sub>N<sub>5</sub>O<sub>6</sub>)</li> <li>• BHA (C<sub>11</sub>H<sub>16</sub>O<sub>2</sub>)</li> <li>• BHT (C<sub>15</sub>H<sub>24</sub>O)</li> <li>• ABTS (C<sub>18</sub>H<sub>18</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub>S<sub>4</sub>)</li> <li>• Persulfate de potassium (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>)</li> <li>• Trolox (C<sub>14</sub>H<sub>18</sub>O<sub>4</sub>)</li> <li>• Acétate d'éthyle (C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>)</li> <li>• Dichlorométhane (CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>)</li> <li>• Acide formique (CH<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)</li> <li>• DMSO (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>OS)</li> <li>• Réactif de Mayer</li> <li>• Réactif de Wagner</li> <li>• Magnésium (Mg)</li> <li>• Chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub>)</li> <li>• Chloroforme (CHCl<sub>3</sub>)</li> <li>• Acide sulfurique (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</li> <li>• Acide acétique (CH<sub>3</sub>COOH)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Spectrophotomètre</li> <li>• Agitateur magnétique</li> <li>• Évaporateur rotatif</li> <li>• Balance de précision</li> <li>• Micro-pipettes</li> <li>• Étuve</li> <li>• Cuves pour spectrophotomètre</li> <li>• Verrerie de laboratoire (tubes à essai, entonnoir, béchers, erlenmeyers, tube à hémolyse, ballons col rodé...)</li> <li>• Lampe UV</li> <li>• Cuve chromatographique</li> <li>• Spatule de laboratoire</li> <li>• Plaque CCM</li> </ul>

### 3) Extraction par macération à froid :

L'extraction des composés phénoliques est une étape très importante avant l'analyse quantitative et qualitative proprement dite. Il existe plusieurs méthodes d'extraction, la méthode qui a été choisie dans cette étude c'est l'extraction par macération à froid, considérée comme une méthode rapide et efficace. Elle permet d'obtenir un rendement élevé en extrait, avec une durée d'extraction souvent limitée (Melecchi et al., 2002).

#### 3)1 Principe de macération :

La macération est un procédé qui consiste à laisser séjourner un solide dans un liquide pour en extraire les composés solubles (Dictionnaire de l'Académie française, 2005). Elle peut se faire dans une solution aqueuse (l'eau), dans un solvant organique ou dans un mélange des solvants (Melecchi et al., 2002). Les principales étapes de l'extraction par macération sont résumées dans la figure suivante :

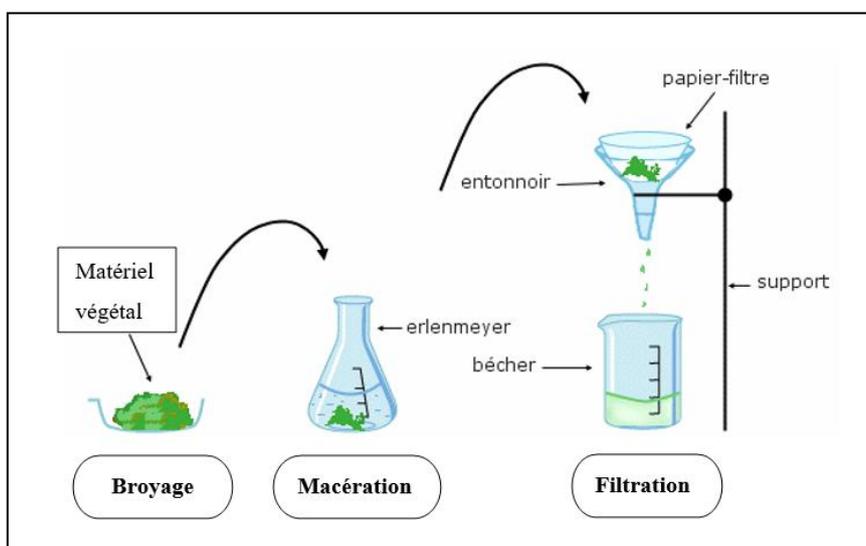


Figure 12 : Les principales étapes de l'extraction par macération.

#### 3)2 Protocole d'extraction par macération :

Dans ce travail, pour l'extraction des composés phénoliques et polyphénoliques, nous avons choisi le mélange méthanol /acétone /eau (70/20/10, v/v/v). Nous avons opté pour ces solvants dans notre étude en raison des résultats de plusieurs travaux antérieurs qui ont prouvé que :

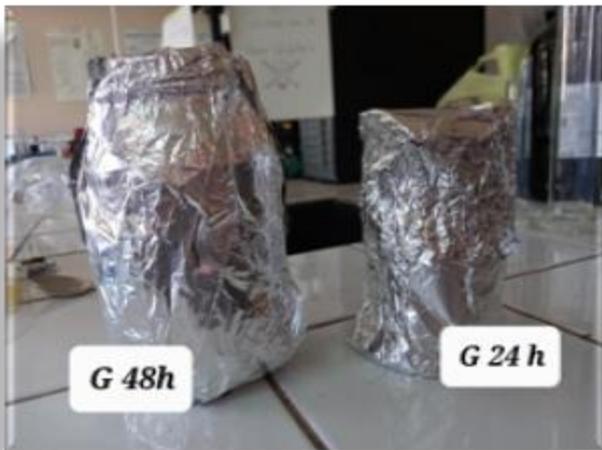
- ✧ La macération par l'acétone est l'une des meilleures techniques d'extraction des tanins (Mahmoudi et al., 2013 ; Makkar et Becker, 1993).

- ✧ Le méthanol est considéré comme l'un des meilleurs solvants pour l'extraction des composés phénoliques en raison de sa polarité et de sa bonne solubilité pour ces composés (**Mohsen et Ammar, 2009**).
- ✧ La présence d'eau dans le solvant favorise un rendement d'extraction plus élevé (**Chaouche, 2014**).

Nous avons préparé deux extraits, selon les protocoles d'extraction suivant :

**Tableau 12** : Les protocoles de la macération des écorces d'*A. malaccensis*.

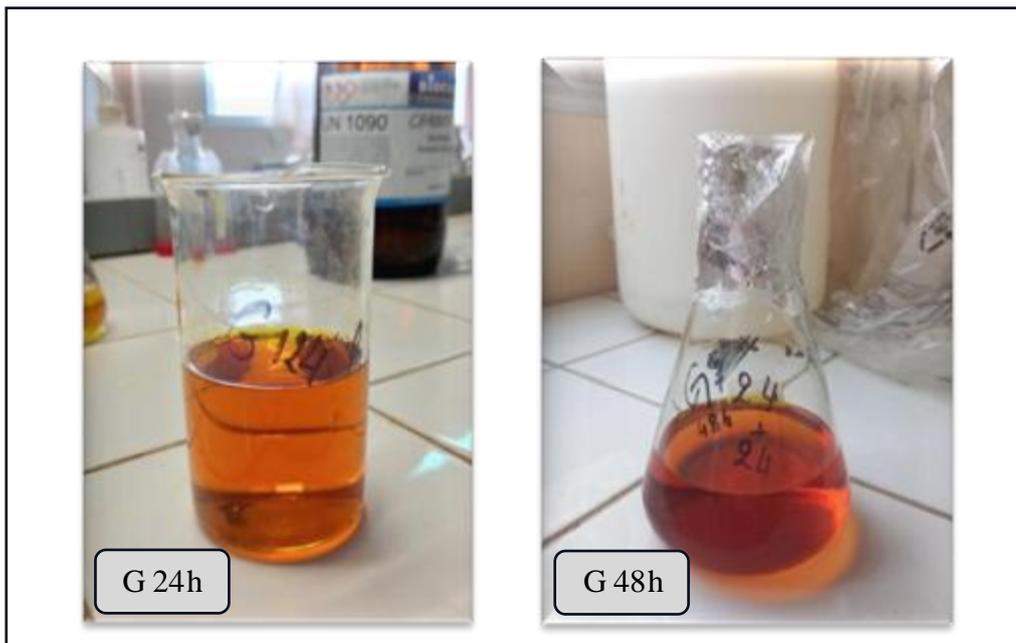
<b>Extrait (1)</b> <b>Macération pendant 24h</b>	<b>Extrait (2)</b> <b>Macération pendant 48h</b>
<p><b>1-</b> Peser 20 g de la matière végétale.</p> <p><b>2-</b> Mettre 20 g de matière végétale dans un mélange de solvants méthanol/ acétone/ eau (70/20/10) d'un volume total de 200 ml (<b>Photo 04</b>).</p> <p><b>3-</b> Agiter de temps en temps.</p> <p><b>4-</b> Laisser macérer pendant 24h au réfrigérateur, ensuite filtrer à l'aide d'un papier filtre.</p> <p><b>5-</b> Récupérer le filtrat dans un flacon. Cet extrait sera désigné par la suite sous le nom G 24h (<b>Photo 05</b>).</p>	<p><b>1-</b> Peser 20 g de la matière végétale.</p> <p><b>2-</b> Mettre 20 g de matière végétale dans un mélange de solvants méthanol/ acétone/ eau (70/20/10) d'un volume total de 200 ml.</p> <p><b>3-</b> Agiter de temps en temps.</p> <p><b>4-</b> Laisser macérer pendant 24h au réfrigérateur, ensuite filtrer à l'aide d'un papier filtre.</p> <p><b>5-</b> Récupérer le filtrat (1) dans un flacon.</p> <p><b>6-</b> Conserver les résidus de matière végétale et les ajouter à nouveau à 200ml d'un mélange de solvants (méthanol/acétone/eau) dans les mêmes proportions (70/20/10) pour obtenir un deuxième extrait (<b>Photo 04</b>).</p> <p><b>7-</b> Laisser macérer pendant 24h au réfrigérateur, ensuite filtrer à l'aide d'un papier filtre.</p> <p><b>8-</b> Récupérer le filtrat (2).</p> <p><b>9-</b> Mélanger les deux filtrats (1) et (2) dans un flacon. Cet extrait sera désigné par la suite sous le nom G48h (<b>Photo 05</b>).</p>



Macération



**Photo 04 :** Les deux extraits au début et à la fin de la macération (photos prises par nous-mêmes).



**Photo 05 :** Les deux extraits après la filtration (photos prises par nous-mêmes).

### 3)3 Protocole d'évaporation :

Pour éliminer le solvant, les deux extraits G24h et G48h ont été soumis à un processus d'évaporation au moyen d'un évaporateur rotatif, couramment appelé rotavaporopérant sous vide.

Le protocole d'évaporation est le suivant (**Photo 06 et 07**) :

- ✧ Peser le ballon d'évaporation vide pour l'utiliser dans le calcul du rendement d'extraction.
- ✧ Placer la solution dans le ballon d'évaporation.
- ✧ Procéder à l'évaporation jusqu'à disparition complète du solvant (température 45°C).
- ✧ Retirer le ballon du rotavapor et attendre qu'il refroidisse.
- ✧ Peser le ballon afin de calculer le rendement d'extraction.
- ✧ Récupérer les extraits secs G 24h et G 48h par solubilisation dans le diméthylsulfoxyde (DMSO).



**Photo 06** : L'évaporateur rotatif utilisé dans l'étape d'évaporation (photo prise par nous-mêmes).



La solubilisation



**Photo 07** : La solubilisation de l'extrait sec par le DMSO (photos prises par nous-mêmes).

### 3)4 Calcul des rendements :

Le poids de l'extrait sec  $P_1$  est déterminé par la différence entre le poids du ballon plein (après évaporation) et le poids du ballon vide (avant évaporation). Le rendement d'extraction en pourcentage (%) est défini comme étant le rapport entre le poids de l'extrait sec et le poids de la plante sèche en poudre. Il est calculé par l'équation suivante :

$$R\% = (P_1 / P_0) \times 100$$

- $R\%$  : Rendement exprimé en %.
- $P_1$  : Le poids de l'extrait sec en gramme.
- $P_0$  : Le poids de la plante sèche (poudre) en gramme.

### 4) Etude phytochimique :

#### 4)1 Tests phytochimiques :

Les tests phytochimiques consistent à rechercher les différentes familles des métabolites secondaires existants dans les écorces de tronc d'*Aquilaria malaccensis* (Harborne, 1998 ; Bruneton, 1999). Il s'agit des :

- **Alcaloïdes** : Dans trois tubes à essai, introduire 0,5 ml de l'extrait. Acidifier le milieu par quelques gouttes de HCL à 1%, puis ajouter 0,5 du réactif de Mayer dans le premier tube de 0,5 ml de réactif de Wagner dans le deuxième tube. La formation d'un précipité blanc ou brun, respectivement révèle la présence des alcaloïdes. Le troisième tube est un témoin.
- **Flavonoïdes** : Dans un tube à essai, introduire 1 ml d'extrait à tester, 1 ml d'HCL concentré et quelques copeaux de magnésium sont ajoutés. La présence des flavonoïdes est confirmée par l'apparition de la couleur rouge ou orange.
- **Tanins** : Dans un tube à essai, introduire 1 ml de l'extrait à tester et ajouter 0,25 ml d'une solution aqueuse de  $FeCl_3$  à 1%. Incuber pendant 15 min à une température ambiante. La présence des tanins est indiquée par une coloration verdâtre ou bleu-noirâtre.

- **Terpénoïdes (Test de Slakowski) :** 1 ml de l'extrait est ajouté à 0,4 ml de chloroforme et 0,6 ml d'acide sulfurique concentré. La formation d'un anneau marron-rouge à l'interface indique la présence des terpénoïdes.
- **Saponosides :** 10 ml de l'extrait est agité pendant 15 secondes puis laissé au repos pendant 15 min. Une hauteur de mousse persistante, supérieure à 1 cm indique la présence des saponosides.
- **Glycosides cardiaques :** 1 ml d'acide acétique a été ajouté à 3 ml d'extrait. L'acide H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> a été introduit au fond du tube. Un anneau brun rougeâtre ou brun violet à l'interface des deux liquides indique la présence de glycosides cardiaques.

#### 4)2 Chromatographie sur couche mince (CCM) :

La chromatographie sur couche mince est une méthode physique de séparation de mélanges en leurs constituants. Elle est basée sur les différences d'affinité des substances à l'égard de deux phases, l'une stationnaire solide fixée sur une plaque, et l'autre mobile liquide, nommée éluant (un solvant ou un mélange de solvants). Une petite quantité du mélange à séparer est déposée sur la phase fixe qui est mis après au contact de la phase mobile. Celle-ci migre de bas en haut, par capillarité, le long de la phase fixe en entraînant les constituants du mélange (**Zahir et al., 2018**).

Pour la mise en œuvre de la CCM, nous avons utilisé des plaques de gel de silice à dos d'aluminium de 10 mm x 10 mm. Les plaques ont été repérées de 10 mm au-dessus du bas de la plaque (ligne de dépôt) et développée à pas plus de 10 mm du haut (le front).

Le développement a été réalisé dans une cuve chromatographique qui est un récipient en verre fermé par un couvercle maintenu étanche. La plaque est déposée verticalement dans un volume minimal du système de solvant (**Photo 08**) (**Fair et Kormos, 2008**).

Le système de solvants choisi combine les deux systèmes de **Males et al. (2001)** et **Snyder (1978)** avec quelques modifications : Méthanol/Dichlorométhane/Acétate d'éthyle/Acide formique/ Eau distillée (3/6.5/5/1/2 ; v/v/v/v/v).

Pour une bonne élution, la cuve contenant le solvant d'élution doit être saturée. Les échantillons sont déposés sous forme de points sur l'adsorbant, à partir de tubes capillaires enflammés et tirés permettant une meilleure précision des taches et l'élimination de l'élargissement des taches pendant l'application de l'échantillon.



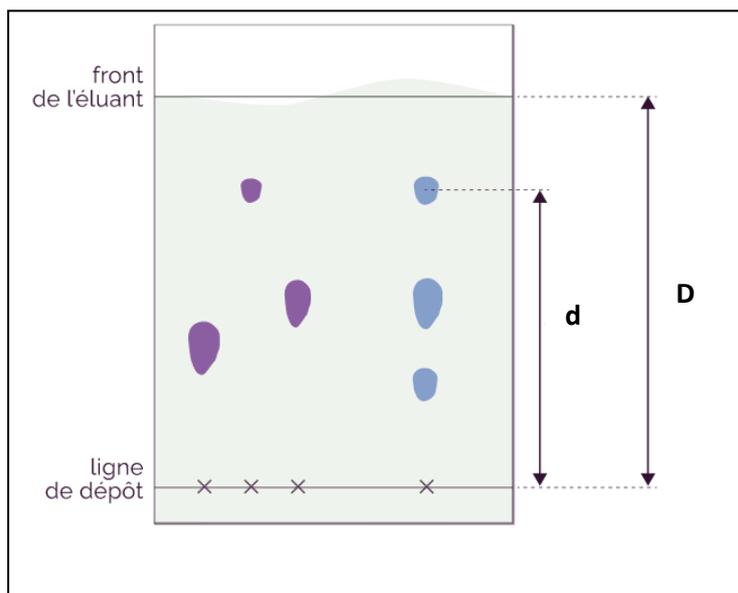
**Photo 08** : Développement des plaques de CCM dans la cuve chromatographique  
(photo prise par nous-mêmes).

Une fois le développement du chromatogramme effectué, la plaque est séchée à température ambiante puis examinée à l'œil nu puis à l'UV (longueurs d'ondes  $\lambda = 254$  nm et 365 nm). La détection s'est également faite à l'aide d'un révélateur chimique caractéristique d'une classe de composés phénoliques. Il s'agit de :  $\text{FeCl}_3$  à 1% (v/v) pour les tanins (Merck E., 1980).

On détermine alors, pour chaque constituant, le rapport frontal ( $R_f$ ) (**Figure 13**) :

$$R_f = d / D$$

- $d$  : Distance entre l'origine (le dépôt) et la tâche du produit.
- $D$  : Distance entre l'origine (le dépôt) et le front du solvant



**Figure 13 :** La détermination de rapport frontal.

#### **4)3 Quantification de quelques classes phénoliques dans les extraits:**

##### **4)3.1 Polyphénols totaux :**

Le réactif utilisé, le « Folin-Ciocalteu », est un mélange de complexes d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $H_3PMo_{12}O_{40}$ ) de couleur jaune. Le principe de la méthode est basé sur l'oxydation des composés phénoliques par ce réactif. Cette oxydation entraîne la formation d'un nouveau complexe molybdène-tungstène de couleur bleu qui absorbe à 750 nm. Ce dosage est effectué par la comparaison de la DO observée à celle obtenue par un étalon d'acide gallique de concentration connue (Boizot et al., 2006).

Le dosage des polyphénols est réalisé selon la méthode décrite par (Vermeerris et Nicholson, 2006) :

Une prise de 100  $\mu$ l de l'extrait est mélangée avec 2 ml d'une solution de carbonate de sodium à 2% fraîchement préparée, le tout est agité par un vortex. Après 5 min, 100  $\mu$ l du réactif de Folin-Ciocalteu (1N) sont ajoutés au mélange, le tout est laissé pendant 30 min à la température ambiante et la lecture est effectuée contre un blanc à l'aide d'un spectrophotomètre à 750 nm.

Une gamme étalon à base de l'acide gallique est également préparée à des concentrations allant de 0 à 500  $\mu$ g/ml. Les teneurs en polyphénols totaux des extraits sont

calculées en  $\mu\text{g/ml}$  à partir de l'équation de la régression linéaire. Elles sont ensuite exprimées en microgrammes par milligramme d'extrait sec ( $\mu\text{g/mg E}$ ) et en milligramme équivalent acide gallique par gramme de la matière végétale sèche ( $\text{mg EAG/g MS}$ ).

#### **4)3.2 Flavonoïdes totaux :**

Le principe de la méthode est basé sur l'oxydation des flavonoïdes par deux réactifs incolores, le nitrite de sodium ( $\text{NaNO}_2$ ) et le chlorure d'aluminium ( $\text{AlCl}_3$ ). Elle entraîne la formation d'un complexe brunâtre qui absorbe à 510 nm. La comparaison de la D.O observée à celle obtenue par un étalon de catéchine de concentration connue permet d'évaluer la teneur totale en flavonoïdes.

La quantification des flavonoïdes est faite selon une méthode colorimétrique décrite par **(Dewanto et al., 2002)**.

Une prise de 250  $\mu\text{l}$  d'extrait diluée est additionnée de 75  $\mu\text{l}$  d'une solution de  $\text{NaNO}_2$  à 5%. Après 6 min d'incubation à température ambiante, 150  $\mu\text{l}$  d'une solution fraîchement préparée de chlorure d'aluminium ( $\text{AlCl}_3$ , 10%) sont ajoutés au mélange. Après 5 min de repos à température ambiante, 500  $\mu\text{l}$  de soude ( $\text{NaOH}$ , 1M) sont apportés au mélange, et le volume final est porté à 2.5 ml avec de l'eau distillée. L'absorbance de cette préparation est mesurée contre un blanc à 510 nm. Une gamme étalon à base de catéchine est également préparée à des concentrations allant de 0 à 500  $\mu\text{g/ml}$ . Les teneurs en flavonoïdes des extraits sont calculées en  $\mu\text{g/ml}$  à partir de l'équation de la régression linéaire. Elles sont ensuite exprimées en microgrammes par milligramme d'extrait sec ( $\mu\text{g/mg E}$ ) et en milligramme équivalent catéchine par gramme de la matière sèche ( $\text{mg EC/g MS}$ ).

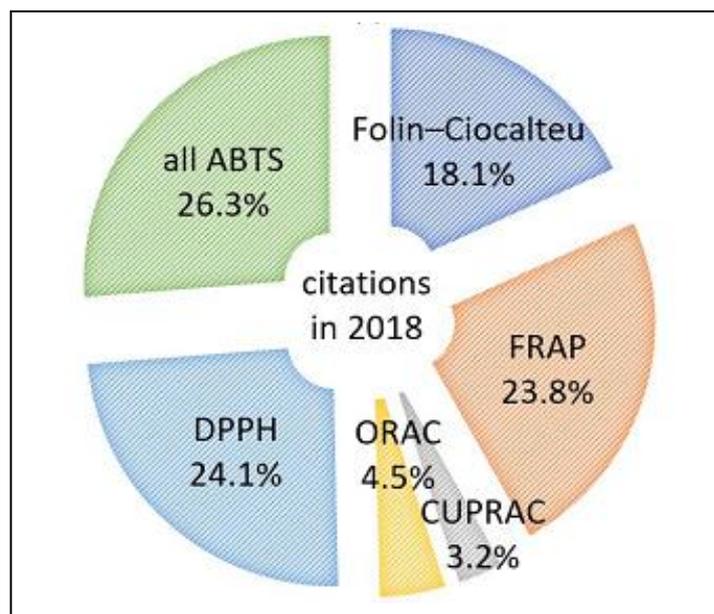
#### **4)3.3 Tanins condensés :**

En présence d'acide chlorhydrique, les tanins condensés se dépolymérisent et, par réaction avec la vanilline, se transforment en anthocyanidols de couleur rouge, mesurables par spectrophotométrie à 500 nm.

Une prise de 50  $\mu\text{l}$  d'extrait est ajoutée à 3 ml de vanilline à 4% et 1,5ml de HCL concentré. Après homogénéisation, le mélange est mis en incubation à température ambiante pendant 15 mn. L'absorbance est mesurée contre un blanc à 500 nm **(Sun et al., 1998)**. Les teneurs en tanins condensés, déterminées en se référant à une gamme étalon de catéchine (0 à 500  $\mu\text{g/ml}$ ), sont calculées en  $\mu\text{g/ml}$  à partir de l'équation de la régression linéaire. Elles sont ensuite exprimées en microgrammes par milligramme d'extrait sec ( $\mu\text{g/mg E}$ ) et en milligramme équivalent catéchine par gramme de la matière sèche ( $\text{mg EC/ gMS}$ ).

## 5) Estimation de l'activité antioxydante, *in vitro* :

Dans ce travail, nous avons choisi les deux tests DPPH et ABTS pour l'évaluation de l'activité antioxydante des écorces de tronc d'*A. malaccensis* car ils sont faciles à appliquer et fournissent des données rapides et reproductibles. En conséquence, ces méthodes sont très répandues (**Figure 14**) et les chercheurs ont ainsi la possibilité de comparer leurs propres résultats avec d'autres, pour le même test (**Igor et al., 2020**).

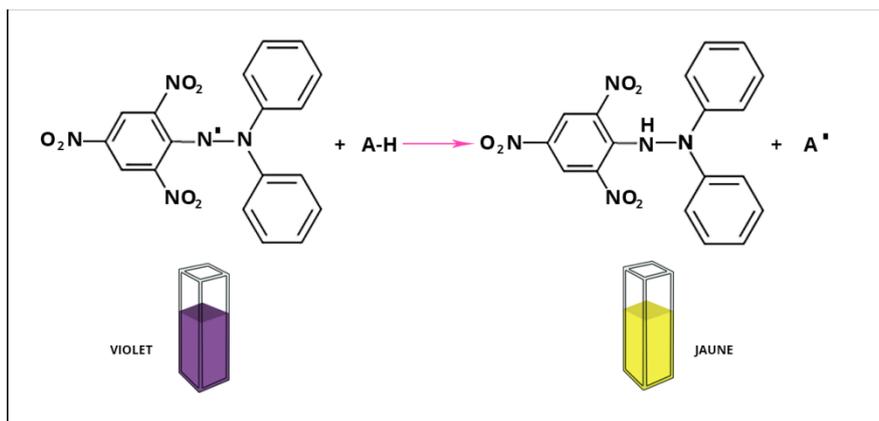


**Figure 14** : Fréquences d'utilisation des méthodes d'évaluation de l'activité antioxydante (**Igor et al., 2020**).

### 5)1 Piégeage du radical DPPH :

Le 2,2-diphényl-1-picrylhydrazil (DPPH) est généralement le substrat le plus utilisé pour l'évaluation rapide et directe de l'activité antioxydante en raison de sa stabilité en forme radicale libre et la simplicité de l'analyse. Il absorbe dans le visible à la longueur d'onde de 515 à 520 nm (**Gouveia et Castilho, 2012**).

Ce test est basé sur la mesure de la capacité des composés antioxydants à piéger le radical libre DPPH. Ce dernier est un radical de couleur violette, en présence d'un composé antioxydant donneur d'atomes d'hydrogène, il perd sa couleur violette et il devient jaune (forme réduite, 2,2 diphényl-1-picrylhydrazine) (**Figure 15**) (**Brand-William et al., 1995**).



**Figure 15 :** Piégeage du radical DPPH avec l'antioxydant (AH).

Le protocole expérimental suivi est celui de **Atoui et al (2005)** :

À différentes concentrations, 50 µl de chaque extrait, sont ajoutés à 1950 µl d'une solution méthanolique de DPPH à  $6.34 \times 10^{-5}$  M (0.0025 g dans 100 ml méthanol). Pour chaque concentration un blanc est préparé. En ce qui concerne le contrôle négatif, ce dernier est préparé, en parallèle, en mélangeant 50 µl du méthanol avec 1950 µl d'une solution méthanolique de DPPH à la même concentration utilisée. Après incubation à l'obscurité pendant 30 min et à la température ambiante, la réduction du DPPH s'accompagne par le passage de la couleur violette à la couleur jaune de la solution. La lecture des absorbances est effectuée à 515 nm à l'aide d'un spectrophotomètre. Les témoins positifs utilisés sont le butylhydroxytoluène (BHT) et l'hydroxyanisole butylé (BHA).

Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition, calculés suite à la diminution de l'intensité de la coloration du mélange, selon la formule :

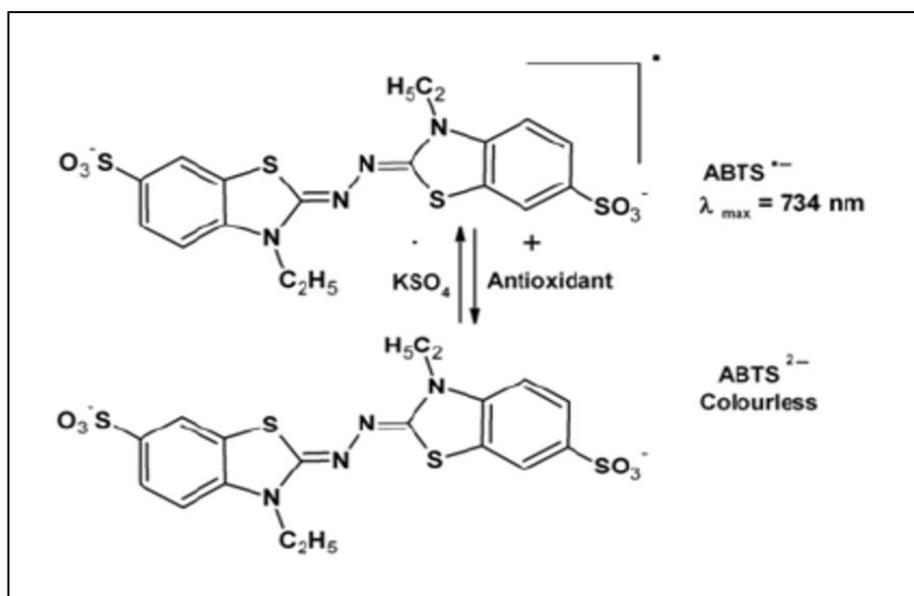
$$PI = (DO \text{ contrôle} - DO \text{ extrait} / DO \text{ contrôle}) \times 100$$

- **PI** : pourcentage d'inhibition.
- **DO témoin** : absorbance du contrôle négatif.
- **DO extrait** : absorbance de l'extrait.

L'étude de la variation de l'activité antiradicalaire en fonction de la concentration des extraits permet de déterminer la concentration qui correspond à 50% d'inhibition ( $CI_{50}$ ). Une valeur de  $CI_{50}$  faible correspond à une grande efficacité de l'extrait.

### 5)1 Piégeage du radical ABTS :

Le radical ABTS<sup>•+</sup> (2,2'-azino-bis (3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid)), de couleur bleu-vert, est produit par réaction entre l'ABTS et une solution à 4.9 mM de persulfate de potassium. Ce mélange est agité pendant 16 h à l'obscurité puis dilué par l'éthanol jusqu'à obtenir une absorbance à 734 nm de  $0.700 \pm 0.02$ . Le principe de ce test est basé sur la diminution de l'absorbance à 734 nm du cation radicalaire ABTS<sup>•+</sup> en présence d'un composé potentiellement anti-radicalaire qui réduit ce radical cation ce qui entraîne une décoloration de la solution (**Figure 28**) (N'Negue et al., 2022).



**Figure 16** : Formation du radical cation ABTS à partir de l'ABTS  
(Venkatachalam et al., 2012).

Le protocole expérimental suivi est celui de **Re et al (1999)** :

Une prise (900 $\mu$ l) de cette solution d'ABTS est ensuite mélangée avec 100  $\mu$ l d'extrait à différentes concentrations. Après 6 min d'incubation à température ambiante, l'absorbance du mélange est mesurée à 734 nm contre un blanc.

Les résultats permettent de calculer et d'exprimer cette activité antiradicalaire en pourcentage d'inhibition et en CI<sub>50</sub> comme décrit précédemment pour le DPPH. Les valeurs de CI<sub>50</sub> sont comparées avec celles des standards de référence : le BHT et le TROLOX (acide 6-hydroxy-2,5,7,8-tetraméthyl-chroman-2-carboxylique).

## 6) Estimation de l'activité photoprotectrice par le calcul du SPF :

Cette technique a pour but de tester l'éventuelle protection solaire (SPF) d'*A. malaccensis* via une approche spectrophotométrique.

Le SPF a été calculé selon la méthodologie décrite par **Mansur et al., (1986)**. Les absorbances des échantillons ont été mesurées à différentes concentrations (0.05 et 0.1 mg/ml d'éthanol) à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis (entre 290 et 320 nm), avec un intervalle de 5 nm. Afin de calculer la valeur de SPF, Mansur et al ont proposé l'équation suivante :

$$\text{SPF} = \text{CF} \cdot \sum_{290}^{320} \text{EE}(\lambda) \cdot \text{I}(\lambda) \cdot \text{Abs}(\lambda)$$

- *CF* : Facteur de correction (= 10).
- *EE* : Spectre d'efficacité érythémique.
- *I* : Spectre d'intensité du simulateur solaire.
- *Abs* : Valeur d'absorbance spectrophotométrique de l'échantillon

EE x I sont des valeurs constantes (**Tableau 13**) préalablement déterminées par **Sayre et al., (1979)**.

**Tableau 13** : Relation entre l'effet érythémogène et l'intensité du rayonnement à chaque longueur d'onde.

$\lambda$ (nm)	290	295	300	305	310	315	320	Total
$\text{EE}(\lambda) \times \text{I}(\lambda)$	0.0150	0.0817	0.2874	0.3278	0.1864	0.0839	0.0180	1

## 7) Analyses statistiques :

Les teneurs en composés phénoliques ont été calculées à partir des équations linéaires des courbes d'étalonnage tracées sur EXCEL (2016). Les valeurs des concentrations  $\text{CI}_{50}$  (Piégeage des radicaux DPPH et ABTS) ont été calculées à partir des équations logarithmiques et linéaires des courbes tracées sur EXCEL (2016).

Les valeurs indiquées dans les tableaux sont des moyennes  $\pm$  écarts-types des trois mesures parallèles en utilisant EXCEL (2016).

# **Chapitre 2**

## **Résultats et discussion**

### 1) Rendements en extraits :

Les différentes étapes d'extraction de l'écorce du tronc d'*Aquilaria malaccensis* par macération dans un mélange de solvants (méthanol/acétone/eau) ont conduit à l'obtention de deux extraits : celui de 24h (G 24h) et celui de 48h (G 48h). L'abréviation "G" provient du nom vernaculaire algérien "GHRISS".

Les rendements, aspects et couleurs obtenus de chaque extrait sont représentés dans le tableau suivant :

**Tableau 14** : Rendements, aspects et couleurs des extraits.

Extraits	Durée de macération	Renouvellement du solvant	Couleurs	Aspects	Récupération dans le DMSO	Rendements (%)
<b>G 24h</b>	24 heures	Non	Jaune orangé	Légèrement huileux et difficile à gratter	Directement	<b>3,45</b>
<b>G 48h</b>	48 heures	Oui, à mi-temps	Jaune orangé foncé			<b>15</b>

D'après les résultats obtenus (**Tableau 14**), on observe que le rendement de l'extrait macéré pendant 48h, en renouvelant le mélange de solvants, est environ cinq fois supérieur à celui de l'extrait macéré pendant 24h. Cela démontre que le renouvellement des solvants d'extraction qui peuvent être saturés après un certain temps et la durée d'extraction ont un effet sur la dissolution des composés présents dans le solvant.

Dans le même laboratoire, un travail de master est mené en parallèle par deux étudiantes en toxicologie sur la même matière végétale. L'extraction a été effectuée par une décoction à chaud dans l'eau pendant 20min, suivi d'une macération à froid pendant 24h dans le même solvant. Ce travail a révélé un rendement supérieur (6,70 %) par rapport à notre extrait de 24h (3,45 %). Cela démontre que la décoction est plus efficace que la macération pour extraire une plus grande quantité de composés, notamment parce que la chaleur augmente le rendement d'extraction pour une même durée. Cette conclusion est confirmée par plusieurs travaux antérieurs (**Bohui et al., 2018 ; Lehout et Laib, 2015**).

Une étude antérieure a démontré que les rendements en extrait d'écorce du tronc d'*A. malaccensis* macéré pendant 48h dans les mélanges de solvants suivants : acétone/ eau, méthanol/eau et éthanol/eau, chacun séparément, et ré-extrait avec un renouvellement des

solvants pendant 3h étaient plus élevés (21,86%, 23,46%, 18,93%, respectivement) (**Degachi et Gherbi, 2017**). Cela met en évidence l'effet de type des solvants et la durée d'extraction sur la dissolution des composés.

Dans cette même étude, la même partie de la plante utilisée a été macéré dans l'eau pendant la même période, et le rendement était inférieur (14,93 %) (**Degachi et Gherbi, 2017**) par rapport à notre extrait de 48h. Cette observation a déjà été apportée par plusieurs travaux précédents, démontrant que le mélange d'un solvant organique avec l'eau est mieux adapté pour obtenir des rendements plus élevés (**Chaouche, 2014 ; Kherraf, 2018**).

## 2) Etude phytochimiques :

### 2)1 Tests phytochimiques :

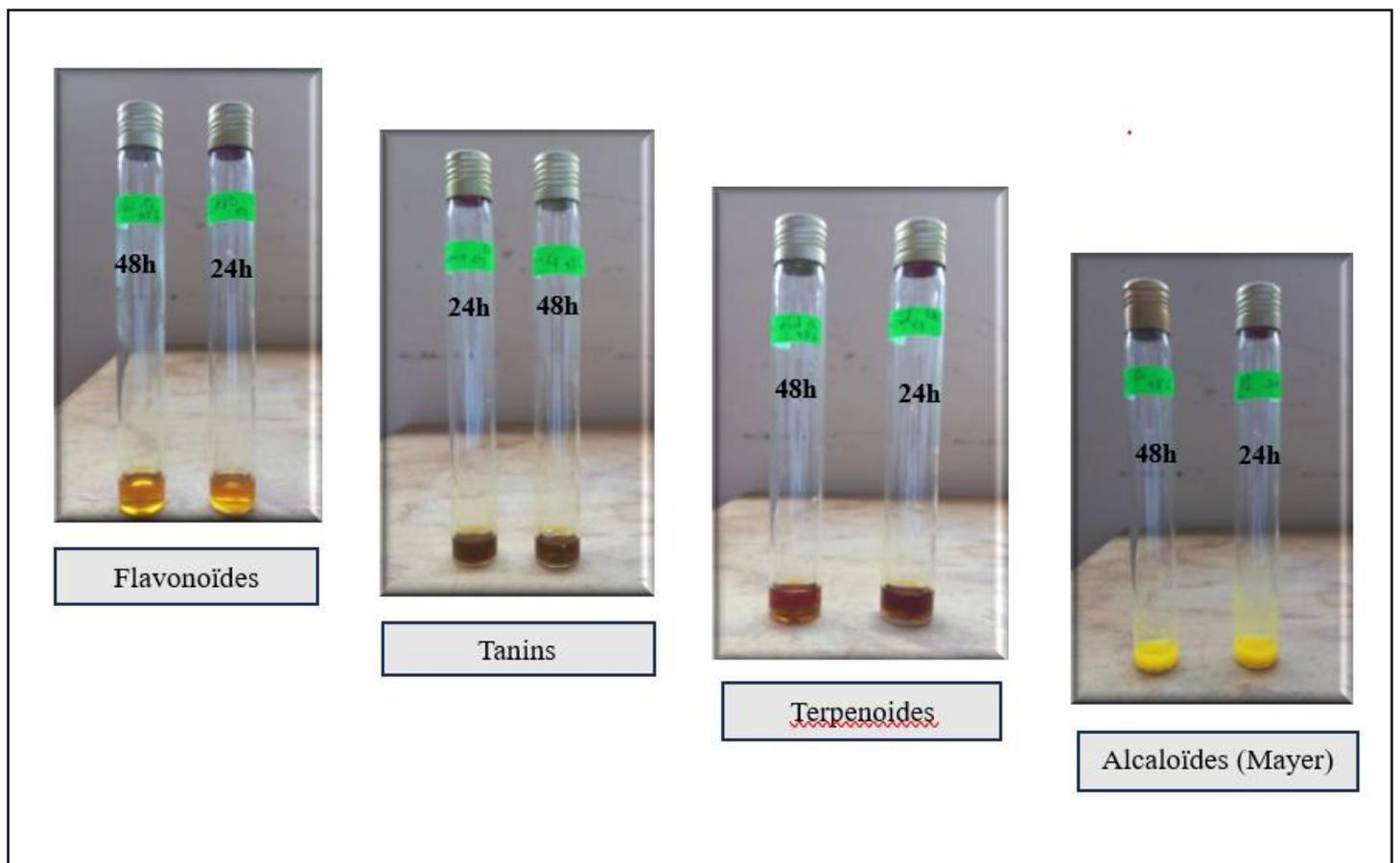
Une investigation chimique préliminaire a été entreprise et a permis de mettre en évidence certains principes bioactifs dans l'écorce du tronc d'*A. malaccensis*, à savoir : tanins, flavonoïdes, saponosides, glycosides cardiaques, terpénoïdes et alcaloïdes. Les résultats de coloration et de précipitation ont été les principales voies d'identification de ces substances. Les résultats obtenus sont représentés dans le **tableau 15**.

**Tableau 15** : Résultats des tests phytochimiques de la plante étudiée.

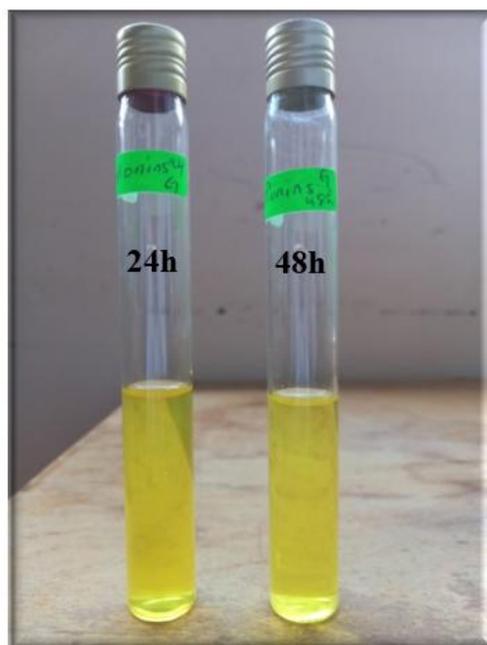
Métabolites	G 24h	Changement observé	G 48h	Changement observé
Alcaloïdes	+++ (Mayer)	Précipité blanc	+++ (Mayer)	Précipité blanc
	++ (Wagner)	Précipité brun	+++ (Wagner)	Précipité brun
Tanins	++	Vert foncé	++	Vert foncé
Flavonoïdes	+++	Orange	+++	Orange
Terpenoïdes	++	Anneau Brun	++	Anneau Brun
Saponines	-	/	-	/
Glycosides cardiotoniques	++	Anneau Rouge Marron	+++	Anneau Rouge Marron

*G 24h* : extrait obtenu par macération de 24h ; *G 48h* : extrait obtenu par macération de 48h avec renouvellement de solvants à mi-temps ; Réaction fortement positive : +++ ; Réaction moyennement positive : ++ ; Réaction faiblement positive : + ; Réaction négative : -

Les résultats présentés ci-dessus révèlent que cette espèce est abondante en flavonoïdes, alcaloïdes et glycosides cardiotoniques, tandis que les tanins et les terpénoïdes sont présents en quantités modérées (**Photo 09**). En revanche, il convient de souligner que la plante *A. malaccensis* présente une faible teneur en saponines (**Photo 10**).

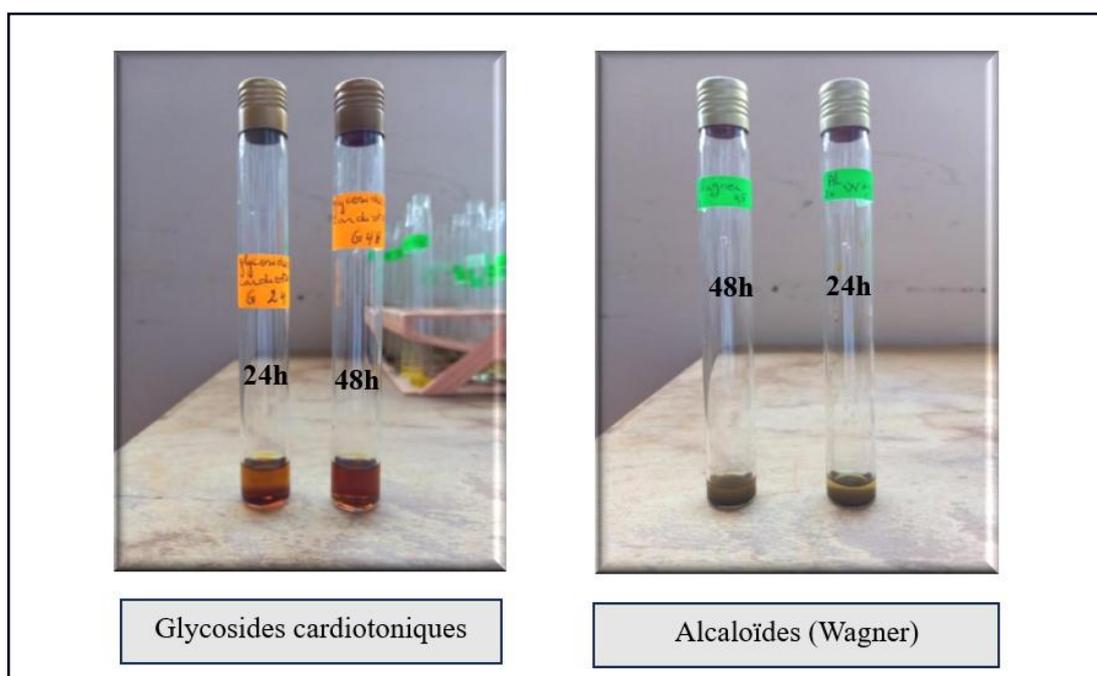


**Photo 09 :** Les substances détectées dans les deux extraits G24h et G48h, à intensités équivalentes.



**Photo 10 :** Image montrant l'absence de saponines dans les deux extraits G24h et G48h.

Il est à noter que l'apparence de certaines substances est significativement améliorée après le renouvellement des solvants entre le G 24h et G 48h tels que les alcaloïdes (test de Wagner) et les glycosides cardiotoniques (**Photo 11**).



**Photo 11 :** Amélioration des intensités d'Alcaloïdes (test de Wagner) et de glycosides cardiotoniques entre G 24h et G 48h.

Deux études différentes ont été menées sur la même plante. L'extraction a été réalisée par macération à l'eau dans la première étude (**Degachi et Gherbi, 2017**) et par décoction dans la seconde. Bien que les méthodes d'extraction ne soient pas similaires, les résultats obtenus ont montré des similitudes avec nos propres résultats, à l'exception des saponines, apparus absents dans nos extraits, et qui sont apparus en quantité significative dans les études précédentes, ce qui souligne l'impact des solvants sur les composés extraits.

## **2)2 Chromatographie sur couche mince :**

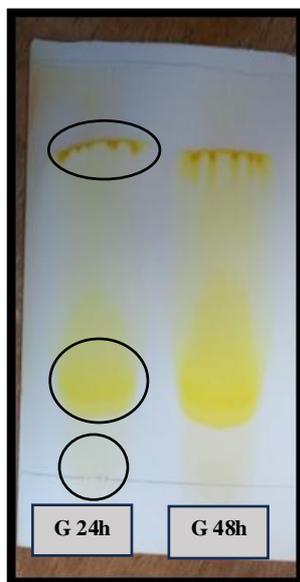
Pour une analyse qualitative du contenu de nos extraits on a eu recours à l'utilisation de la chromatographie sur couche mince (CCM). C'est une méthode préparative, simple à mettre en œuvre, utilisée pour la séparation et la purification des différents constituants d'un extrait végétal. La phase mobile utilisée est constituée de : Méthanol/ Dichlorométhane/ Acétated'éthyle/ Acide formique/ Eau distillée (3/6.5/5/1/2 ; v/v/v/v/v).

Après séchage des chromatogrammes, les spots ont été délimités à l'œil nu et sous la lampe UV à 254 et 365 nm dans une chambre noire. La détection s'est également faite à l'aide d'un révélateur chimique caractéristique de quelques classes de composés phénoliques ( $\text{FeCl}_3$  à 1% (v/v) pour les tanins). Pour les deux extraits des écorces du tronc d'*A. malaccensis* les valeurs des  $R_f$  et les couleurs sont mentionnées dans le **Tableau 16**.

**Tableau 16 :** Résultats de l'analyse qualitative des extraits d'*A. malaccensis* par CCM.

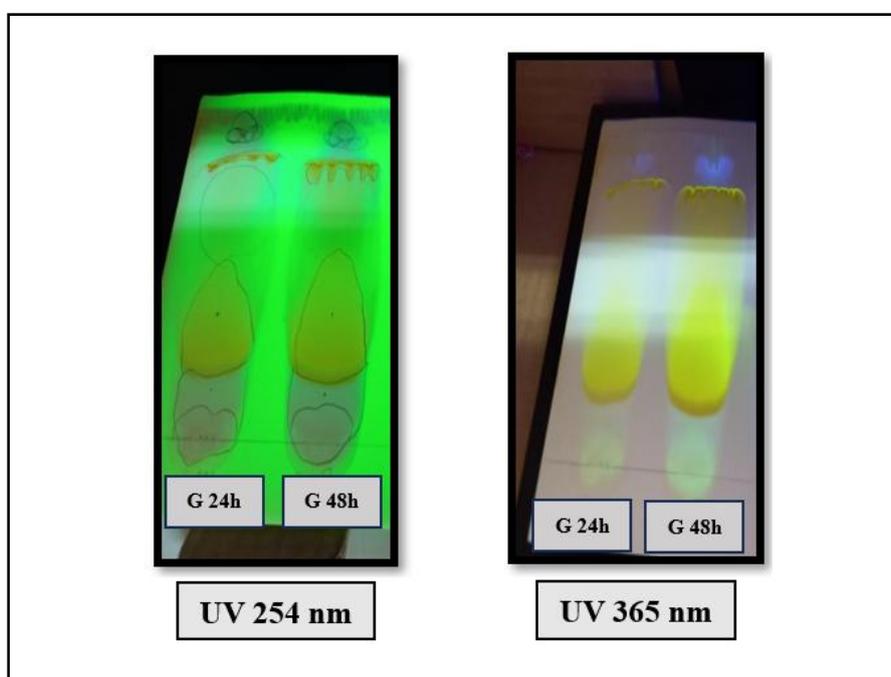
Extrait	Couleur VIS	Couleur UV 365	Couleur UV 254	FeC <sub>3</sub>	Rf
<b>G 24h</b>	Marron claire	Vert jaune	Violet	Gris	0
		Bleu clair	Bleu violet	Violet	0,10
	Jaune	Jaune	Orange		0,33
	Traînée jaune clair	Traînée marron	Vert		/
	–	Jaune	Marron		0,82
	Orange	Jaune fluorescent	Orange		0,85
	–	Violet	Violet		0,93
	–	Vert jaune	Marron		1
<b>G 48h</b>	Marron	Jaune vert	Violet	Gris	0
		Bleu clair	Bleu violet	Violet foncé	0,10
	Jaune	Jaune	Orange		0,33
	Traînée jaune clair	Traînée marron	Vert marron		/
	–	Jaune	Marron		0,81
	Orange	Jaune fluorescent	Orange		0,85
	–	Violet	Violet		0,92
	–	Vert jaune	Marron		1

On remarque à l'œil nu (**Photo 12**) l'apparition de 3 taches légèrement espacées avec une traînée jaune clair pour les deux extraits. L'apparition de nouvelles taches colorées, parfois fluorescentes sous la lampe UV, révèle la présence d'autres composés qui sont au nombre de quatre. Après l'addition du réactif FeCl<sub>3</sub>, la présence de tanins (**Lagnika, 2005**) a été détectée dans les deux plaques de G 24h et G 48h ce qui se manifeste par un changement de couleur des premières taches en gris (Rf = 0) et en violet (Rf = 1,14), observables à l'œil nu et sous les rayons UV à 365 nm.



**Photo 12** : Plaques CCM à l'œil nu.

La **photo 13** met en évidence la forte similarité entre les extraits G24h et G48h lorsqu'elles sont observées sous les rayons ultraviolets à 365 nm. De même, cette similarité persiste lorsque les plaques sont examinées sous les rayons ultraviolets à 254 nm. Cependant, il est important de noter que les couleurs des plaques changent notablement entre ces deux longueurs d'onde. Cela suggère que les composés extraits restent constants, indépendamment du temps d'extraction ou du renouvellement des solvants.

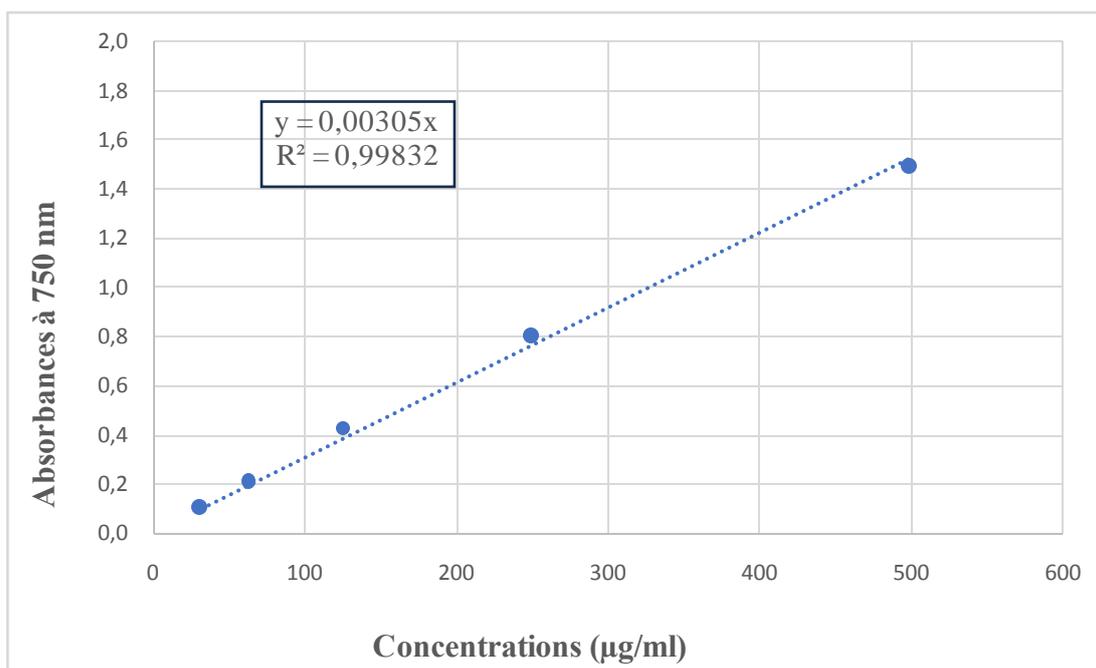


**Photo 13** : Plaques CCM sous les rayons UV à 365 et 254 nm.

## 2)3 Quantification de quelques classes phénoliques dans les extraits :

### 2)3.1 Polyphénols totaux :

Les concentrations en polyphénols totaux (PPT) ont été évaluées en utilisant la méthode de Folin-Ciocalteu, en se basant sur une courbe d'étalonnage tracée à partir de diverses concentrations de l'acide gallique (**Figure 17 ; Photo 14**). Les valeurs obtenues sont exprimées en microgrammes par milligrammes d'extrait sec ( $\mu\text{g}/\text{mg E}$ ) et en milligrammes équivalents d'acide gallique par gramme de la matière végétale sèche ( $\text{mg EAG}/\text{g MS}$ ).



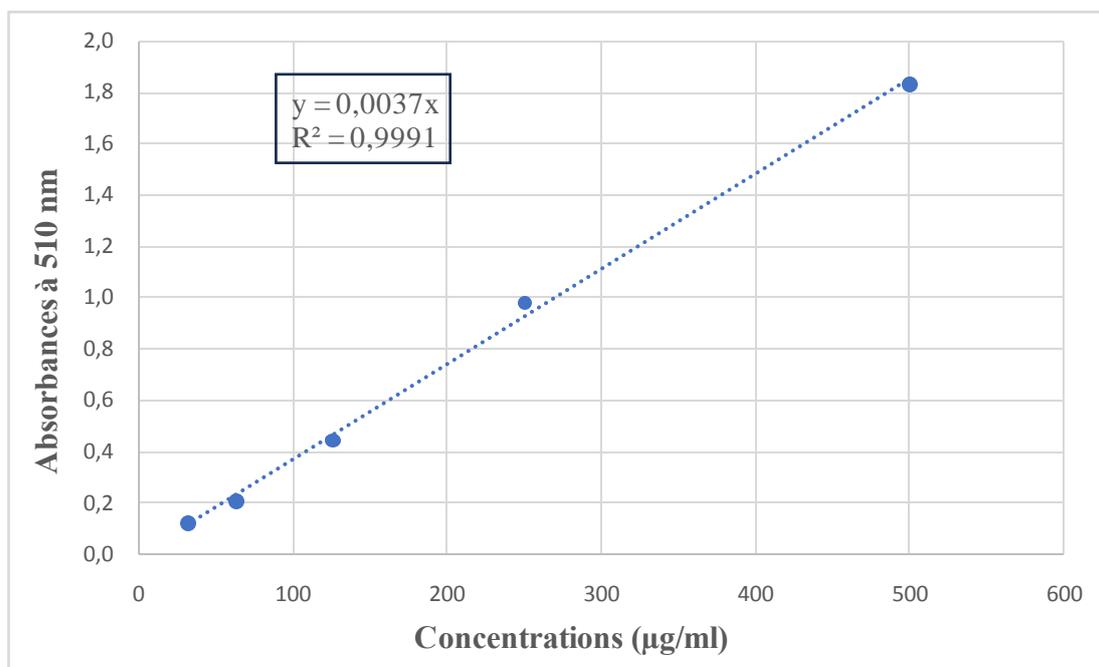
**Figure 17 :** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols totaux.



**Photo 14 :** Gamme étalonnage de l'acide gallique.

### 2)3.2 Flavonoïdes :

Le dosage des flavonoïdes a été effectué en employant la méthode du trichlorure d'aluminium, avec une courbe d'étalonnage établie à partir de la catéchine (**Figure 18**). Les résultats sont exprimés en microgrammes par milligrammes d'extrait sec ( $\mu\text{g}/\text{mg E}$ ) et en milligrammes équivalent de catéchine par gramme la matière végétale sèche ( $\text{mg EC}/\text{g MS}$ ).



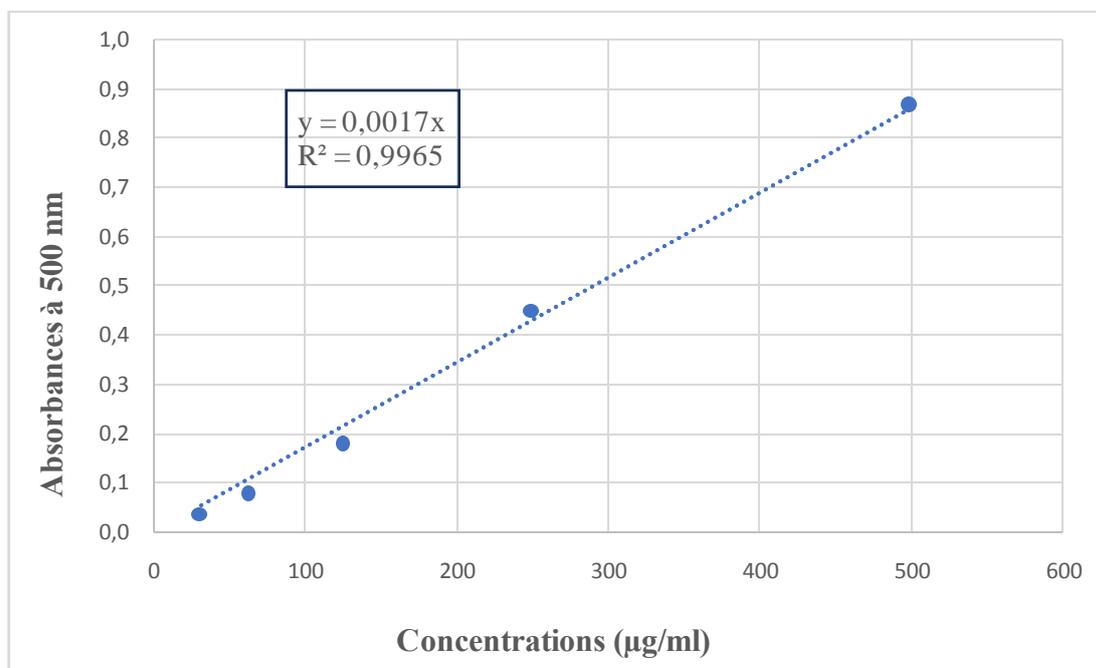
**Figure 18 :** Courbe d'étalonnage de la catéchine pour le dosage des flavonoïdes totaux.



**Photo 15 :** Gamme étalonnage de la catéchine pour le dosage des flavonoïdes totaux.

### 2)3.3 Tanins condensés :

Le dosage des tanins condensés a été effectué en appliquant la méthode de la vanilline, avec la catéchine comme référence standard (**Figure 19**). Les résultats sont exprimés en microgrammes par milligrammes d'extrait sec ( $\mu\text{g}/\text{mg}$  E) et en milligrammes équivalent de catéchine par gramme la matière végétale sèche ( $\text{mg EC}/\text{g MS}$ ).



**Figure 19** : Gamme étalonnage de la catéchine pour le dosage des tanins condensés.

Les teneurs en polyphénols totaux, en flavonoïdes et en tanins dans les deux extraits sont représentées dans le **tableau 17**.

Les résultats du dosage, exprimés en microgrammes par milligrammes d'extrait sec, sont très proches et concordent avec les tests phytochimiques, où les intensités étaient également similaires.

Cependant, une augmentation notable des teneurs exprimées en milligrammes équivalent par gramme la matière végétale sèche est observée dans l'extrait G 48h. Elles sont environ 4,8 fois plus élevées pour les composés phénoliques et les flavonoïdes, et environ 3,5 fois pour les tanins. Ce résultat montre que le renouvellement des solvants et la durée de macération affecte la quantité de composés phénoliques.

**Tableau 17 :** Teneurs en polyphénols totaux, en flavonoïdes et en tanins condensés (moyenne  $\pm$  écart type) dans les deux extraits de l'écorce du tronc d'*A. malaccensis*.

	Polyphénols totaux		Flavonoïdes		Tanins	
	$\mu\text{g}/\text{mg E}$	$\text{mg EAG}/\text{g MS}$	$\mu\text{g}/\text{mg E}$	$\text{mg EC}/\text{g MS}$	$\mu\text{g}/\text{mg E}$	$\text{mg EC}/\text{g MS}$
<b>G 24h</b>	51,38 $\pm$ 2,044	1,773 $\pm$ 0,071	26,99 $\pm$ 0,45	0,931 $\pm$ 0,015	4,36 $\pm$ 0,197	0,151 $\pm$ 0,007
<b>G 48h</b>	56,55 $\pm$ 1,817	8,482 $\pm$ 0,272	29,92 $\pm$ 0,32	4,489 $\pm$ 0,048	3,60 $\pm$ 0,245	0,540 $\pm$ 0,037

*G 24h* : extrait obtenu par macération de 24h ; *G 48h* : extrait obtenu par macération de 48h avec renouvellement des solvants à mi-temps.

**Degachi et Gherbi (2017)**, ont montré que les écorces du tronc d'*A. malaccensis* renferment une quantité importante des teneurs en composés phénoliques totaux ainsi que les teneurs en flavonoïdes, ce qui confirme la présence de ces composés dans cette plante.

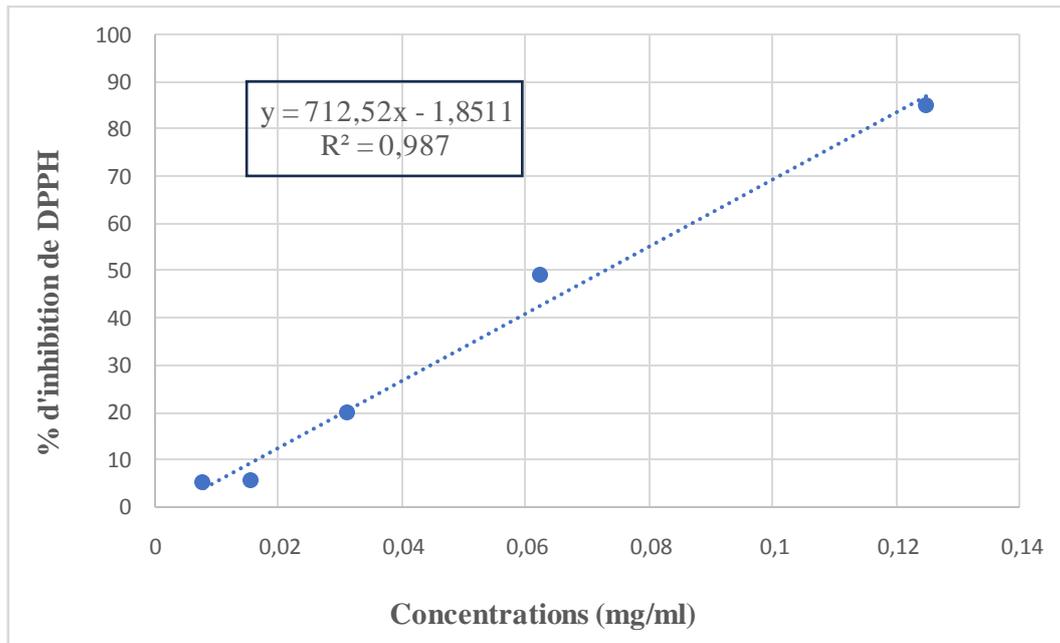
### 3) Estimation de l'activité antioxydante, *in vitro* :

Dans le présent travail, l'activité antioxydante des extraits de l'écorce du tronc d'*A. malaccensis*, est évaluée par deux méthodes différentes : piégeage du radical DPPH et piégeage du radical libre ABTS.

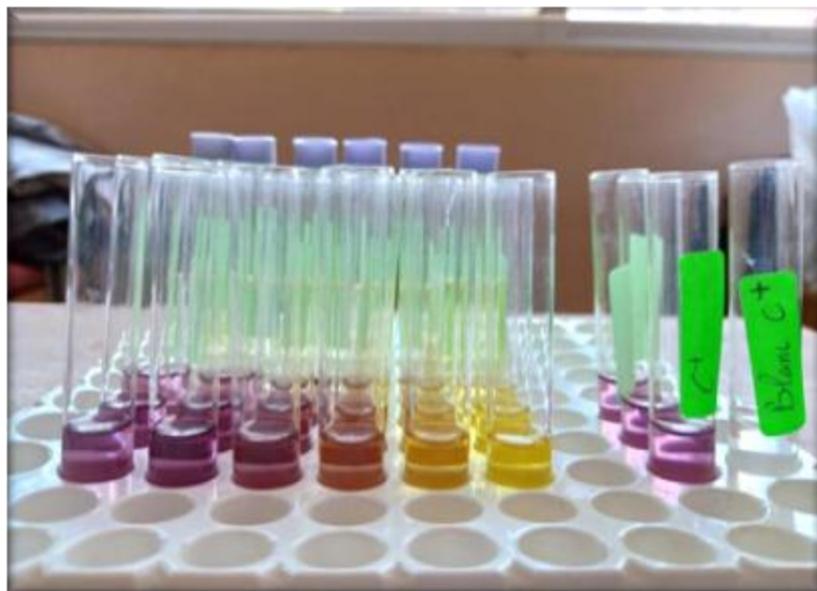
#### 3)1 Piégeage du radical libre DPPH :

Cette activité a été évaluée à l'aide d'un spectrophotomètre en suivant la réduction de ce radical, accompagnée par son passage de la couleur violette (mesurable à 517 nm) à la couleur jaune (**photos 16 et 17**). Les valeurs des absorbances obtenues à cette longueur d'onde ont permis de calculer les pourcentages d'inhibitions et de tracer des courbes : Pourcentage d'inhibition en fonction des différentes concentrations (mg/ml) (**figures 20 et 21**). Le BHA (**Figure 23**) et le BHT (**Figure 22, Photo 18**) ont été utilisés comme standards. Ces pourcentages augmentent de façon proportionnelle en fonction des concentrations des extraits.

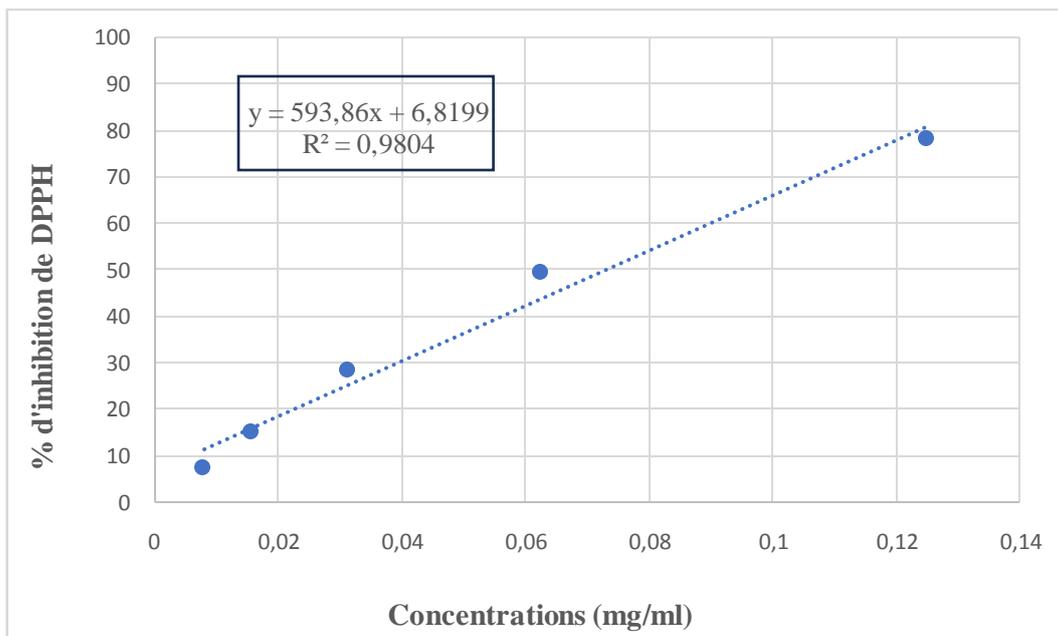
À partir de ces courbes, nous avons déterminé la valeur de  $CI_{50}$  de chaque extrait en mg/ml, celle-ci correspond à valeur de la concentration inhibitrice de 50% de ce radical (**Tableau 18**).



**Figure 20 :** Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de l'extrait de 24h.



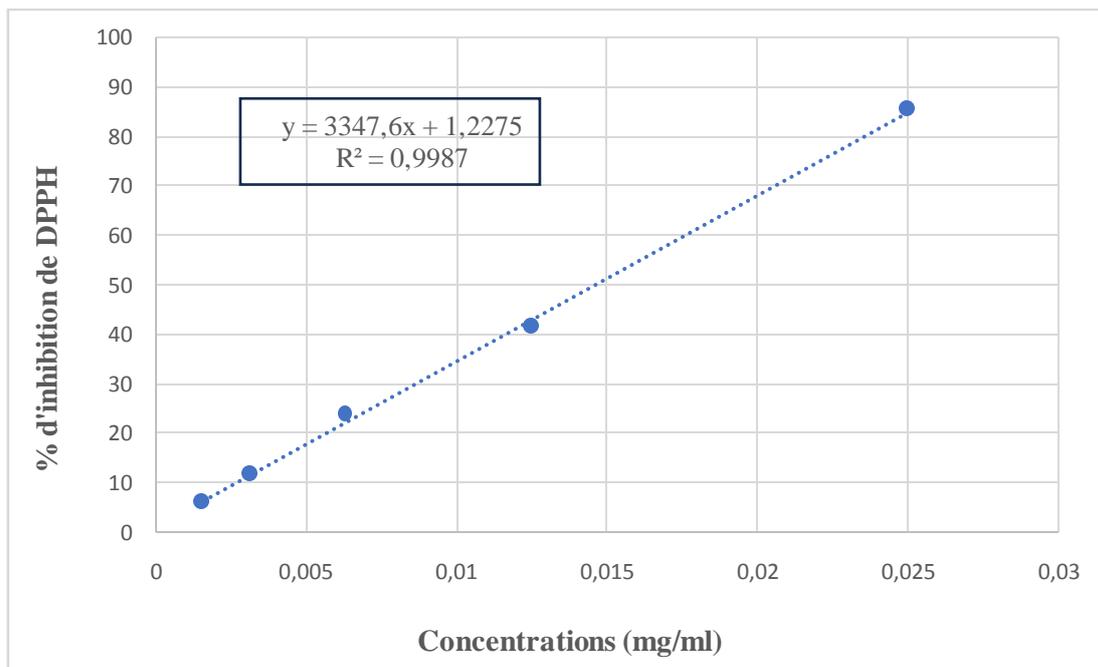
**Photo 16 :** Test DPPH de l'extrait G 24h.



**Figure 21 :** Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de l'extrait de 48h.



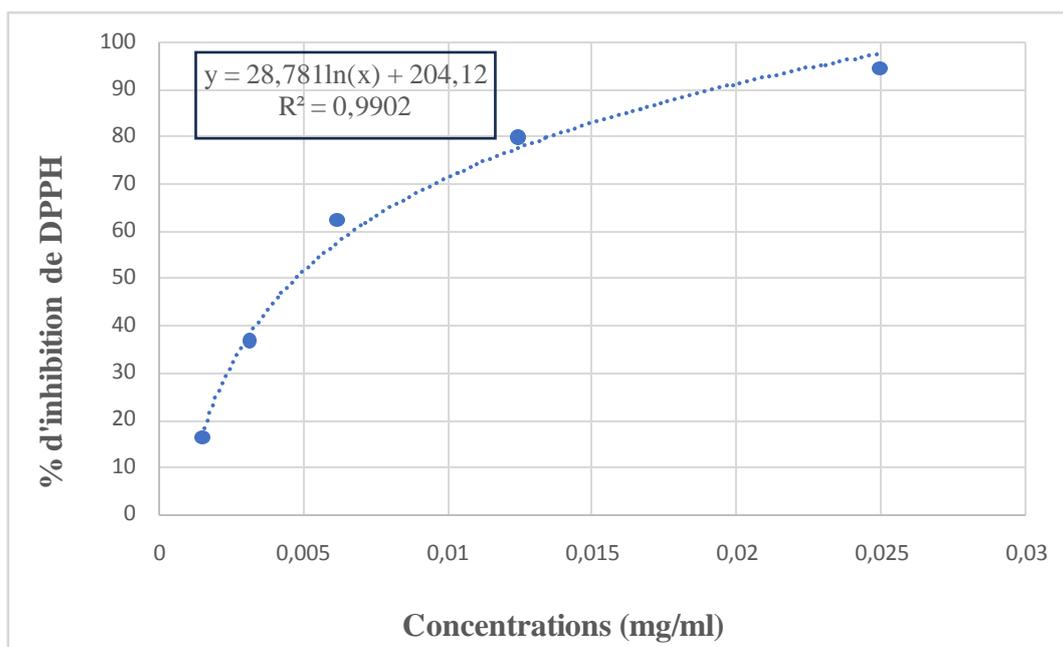
**Photo 17 :** Test DPPH de l'extrait G 48h.



**Figure 22 :** Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de BHT.



**Photo 18 :** Test DPPH pour BHT.



**Figure 23 :** Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH en fonction des concentrations de BHA.

Les résultats obtenus ont montré que les valeurs de  $CI_{50}$  pour les deux extraits G24h et G48h sont très similaires. Ainsi, ces extraits présentent une activité antiradicalaire vis-à-vis du DPPH comparable, bien que moins élevée que celles du BHT et du BHA.

**Tableau 18 :** Valeurs de  $CI_{50}$  des extraits d'écorce du tronc d'*A. malaccensis*, du BHT et du BHA (test DPPH).

	<b>G 24h</b>	<b>G 48h</b>	<b>BHT</b>	<b>BHA</b>
<b><math>CI_{50}</math> (mg/ml)</b>	0,067 ± 0,0017	0,072 ± 0,0012	0,014 ± 0,0010	0,0047 ± 0,0002

*G 24h* : extrait obtenu par macération de 24h ; *G 48h* : extrait obtenu par macération de 48h avec renouvellement des solvants à mi-temps.

Dans une étude antérieure (**Ridwanto et al., 2022**), l'extrait méthanolique des écorces d'*A. malaccensis* préparé par macération pendant 48h a montré une  $CI_{50}$  de 0,094 mg/ml, indiquant une activité antioxydante moins efficace comparée à nos résultats. Cela suggère que les conditions de préparation des extraits peuvent influencer cette activité antioxydante.

Une autre étude (**Huda et al., 2009**) a rapporté une  $CI_{50}$  de 0,0033 mg/ml pour un extrait méthanolique de feuilles d'*A. malaccensis* extraites par macération, démontrant une activité antioxydante beaucoup plus élevée que celle des écorces dans l'étude précédente

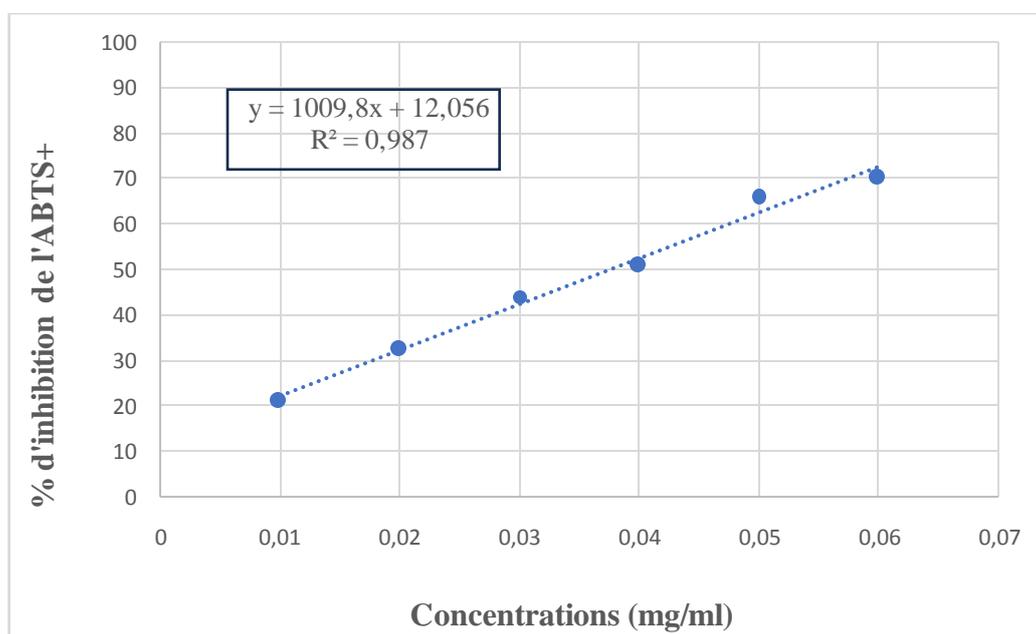
(Ridwanto et al., 2022) et dans la nôtre. Cela suggère que les feuilles pourraient avoir une activité antioxydante supérieure aux écorces de cette plante.

### 3)2 Piégeage du radical ABTS :

Ce test est basé sur la capacité des écorces du tronc d'*A. malaccensis* à stabiliser le radical cationique ABTS<sup>•+</sup> de coloration bleu-vert en le transformant en ABTS incolore (photos 19 et 20).

Les valeurs des absorbances enregistrées au cours de l'expérimentation ont permis de calculer les pourcentages d'inhibition du radical ABTS en fonction des différentes concentrations (mg/ml) (figures 23 et 24). Le TROLOX (Figure 25) et le BHT (Figure 26) ont été utilisés comme standards. Ces pourcentages augmentent de façon proportionnelle en fonction des concentrations des extraits.

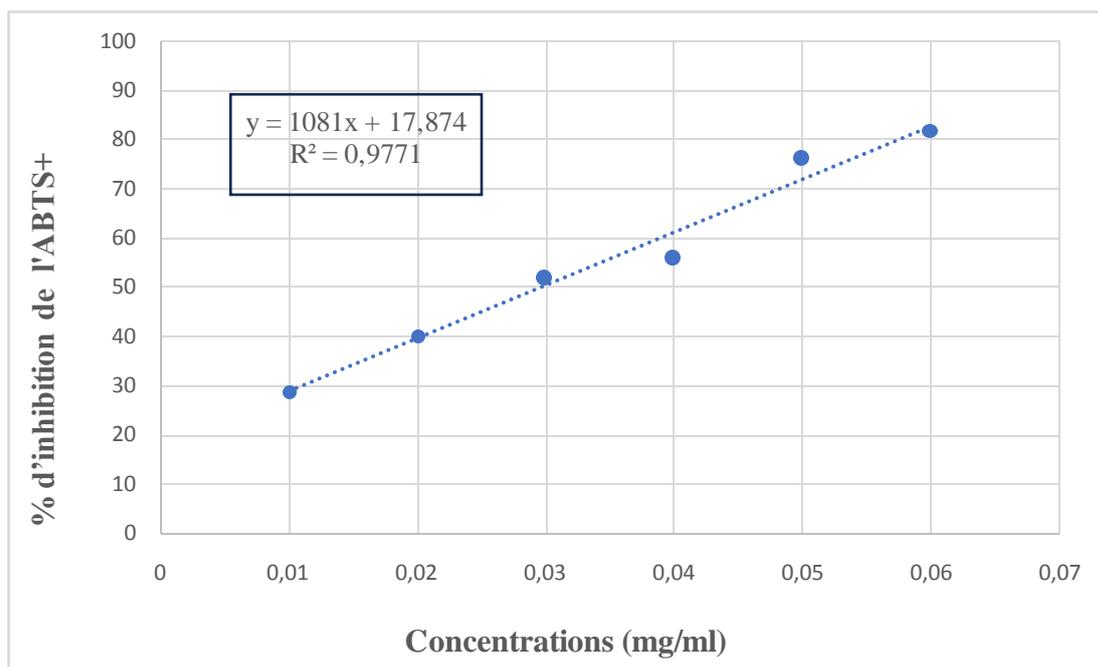
À partir de ces courbes, nous avons déterminé la valeur de CI<sub>50</sub> de chaque extrait en mg/ml, celle-ci correspond à valeur de la concentration inhibitrice de 50% de ce radical (Tableau 19).



**Figure 24 :** Pourcentages d'inhibition de l'ABTS en fonction des concentrations de l'extrait de 24h.



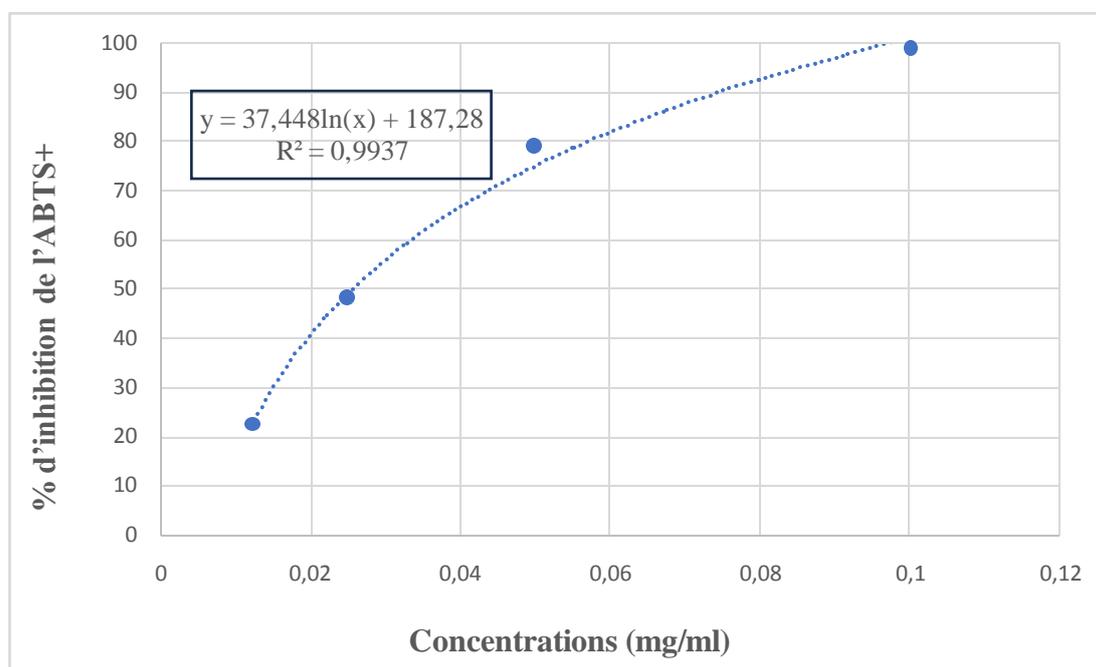
**Photo 19** : Test ABTS<sup>o+</sup> de l'extrait G 24h.



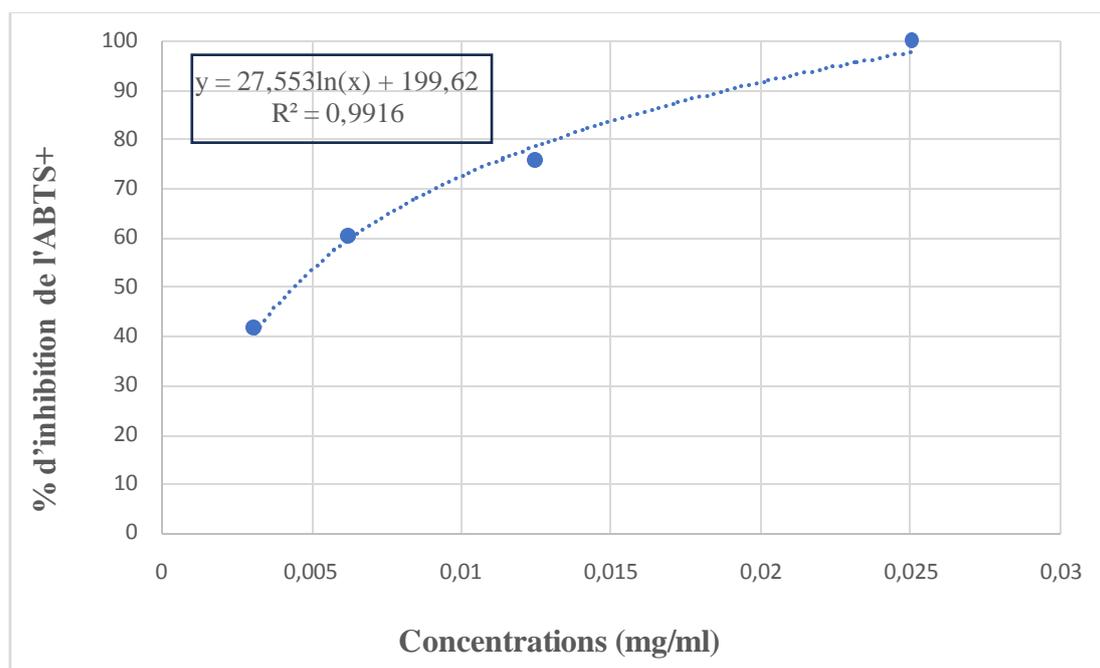
**Figure 25** : Pourcentages d'inhibition de l'ABTS en fonction des concentrations de l'extrait de 48h.



**Photo 20** : Test ABTS<sup>o+</sup> de l'extrait G 48h.



**Figure 26** : Pourcentages d'inhibition de l'ABTS en fonction des concentrations de TROLOX.



**Figure 27 :** Pourcentages d'inhibition de l'ABTS en fonction des concentrations de BHT.

Les résultats obtenus ont montré que les valeurs de  $CI_{50}$  pour les deux extraits G24h et G48h sont proches. Ainsi, ces extraits présentent une activité antiradicalaire vis-à-vis de l'ABTS comparable, bien que moins élevée que celles du BHT et du TROLOX.

**Tableau 19 :** Valeurs de  $CI_{50}$  des extraits d'écorces du tronc d'*A. malaccensis*, du BHT et du TROLOX (test ABTS).

	G 24h	G 48h	BHT	TROLOX
$CI_{50}$ (mg/ml)	$0,0375 \pm 0,0006$	$0,0305 \pm 0,0008$	$0,0043 \pm 0,0002$	$0,022 \pm 0,004$

*G 24h* : extrait obtenu par macération de 24h ; *G 48h* : extrait obtenu par macération de 48h avec renouvellement des solvants à mi-temps.

Dans une étude antérieure sur l'activité de piégeage du radical ABTS, les extraits d'éthanol, d'acétate d'éthyle et d'hexane de feuilles d'*A. malaccensis* préparés par Soxhlet ont montré des valeurs de  $CI_{50}$  variables. L'extrait éthanolique a présenté l'activité antioxydante la plus élevée avec une valeur de  $CI_{50}$  de 0,066 mg/ml, tandis que l'extrait n-hexane a montré l'activité antioxydante la plus faible avec une valeur de  $CI_{50}$  de 0,267 mg/ml (Aprilliani et al., 2021). Ces valeurs indiquent une activité antioxydante moins efficace

comparée à nos résultats. Ceci confirme la conclusion précédente concernant l'effet des solvants sur l'activité antiradicalaire.

#### 4) Estimation de l'activité photoprotectrice par le calcul du SPF :

L'efficacité photoprotectrice de l'écorce du tronc d'*A. malaccensis* a été évaluée par le calcul du facteur de protection solaire (SPF) (tableaux 20 et 21).

**Tableau 20** : Calcul du facteur de protection solaire (FPS) de l'extrait de 24h.

Longueur d'onde $\lambda$ (nm)	EE	0,05 mg/ml	AB*EE	0,1 mg/ml	AB*EE
290	0,015	0,56	0,0084	1,197	0,0180
295	0,0817	0,409	0,0334	0,896	0,0732
300	0,2874	0,308	0,0885	0,709	0,2038
305	0,3278	0,282	0,0924	0,659	0,2160
310	0,1864	0,306	0,0570	0,706	0,1316
315	0,0839	0,339	0,0284	0,746	0,0626
320	0,018	0,387	0,0070	0,859	0,0155
Total	1	-	0,3152	-	0,7206
<b>SPF</b>		<b>3,15</b>		<b>7,21</b>	

*EE* : spectre d'efficacité érythémique ; *AB* : la valeur d'absorbance spectrophotométrique de l'échantillon

**Tableau 21** : Calcul du facteur de protection solaire (FPS) de l'extrait 48h.

Longueur d'onde $\lambda$ (nm)	EE	0,05 mg/ml	AB*EE	0,1 mg/ml	AB*EE
290	0,015	2,435	0,0365	3	0,045
295	0,0817	1,658	0,1355	2,157	0,1762
300	0,2874	1,112	0,3196	1,561	0,4486
305	0,3278	0,779	0,2554	1,2	0,3934
310	0,1864	0,603	0,1124	1,046	0,1950
315	0,0839	0,476	0,0399	0,981	0,0823
320	0,018	0,435	0,0078	1,004	0,0181
Total	1	-	0,9071	-	1,3586
<b>SPF</b>		<b>9,07</b>		<b>13,59</b>	

*EE* : spectre d'efficacité érythémique ; *AB* : la valeur d'absorbance spectrophotométrique de l'échantillon

Il a été signalé que dans les indices SPF, les valeurs SPF de 6 –10, 15 –25, 30 –50 et >50 sont considérées comme ayant respectivement une activité de protection solaire minimale, modérée, élevée et maximale (Schalka et Reis, 2011). Donc, les deux extraits sont

considérés comme ayant une activité de protection solaire minimale. Cela est due aux faibles concentrations testées comparées aux concentrations adoptées dans ce type d'expérimentation et qui est généralement de 1 ou 2 mg/ml (Aissani, 2022 ; Khazaeli et al., 2022). Nous avons dilué nos extraits autant que nécessaire car le spectrophotomètre est limité à une densité optique (DO) maximale de 3.

Les résultats montrent qu'il y a une augmentation du SPF à mesure que la concentration augmente, suggérant une relation positive entre la concentration et l'efficacité photo-protectrice. Cela nous incite à tester des concentrations plus élevées, telles que 1 mg/ml ou 2 mg/ml.

On observe aussi une nette augmentation de l'efficacité photoprotectrice de l'extrait G 48h par rapport à G 24h, ce qui suggère une extraction plus efficace des composés photo-protecteurs.

Le dosage des composés phénoliques, réalisé précédemment, montre des niveaux plus élevés de ces composés dans l'extrait G 48h par rapport à celui macéré pendant 24 heures, ce qui pourrait expliquer en partie les différences observées dans l'activité photo-protectrice. Cela, nous mène à conclure qu'une macération prolongée de la plante, avec un renouvellement des solvants, permet une libération accrue de composés phénoliques. Ces composés sont reconnus pour leur capacité à protéger contre les dommages causés par les rayonnements UV (Norliza et al., 2014). Ainsi, cette approche explique pourquoi une macération prolongée améliore l'efficacité de la plante dans la protection solaire.

Ce résultat est cohérent avec les résultats de la corrélation que nous avons effectuée dans la partie bibliographique montrant que le SPF présente une corrélation modérée à forte avec les composés phénoliques et l'activité antiradicalaire (DPPH, ABTS).

**Conclusion générale  
et  
perspectives**

Retourner aux plantes médicinales traditionnelles demeure la solution idéale pour innover et développer des produits utilisés à des fins thérapeutiques ou cosmétiques. L'objectif de ce travail est d'évaluer les teneurs en composés phénoliques et d'étudier les activités antiradicalaires ainsi que l'efficacité photoprotectrice des extraits d'écorce du tronc d'*Aquilaria malaccensis*, afin de déterminer leur potentiel pour protéger la peau contre les rayons UV.

Deux modes d'extraction ont été choisis pour la réalisation de ce travail en utilisant un mélange méthanol /acétone /eau (70/20/10). Il s'agit d'une macération de 24h et d'une macération de 48h avec renouvellement de solvants à mi-temps. Les résultats obtenus ont montré un rendement plus important dans l'extrait de 48 h (15%) avec macération prolongé et renouvellement des solvants par rapport à celui obtenu avec à l'extrait de 24h (3,45%), cela met en évidence l'effet de la durée d'extraction et du renouvellement des solvants dans l'augmentation du rendement.

Il a été observé, par des tests phytochimiques, que cette espèce contient des flavonoïdes, alcaloïdes, glycosides cardiotoniques, tanins et terpénoïdes, avec des intensités variables. En utilisant ces solvants d'extraction, les extraits manquent de saponines. Le renouvellement des solvants améliore notablement la détection des alcaloïdes par le test de Wagner et des glycosides cardiotoniques.

La chromatographie sur couche mince montre une grande similitude entre les deux extraits, suggérant que les composés extraits restent constants, indépendamment du temps d'extraction ou du renouvellement des solvants.

Les teneurs en composés phénoliques dans les deux extraits sont très proches et concordent avec les tests phytochimiques, où les intensités étaient également similaires. Cependant, Une extraction prolongée de 48 heures extrait davantage de composés phénoliques par gramme de matière végétale sèche, avec des teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes et tanins de  $8,482 \pm 0,272$  mg EAG/g MS,  $4,489 \pm 0,048$  mg EC/g MS et  $0,540$  mg EC/g MS, respectivement.

Les résultats de l'activité antiradicalaire par inhibition du piégeage des radicaux DPPH et ABTS ont montré une grande similitude entre les extraits de 24h et de 48h, avec des  $CI_{50}$  de  $0,067 \pm 0,0017$  mg/ml pour l'extrait de 24 heures et de  $0,072 \pm 0,0012$  mg/ml pour l'extrait de

48 heures selon le test DPPH, et des  $CI_{50}$  de  $0,0375 \pm 0,0006$  mg/ml pour l'extrait de 24 heures et de  $0,0305 \pm 0,0008$  mg/ml pour l'extrait de 48 heures selon le test ABTS, bien que l'activité soit inférieure à celle des standards.

Les résultats de l'activité photoprotectrice montrent une relation positive entre la concentration et les valeurs de SPF. Les deux extraits, testés à de faibles concentrations comparées aux concentrations adoptés dans ce type d'expérimentation, ont une activité de protection solaire minimale. Cela nous incite à tester des concentrations plus élevées.

En se basant sur les conclusions de cette étude, il est établi que l'écorce du tronc d'*Aquilaria malaccensis* présente un potentiel intéressant en tant que source modérée de polyphénols dotés d'une capacité antioxydante. Si les concentrations utilisées sont augmentées, son efficacité photoprotectrice pourrait être renforcée, rendant cette plante particulièrement bénéfique pour les secteurs pharmaceutiques et cosmétique. Toutefois, des recherches complémentaires sont indispensables pour :

- ✓ Identifier diverses molécules isolées en utilisant d'autres techniques de chromatographie ;
- ✓ Tester l'activité antioxydante par d'autres méthodes, *in vivo* et *in vitro* ;
- ✓ Tester les activités antimicrobiennes, anti-inflammatoire et anticancéreuse ;
- ✓ Tester l'activité photoprotectrice à des concentrations plus élevées (1 mg/ml ou 2 mg/ml) ;
- ✓ Tester l'activité photoprotectrice par d'autres méthodes.

**Références  
bibliographiques**

## A

- Abbas, P., Hashim, Y. Z. H. Y., & Amid, A. (2013).** Anti-cancer potential of agarwood distillate. In *Proceedings of The International Conference on Biotechnology Engineering, 2013*, 2-3.
- Abdul Wahab, N., Abdul Rahman, R., Ismail, A., Mustafa, S., Hashim Wahab, P., et al. (2014).** Assessment of antioxidant capacity, anti-collagenase and anti-elastase assays of Malaysian unfermented cocoa bean for cosmetic application. *Nat Prod Chem Res*, 2(3).
- Abels, C., & Angelova-Fischer, I. (2018).** Skin care products: Age-appropriate cosmetics. *Current Problems in Dermatology*, 54, 173-182. Basel, Karger.
- Adam, A. Z., Lee, S. Y., & Mohamed, R. (2017).** Pharmacological properties of agarwood tea derived from *Aquilaria* (Thymelaeaceae) leaves: An emerging contemporary herbal drink. *Journal of Herbal Medicine*, 10,
- Ahmad, F., Rizkita, R., Elfa, N., Erdy, S., & Maman, T. (2016).** Formation of agarwood from *Aquilaria malaccensis* in response to inoculation of local strains of *Fusarium solani*. *Trees*, 65(1), 100-115.
- Aissani, F. (2022).** Caractérisation phytochimique, valorisation biologique et toxicologique des différents extraits d'une espèce algérienne *Sonchus oleraceus* L. Thèse en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en 3ème cycle, Université 8 Mai 1945 Guelma.
- Amaechina, F. C., Ayid, B. A., & Omagbai, E. K. (2007).** Pharmacognosy and hypotensive evaluation of *Ficus exasperata* Vahl leaf. *Acta Poloniae Pharmaceutica*, 64, 543-546.
- Ansel, J.-L. (2016).** Le concept de cosmétopée à travers les usages traditionnels et les propriétés phytochimiques des ligneux de la Polynésie française. Thèse de doctorat en Chimie organique, minérale et industrielle, Université de Polynésie Française, 157 p.
- Anulika, N. P., Ignatius, E. O., Raymond, S. E., Osasere, O.-I., & Abiola, A. H. (2016).** The chemistry of natural product: Plant secondary metabolites. *International Journal of Technology Enhancements and Emerging Engineering Research*, 4(8), 1.

**Apak, R., Güçlü, K., Özyürek, M., & Karademir, S. (2004).** Novel total antioxidant capacity index for dietary polyphenols and vitamins C and E, using their cupric ion reducing capability in the presence of neocuproine: CUPRAC method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(26), 7971-7981.

**Atoui, A. K., Mansouri, A., Boskou, G., & Kefalas, P. (2005).** Tea and herbal infusions: Their antioxidant activity and phenolic profile. *Food Chemistry*, 89(1), 27-36.

## B

**Bahorun, T. (1997).** Substances naturelles actives : la flore mauricienne, une source d'approvisionnement potentielle. *Food and Agricultural Research Council, Réduit, Mauritius*, 83-94.

**Baker, L. A., Marchetti, B., Karsili, T. N. V., et al. (2017).** Photoprotection: extending lessons learned from studying natural sunscreens to the design of artificial sunscreen constituents. *Chemical Society Reviews*, 46, 3770-3791.

**Barden, A., Anak, N. A., Mulliken, T., & Song, M. (2000).** Heart of the matter: Agarwood use and trade and CITES implementation for *Aquilaria malaccensis*. *Traffic Bulletin*, 18(1), 60.

**Baumann, L. (2002).** *Cosmetic Dermatology*. New York: McGraw-Hill Medical Publishing Division, pp. 565-569.

**Béani, J.-C. (2001).** The enhancement of the endogenous antioxidant defense, a promising strategy to provide photoprotection against skin cancers. *Bulletin de l'Académie Nationale de Médecine*, 185(8), 1507-1527.

**Beani, J.-C. (2012).** Produits de protection solaire : efficacité et risques [Solar protection products: Efficacy and risks]. *Annales de Dermatologie et de Vénérologie*, 139, 261-272.

**Belhouala, K., & Benarba, B. (2021).** Medicinal plants used by traditional healers in Algeria: A multiregional ethnobotanical study. *Frontiers in Pharmacology*, 12, Article 492.

**Benabdallah, F. Z. (2021).** Investigation des extraits à activités pharmacologiques de quelques espèces qui poussent dans les zones arides et semi-arides (Thèse de doctorat). Université Ferhat Abbas Sétif 1.

**Bennetau-Pelissero, C. (2014).** Polyphénols et voies de signalisation, données récentes. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 49, 151-159.

**Bernerd, F. (2005).** La peau reconstruite : modèle d'étude du kératinocyte, du fibroblaste et de leurs interactions. Effets des ultraviolets, dommages et réparation. *Journal de la Société de Biologie*, 199(4), 313-320.

**Birben, E., Sahiner, U. M., Sackesen, C., Erzurum, S., & Kalayci, O. (2012).** Oxidative stress and antioxidant defense. *World Allergy Organization Journal*, 5(1), 9.

**Bloor, S. J. (2001).** Overview of methods for analysis and identification of flavonoids. *Methods in Enzymology*, 335, 3-14.

**Boisnic, S., Branchet-Gumila, M. C., Merial-Kieny, C., & Nocera, T. (2005).** Efficacy of sunscreens containing pre-tocopheryl in a surviving human skin model submitted to UVA and B radiation. *Skin Pharmacology and Physiology*, 18, 201-208.

**Boizot, N., & Charpentier, J. P. (2006).** Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Le Cahier des Techniques de l'Inra*, 79-82.

**Bonina, F., Lanza, M., Montenegro, L., Puglisi, C., Tomaino, A., & Trombetta, D. (1996).** *Int. J. Pharm.*, 145, 87-91.

**Borah, R. K., Ahmed, F. S., Sarmah, G. S., & Gogoi, B. (2012).** A new record of leaf spot disease on *Aquilaria malaccensis* Lamkin India. *Asian Journal of Plant Pathology*, 6(2), 48-51.

**Bouayed, J., Rammal, H., Younos, C., Dicko, A., & Soulimani, R. (2008).** Caractérisations et bioévaluation des polyphénols : nouveaux domaines d'application en santé et nutrition. *Phytothérapie*, 6, 71-74.

**Bouhmama, M. (2015).** Contribution à l'étude du pouvoir antimicrobien des extraits de feuilles de *Pergularia tomentosa* L. Thèse de master, Université de Tlemcen, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, Terre et Univers - Département de Biologie.

**Bravo, K., Alzate, F., & Osorio, E. (2016).** Fruits of selected wild and cultivated Andean plants as sources of potential compounds with antioxidant and anti-aging activity. *Industrial Crops and Products*, 23, 6.

**Bruneton, J. (1999).** Pharmacognosie, phytochimie plantes médicinales. 3ème édition. Tec & Doc. Paris, pp. 227-385.

## C

**Çakmakçı, S., et al. (2015).** Antioxidant capacity and functionality of oleaster (*Elaeagnus angustifolia* L.) flour and crust in a new kind of fruity ice cream. *International Journal of Food Science & Technology*, 50, 472-481.

**Carretero, M. E. (2000).** Compuestos fenólicos: Taninos. *Panorama Actual del Medicamento*, 24, 633–636.

**Castaneda-Ovando, A., Pacheco-Hernandez, M. d. L., Paez-Hernández, M. E., Rodriguez, J. A., & Galan-Vidal, C. A. (2009).** Chemical studies of anthocyanins: A review. *Food Chemistry*, 113(4), 859-871.

**Chaouche, T. (2014).** Contribution à l'étude des activités antioxydantes et antimicrobiennes des extraits de quelques plantes médicinales. Thèse de doctorat, Université Abou-Bakr-Belkaid, Tlemcen, Algérie.

**Chen, C.-H., Kuo, T. C.-Y., Yang, M.-H., Chien, T.-Y., Chu, M.-J., Huang, L.-C., ... Chen, L.-F. O. (2014).** Identification of cucurbitacins and assembly of a draft genome for *Aquilaria agallocha*. *BMC Genomics*, 15(1), 578.

**Chen, H. Q., Wei, J. H., Yang, J. S., Zhang, Z., Yang, Y., Gao, Z. H., et al. (2012).** Chemical constituents of agarwood originating from the endemic genus *Aquilaria* plants. *Chemistry & Biodiversity*, 9(2), 236-250.

**Clavel, J. P., Emerit, J., & Thuillier, A. (1985).** Lipoperoxydation et radicaux libres. Rôle en biologie cellulaire et pathologie. *Pathologie Biologie*, 33, 61-69.

**Cockell, C. S., & Knowland, J. (1999).** *Biol. Rev.*, 74(3), 311-345.

**Colin-Henrion, M. (2008).** De la pomme à la pomme transformée : Impact du procédé sur deux composés d'intérêt nutritionnel. Angers.

**Collin, S., & Crouzet, J. (2011).** Polyphénols et procédés. Tec & Doc éditions.

## D

**Dangles, O., Stoeckel, C., Wigand, M. C., & Brouillard, R. (1992).** Two very distinct types of anthocyanin complexation: Copigmentation and inclusion. *Tetrahedron Letters*, 33, 5227-5230.

**D'Auria, J. C. (2006).** Acyltransferases in plants: A good time to be BAHD. *Current Opinion in Plant Biology*, 9(4), 331–340.

**Davies, K. J. (2000).** Oxidative stress, antioxidant defenses, and damage removal, repair, and replacement systems. *IUBMB Life*, 50, 279-289.

**De Souza, R. F. W., & De Giovanni, W. F. (2004).** Antioxidant properties of complexes of flavonoids with metal ions. *Redox Report*, 9(2), 97-104.

**Degachi, O., & Gherbi, K. (2017).** Étude de l'effet de l'extrait de *Portulaca oleracea* et *Aquilaria malaccensis* sur l'insulinorésistance chez les rats Wistar. Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de Master Académique, Université Echahid Hamma Lakhdar, El Oued.

**Derouiche, S., Zeghib, K., Gharbi, S., & Khelef, Y. (2018).** *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 2018, 10(9), 8-15.

**Desmier, T. (2016).** Les antioxydants de nos jours : définition et applications. Thèse de doctorat, Université de Limoges, France, 87 p.

**Dewanto, V., Wu, X., Adom, K. K., & Liu, R. H. (2002).** Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(10), 3010-3014.

**Dictionnaire de l'Académie française. (2005).** Tome 2. Paris, France: Imprimerie nationale/Fayard.

**Dröge, W. (2002).** Free radicals in the physiological control of cell function. *Physiological Reviews*, 82(1), 47-95.

**Durand, D., Damon, M., & Gobert, M. (2013).** Oxidative stress in farm animals: General aspects. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 48, 218-224.

**Dutra, E. A., da C. Oliveira, D. A. G., Kedor-Hackmann, E. R. M., & Santoro, M. I. R. M. (2004).** Determination of sun protection factor (SPF) of sunscreens by ultraviolet spectrophotometry. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, 40(3), 381-385.

## E

**El Gharras, H. (2009).** Polyphenols: Food sources, properties and applications - A review. *International Journal of Food Science & Technology*, 44(12), 2512-2518.

**Emerit, J., & Michelson, A. M. (1982).** Les radicaux libres en médecine et en biologie. *Semaine des Hôpitaux*, 58, 2670-2675.

**Esposito, E., Rotilio, D., Di Matteo, V., Di Giulio, C., Cacchio, M., & Algeri, S. (2002).** A review of specific dietary antioxidants and the effects on biochemical mechanisms related to neurodegenerative processes. *Neurobiology of Aging*, 23, 719-735.

**Esterbauer, H., & Cheeseman, K. H. (1990).** Determination of aldehydic lipid peroxidation products: Malonaldehyde and 4-hydroxynonenal. In L. Packer & A. N. Glazer (Eds.), *Methods in Enzymology*, 186, 407-421.

## F

**Fair, J. D., & Kormos, C. M. (2008).** Flash column chromatograms estimated from thin-layer chromatography data. *Journal of Chromatography A*, 1211, 49-54.

**Favier, A. (2003).** Le stress oxydant : Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. *L'Actualité Chimique*, novembre-décembre 2003, 108.

**Favier, A. (2006).** Oxidative stress in human diseases. *Annales Pharmaceutiques Françaises*, 64, 390-396.

**Fleuriet, A., Macheix, J., Sarni-Manchado, P., & Cheynier, V. (2006).** Composés phénoliques dans la plante. Structure, biosynthèse, représentation et rôle des polyphénols en agroalimentaire. In P. Sarni-Manchado & V. Cheynier (Eds.), *Les polyphénols en agroalimentaire* (pp. 1-26). Lavoisier.

**Fraga, C. G. (2009).** Plant phenolics and human health: Biochemistry, nutrition, and pharmacology. John Wiley & Sons Edition, pp. 5-13.

**Fulop, T., Khalil, A., & Larbi, A. (2012).** The role of elastin peptides in modulating the immune response in aging and age-related diseases. *Pathologie Biologie*, 60, 28-33.

## G

**Garrel, C., Ceballos-Picot, I., Germain, G., & Al-Gubory, K. H. (2007).** Oxidative stress inducible antioxidant adaptive response during prostaglandin F2alpha-induced luteal cell death in vivo. *Free Radical Research*, 41, 251-259.

**Gasser, P., & Bouzoud, D. (2008).** La peau : support des cosmétiques mais aussi d'évaluation. *L'Actualité Chimique*, octobre-novembre 2008, n° 323-324.

**Ghasemzadeh, A., & Ghasemzadeh, N. (2011).** Flavonoids and phenolic acids: Role and biochemical activity in plants and human. *Journal of Medicinal Plants Research*, 5(31), 6697-6703.

**Goabi, D., Mebarkia, N., & Aouabed, R. (2023).** Évaluation de l'activité antimicrobienne, antioxydant et antidiabétique des extraits de *Ruta graveolens* (L.), de la région de Constantine. Mémoire présenté pour l'obtention du diplôme de Master académique, Université de Echahid Cheikh Larbi Tébessi – Tébessa.

**Göçer, H., Akincioglu, A., Öztaskin, N., & Gülçin, I. (2013).** Synthesis, antioxidant, and antiacetylcholinesterase activities of sulfonamide derivatives of dopamine-related compounds. *Archives of Pharmacal Research*, 36, 783-792.

**Gogia, N., Gongadze, M., Bukia, Z., Esaiashvili, M., & Chkhikvishvili, I. (2014).** Total polyphenols and antioxidant activity in different species of apples grown in Georgia. *Georgian Medical News*, 232-233, 107-112.

**Gouegoui Bohui, P. S., Adima, A. A., Niamké, F. B., & N'Guessan, J. D. (2018).** Étude comparative de trois méthodes d'extraction des flavonoïdes totaux à partir des feuilles de plantes médicinales : *Azadirachta indica* et *Psidium guajava*. *Journal de la Société Ouest-Africaine de Chimie*, 046, 50-58.

**Gouveia, S. C., & Castilho, P. C. (2012).** *Helichrysum monizii* Lowe: Phenolic Composition and Antioxidant Potential. *Phytochemical Analysis*, 23(1), 72-83.

**Graf, B. A., Milbury, P. E., & Blumberg, J. B. (2005).** Flavonols, flavones, flavanones, and human health: Epidemiological evidence. *Journal of Medicinal Food*, 8(3), 281-290.

## H

**Halim, A. P., Wijayanti, N., Hidayati, L., & Nuringtyas, T. R. (2021).** Antioxidant activity evaluation of agarwood (*Aquilaria malaccensis* Lamk.) leaves extract using DPPH, FRAP and ABTS assays. In *Advances in Biological Sciences Research, volume 22, 7th International Conference on Biological Science (ICBS 2021)*.

**Haliwell, B., & Gutteridge, J. M. C. (1989).** *Free radicals in biology and medicine*. Oxford: Clarendon Press.

**Halliwell, B., & Gutteridge, J. (1992).** Biologically relevant metal ion-dependent hydroxyl radical generation: An update. *FEBS Letters*, 307(1), 108-112.

**Harbone, J. (1993).** Introduction to Ecological Biochemistry (4th ed.). London: Academic Press.

**Harborne, J. B. (1998).** *Phytochemical methods: A guide to modern techniques of plant analysis* (3rd ed.). ISBN: 0-412-57260-5 (HB) and 0-412-57270-2 (PB).

**Harkin, J. M. (1969).** Lignin and its uses.

**Harrington, C., & Wischik, C. (1994).** Alzheimer's-disease-like changes in tau protein processing: association with aluminium accumulation in brains of renal dialysis patients. *The Lancet*, 343(8904), 993-997.

**Heim, K. E., Tagliaferro, A. R., & Bobilya, D. J. (2002).** Flavonoid antioxidants: Chemistry, metabolism and structure-activity relationships. *The Journal of Nutritional Biochemistry*, 13(10), 572-584.

**Heller, et al. (1998).** Effet de séchage au micro-onde et à l'étuve sur la composition phénolique et l'activité antioxydante de *Pistacia lentiscus* L. Mémoire de fin d'étude : Bioprocédés et technologie alimentaire. Université A. MIRA – Bejaia, 8p.

**Hendrich, A. B. (2006).** Flavonoid-membrane interactions: Possible consequences for biological effects of some polyphenolic compounds. *Acta Pharmacologica Sinica*, 27(1), 27-40.

**Hoffmann, L., Besseau, S., et al. (2004).** Silencing of hydroxycinnamoyl-CoA shikimate/quinate hydroxycinnamoyltransferase affects phenylpropanoid biosynthesis. *Plant Cell*, 16, 1446-1465.

**Hokayem, M., Bisbal, C., Lambert, K., & Avignon, A. (2012).** Which place for antioxidants in the prevention of type 2 diabetes? *Médecine des Maladies Métaboliques*, 6(4)

**Hsu, M.-F., & Chiang, B.-H. (2009).** Stimulating effects of *Bacillus subtilis* natto-fermented *Radix astragali* on hyaluronic acid production in human skin cells. *Journal of Ethnopharmacology*, 125, 474-481.

**Huda A.W.N., Munira M.A.S., Fitrya S.D. & Salmah M. (2009).** Antioxidant activity of *aquilaria malaccensis* (thymelaeaceae) leaves Vol 1, Issue 5, Sep-Oct, 2009 Page 270-273

**Hughes, K., Ho, R., Butaud, J.-F., Filaire, E., Ranouille, E. D., Berthon, J.-Y., & Raharivelomanana, P. (2019).** A selection of eleven plants used as traditional Polynesian cosmetics and their development potential as anti-aging ingredients, hair growth promoters and whitening products. *Journal of Ethnopharmacology*, 245, 1-17.

## I

**Ilyasov, I. R., Beloborodov, V. L., Selivanova, I. A., & Terekhov, R. P. (2020).** ABTS/PP decolorization assay of antioxidant capacity reaction pathways. *Department of Chemistry, Sechenov First Moscow State Medical University, Trubetskaya Str. 8/2, 119991 Moscow, Russia.*

## J

**Janero, D. R. (1990).** Malondialdehyde and thiobarbituric acid-reactivity as diagnostic indices of lipid peroxidation and peroxidative tissue injury. *Free Radical Biology and Medicine*, 9(6), 515-540.

**Jiratchayamaethasakul, C., Ding, Y., Hwang, O., Im, S.-T., Jang, Y., Myung, S.-W., Lee, J. M., Kim, H.-S., Ko, S.-C., & Lee, S.-H. (2020).** In vitro screening of elastase, collagenase, hyaluronidase, and tyrosinase inhibitory and antioxidant activities of 22 halophyte plant extracts for novelcosmeceuticals. *Fisheries and Aquatic Sciences*, 23, 6.

## K

**Karlinasari, L., Indahsuary, N., Kusumo, H., Santoso, E., Turjaman, M., & Nandika, D. (2015).** Sonic and ultrasonic waves in agarwood trees (*Aquilaria microcarpa*) inoculated with *Fusarium solani*. *Journal of Tropical Forest Science*, 27(3), 351-356.

**Khalil, A. S., Rahim, A. A., Taha, K. K., & Abdallah, K. B. (2013).** Characterization of methanolic extracts of agarwood leaves. *Journal of Applied and Industrial Sciences*, 1(3), 78-88.

**Khazaeli et al., 2022 Khazaeli, P., Ameri, A., Mehrabani, M., Barazvan, M., Sajadi Bami, M., & Behnam, B. (2022).** In-vitro evaluation of photoprotection, cytotoxicity and

phototoxicity of aqueous extracts of *Cuscuta campestris* and *Rosa damascena* by MTT method and UV spectroscopy analysis. *Analytical Methods in Environmental Chemistry Journal*, 5(4), 55-65.

**Kherraf, A. (2018).** Caractérisation physicochimique et évaluation du potentiel antioxydant, antimicrobien et antiinflammatoire de la microalgue *Nannochloropsis gaditana*. Thèse de doctorat, Université Djillali Liabes, Faculté des sciences de la nature et de la vie Sidi bel Abbes, 74.

**Khin Maung Zaw, U. (2003).** In litt. à TRAFFIC Asie du sud-est, 2003.

**Knecht, D. A., LaFleur, R. A., Kahsai, A. W., Argueta, C. E., Beshir, A. B., & Fenteany, G. (2010).** Cucurbitacin I inhibits cell motility by indirectly interfering with actin dynamics. *PLoS ONE*, 5(11), e14039.

**Korkina, L. G., & Afanas'ev, I. B. (1997).** Antioxidant and chelating properties of flavonoids. *Advances in Pharmacology*, 38, 151-163.

**Kubitzki, K., & Clemens, B. (Eds.). (2013).** *Flowering Plants. Dicotyledons: Capparales, Malvales and Non-betalain Caryophyllales*. Germany: Springer Science & Business Media.

**Kubola, J., & Siriamornpun, S. (2008).** Phenolic contents and antioxidant activities of bitter gourd (*Momordica charantia* L.) leaf, stem and fruit fraction extracts in vitro. *Food Chemistry*, 110(4), 881-888.

**Kurtz, A., & Oh, S.-J. (2012).** Age related changes of the extracellular matrix and stem cell maintenance. *Preventive Medicine*, 54, S50-S56.

## L

**Lacours, J., & Beani, J. (2007).** Photoprotection naturelle, photoprotection externe (topique et vestimentaire). *Annales de Dermatologie et de Vénérologie*, 134, 18-24.

**Lagnika, L. (2005).** Etude phytochimique et activité biologique de substances naturelles isolées de plantes béninoises. Thèse de Doctorat, Université Louis Pasteur, Strasbourg.

**Lattanzio, V. (2013).** Phenolic compounds: Introduction. In *Natural products* (pp. 1543-1580). Springer.

**Laurichesse, S., & Avérous, L. (2014).** Chemical modification of lignins: Towards biobased polymers. *Progress in Polymer Science*, 39, 1266-1290.

**Le, S. Y., & Mohamed, R. (2016).** The origin and domestication of *Aquilaria*, an important agarwood-producing genus. *Journal of Tropical Forestry and Environment*, 6(2), 145-158.

**Lee, S. Y., Faridah-Hanum, I., & Mohamed, R. (2013).** Vegetative description of three *Aquilaria* (Thymelaeaceae) saplings in Malaysia. *Pertanika Journals of Tropical Agricultural Science*, 36(Special), 287-294.

**Lefahal, M., Zaabat, N., Ayad, R., Makhloufi, E. H., Djarri, L., Benahmed, M., Laouer, H., ... Akkal, S. (2018).** In vitro assessment of total phenolic and flavonoid contents, antioxidant and photoprotective activities of crude methanolic extract of aerial parts of *Capnophyllum peregrinum* (L.) Lange (Apiaceae) growing in Algeria. *Medicines*, 5(2), 26.

**Lehout, R., & Laib, M. (2015).** Comparaison de trois méthodes d'extraction des composés phénoliques et des flavonoïdes à partir de la plante médicinale : *Artemisia herba-alba* Asso. Mémoire présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master, Université des Frères Mentouri Constantine.

**Leti, M., Hul, S., Fouché, J. G., Cheng, S. K., & David, B. (2013).** *Flore photographique du Cambodge*. Privat, Toulouse, France.

**Lillian, S., & Lian, C. (2008).** Agarwood (*Aquilaria malaccensis*) in Malaysia. *Trees*, 34(1), 105-110.

**Lim, T. W., & Noorainie, A. A. (2010).** Wood for the trees: A review of the agarwood (gaharu) trade in Malaysia. *TRAFFIC Southeast Asia*. Petaling Jaya, Selangor, Malaysia.

**López-Sampson, A. (2017).** *Growth physiology and productivity of cultivated Aquilaria crassna Pierre ex Lecomte (Thymelaeaceae) in tropical Australia and its reproduction biology* (Doctoral dissertation, College of Science and Engineering, James Cook University, Australia).

**Lucarini, M., Mugnaini, V., & Pedulli, G. F. (2002).** Bond dissociation enthalpies of polyphenols: The importance of cooperative effects. *Journal of Organic Chemistry*, 67, 928-931.

## M

**Mahmoudi, S., Khali, M., & Mahmoudi, N. (2013).** Étude de l'extraction des composés phénoliques de différentes parties de la fleur d'artichaut (*Cynara scolymus* L.). *Revue "Nature & Technologie". B- Sciences Agronomiques et Biologiques*, n° 09/Juin 2013, 35-40.

**Makkar, H. P. S., & Becker, K. (1993).** Gravimetric determination of tannins and their correlations with chemical and protein precipitation methods. *Journal of Science Food and Agriculture*, 61, 161-165.

**Males, Z., & Medic-Saric, M. (2001).** Optimization of TLC analysis of flavonoids and phenolic acids of *Helleborus atrorubens*. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 24, 253-359.

**Manach, C., Scalbert, A., Morand, C., Remesy, C., & Jimenez, L. (2004).** Polyphenols: Food sources and bioavailability. *American Journal of Clinical Nutrition*, 79(5), 727-747.

**Mansur, J. D. S., Breder, M. N. R., & Mansur, M. C. D. A. (1986).** Determinação Do Fator De Proteção Solar Por Espectrofotometria. *Anais Brasileiros de Dermatologia*, 61, 121-124.

**Melecchi, M. I., Martinez, M. M., Abad, F. C., & Zini, P. P. (2002).** Chemical composition of *Hibiscus tiliaceus* 1. Flowers: A study of extraction methods. *Journal of Separation Science*, 25, 86-90.

**Merck, E. (1980).** *Révélateurs pour la chromatographie en couche mince et sur papier*. Darmstadt: 153 p.

**Meunier, L. (2008).** Photoprotection (interne et externe). *Encyclopédie Médico-Chirurgicale*, 98-944-A-10.

**Mitra, R., Orbell, J., & Muralitharan, M. S. (2007).** Medicinal plants of Malaysia. *Asia-Pacific Biotech News*, 11(2), 105-110.

- Mohsen, S. M., & Ammar, A. S. M. (2009).** Total phenolic contents and antioxidant activity of corn tassel extracts. *Food Chemistry*, *112*, 595-598.
- Molyneux, P. (2004).** The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Journal of Science and Technology*, *26*(2), 211-219.
- Monteil, C., Mulder, P., & Thuillez, C. (2004).** Stress oxydant et insuffisance cardiaque: Une cible thérapeutique utopique? *Médecine & Thérapeutique Cardiologie*, *2*, 75-85.
- Moyal, D., Chardon, A., & Kollias, N. (2000).** Determination of UVA Protection Factors Using the Persistent Pigment Darkening (PPD) as the End Point. (Part 1). Calibration of the Method. *Photodermatology, Photoimmunology & Photomedicine*, *16*, 245-249.
- Macheix, J. J., & Fleuriet, A. (2005).** Les composés phénoliques des végétaux. Lausanne.
- Macheix, J. J., Fleuriet, A., & Jay-Allemand, C. (2005).** Les composés phénoliques des végétaux: un exemple de métabolites secondaires d'importance économique. Lausanne: Presses Polytechniques et Universitaires Romandes.
- Macheix, J., Fleuriet, A., & Billot, J. (1990).** The main phenolics of fruit. In J. Fleuriet & J. Billot (Eds.), *Fruit phenolics* (pp. 1-26). .
- Makoi, J. H. J. R., & Ndakidemi, P. A. (2007).** Biological, ecological and agronomic significance of plant phenolic compounds in rhizosphere of the symbiotic legumes. *African Journal of Biotechnology*, *6*, 1358-1368.
- Mattila, P., & Kumpulainen, J. (2002).** Determination of free and total phenolic acids in plant-derived foods by HPLC with diode-array detection. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *50*, 3660-3667.
- Merken, H. M., & Beecher, G. R. (2000).** Measurement of food flavonoids by high-performance liquid chromatography: A review. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, *48*(3), 577-599.
- Monteiro, M., Farah, A., Perrone, D., Trugo, L. C., & Donangelo, C. (2007).** Chlorogenic acid compounds from coffee are differentially absorbed and metabolized in humans. *Journal of Nutrition*, *137*, 2196-2201.

**Mukherjee, P. K., Maity, N., Nema, N. K., & Sarkar, B. K. (2011).** Bioactive compounds from natural resources against skin aging. *Phytomedicine*, 19, 64-73.

## N

**N'negue, Mezui-Mbeng, M. A., Lendoye, E., Makoyo, O., Bekale, S., Ella Ndong, J. G., Nguema Edzang, R. W., & Ngou-Milama, E. (2022).** Activité antioxydante du sang total, du plasma, du sérum et des globules rouges par piégeage de l'ion radicalaire ABTS+. *Health Sciences and Diseases*, 23(2 Suppl 1), 8-13.

**Nacz, M., & Shahidi, F. (2006).** Phenolics in cereals, fruits and vegetables: Occurrence, extraction and analysis. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 41(5), 1523-1542.

**Naumann, H. D., Muir, J. P., Lambert, B. D., Tedeschi, L. O., & Kothmann, M. M. (2013).** Condensed tannins in the ruminant environment: A perspective on biological activity. *Journal of Agricultural Sciences*, 1, 8-20.

**Naumann, H. D., Tedeschi, L. O., Zeller, W. E., & Huntley, N. F. (2017).** The role of condensed tannins in ruminant animal production: Advances, limitations and future directions. *Revista Brasileira de Zootecnia*, 46, 929-949.

**Nunes, A. R., Rodrigues, A. L. M., de Queiróz, D. B., Vieira, I. G. P., Neto, J. F. C., Junior, J. T. C., Tintino, S. R., Morais, S. M. de, & Coutinho, H. D. M. (2018).** Fruits of selected wild and cultivated Andean plants as sources of potential compounds with antioxidant and anti-aging activity. *Journal of Photochemistry and Photobiology B : Biology*.

## P

**Pastukhov, A. V., Levchenko, L. A., & Sadkov, A. P. (2007).** Spectroscopic study on binding of rutin to human serum albumin. *Journal of Molecular Structure*, 842, 60-66.

**Pellegrini, N., Serafini, M., Colombi, B., Del Rio, D., Salvatore, S., & Bianchi, M. (2003).** Total antioxidant capacity of plant foods, beverages and oils consumed in Italy assessed by three different in vitro assays. *Journal of Nutrition*, 133(9), 2812-2819.

**Peng, C. S., Osman, M. F., Bahari, N., Zakaria, R., & Rahim, K. A. (2015).** Agarwood inducement technology: A method for producing oil grade agarwood in cultivated *Aquilaria malaccensis* Lamk. *J. Agrobiotechnol.*, 6, 1-16.

**Pereira, D. M., Valentão, P., Pereira, J. A., & Andrade, P. B. (2009).** Phenolics: From chemistry to biology. *Molecules*, 14, 2202-2211.

**Persoon, G. A. (2012).** Agarwood, "The wood of the Gods": The life of a wounded tree. *Journal of Ethnopharmacology*.

**Pranakhon, R., Pannangpetch, P., & Aromdee, C. (2011).** Antihyperglycemic activity of agarwood leaf extracts in STZ-induced diabetic rats and glucose uptake enhancement activity in rat adipocytes. *Songklanakarin Journal of Science and Technology*, 33(4), 405-410.

**Price, M. L., Van Scoyoc, S., & Butler, L. G. (1978).** A critical evaluation of the vanillin reaction as an assay for tannin in sorghum grain. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 26, 1214-1218.

**Prouillac, C. (2009).** Synthèse et évaluation de nouveaux composés organiques et phosphorés contre les effets des rayonnements ionisants. Étude de leur mécanisme d'action in vitro. Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier Toulouse III.

**Puhl, H., Waeg, G., & Esterbauer, H. (1994).** Methods to determine oxidation of low-density lipoproteins. *Methods in Enzymology*, 233, 425-441.

## R

**Rahman, H., Es waraiah, M. C., & Dutta, A. M. (2016).** Anti-arthritis activity of leaves and oil of *Aquilaria agallocha*. *Haya: The Saudi Journal of Life Sciences*, 1(1), 34-43.

**Raja, P. B., Rahim, A. A., Qureshi, A. K., & Awang, K. (2014).** Green synthesis of silver nanoparticles using tannins. *Materials Science-Poland*, 32(3), 408-413.

**Ramirez, J., & Moroni, L. (2008).** Formulating with exotic butters. *Personal Care Magazine*, March 2008, 13-15.

**Rangkuti, D. S. (2019).** Safety test of agarwood leaves tea (*Aquilaria malaccensis* Lamk.) through skin sensitization test on albino rabbit. *Open Access Macedonian Journal of Medical Sciences*.

**Ray, G., Leelamanit, W., Sithisarn, P., & Jiratchariyakul, W. (2014).** Antioxidative compounds from *Aquilaria crassna* leaf. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 41(4), 54-58.

**Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., & Rice-Evans, C. (1999).** Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology and Medicine*, 26(9-10), 1231-1237.

**Réchter, R. (1993).** Métabolisme des végétaux physiologie et biochimie. PPUR. Lausanne, pp. 319-322.

**Ridwanto, Trizaldi, A., Rani, Z., Daulay, A. S., Nasution, H. M., & Miswanda, D. (2022).** Antioxidant activity test of methanol extract of Gaharu (*Aquilaria malaccensis* Lam.) bark with DPPH (1,1 diphenyl-2-picrylhydrazyl) method. *International Journal of Health and Pharmaceutical*, 232.

**Rouessac, F., & Rouessac, A. (2004).** *Méthodes et techniques instrumentales modernes* (6e édition). Dunod.

**Rousseau, M. (2020).** Les produits de protection solaire et leur impact sur les organismes marins (p. 115). 2020.

**Routaboul, C., Denis, A., & Vinche, A. (1999).** Immediate pigment darkening: description, kinetic and biological of function. *European Journal of Dermatology*, 9(2), Bioderma.

## S

**Said, F., & Kamaluddin, M. T. (2016).** Efficacy of the *Aquilaria malaccensis* leaves active fraction in glucose uptake in skeletal muscle on diabetic Wistar rats. *International Journal of Health Sciences and Research*, 6(7), 162-167.

**Saïdana, D., Mahjoub, S., Boussaada, O., Chriaa, J., Mahjoub, M. A., Chéraïf, I., ... Helal, A. N. (2008).** Antibacterial and antifungal activities of the essential oils of two

saltcedar species from Tunisia. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 85(9), 817-826.

**Saikia, P., & Khan, M. (2014).** Homegardens of upper Assam, northeast India: A typical example of on farm conservation of Agarwood (*Aquilaria malaccensis* Lam.). *International Journal of Biodiversity Science, Ecosystem Services & Management*, 10(4), 262-269.

**Salta, F. N., Mylona, A., Chiou, A., Boskou, G., & Andrikopoulos, N. K. (2007).** Oxidative Stability of Edible Vegetable Oils Enriched in Polyphenols with Olive Leaf Extract. *Food Science and Technology International*, 13, 413-421.

**Sander, M., Sander, M., Burbidge, T., & Beecker, J. (2021).** Efficacité et innocuité des écrans solaires pour la prévention du cancer de la peau. *Canadian Medical Association Journal*, 193, E348-E354.

**Sarmah, P., Das, B., Saikia, J., Konwar, P., Mudoj, K. D., Saikia, S. P., & Banik, D. (2022).** An insight on the immunomodulatory potential of wood oil of *Aquilaria malaccensis* Lam. with an emphasis on related phytomedicine, biomarkers, pharmacology, and toxicity.

**Sarni-Manchado, P., & Cheynier, V. (2006).** Les polyphénols en agroalimentaire. Tec & Doc éditions. France.

**Sartori-Thiel, A. (2003).** Activités antimicrobiennes d'extraits végétaux enrichis en polyphénols. Science et Agronomie ED 380 Doctorat: 177.

**Sayre, R. M., Agin, P. P., LeVee, G. J., & Marlowe, E. (1979).** A comparison of in vivo and in vitro testing of sunscreens formulas. *Photochemistry and Photobiology*, 29(3), 559-566.

**Scalbert, A. (1991).** Antimicrobial properties of tannins. *Phytochemistry*, 30, 3875-3883.

**Schalka, S., & Reis, V. M. S. (2011).** An bras dermatol. Sun protection factor: Meaning and controversies, 86(3), 507-715

**Seite, S., & Fourtanier, A. M. A. (2008).** The benefit of daily photoprotection. *Journal of the American Academy of Dermatology*, 58(Suppl2), S160-S166.

**Sies, H. (1997).** *Antioxidants in disease mechanisms and therapy. Advances in Pharmacology*, 38. New York: Academic Press.

**Simatupang, J., Batubara, R., & Julianti, E. (2015).** Consumers' acceptance and antioxidant of the agarwood (*Aquilaria malaccensis* Lamk.) leaves tea based on the shape and size of leaves. *Peronema Forestry Science Journal*, 4, 1-11.

**Singleton, V. L. (1966).** The total phenolic content of grape berries during the maturation of several varieties. *American Journal of Enology and Viticulture*, 17(2), 126-134.

**Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965).** Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology and Viticulture*, 16, 144-158.

**Skerget, M., Kotnik, P., Hadolin, M., Rizner, A., Hraš, A., Simonič, M., & Knez, Ž. (2005).** Phenols, proanthocyanidins, flavones and flavonols in some plant materials and their antioxidant activities. *Food Chemistry*, 89, 191-198.

**Snyder, L. R. (1978).** Classification of the solvent properties of common liquids. *Chromatography Science*, 16, 223-234.

**Solovchenko, A. E., & Merzlyak, M. N. (2008).** *Russ. J. Plant Physiol.*, 55(6), 719-737.

**Somers, T. C. (1971).** The polymeric nature of wine pigments. *Phytochemistry*, 10(9), 2175-2186.

**Souilah, N. (2018).** Étude de la composition chimique et des propriétés thérapeutiques traditionnelles et modernes des huiles essentielles et des composés phénoliques de quelques espèces du Nord-est algérien. Thèse de doctorat en sciences. Faculté des Sciences Exactes, Université des Frères Mentouri Constantine 1.

**Stanciauskaite, M., Marksa, M., Rimkiene, L., & Ramanauskiene, K. (2022).** Evaluation of Chemical Composition, Sun Protection Factor and Antioxidant Activity of Lithuanian Propolis and Its Plant Precursors. *Plants*, 11(24), 3558.

**Sun, B., Richardo-da-Silvia, J. M., & Spranger, I. (1998).** Critical factors of vanillin assay for catechins and proanthocyanidins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(10), 4267-4274.

**Sun, T., & Ho, C. T. (2005).** Antioxidant activities of buckwheat extracts. *Food Chemistry*, 90, 743-749.

**Syamsul, E. S., & Lestari, N. A. A. D. (2020).** Perbandingan ekstrak lamur *Aquilaria malaccensis* dengan metode maserasi dan refluks. *Jurnal Riset Kefarmasian Indonesia*, 2(2).

## T

**Thanh, L., Dolj, T., Son, N., Sato, T., & Kozan, O. (2015).** Impacts of biological, chemical and mechanical treatments on sesquiterpene content in stems of planted *Aquilaria crassna* trees. *Agroforestry Systems*, 89(6), 973-981.

**Thomas, P. (2011).** Produits de protection solaire. *Cosmétique et Dermatologie esthétique*, Elsevier Masson SAS, pp. 1-10.

**Thompsen, J. C., & Mottola, H. A. (1984).** Kinetics of the complexation of iron (II) with ferrozine. *Analytical Chemistry*, 56(4), 755-757.

**Thring, T. S. A., Hili, P., & Naughton, D. P. (2009).** Anti-collagenase, anti-elastase, and antioxidant activities of extracts from 21 plants. *BMC Complementary and Alternative Medicine*, 9, 1-11

## U

**Uttara, B., Singh, A. V., Zamboni, P., & Mahajan, R. T. (2009).** Oxidative stress and neurodegenerative diseases: A review of upstream and downstream antioxidant therapeutic options. *Current Neuropharmacology*, 7, 65-74.

## V

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

**Van Der Werf, R. (2013).** Évaluation du pouvoir anti-oxydant des aliments: recherche de leurs effets modulateurs sur le stress oxydant dans le cas du diabète (Doctoral dissertation, Université de Strasbourg). 250p.

**Venkatachalam, H., Nayak, Y., & Jayashree, B. S. (2012).** Evaluation of the antioxidant activity of novel synthetic chalcones and flavonols. *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, 3(3).

**Venugopal, N., & Estre, J. (2015).** An unusual development of flowers in *Aquilaria malaccensis* J. Lamarck (Thymelaeaceae) growing in Meghalaya, Northeast India. *East Himalayan Society for Spermatophyte Taxonomy*, 9(1), 140-143.

**Vermerris W., Nicholson R.,(2006).** -*Phenolic Compound Biochemistry*.Edition Springer.

## W

**Widowati, W., Janeva, W., Nadya, S., Amalia, A., Arumwardana, S., Kusuma, H. S. W., & Arinta, Y. (2018).** Antioxidant and antiaging activities of *Jasminum sambac* extract, and its compounds. Kermanshah University of Medical Sciences.

**Winkel, B. S. (2004).** Metabolic channeling in plants. *Annual Review of Plant Biology*, 55, 85-107.

**Wolfe, K. L., Liu, R. H., & Zhou, Y. (2007).** Antioxidant activity of apple peels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(22), 8896-8907.

**Wulf, L. W., & Nagel, C. W. (1976).** *J. Chromatogr.*, 116, 271.

## Z

**Zaafouri, K. (2008).** Utilisation des sucres fermentescibles des cladodes d'*Opuntia* spp. par *Saccharomyces cerevisiae*: Production de cellules et du bioéthanol cellulosique. Mémoire de mastère, INSAT.

**Zahir, I., Houari, A., Iraqui, M., & Ibnsouda, S. (2018).** Valorisation de l'activité antibactérienne des microorganismes isolés à partir des biotopes marocains et caractérisation

partielle de leurs principes actifs. In A. PrénomNom (Ed.), *Proceedings BIOSUNE'1* (pp. 80-95)

**Zerguine, R. (2015).** Skin and the sun. *Batna Journal of Medical Sciences*, 2(1), 24-29.

**Zhang, J. J., Wei, Y., Fang, Z. (2019).** Ozone pollution: A major health hazard worldwide. *Frontiers in Immunology*, 10, Article 2518.

**Zhong, M., Liu, Y., Liu, J., Di, D., Xu, M., Yang, Y., ... Liu, J. (2014).** Isocorydine derivatives and their anticancer activities. *Molecules*, 19(8), 12099-12115.

**Zoecklein, B., Fugelsang, K. C., Gump, B. H., & Nury, F. S. (2013).** Wine analysis and production. Springer Science & Business Media.

# **Annexes**

## Annexe 01

### 1-1 Les flavones :

Cette sous-classe est la moins abondante dans les fruits et légumes (Manach et al., 2004). Ils dérivent des flavanones par une oxydation qui introduit une seconde double liaison dans l'hétérocycle (Heller et al., 1998) (Figure 01). Dans plus de 90%, le cycle A est substitué par deux hydroxyles phénoliques en C<sub>5</sub> et C<sub>7</sub> (Bruneton, 1999).

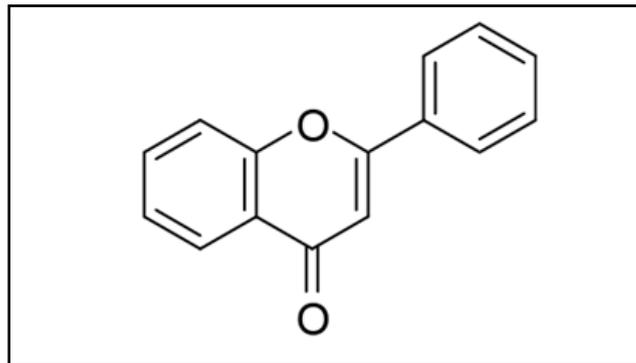


Figure 1-1 : Structure chimique des flavones (Sartori, 2003).

### 1-2 Les flavanones :

Ces composés se caractérisent par l'absence de double liaison entre C<sub>2</sub>-C<sub>3</sub> (Figure 02) et ils sont présents dans les plantes sous forme de trace (Réchter, 1993). Ils sont responsables de la saveur amère de certains agrumes tels que les pamplemousses, les citrons et les oranges. De plus, ces agrumes sont parmi les sources principales de flavanones dans l'alimentation humaine (Sarni et Cheynier, 2006).

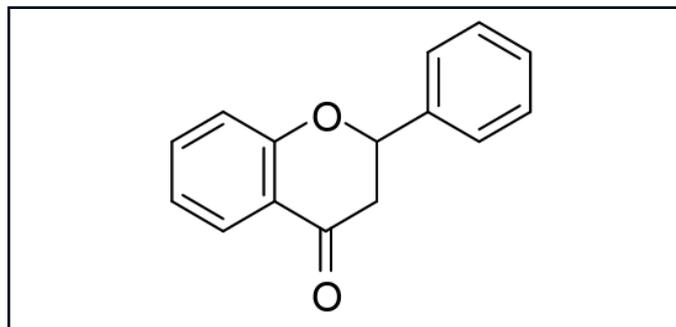


Figure 1-2 : Structure chimique des flavanones(Sartori, 2003).

### 1-3 Les flavonols :

Ce sont des dérivés hydroxylés des flavones et sont caractérisés par la présence d'un groupement hydroxyle sur le carbone C<sub>3</sub> et d'un groupement carbonyle en position 4 (Figure 03). Ces composés sont largement répandus dans notre alimentation cependant leurs teneurs sont généralement faibles (Sarni et Cheynier, 2006).

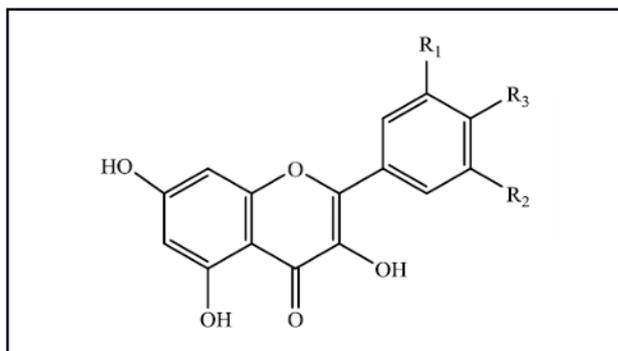


Figure 1-3 : Structure chimique des flavonols (Sarni, 2006).

### 1-4 Les flavanols :

Les flavanols, appelés plus précisément flavan-3-ols en raison du groupement hydroxyle en position 3 de l'hétérocycle (Somers, 1971 ; Zoecklein et al., 2013 ; Singleton, 1966) (Figure 04), sont très abondant dans les fruits comme les abricots, les cerises, les raisins, ... etc (Fraga, 2009).

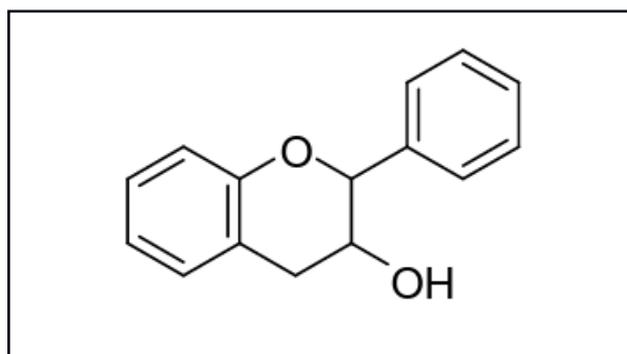
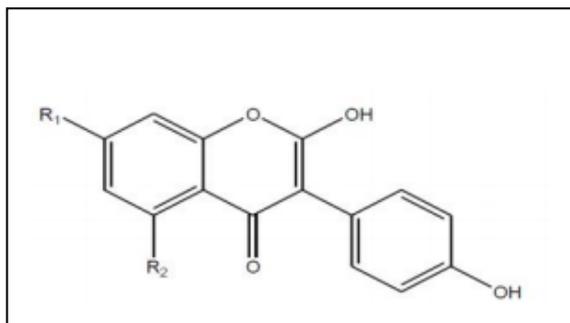


Figure 1-4 : Structure chimique des flavanols (Sartori, 2003).

### 1-5 Les isoflavones :

Contrairement à la plupart des autres flavonoïdes, les isoflavones sont caractérisées par la présence d'un cycle B fixé en C<sub>3</sub> plutôt qu'en C<sub>2</sub> (Figure 05). Elles sont distribuées de

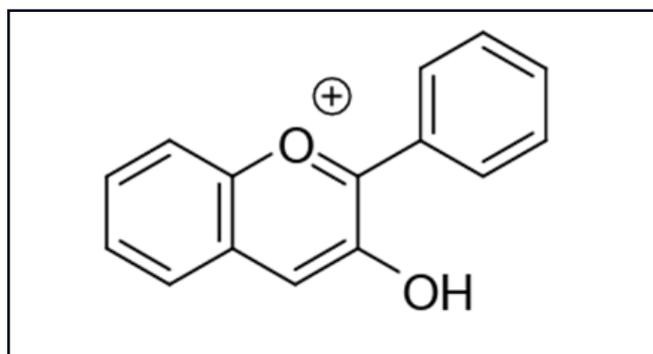
manière très limitée dans le règne végétal (**Fraga, 2009**) et sont exclusivement trouvés dans les légumes, plus particulièrement les graines de soja (**Graf et al., 2005**).



**Figure 1-5 :** Structure chimique des isoflavones (**Sartori, 2003**).

### 1-6 Les anthocyanidines :

Ce sont des pigments, principalement sous formes de glycosides stables et hydrosolubles, rouges en milieu acide, virant au bleu-violet en milieu neutre ou faiblement alcalin (**Lucarini et al., 2002**). Une caractéristique importante de ces composés réside dans leur aptitude antioxydante basée grâce aux caractéristiques spécifiques de leur structure chimique (**Figure 06**) (**Castaneda et al., 2009**).



**Figure 1-6 :** Structure chimique des anthocyanidines (**Sartori, 2003**).

## Annexe 02

**Tableau 2-1 :** Facteur de protection solaire (SPF), teneur totale en composés phénoliques, teneur totale en flavonoïdes et activités antioxydante DPPH (l'inverse de IC 50) des extraits de hydrométhanoliques de certaines plantes (Benabdallah, 2021).

Es pèces	Extrait	Flavonoïdes ( $\mu\text{g QE/mg}$ )	DPPH 1/IC50 (ml/ $\mu\text{g}$ )	ABTS 1/CI50 (ml/ $\mu\text{g}$ )	SPF (à 2 mg/ml)
<i>PistaciaatlanticaDesf</i>	Hydro-méthanolique	$0,775 \pm 0,01$	$0,17 \pm 16,66$	$0,28 \pm 20$	$44,43 \pm 2,17$
<i>Lavandulaantinea</i>		$0,587 \pm 0,003$	$0,05 \pm 14,28$	$0,99 \pm 0,87$	$46,54 \pm 0,65$
<i>Thymus algeriensis</i>		$0,339 \pm 0,001$	$0,05 \pm 2,38$	$0,08 \pm 5$	$47,21 \pm 0,83$
<i>Marrubium alysson</i>		$0,225 \pm 0,007$	$0,02 \pm 0,5$	$0,02 \pm 0,46$	$28,55 \pm 3,08$
<i>Jasminumfruticans</i>		$0,252 \pm 0,002$	$0,01 \pm 0,46$	$0,01 \pm 0,26$	$48,08 \pm 0,50$

**Tableau 2-2 :** Facteur de protection solaire (SPF), teneur totale en composés phénoliques, teneur totale en flavonoïdes et activités antioxydante DPPH (l'inverse de IC50) des extraits de éthanoliques de certaines plantes (Nunes et al., 2018).

Es pèces	Extrait	Flavonoïdes ( $\mu\text{g QE/mg}$ )	Polyphénols totaux ( $\mu\text{g GAE/mg}$ )	DPPH 1/CI50 (ml/ $\mu\text{g}$ )	SPF (à 0,2 mg/ml)
<i>Amburanacearenses</i> (écorce)	Éthanolique	$1,90 \pm 0,04$	$32,99 \pm 1,15$	$0,01 \pm 1,08$	17,60
<i>Amburanacearenses</i> (feuilles)		$2,49 \pm 0,02$	$17,70 \pm 1,57$	$0,01 \pm 2,70$	12,21
<i>Aspidosperma cuspa</i>		$6,89 \pm 0,08$	$3,77 \pm 4,36$	$0,02 \pm 1,56$	12,88
<i>Aspidosperma pyrifolium</i>		$2,41 \pm 0,07$	$22,54 \pm 2,22$	$0,007 \pm 1,53$	8,83
<i>Croton sonderianus</i>		$7,94 \pm 0,09$	$34,41 \pm 0,87$	$0,01 \pm 0,71$	6,42
<i>Curatella americana</i> (feuilles)		$5,89 \pm 0,01$	$42,52 \pm 0,80$	$0,09 \pm 1,63$	12,77
<i>Curatella americana</i> (écorce)		$1,80 \pm 0,01$	$57,14 \pm 0,75$	$0,19 \pm 20$	14,74
<i>Dimorphandragardneriana</i>		$38,87 \pm 0,51$	$69,23 \pm 7,31$	$0,19 \pm 8,33$	20,12
<i>Lippiamicrophylla</i>		$5,17 \pm 0,06$	$45,67 \pm 4,25$	$0,07 \pm 1,02$	26,82
<i>Lueheapaniculata</i>		$7,64 \pm 0,06$	$44,44 \pm 0,87$	$0,15 \pm 9,09$	16,16
<i>Sida galheirensis</i>		$3,58 \pm 0,08$	$11,35 \pm 1,15$	$0,01 \pm 1,36$	5,40

**Tableau 2- 3 :** Activités antiâges, teneur totale en composés phénoliques, et activité antioxydante ABTS (l'inverse de IC50) des extraits méthanoliques de certaines plantes (**Bravo et al., 2016**).

Es pèces	Extrait	Polyphénols totaux (mg GAE/g)	ABTS 1/CI 50 ( $\mu\text{mol ET/g}$ )	Anti-collagénase %	Anti-élastase %	Anti- hyaluronidase %
<i>HedyosmumgoudotianumSolms</i>	Méthanolique	124,2 $\pm$ 3,6	0,002	22,7 $\pm$ 12,9	0,0 $\pm$ 0,0	60,3 $\pm$ 2,6
<i>Cavendishiapubescens (Kunth) Hemsl</i>		28,1 $\pm$ 0,9	0,020	1,7 $\pm$ 3,0	0,0 $\pm$ 0,0	26,4 $\pm$ 1,4
<i>Gaultheria erecta vent</i>		306,4 $\pm$ 36,8	0,001	100,0 $\pm$ 0,0	96,6 $\pm$ 1,1	100,0 $\pm$ 0,0
<i>Vaccinium floribundumKunth</i>		112,4 $\pm$ 1,0	0,005	97,0 $\pm$ 0,7	8,8 $\pm$ 5,1	34,1 $\pm$ 5,2
<i>Vaccinium meridionaleSw</i>		131,9 $\pm$ 4,5	0,004	89,0 $\pm$ 3,7	14,3 $\pm$ 2,2	96,9 $\pm$ 3,7
<i>Miconiamyrtillifolia Naudin</i>		176,0 $\pm$ 1,1	0,002	88,0 $\pm$ 5,8	0,0 $\pm$ 0,0	93,4 $\pm$ 3,0
<i>Syzygium paniculatumGaertn</i>		144,2 $\pm$ 3,8	0,001	79,5 $\pm$ 0,5	0,0 $\pm$ 0,0	95,3 $\pm$ 5,5
<i>Ugnimyracoides (Kunth)</i>		116,5 $\pm$ 8,9	0,002	100,0 $\pm$ 0,0	52,4 $\pm$ 1,0	100,0 $\pm$ 0,0
<i>PassifloraedulisSims</i>		60,2 $\pm$ 7,1	0,011	19,4 $\pm$ 11,9	22,0 $\pm$ 3,7	2,9 $\pm$ 1,3
<i>Passifloratarminiana Coppens</i>		146,2 $\pm$ 9,1	0,002	94,5 $\pm$ 2,7	8,1 $\pm$ 3,5	98,7 $\pm$ 1,5
<i>HieronymaantioquensisCuatrec</i>		85,2 $\pm$ 3,8	0,002	29,2 $\pm$ 3,0	13,7 $\pm$ 2,4	24,4 $\pm$ 2,5
<i>Fragaria vesca L</i>		34,6 $\pm$ 0,6	0,014	36,2 $\pm$ 18,6	0,0 $\pm$ 0,0	16,2 $\pm$ 3,1
<i>Coccocypselumlanceolatum</i>		202,1 $\pm$ 8,0	0,002	81,8 $\pm$ 2,4	19,4 $\pm$ 1,3	0,6 $\pm$ 0,4
<i>PalicouregarciaeSteyerm</i>		109,1 $\pm$ 9,8	0,008	2,9 $\pm$ 2,9	0,0 $\pm$ 0,0	19,5 $\pm$ 5,3
<i>Rubus glaucus Benth.</i>		91,8 $\pm$ 1,1	0,003	73,2 $\pm$ 1,3	0,0 $\pm$ 0,0	77,6 $\pm$ 0,9
<i>Rubus robustus C. Presl</i>		121,6 $\pm$ 3,6	0,002	92,2 $\pm$ 1,6	55,1 $\pm$ 1,4	83,6 $\pm$ 1,7
<i>Palicourezarucchii C.M. Taylor</i>		64,4 $\pm$ 2,5	0,008	28,6 $\pm$ 39,6	0,0 $\pm$ 0,0	0,0 $\pm$ 0,0
<i>Nerteragranadensis</i>		85,5 $\pm$ 4,2	0,006	11,7 $\pm$ 1,5	0,0 $\pm$ 0,0	1,8 $\pm$ 0,7
<i>Cestrumnocturnum L</i>		88,3 $\pm$ 2,4	0,011	0,7 $\pm$ 1,2	15,0 $\pm$ 3,3	0,0 $\pm$ 0,0
<i>Solanum betaceumCav</i>		79,8 $\pm$ 1,5	0,008	1,6 $\pm$ 1,5	4,0 $\pm$ 1,3	0,0 $\pm$ 0,0
<i>Lycianthesradiata</i>	227,7 $\pm$ 8,2	0,002	17,0 $\pm$ 2,3	2,0 $\pm$ 3,5	8,3 $\pm$ 2,7	
<i>Physalis peruviana L</i>	18,1 $\pm$ 0,5	0,064	8,4 $\pm$ 3,1	11,2 $\pm$ 2,8	0,0 $\pm$ 0,0	
<i>Solanum nutans Ruiz</i>	12,6 $\pm$ 0,8	0,196	1,5 $\pm$ 1,3	6,5 $\pm$ 3,7	0,0 $\pm$ 0,0	

**Tableau 2- 4 :** Activités antiâges, teneur totale en composés phénoliques, et activité antioxydante DPPH (l'inverse de IC50) des extraits éthanoliques de certaines plantes (**Jiratchayamaethasakul et al., 2021**).

Es pèces	Extrait	DPPH 1/CI50 %	Anti-collagénase %	Anti-élastase %	Anti-hyaluronidase %
<i>Salsola komarovii</i>	Éthanolique	0,012	29,69 ± 0,17	17,68 ± 2,10	45,68 ± 5,85
<i>Triglochinmaritimum</i>		0,041	11,94 ± 1,84	6,00 ± 2,62	39,74 ± 1,24
<i>Argusiasibirica</i>		0,030	62,24 ± 0,55	74,47 ± 0,18	11,13 ± 2,60
<i>Artemisia scoparia</i>		0,026	15,21 ± 0,55	10,38 ± 7,87	11,74 ± 2,44
<i>Spartinaanglica</i>		0,046	34,99 ± 0,55	71,63 ± 2,21	18,00 ± 2,90
<i>Artemisia princeps</i>		0,012	23,45 ± 0,05	5,41 ± 2,15	51,71 ± 0,33
<i>Rosa rugosa</i>		0,012	90,31 ± 0,05	60,76 ± 3,58	48,67 ± 1,51
<i>Suaedamaritima</i>		0,088	36,53 ± 0,05	6,19 ± 1,95	9,43 ± 1,50
<i>Spergularia marina</i>		0,029	31,60 ± 2,81	31,60 ± 2,81	57,73 ± 4,09
<i>Chenopodiumglaucum</i>		0,023	52,86 ± 0,50	52,86 ± 0,50	57,73 ± 2,36
<i>Atriplexgmelinii</i>		0,033	7,73 ± 0,67	7,73 ± 0,67	40,91 ± 3,36
<i>Peucedanum japonicum</i>		0,026	36,89 ± 1,86	36,89 ± 1,86	30,45 ± 0,68
<i>Ischaemumantephoroides</i>		0,011	24,87 ± 1,10	24,87 ± 1,10	36,14 ± 3,15

## ملخص

يعتمد استخدام النباتات الطبية في مستحضرات التجميل والأمراض الجلدية على قرون من المعرفة التقليدية ويتم التحقق من صحتها الآن من خلال البحث العلمي الحديث. يركز هذا العمل على تقييم محتويات المركبات الفينولية وكذلك؛ دراسة النشاط المضاد للجذور والفعالية الوقائية للضوء لمستخلصات اللحاء من جذع *Aquilaria malaccensis* من أجل تحديد تأثيرها للقدرة على حماية الجلد ضد الأشعة فوق البنفسجية بعد إجراء الاستخلاص عن طريق النقع في خليط من المذيبات (الميثانول/الأسيتون/الماء (70/20/10)) تحت شرطين مختلفين، كشفت دراستنا الكيميائية النباتية أن هذا النوع يحتوي على مركبات الفلافونويد والقلويدات وجليكوسيدات مقوي القلب والعفص والتيريبينويدات بكثافة متفاوتة. أظهرت كروماتوغرافيا الطبقة الرقيقة أن المركبات المستخرجة تبقى مستقرة بغض النظر عن زمن الاستخلاص أو تجديد المذيبات المحتويات البوليفينول والفلافونويد والعفص المكثفة متقاربة جدًا في جرام من المستخلص الجاف وتتفق مع الاختبارات الكيميائية النباتية، حيث كانت الشدة متشابهة أيضًا. ومع ذلك، أظهر الاستخراج لفترات طويلة زيادة كبيرة في المحتويات، معيارًا عنها بالمليجرام المعادل لحمض الغاليك لكل جرام من المواد النباتية الجافة، لوحظ في مستخلص ساعة (8.482 مجم EAG/g DM، 4.489 EAG/g مجم EAG/g DM، 0.540 DM مجم EAG/g DM على التوالي). تم تقييم النشاط المضاد للأكسدة بواسطة طريقتين DPPH و ABTS، في المختبر. على الرغم من أن المستخلصات أظهرت نشاطًا مشابهًا في التخلص من الجذور الحرة في كلا الاختبارين، إلا أنها كانت أقل من المعايير. أخيرًا، أظهر اختبار نشاط الحماية من الشمس حماية منخفضة إلى متوسطة من أشعة الشمس، عند تركيز منخفض من المستخلص لمدة 48 ساعة (SPF من 13.59 إلى 0.1 مجم/مل). تثبتت هذه النتائج أن لحاء الجذع *A. malaccensis* يمثل مصدرًا معتدلًا للبوليفينول الذي يتمتع بقدرة مضادة للأكسدة وواقية من الضوء مفيدة للصناعات الدوائية ومستحضرات التجميل

الكلمات المفتاحية: المركبات الفينولية، النشاط المضاد للجذور DPPH، ABTS، CCM، SPF.

## Résumé

L'utilisation des plantes médicinales dans les formulations cosmétiques et dermatologiques repose sur des siècles de savoir traditionnel et est aujourd'hui validée par la recherche scientifique moderne. Ce travail se concentre sur l'évaluation des teneurs en composés phénoliques ainsi que sur l'étude des activités antiradicalaires et de l'efficacité photoprotectrice des extraits d'écorce du tronc d'*Aquilaria malaccensis*, afin de déterminer son potentiel pour protéger la peau contre les rayons UV. Après avoir effectué une extraction par macération dans un mélange de solvants (méthanol/acétone/eau (70/20/10)) selon deux conditions différentes, notre étude phytochimique a révélé que cette espèce contient des flavonoïdes, alcaloïdes et glycosides cardiotoniques, tanins et terpénoïdes, avec des intensités variables. La chromatographie sur couche mince a montré que les composés extraits restent stables, indépendamment du temps d'extraction ou du renouvellement des solvants. Les teneurs en polyphénols, en flavonoïdes et en tanins condensés sont très proches dans un gramme d'extrait sec et concordent avec les tests phytochimiques, où les intensités étaient également similaires. Cependant, une extraction prolongée a montré une augmentation significative des teneurs, exprimées en milligrammes équivalents d'acide gallique par gramme de matière végétale sèche, observée dans l'extrait de 48h (8,482 mg EAG/g MS, 4,489 mg EAG/g MS, 0,540 mg EAG/g MS respectivement). L'activité anti-radicalaire a été évaluée par deux méthodes de piégeage des radicaux DPPH et ABTS, *in vitro*. Bien que les extraits aient montré une activité antiradicalaire similaire pour les deux tests, elle était inférieure aux standards. Enfin, le test de l'activité photoprotectrice a démontré une protection solaire faible à moyenne, à une faible concentration de l'extrait de 48h (SPF de 13,59 à 0,1 mg/ml). Ces résultats établissent que l'écorce du tronc d'*A. malaccensis* représente une source modérée de polyphénols avec une capacité antioxydante et photoprotectrice bénéfique pour les industries pharmaceutiques et cosmétique.

Mots clés : composés phénoliques, activité anti-radicalaire, DPPH, ABTS, CCM, SPF.

## Abstract

The use of medicinal plants in cosmetic and dermatological formulations is rooted in centuries of traditional knowledge and is now validated by modern scientific research. This study focuses on evaluating the levels of phenolic compounds and investigating the antioxidant and photoprotective activities of extracts from the trunk bark of *Aquilaria malaccensis*, to determine its potential in protecting the skin against UV rays. After conducting extraction by maceration in a solvent mixture (methanol/acetone/water (70/20/10)) under two different conditions, our phytochemical study revealed that this species contains flavonoids, alkaloids, cardiac glycosides, tannins, and terpenoids, with varying intensities. Thin-layer chromatography demonstrated that the extracted compounds remain stable regardless of extraction time or solvent renewal. The levels of total polyphenols, flavonoids, and condensed tannins were very close per gram of dry extract and aligned with phytochemical tests, where intensities were similarly matched. However, prolonged extraction showed a significant increase in concentrations, expressed in milligrams of gallic acid equivalents per gram of dry plant material, observed in the 48-hour extract (8.482 mg EAG/g DW, 4.489 mg EAG/g DW, 0.540 mg EAG/g DW respectively). Antiradical activity was assessed using DPPH and ABTS radical scavenging assays *in vitro*. While both extracts exhibited similar antiradical activity in both tests, it was lower than the standards. Finally, the photoprotective activity test demonstrated low to moderate sun protection at a low concentration of the 48-hour extract (SPF of 13.59 at 0.1 mg/ml). These findings establish that the bark of *A. malaccensis* represents a moderate source of polyphenols with beneficial antioxidant and photoprotective capacities for pharmaceutical and cosmetic industries.

Keywords : phenolic compounds, antioxidant activity, DPPH, ABTS, TLC, SPF.