



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCCEN

MEMOIRE

Présenté à la :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : Chimie Physique

Par :

Melle BRAHIMI Meriem

Sur le thème

Extraction des composés bioactifs du *Maclura Pomifera* et évaluation de leur activité antioxydante

Soutenu publiquement le 13 juin 2024 À Tlemcen devant le jury composé de :

Melle DJAMAI Wissam	MCB	Université de Tlemcen	Présidente
Mme BENAÏSSA Khalida	MAB	Université de Tlemcen	Encadrante
Mr MAKHLOUF Hamdi	MAB	Ecole normale supérieure de Boussaâda	Co-encadrant
Mr ALI-NEHARI Abdelkader	MCA	Université de Tiaret	Examineur

Année Universitaire : 2023 – 2024

Remerciements

Avant tout, je remercie ALLAH tout puissant, pour j'ai donné la santé, le courage, la volonté, et surtout la patience, pour l'accomplissement de ce travail.

Le présent mémoire a été réalisé au Laboratoire de Recherche de Spectrochimie et pharmacologie structurale (LSPS), du département de chimie de la faculté des sciences de l'Université de Tlemcen.

Je souhaite exprimer ma profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire de Master. Leur soutien et leurs conseils ont été indispensables à l'aboutissement de ce travail.

Je remercie également **Madame BENAÏSSA Khalida**, mon encadrante, pour sa guidance éclairée, sa patience et ses encouragements constants. Son expertise et son soutien ont été d'une grande valeur pour la réalisation de ce mémoire.

Je remercie aussi **Monsieur MAKHLOUF Hamdi**, mon Co-encadrant, pour ses conseils avisés et son soutien scientifique. Ses suggestions et son accompagnement ont grandement enrichi ce travail.

Je tiens tout particulièrement à remercier chaleureusement **Mlle DJAMAI Wissam**, qui a assumé le rôle de présidente de jury et pour l'importance qu'elle a accordé à mon travail, ses conseils, et pour le temps qu'elle a consacré à ce mémoire.

Je tiens tout particulièrement à remercier chaleureusement **Monsieur ALI-NEHARI Abdelkader**, qui a accepté d'être examinateur de ce mémoire. Son regard critique et ses remarques constructives ont été d'une grande aide pour améliorer et finaliser ce travail. Son expertise et son engagement dans ce rôle ont grandement contribué à la qualité de ce mémoire.

Je remercie également **Madame BENCHOUK Wafaa**, responsable de l'équipe de formation en chimie physique, pour son soutien organisationnel et académique tout au long de mon parcours. Son engagement envers la formation des étudiants est remarquable.

Je tiens tout remercier chaleureusement les ingénieurs de laboratoire (LSPS), et beaucoup plus **BELBACHIR Kawther**, pour son aide précieuse et son dévouement tout au long de mes recherches. Sa disponibilité et ses compétences techniques ont été essentielles pour le bon déroulement de mes expérimentations.

E tiens tout particulièrement à remercier aussi mes collègues de la promotion en chimie physique. Votre camaraderie, votre soutien moral et vos encouragements constants ont été une source inestimable de motivation tout au long de cette aventure académique. Vos conseils, votre entraide et les moments partagés ont rendu ce parcours beaucoup plus enrichissant et agréable.

Enfin, je souhaite remercier l'ensemble des professeurs de l'équipe de chimie physique pour leur enseignement de qualité et leurs précieux conseils. Leur savoir-faire et leur passion pour la discipline ont grandement enrichi mon parcours académique.

À tous, merci infiniment pour votre aide et votre soutien tout au long de cette aventure académique.

Meriem

Dédicace

À mon cher père, ton amour, tes sacrifices et ta sagesse ont été une source constante d'inspiration pour moi. Ton soutien indéfectible et tes encouragements m'ont permis de surmonter tous les obstacles. Merci pour tout ce que tu as fait pour moi. Ce mémoire est le fruit de ton dévouement et de ta foi en mes capacités.

À ma chère mère, ton amour inconditionnel, ta patience et ta bienveillance ont été mes plus grands atouts. Ta force et ton dévouement m'ont toujours motivée à donner le meilleur de moi-même. Merci pour tes encouragements et pour avoir toujours été à mes côtés. Ce mémoire est dédié à ta persévérance et à ton soutien constant.

À mes adorables sœurs Manel et Ahelm Lamis, votre affection et votre soutien moral ont été une source précieuse de motivation tout au long de ce parcours. Merci de toujours me faire confiance et d'être là pour moi dans les moments difficiles.

À mon amie Zakia, ta bienveillance et son soutien inébranlable m'ont énormément aidée et m'a partagé les bons ainsi que les mauvais moments. Merci pour ton aide précieuse et ta disponibilité ta fidèle amitié et tes conseils avisés.

À mes amies les plus proches, Nourhane, Amina et Bouchra, votre amitié précieuse, vos encouragements constants et votre soutien inconditionnel ont illuminé chacune des étapes de cette aventure. Merci pour vos rires partagés, vos conseils avisés et votre présence inestimable. Ce mémoire est dédié à notre amitié indéfectible et à tous les moments mémorables que nous avons partagés.

À tout la famille, les voisins et les amis que j'ai connu jusqu'à maintenant, Merci pour leurs amours et leur encouragement

Meriem

Liste des Figures

Figure 1 : L'arbre De Maclura Pomifera (Osage d'Orange)	6
Figure 2: Utilisation d'huile de Maclura Pomifera pour le cosmétique	7
Figure 3:Différent exemple sur les compositions phénoliques qui présente dans les sources alimentaires.....	9
Figure 4:Les principes composition phénolique et ça structure chimique	10
Figure 5: Structure chimique des flavonoïdes.....	11
Figure 6:Fruit de Maclura Pomifera récolter fraîchement et sécher a l'étuve et la poudre après broyage.....	17
Figure 7: Schéma explicatif et descriptif de déroulement de notre expérience	18
Figure 8: Les étapes d'extraction par reflux.....	19
Figure 9 : Evaporation rotatif de l'extrait après filtration.....	20
Figure 10: Explication le mécanisme réactionnel pour le DPPH.....	24
Figure 11: Changement de couleur exprime la formation des nanoparticules.....	Erreur !
Signet non défini.	
Figure 12: Rendement des Extraits de Maclura Pomifera	30
Figure 13: La courbe d'étalonnage de l'acide gallique	30
Figure 14: La gamme d'étalonnage de L'acide gallique	31
Figure 15:La teneur en polyphénols dans l'extrait aqueux et méthanolique	31
Figure 16: La teneur des polyphénols totaux (mg/ml)	32
Figure 17: La courbe d'étalonnage da catéchine	33
Figure 18: La teneur des Flavonoïdes totaux (mg/ml)	33
Figure 19 :La teneur en flavonoïde dans l'extrait aqueux et méthanolique.....	30
Figure 20 : La courbe d'étalonnage de Glucose	35
Figure 21 : La teneur des sucres totaux (mg/ml).....	35
Figure 22 : Teneur en cendre obtenue de fruit Maclura Pomifera	37
Figure 23 Courbe de pourcentage d'inhibition de l'acide ascorbique.....	38
Figure 24 : Pourcentage d'inhibition de l'extrait aqueux et l'extrait méthanolique de fruit Maclura Pomifera et la courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique.....	38

Figure 25 : Pourcentage d'inhibition de l'extrait aqueux et méthanolique de Maclura Pomifera	39
Figure 26: Inhibition de l'extrait AQ et méthanolique en fonction de différent concentration	40
Figure 27 : Courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique	41
Figure 28 : L'absorbance de l'extrait aqueux et méthanolique en fonction de concentration	41
Figure 29 : Le pouvoir réducteur de les extraits aqueux et méthanolique de fruit Maclura Pomifera et la courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique.....	41
Figure 30 : L'absorbance des extraits aqueux et méthanolique de test FRAP en fonction de diverse concentration	42
Figure 31: Effet de concentration de l'extrait aqueux	43
Figure 32: Effet de concentration de l'extrait méthanolique	44
Figure 33 : Effet de concentration d'Ag de l'extrait méthanolique.....	45
Figure 34: Spectres IR des NPAg et de l'extrait aqueux et méthanolique de fruit Maclura Pomifera.....	46
Figure 35 : Spectre DRX des NPAg pour les extrait aqueux et méthanolique de fruit Maclura Pomifera.....	48
Figure 36: Micrographie (MEB) confirmé la présence des NPAg pour l'extrait de fruit Maclura Pomifera.....	49

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Les solvants les plus utiliser pour extraction des composer active de Maclura Pomifera	8
Tableau 2: Solvants et réactifs utilisés pour les expérimentations	18
Tableau 3 : Le rendement trouvé après extraction	29
Tableau 4 : Résultats des polyphénols obtenus après extraction	31
Tableau 5 : Résultats des teneurs des flavonoïdes dans les deux extraits	33
Tableau 6 : Les résultats obtenus du teneur en sucre dans les deux extraits	35
Tableau 7: Teneur en eau et matière séché de fruit Maclura Pomifera	36
Tableau 8: Teneurs en cendre totaux et matière organique de Maclura Pmifera	36

Liste des abréviations :

% : pourcentage

µl : microlitre

Ag : Argent

AgNO₃ : Nitrate d'argent

AQ : aqueux

C : Concentration

C ° : Celsius

CFC : Cubique à face centrée

cm : centimètre

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

DPPH : 2, 2-Diphényl-1- Picrylhydrazyle

DRX : Diffraction des rayons X

EC₅₀ : Concentration efficace médiane

ES : Extrait sec

FRAP : Ferric Reducing Antioxidant Power

FTIR : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier

g : gramme

H : Humidité

HPLC : Chromatographie de partage à polarité de phases inversée

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

M : mole

MEB : Microscopie électronique à balayage

MET : Microscopie électronique en transmission

mg : milligramme

min : minute

MO : Matière organique

MOP : microscopique optique polarisée

MS : Matière sèche

nm : nanomètre

NP : nanoparticule

NPAg : Nanoparticule d'argent

OMS : organisation mondiale de la Santé

PH : potentiel hydrogène

RMN : spectroscopie de résonance magnétique nucléaire

T : Température

UV-visible : Spectrométrie ultraviolet-visible

λ : Longueur d'onde

Table des matières

Remerciement

Dédicace

Introduction Générale : 1

Chapitre I : Recherche Bibliographique

I.1 Introduction : 5

I.2 Etude botanique pour *Maclura Pomifera* : 5

I.3 Classification et systématique : 6

I.4 Les composés Biochimique de *Maclura Pomifera* : 7

I.5 Les principaux composés bioactifs : 9

I.5.1 Polyphénols : 9

I.5.2 Les flavonoïdes : 10

I.6 Application de *Maclura Pomifera* : 11

I.7 L'activité antioxydante : 12

I.8 Les nanoparticules : 13

I.8.1 Caractérisation des Nanoparticules : 13

I.8.1.1 La spectrophotométrie UV-Visible : 13

I.8.1.2 spectrométrie infrarouge (IR) : 14

I.8.1.3 Diffraction des rayons X (DRX) : 14

I.8.1.4 Microscopie électronique à balayage : 14

I.8.1.5 Microscopie électronique à transmission : 14

I.8.2 Classification des Nanoparticules : 14

I.8.3 Caractérisation morphologiques des Nanoparticules : 15

I.9 Application des Nanoparticules : 15

I.9.1 Argent (NPAg) : 15

Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1 Introduction :	17
II.2 Matériels et Méthodes :	17
II.2.1 La récolte :	17
II.2.2 Préparation de Matériel végétale :	17
II.2.3 Les réactifs et les solvants utilisés :	18
II.2.4 Méthode D'extraction :	19
II.2.4.1 Extraction par reflux :	19
II.2.4.2 Le rendement des extraits :	20
II.2.5 Dosage des composer phénolique :	21
II.2.5.1. Dosage de teneur des polyphénols :	21
II.2.5.2 Dosage de teneur des Flavonoïdes :	21
II.2.6 Dosage des sucres Totaux :	22
II.2.7 Détermination de la teneur en Eau :	22
II.2.8 Détermination de la teneur en cendre :	23
II.2.9 L'activité antioxydante :	23
II.2.9.1 Le test de réduction du radical stable DPPH • (Le 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) :	23
II.2.9.2 Réduction de Fer (Test FRAP) (Ferric Reducing antioxydant Power) :	25
II.2.10 Les Nanoparticule d'Argon (AgNO ₃) :	25
II.2.10.1 Les effets affectants la formation des nanoparticules :	26

Chapitre III : Résultats et Discussions

III.1 Rendement :	29
III.2 Teneur des composer phénolique :	30
III.2.1. Polyphénol :	30
III.2.2 Flavonoïdes :	32
III.3 Les sucre :	34

III.4 Teneur en Eau :	36
III.5 Teneur en cendre :	36
III.6 Activité Antioxydante :	37
III.6.1 Le test de réduction du radical stable DPPH • :	37
<i>Détermination de IC50 pour les extrais aqueux et méthanolique :</i>	39
III.6.2 Réduction de Fer (Test FRAP) :	40
<i>Détermination de EC50 pour les extrais aqueux et méthanolique :</i>	42
III.7 Synthèse des Nanoparticule d'argent :	43
III.7.1 caractérisé par les spectres UV-Vis des Ag NP :	43
III.7.1.1 Effet de concentration de l'extrait pour l'extrait aqueux :	43
III.7.1.2 Effet de concentration de l'extrait pour extrait méthanolique :	44
III.7.1.3 Effet de concentration d'Ag pour l'extrait aqueux :	44
III.7.1.4 Effet de concentration d'Ag pour l'extrait méthanolique :	45
III.8 Caractérisation par infrarouge (IR) :	46
III.9 Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX) :	48
III.10 Caractérisation par Microscopie électronique à balayage (MEB) :	49
Conclusion.....	50
Références :	51

Introduction Générale

Les plantes médicinales sont perçues comme étant efficaces et jouent un rôle essentiel dans l'évolution de la médecine et de la pharmacologie. Elles sont utilisées depuis des années et sont à l'origine des systèmes de soins traditionnels dans de nombreuses cultures à travers le monde. D'après l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS 2013), environ 80 % de la population mondiale se sert de remèdes à base de plantes pour leurs soins de santé primaires. La présence de cette fréquence s'explique par la variété et l'efficacité des composés bioactifs tels que les polyphénols de différentes formes (flavonoïdes, tanins, les terpènes, ...) ainsi que les sucres, les huiles essentielles,... présents dans les plantes, offrant des solutions pour une variété de maladies et de problèmes de santé [1]

Les plantes médicinales sont reconnues pour leurs nombreuses propriétés liées à la santé grâce à leurs composants bioactifs et naturels. Elles ont notamment des propriétés anticancéreuses, antivirales, antimicrobiennes, anti-inflammatoires, antioxydants, des effets sur la fragilité capillaire et une capacité à inhiber l'agrégation plaquettaire chez l'homme, grâce aux composés phénoliques présents dans les plantes, on utilise même les propriétés pharmacologiques de ces produits dans le secteur de la cosmétique pour la création de différents produits pour la peau [2].

On a attribué les bénéfices physiologiques des composés phénoliques végétaux à leur capacité à inhiber la peroxydation lipidique, à moduler les voies de transduction du signal cellulaire et à intervenir dans l'apoptose. Et les premiers écrits concernant les utilisations médicinales des plantes incluent environ 1 000 médicaments issus d'une seule plante [3].

Parmi ces plantes médicinales on retrouve le fruit *Maclura Pomifera* ou bien Osage D'orange connu pour sa capacité thérapeutique qui est encore peu utilisé et peu connu exploité.

Maclura Pomifera est une espèce de plantes de la famille des Moracées originaire des États-Unis. Contient les fruits, les racines et les écorces divers éléments bioactifs, tels que les polyphénols, les flavonoïdes et des xanthones, qui possèdent des propriétés antioxydants, antimicrobiennes et anti-inflammatoires. Il joue également un rôle dans le traitement de certaines maladies telles que les allergies, l'eczéma, les fissurées des mains et des pieds,... [4, 5]

Le stress oxydatif est un déséquilibre entre la production de radicaux libres, qui sont des molécules réactives contenant de l'oxygène, et la capacité de l'organisme à neutraliser ces radicaux ou à réparer les dommages qu'ils causent. Ce déséquilibre peut entraîner des dommages cellulaires et jouer un rôle dans le développement de diverses maladies.

Le problème qui se pose c'est comment traiter le stress oxydatif à partir des plantes médicinales telle que la *Maclura Pomifera* ?

L'Algérie riche en plantes médicinales parmi ces plantes on trouve notre fruit *Maclura Pomifera* ou bien Osage D'orange qui existe dans la région de wilaya de Jijel.

Notre travail de fin d'étude vise à extraire par reflux des composés bioactifs de ce fruit, en se concentrant sur le rendement des extraits obtenus en polyphénols, flavonoïdes, sucre, cendre et humidité des fruits *Maclura Pomifera*.

Par la suite, cette extraction sera vérifiée en estimant les concentrations en polyphénols et flavonoïdes, en sucre et en cendre, ainsi qu'en eau des différents extraits obtenus à l'aide de dosages colorimétriques qui indiquent la présence de ces composés.

Et aussi l'analyse de diverses activités biologiques de ce fruit, notamment l'activité antioxydante des extraits avec divers solvants, qui nous permet de développer une corrélation entre le solvant d'extraction et les concentrations en composés bioactifs d'intérêt et leur impact sur l'activité antioxydante. Ces résultats sont comparés à des études et des recherches précédentes menées par des chercheurs.

À la fin, on a examiné l'impact des nanoparticules d'argent et les caractérisons à l'aide de différentes techniques telles que la spectrométrie UV-visible, infrarouge (IR), DRX, MEB.

Notre travail de mémoire fin d'étude est constitué de trois parties :

La première partie est la recherche bibliographique qui on a donné une généralité sur notre fruit et ces composés.

La deuxième partie, c'est l'extraction avec différent solvant avec une seule méthode d'extraction (extraction par reflux) après déterminer les teneurs de ces composés (polyphénol, flavonoïdes, sucre, humidité, cendre), en suit étudier et évaluer l'activité antioxydante en utilisant deux méthodes différentes : DPPH et FRAP, après, la synthèse des nanoparticules d'argent à partir de l'extraits aqueux de ce fruit étudiées et la caractérisation de ces nanoparticules par diverses techniques spectromètre (UV-Visible, infrarouge (IR), diffraction des rayons X (DRX), MEB.

Et dans la troisième partie on a présenté les résultats obtenus et les discussions ainsi que la comparaison avec d'autres études.

Enfin, une conclusion générale qui résume l'essentiel de notre travail.

CHAPITRE I :

Recherche Bibliographique

I.1 Introduction

Maclura Pomifera est le nom de William Maclure (1763-1840) c'est des premiers géologues américains et Pomifera signifie « arbre fruitier » car les arbres femelles produisent de gros fruits [6].

I.2 Etude botanique pour Maclura Pomifera

Le Maclura Pomifera, également connu sous le nom d'Oranger Osage, est un arbre originaire d'Amérique du Nord. Il est un arbre épineux et dioïque et aussi indigène appartient à la famille des arbres ornementaux. Ses feuilles pointues ovales de 3,5 cm de long sont lisses et contiennent des graines. Le fruit est d'un jaune verdâtre, qui se développe à l'automne et mesure 8 à 12 cm de diamètre. Sa surface est rugueuse et produit un jus laiteux qui peut causer une dermatite chez certaines personnes. L'arbre de Maclura Pomifera peut atteindre une hauteur de 15 mètres et un diamètre d'environ 3 mètres. Le vent apporte la pollinisation à l'arbre. Les fleurs fleurissent de mi-mai à juin et les fruits sont récoltés au mois de septembre [7, 8].

Il s'agit d'une culture multiple composée de plusieurs graines fusionnées pour former une structure sphérique jaune-vert d'environ 3 à 5 cm de diamètre. Les arbres femelles commencent à porter leurs fruits après environ 10 ans [6].

Le potentiel de la durée de vie de l'Orange Osage est assez élevé, car il possède des propriétés organoleptiques. Et aussi On peut évaluer la durée de vie de l'Orange Osage à 150 ans ou plus. On trouve quelque arbre les plus anciens d'Orange Osage de l'Ohio. Selon les études les cinq des arbres ont entre 150 et 175 ans [9].

Pour la première fois, il a été cultivé dans les États du Sud, il est à la fois résistant à la sécheresse, à la chaleur et au vent, et il se développe rapidement.

Le bois est exceptionnellement solide, lourd et flexible, Le bois de cœur, l'écorce et les racines contiennent de nombreuses substances extractibles qui ont une valeur réelle ou potentielle dans l'industrie alimentaire et dans la production de pesticides et de colorants[6, 7].



Figure 1 : L'arbre De Maclura Pomifera (Osage d'Orange) [A]

Il était utilisé par les tribus indiennes pour fabriquer des arcs, d'où un autre nom commun de l'arbre L'écorce épaisse est profondément sillonnée et de couleur orange foncé ; elle se divise en larges crêtes arrondies à mesure que l'arbre vieillit Le bois est exceptionnellement solide, lourd, dur et flexible Il était utilisé par les tribus indiennes pour fabriquer des arcs, d'où un autre nom commun pour l'espèce "Bois d'arc". Actuellement, il est utilisé pour les poteaux de clôture, les attaches et les objets en bois L'oranger d'Osage est souvent planté pour former des haies dans les États de la plaine du sud et dans le Midwest.

I.3 Classification et systématique

Orangers Osage appartiennent à la famille des mûriers (famille des Moracées), L'oranger Osage est une plante pionnière avec de grandes épines apoptotiques sur les branches inférieures, mais les branches supérieures peuvent ne pas être protégées est utilisée pour cultiver des variétés avec les deux épines. Les puces peuvent faire défiler correctement les pics[10].

Autrefois, il y avait de nombreuses espèces de *Maclura* mais actuellement, il n'est pas établi le nombre d'espèces du genre *Maclura*, mais Willis a découvert 12 espèces en 1973, tandis que Burton n'en a reconnu qu'une en 1973 [9].

I.4 Les composés Biochimique de *Maclura Pomifera*

Des recherches ont été effectuées sur les caractéristiques des graines et de l'huile provenant des graines de *Maclura Pomifera*. Les graines de *Maclura Pomifera* ont obtenu les valeurs suivantes (en fonction du poids sec de fruit) : humidité de 5,88 %, cendres de 6,72 %, huile de 32,75 % et teneur élevée en protéines de 33,89 %. Si elle est intégrée dans leur alimentation, la quantité de glucides (20,76 %) peut être perçue comme une source d'énergie pour les animaux [11, 12].

Les nutriments clés étaient le potassium (421,65 mg/100 g d'huile), le calcium (218,56 mg/100 g d'huile) et le magnésium (185,00 mg/100 g d'huile) [11].

D'autres études confirment presque les mêmes proportions des composants chimiques que retrouvés dans le fruit Oranger Osage (*Maclura Pomifera*) trois substances non alimentaires c'est : l'huile végétale, les sucres/glucides et les composés phytochimiques. Les graines constituent 11 % du fruit et sont constituées de 5,9 % d'eau, 6,7 % de cendres, 20,8 % de glucides, 33,9 % de protéines et 32 % de matières grasses (6).



Figure 2: Utilisation d'huile de *Maclura Pomifera* pour le cosmétique [B]

Cette espèce a été identifiée par des études supplémentaires comme ayant des propriétés chimiques économiquement significatives. Les fruits frais sont principalement composés de pectine (46,04 %), de résine (16,64 %), de graisse (5,16 %) et de sucre (avant hydrolyse, 4,46 %). Il contient également des pigments flavonoïdes, de la lécithine, de la vitamine C, des acides triturbables, des glucosides et des alcaloïdes. En plus d'être utilisé comme décor [8].

Des études précédentes sur l'extraction de composés phytochimiques du fruit Oranger Osage dans le but de rechercher des médicaments, tels que des produits antioxydants, antifongiques, antibiotiques et répulsifs, ont été répertoriés dans le tableau 1 qui représente les solvant les plus utiliser pour l'extraction des composer chimique de Maclura Pomifera ou bien l'Osage d'orange[13]

Tableau 1 : les Solvants les plus utiliser pour extraction des composer active de Maclura Pomifera[14]

Eau	Ethanol	Méthanol	Dichlorométhane	Acétone
Anthocyanines	Alcaloïdes	Anthocyanines	Terpenoids	Flavones
Lectins	Flavonols	Flavonols		
Polypeptides	Polyacetylenes	Flavones		
Saponines	Polyphénols	Lactones		
Starches	Stérols	Phénones		
Tannins	Tannins	Polyphénols		
Terpenoids	Terpenoids	Saponines		
		Tannins		
		Terpenoids		

La pomiférine et l'osajin sont les deux principaux composés phytochimiques extraits de l'Oranger Osage mentionnés dans la littérature. Ils sont découverts en quantités allant de 10 à 15 % en fonction du poids sec de fruit. Le poids sec était composé de 21,67 % de composés phytochimiques (résines et pigments) [15].

Les composés phytochimiques présents dans l'extrait alcoolique ont tous des températures de combustion assez élevées. Sont estimer les chaleurs de combustion et les énergies de liaison pour les composés phytochimiques suivants en se basant sur la loi de Hess [16].

Malheureusement, la majorité des études a été réalisées dans les années 1950 et environs, sans l'utilisation de la technologie GC-MS, RMN et HPLC. Dans une zone ou un pays donné, la population de fruits testée était restreinte à un ou deux fruits par arbre. L'un des buts de cette étude consistait à étudier diverses possibilités pour transformer les fruits de manière commerciale[14].

Les résultats obtenus examinent la mise en vente du fruit Osage d'Orange en tant que référence pour la production de biocarburants et d'aliments pour animaux. On peut envisager la collecte des fruits des arbres déjà présents tout en plantant simultanément de nouveaux orangers Osage.

Les orangers Osage contribuent à la diminution de l'érosion de l'eau et du soleil, à l'amélioration de l'habitat de la faune et au stockage du carbone. Ceci favorise la durabilité économique de l'exploitation de l'éleveur et offre une nouvelle source de biomasse pour les énergies renouvelables. [14].

I.5 Les principaux composés bioactifs

I.5.1 Polyphénols

La nutrition est essentielle à la prévention primaire et secondaire de nombreuses maladies chroniques. Les polyphénols sont une catégorie particulière de composés bioactifs impliqués dans les effets santé associés à une alimentation riche en produits végétaux, selon des données épidémiologiques et cliniques de plus en plus convaincantes[17].

Un polyphénol est une molécule avec plusieurs groupes phénols, c'est-à-dire un noyau aromatique avec un ou plusieurs groupes hydroxyles (-OH). Différents exemples avec leurs origines alimentaires sont présentés dans la Figure 3. La quercétine est un flavonol très abondant dans les oignons, qui a des propriétés anti-inflammatoires et antioxydantes. Elle est également une

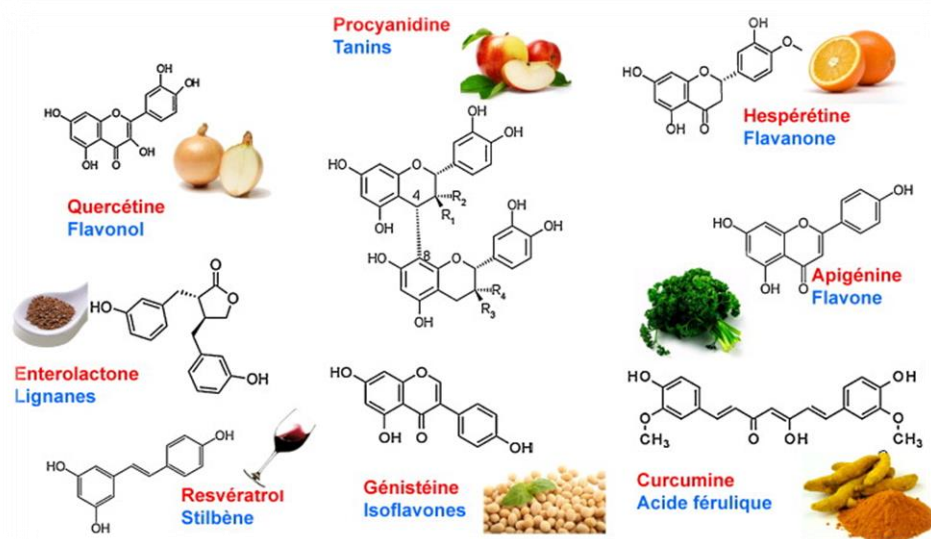


Figure 3: Différents exemples sur les compositions phénoliques présentes dans les sources alimentaires [18]

procyanidine de la famille des tannins très présente dans les pommes. Elle a un effet vasculaire protecteur. L'orange avec de l'hespérétine [18].

Les polyphénols sont des métabolites végétaux secondaires avec plusieurs groupes hydroxyle disposés sur des anneaux aromatiques. Des milliers de ces composés ont été découverts et des centaines ont été trouvés dans les fruits et légumes. Les polyphénols sont une classe de produits chimiques très largement étendue qui peut être divisée en plusieurs sous-groupes principaux tels que les acides phénoliques (les acides benzoïques et les acides cinnamiques), les

acides ellagiques, les stilbènes, les lignanes et les flavonoïdes. Les flavonoïdes ont un squelette structurel similaire : ils sont constitués de deux cycles aromatiques reliés par trois atomes de carbone, formant un hétérocycle contenant de l'oxygène. Les flavonoïdes peuvent être divisés en flavonols, flavones, flavanones, flavanols, procyanidines, isoflavones et anthocyanidines [19].

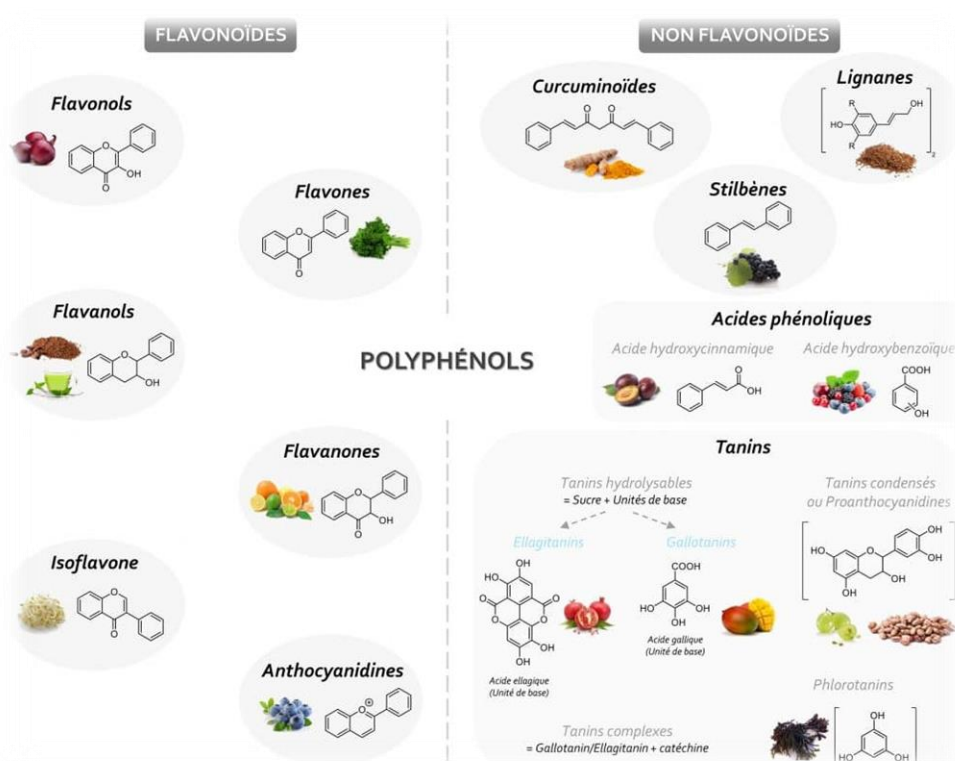


Figure 4: Les principes composition phénolique et ça structure chimique[C]

1.5.2 Les flavonoïdes

Ils sont un groupe divers des composés polyphénoliques, que même les experts dans le domaine sont souvent confus par les différents termes qui composent ce groupe.

La chimie des polyphénols est encore plus complexe car la majorité de ces substances sont présentes dans les fruits et légumes sous forme combinée avec diverses unités de sucre (glycosides) et sont souvent polymérisées.

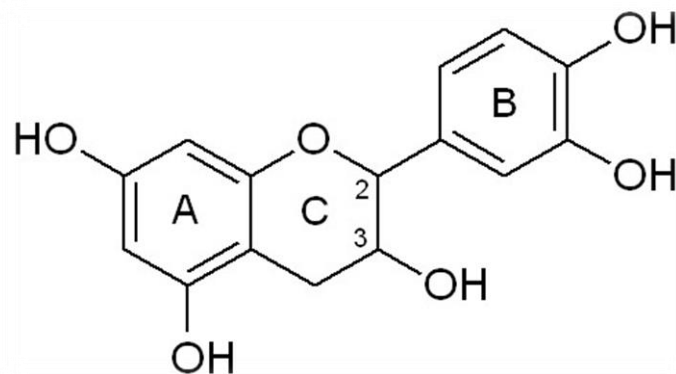


Figure 5: Structure chimique des flavonoïdes [20]

Même si beaucoup de travail a été fait pour caractériser ces composés, il reste encore beaucoup à faire permis ces composer phénoliques [19]

I.6 Application de *Maclura Pomifera*

Ainsi, ce fruit a été utilisé de manière traditionnelle comme répulsif contre les insectes, comme source de pigment et même à des fins médicales pour les problèmes dentaires et le traitement du cancer et aussi sont utilisées dans le traitement des douleurs oculaires, hémorragies utérines, gastriques. Cependant, il n'est pas conseillé de consommer des aliments humains car des substances toxiques comme le plomb et aussi la présence de deux isoflavones hautement antioxydants, l'arsenic et le mercure ont été détectées dans toutes les régions fruitières, dépassant les limites admissibles aux aliments.[8, 21, 22]

Le fruit de *Maclura Pomifera* a démontré son effet sur les cellules cancéreuses humaines (rein, poumon, prostate, sein, mélanome et côlon) en tant qu'inhibiteur de l'histone désacétylase (HDAC) grâce à la présence de pomiférine flavonoïde prénylée, démontrant ainsi une activité antiproliférative dans les six cellules de lignes évaluées. Dans cette optique, des expériences ont prouvé que le composé pomiférine agit comme un inhibiteur des cellules cancéreuses d'un gliome humain, ce qui entraîne une diminution de l'expression des gènes. Associé à la résistance (la capacité de la cellule à se reproduire de manière régulière et à générer des cellules souches), Par ailleurs, l'Osage d'orange a jouer un rôle essentiel est très important dans le diagnostic du cancer en permettant de différencier les patients atteints de cancer de la prostate des patients présentant des maladies bénignes de la prostate et des sujets normaux. Cela est dû à la forte affinité des sérums des patients atteints de cancer de la prostate envers la lectine de *Maclura Pomifera* [21].

Les espèces végétales dans les forêts et les zones tropicales, telles que *Maclura*, font face à un défi actuel en raison des sécheresses, des conditions de stress et des modifications environnementales. Les perspectives devraient se détériorer d'ici la fin du XXI^e siècle en raison de l'élévation des températures causée par le changement climatique, ce qui nécessitera la sélection de plantes qui peuvent supporter la sécheresse et les conditions de stress sévères. *Maclura Pomifera* est une espèce d'arbre qui pourrait être une solution à ce problème lorsqu'elle est cultivée pour la reforestation, car elle est une plante qui peut supporter la sécheresse et le stress qu'elle engendre.[21].

La *Maclura Pomifera* a également été utilisée aussi dans la nanotechnologie pour fabriquer des nanoparticules d'argent, où elle a été utilisée comme agent réducteur et stabilisant, ce qui a permis de produire des nanoparticules bien structurées, uniformes et sphériques. De plus, les propriétés antimicrobiennes de ces nanoparticules ont été révélées contre les bactéries à Gram négatif, ce qui suggère un potentiel bioactif en médecine pour traiter les maladies causées par ce type de micro-organismes[21].

I.7 L'activité antioxydante

Les récentes découvertes incluront plusieurs maladies chroniques liées au stress et au stress oxydatif de la peau causés par les antioxydants alimentaires. Il a une forte activité antioxydante et un faible risque de maladies en raison de ses nombreuses compositions phytochimiques et phénoliques spécifiques [13, 23] .

Des études épidémiologiques ont montré que la consommation fréquente d'antioxydants naturels est associée à un risque plus faible de maladies cardiovasculaires et de cancer [24].

En conséquence, il est nécessaire d'utiliser des suppléments d'antioxydants ou des aliments contenant de fortes concentrations d'antioxydants, qui peuvent aider à éliminer les radicaux libres et à réduire les dommages oxydatifs [23].

L'espèce *Maclura Pomifera* est largement répandue à travers le monde, et elle est également couramment cultivée à des fins d'ornement. Selon des recherches précédentes, il a été démontré que les fruits de *Maclura Pomifera* renferment une grande quantité d'isoflavonoïdes prénylés, qui ont des activités biologiques remarquables et possèdent des avantages potentiels, notamment lorsqu'ils sont utilisés par voie topique. Étant donné que les composés phénoliques jouent un rôle crucial dans la création de produits cosmétiques anti-âge[25].

Le fruit de *Maclura Pomifera* contient des propriétés biologiques antioxydants, Antimicrobiennes, anti-inflammatoires et antimorales [21, 26].

I.8 Les nanoparticules

Le domaine de la nanotechnologie a connu de nombreux progrès révolutionnaires. À l'échelle nanométrique, la nanotechnologie génère des matériaux de diverses natures [27].

Les nanomatériaux jouent un rôle essentiel dans un nombreux domaine comme (automobile, électronique, environnement, hygiène, biomédical, agro-alimentaire) et produits de consommation courante ou à usage plus novateur (textiles, catalyseurs, capteurs, imagerie, revêtements, emballages, crèmes solaires, nutraceutiques, ...).

L'intérêt des nanomatériaux réside dans leur taille nanométrique et leur surface spécifique élevée (jusqu'à plusieurs centaines de m^2/g de produit), ce qui leur confère des caractéristiques spécifiques (mécaniques, physico-chimiques, biologiques) différentes de celles de leurs homologues de taille plus grande. En octobre 2011, la Commission européenne a établi une définition du nanomatériau considéré comme est un matériau naturel ou fabriqué et contenant des particules libres avec un forme d'agrégats ou d'agglomérats et aussi dont au moins 50 % des particules et peut être classé dans la répartition numérique par leur taille, et ont une ou plusieurs dimensions externes qui varie entre 1 nm et 100 nm [28].

Les nanoparticules (NP) d'or (Au), de platine (Pt), d'argent (Ag) et de palladium (Pd) de 20 nm présentent respectivement une teinte rouge vin, gris jaunâtre, noir et noir foncé [29, 30]

I.8.1 Caractérisation des Nanoparticules

Plusieurs méthodes de caractérisation ont été utilisées pour l'étude de différentes caractéristiques physicochimiques des NP. Il s'agit principalement de méthodes comme la diffraction des rayons X (XRD), la spectroscopie photoélectronique à rayons X (XPS), l'infrarouge (IR), le SEM, le TEM, Brunauer-Emmett-Teller (BET) et l'analyse granulométrique [31-33].

Parmi c'est techniques les plus utiliser on a :

I.8.1.1 La spectrophotométrie UV-Visible

Est une technique utiliser afin d'évaluer l'absorption de rayonnement ultraviolet ou visible par une substance en solution et sont utilisés pour mesurer le rapport de l'intensité de deux faisceaux de lumière dans la zone UV-Visible. Cette méthode est simple, rapide et assez précise, et peut être employée pour de petites quantités de composés [34].

I.8.1.2 Spectrométrie infrarouge (IR)

L'utilisation fréquente de la spectrométrie infrarouge dans les analyses permet de caractériser physico-chimiques les matériaux organiques.

Cette méthode permet d'analyser la composition chimique d'un produit en identifiant les différentes bandes d'adsorption présentes sur un spectre. Chaque bande d'adsorption correspond à un mode de vibration d'une liaison chimique entre deux atomes [35].

I.8.1.3 Diffraction des rayons X (DRX)

Est une méthode essentielle et couramment utiliser pour caractériser les matériaux. En raison de l'évolution récente de la technologie et de la compréhension de la science des matériaux, de nombreux nouveaux matériaux sont en cours de création, ce qui demande une amélioration des techniques analytiques existantes afin de résoudre les problèmes complexes qui se posent [36].

I.8.1.4 Microscopie électronique à balayage

Cette techniques repose sur l'analyse de l'interaction d'un faisceau d'électrons avec la surface à analyser et l'interaction entre des électrons et de la matière entraîne l'émission d'un rayonnement électromagnétique dans le domaine des rayons X sous forme de photon X .En analysant l'énergie des photons X émis, on peut identifier les composés chimiques présents à la surface de l'échantillon observé [37].

I.8.1.5 Microscopie électronique à transmission

Le MET est un dispositif très répandu et même aussi c'est la solution la plus appropriée pour obtenir des images directes de l'intérieur du matériau. Il offre la possibilité de visualiser les atomes lorsqu'ils sont assez nombreux et disposés de manière régulière en un cristal, ainsi que de nombreux objets ou particules de taille supérieure. Cependant, et également, il s'agit d'un dispositif dont la résolution n'est pas limitée[38].

I.8.2 Classification des Nanoparticules

On peut classer les NP en plusieurs catégories selon leur morphologie, leur taille et leurs caractéristiques chimiques. En se basant sur les caractéristiques physiques et chimiques, Les classes bien connues de NP (Les nanoparticules composées de carbone, ainsi que les nanoparticules métalliques, céramique, semi-conductrices, polymères et lipidiques) [39]

I.8.3 Caractérisation morphologiques des Nanoparticules

Les propriétés morphologiques des NP sont toujours très intéressantes car la morphologie a toujours une influence sur la plupart des propriétés des NP. Les études morphologiques peuvent être caractérisées de diverses manières, ce sont les principes techniques microscopiques comme la microscopie optique polarisée (MOP), le MES (basée sur le principe du balayage électronique) et le TEM (basée sur le principe de transmission des électrons) sont les plus représentatives[40].

I.9 Application des Nanoparticules

Étant donné leurs propriétés distinctes, les NP peuvent être plus utilisées dans différents domaines. Plusieurs d'entre eux sont mentionnés ci-dessous : Applications dans les domaines de la médecine et pharmaceutique, et aussi de la fabrication des matériaux, de l'environnement, de l'électronique, de la récupération d'énergie et des industries mécaniques [41].

I.9.1 Argent (NP_{Ag})

Au début, l'argent était considéré comme une ressource précieuse dans la monnaie, les ornements, les bijoux, la décoration alimentaire, les cellules solaires et la photographie.

De plus, les nanoparticules d'argent et l'argent sont couramment utilisés comme agents antibactériens, ce qui implique que l'argent est nocif pour les bactéries. En outre, les nanoparticules d'argent et l'argent ont également des propriétés antifongiques, antivirales, anti-inflammatoires, antibiofilm et anti-glycoprotéiques. On utilise fréquemment l'argent et les nanoparticules d'argent dans les tubes respiratoires endotrachéaux et ainsi que comme un médicament topique pour traiter et prévenir les caries dentaires et soulager l'hypersensibilité dentaire. Peut-être que l'une des utilisations les plus avantageuses de l'argent a été de servir de désinfectant[42].

CHAPITRE II :

Matériels et Méthodes

II.1 Introduction

Dans cette partie, on a identifié les divers composés bioactifs de *Maclura Pomifera* et analysé leur activité antioxydante et leur application des nanoparticules on utilise AgNO_3 , et aussi on a présenté le matériel et les méthodes utilisés lors de nos manipulations en laboratoire.

II.2 Matériels et Méthodes

II.2.1 La récolte

Les régions de la wilaya de Jijel ont été choisies pour cueillir le fruit de *Maclura Pomifera*, qui est actuellement disponible en Algérie. L'arbre de ce fruit commence à pousser en mois de Septembre

II.2.2 Préparation de Matériel végétale

Le fruit de *Maclura Pomifera* a été bien nettoyé avec de l'eau de robinet pour éliminer tout la poussière après a été découpé les fruits en petits morceaux de 1 à 2 cm (les grains et le complet fruit) et mettre dans un cristallisoir puis passer par le séchage à l'étuve à $60\text{ C}^\circ \pm 2\text{ C}^\circ$ pendant 8 jours. On conserve les échantillons séchés dans un récipient en verre recouvert avec un para film et papier d'aluminium pour éviter l'oxydation qui peut modifier la composition chimique et les substances bioactives. Après le séchage des fruits on les broyé à l'aide d'un broyeur avant d'être utilisée pour les différentes extractions et applications (**Fig.6**).



Figure 6: Fruit de *Maclura Pomifera* récolé et sécher a l'étuve et broyer

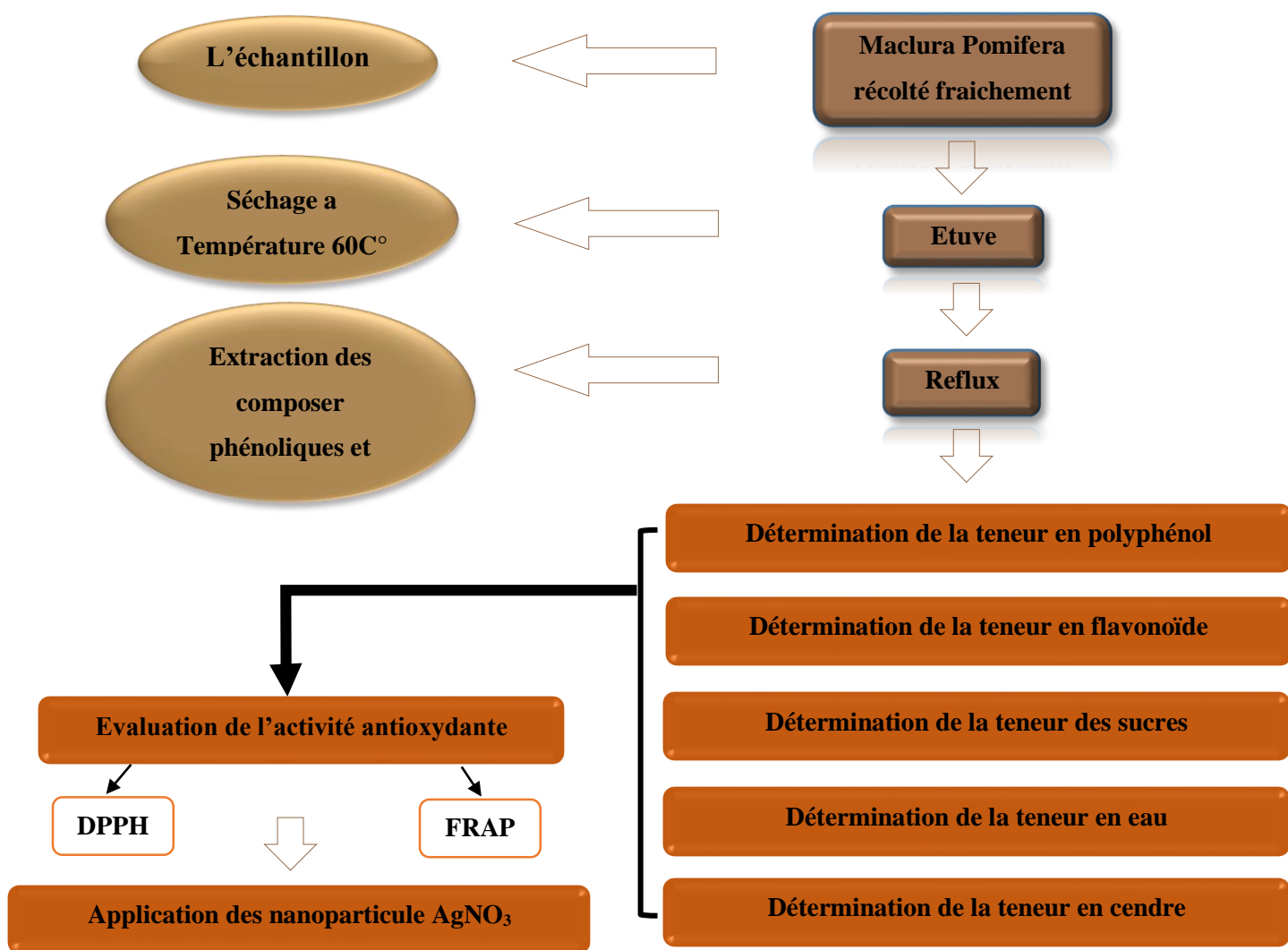


Figure 7: Schéma explicatif et descriptif de déroulement de notre expérience

II.2.3 Les réactifs et les solvants utilisés

Tableau 2: Solvants et réactifs utilisés pour les expérimentations

Le nom des produits	CAS	Fournisseur
✓ Méthanol	67-56-1	Sigma-Aldrich
✓ Glucose	50-99-7	Sigma-Aldrich
✓ Acide Sulfurique	7664-93-9	Sigma-Aldrich
✓ Phénol	108-95-2	Sigma-Aldrich
✓ Acide Gallique	149-91-7	Sigma-Aldrich
✓ Folin-ciocalteu (réactif Folin- ciocalteu)	62625-14-1	Sigma-Aldrich
✓ Carbonate de sodium(NaCO ₃)	497-19-8	Sigma-Aldrich
✓ Nitrite de sodium (NaNO ₂)	7632-00-0	Sigma-Aldrich
✓ Hydroxyde de sodium (NaOH)	1310-73-2	Merck

✓ Catéchine	154-23-4	Sigma-Aldrich
✓ 2,2-diphényle-1-picrylhydrazyle (DPPH)	1898-66-4	Sigma-Aldrich
✓ hydrogénophosphate de sodium(Na_2HPO_4)	7558-79-4	Sigma-Aldrich
✓ dihydrogénophosphate de sodium(NaH_2PO_4)	7558-80-7	Sigma-Aldrich
✓ Acide Ascorbique (Vitamine C)	62624-30-0	Sigma-Aldrich
✓ Ferricyanure de potassium ($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$)	13746-66-2	Sigma-Aldrich
✓ Acide trichloracétique (TCA)	76-03-9	Sigma-Aldrich
✓ chlorure ferrique(FeCl_3)	7705-08-0	Sigma-Aldrich
✓ carbonate d'Aluminium (AlCO_3)	21645-51-2	Sigma-Aldrich

II.2.4 Méthode D'extraction

II.2.4.1 Extraction par reflux

- Pour ce travail on a utilisé une seule méthode d'extraction : c'est extraction par reflux qui basé sur le chauffage de mélange jusqu'à l'ébullition de mélange a température constante selon le type de mélange étudié, cette méthode est évité tout une perte de matière par évaporation
- Lors de la première extraction, on a utilisé de l'eau distillée comme premier solvant. Nous avons introduit 1g de poudre de Maclura Pomifera dans un ballon monocol, puis nous avons ajouté 100 ml d'eau distillé. Avant de commencer l'extraction, nous avons recouvert entièrement le ballon avec du papier aluminium. Ensuite, on a placé le ballon dans le reflux à une température comprise entre 50C° et 55C° , et sous agitation pendant une heure. Après, les extraits sont collectés et soumis à une filtration à l'aide de papier filtre comme le montrent dans **Figure 8**.

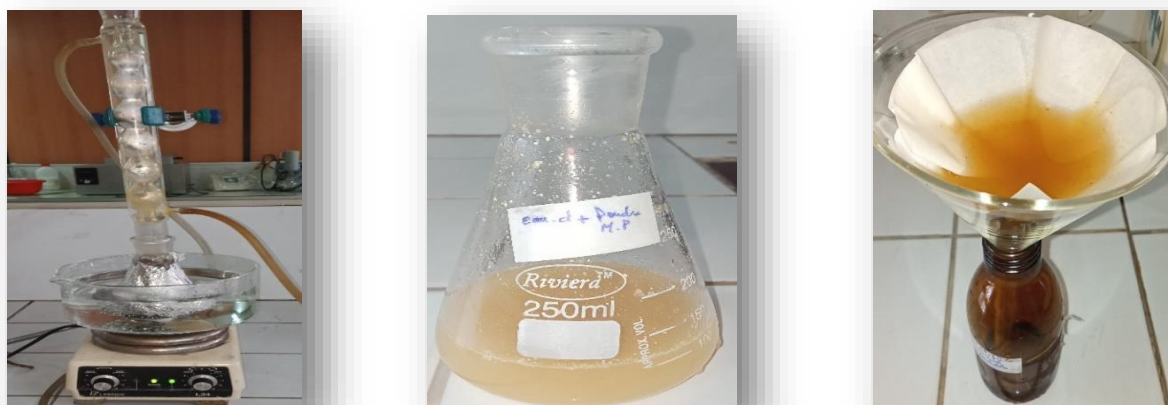


Figure 8: Les étapes d'extraction par reflux

Après la filtration, l'extrait est évaporé à l'aide d'un évaporateur rotatif. Cette méthode repose sur la distillation sous vide afin d'éliminer les grandes quantités de solvant. Ensuite, l'extrait est placé dans le ballon jusqu'à ce que le solvant disparaisse complètement. Ainsi, on peut utiliser cet extrait concentré pour les dosages.



Figure 9 : Evaporation de l'extrait après filtration

Pour la deuxième extraction on a utilisé le mélange Méthanol 80% comme deuxième solvant, en introduit 1 g de poudre *Maclura Pomifera* dans un ballon monocol dans un volume de (80 : 20) (v : v), on fait les mêmes étapes avec extraction précédent, à la fin de l'extraction on a récupéré les extrait sec avec l'eau distillée sont stockés dans un congélateur pour la conservation

II.2.4.2 Le rendement des extraits

Le rendement est défini comme la différence entre la quantité de matière végétale en poudre et la quantité d'extrait après l'évaporation du solvant, exprimée en pourcentage (%) et calculée selon la formule suivante [43] :

$$\text{Rendement (\%)} = \frac{|P1 - P0|}{ME} * 100 \quad (1)$$

Avec :

P1 : le poids de ballon vide

P0 : le poids de matière sec et le ballon après évaporation

ME : La masse de la matière végétale en gramme « g » (poudre de *Maclera Pomifera*)

II.2.5 Dosage des composés phénoliques

II.2.5.1. Dosage de teneur des polyphénols

La méthode de Folin-Ciocalteu a été utilisée pour déterminer la teneur en polyphénols dans l'extrait, cette méthode principalement basée sur la transformation des électrons en milieu alcalin pour former la couleur bleue qui exprime la présence de polyphénol [44]

On a mélangé 200 µl de l'extrait avec 1ml de réactif Folin Ciocalteu (1N), en suite on a ajouté 800µl de carbonates de sodium (Na_2CO_3) (7,5%), sous agitation dans quelques secondes, et après, une incubation pendant 30min à une température ambiante, on mesure l'absorbance à une longueur d'onde 765nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible.

On réalise la gamme d'étalonnage des polyphénols avec l'acide gallique (comme référence) les concentrations de la gamme est entre 0,01 et 0,06 mg/ml, on exprime les concentrations de l'acide gallique par milligramme équivalente de l'acide gallique par extrait sec (mg EAG/ES)

II.2.5.2 Dosage de teneur des Flavonoïdes

La teneur en flavonoïde est déterminée par la méthode colorimétrique qui exprime de réagit trichlorure d'aluminium (AlCl_3) avec hydroxyde de sodium (NaOH) pour donner un complexe jaune pour AlCl_3 et rouge pour le NaOH qui absorbe dans le visible, la couleur rouge-orange montre la présence des flavonoïdes dans les extraits [45]

La détermination des teneurs en flavonoïdes a été faite en utilisant le protocole suivant :

Dans tube à essais on additionne 500µl de l'extrait étudié avec 2ml de l'eau distillée et 150µL nitrate de sodium (NaNO_2) de 15%, on fait la 1^{ère} incubation à température ambiante pendant 6 min, ensuite l'ajout 150µL de trichlorure d'aluminium (AlCl_3) de (10%), et on fait la 2^{ème} incubation pendant 6 min avec la même température précédente.

Après on a ajouté 2 ml de hydroxyde de sodium (NaOH) (4%) est complété avec l'eau distillée pour avoir un volume total de 5 ml, agiter à l'aide de vortex les tubes et on fait une incubation pour la 3^{ème} fois pendant 15 min, on mesure l'absorbance à une longueur d'onde 510 nm avec un spectrophotomètre UV-Visible.

On utilise la catéchine comme référence pour la gamme d'étalonnage à différentes concentrations de 0,01 à 0,05 mg/ml.

On exprime les concentrations de catéchine par milligramme équivalente de catéchine par extrait sec (mg ECA/ES).

II.2.6 Dosage des sucres Totaux

Pour déterminer les sucres totaux en utilisant la méthode colorimétrique (le phénol et l'acide sulfurique), qui a la méthode la plus couramment utilisé dans les études et les recherche à ce jour, pour évaluer la teneur en sucres dans les extraits. Cette méthode repose sur la déshydratation du sucre par réaction avec de l'acide sulfurique concentré pour produire des dérivés de furfural. Une autre réaction se produit entre les dérivés du furfural et le phénol, ce qui entraîne la formation d'une couleur orange qui permet de détecter la présence de sucres dans l'extrait.

Dans un tube, on introduit 250µl d'extrait puis on ajout 500µl de phénol (5%), sous agitation, après on ajoute 1250µl de l'acide sulfurique concentré, on fait l'agitation des tubes à l'aide de vortex pendant 30 seconde.

Après l'incubation pendant 20 min à température ambiante, les absorbances ont été mesuré l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 490 nm.

Le glucose a été utilisé comme référence pour la courbe d'étalonnage avec les mêmes conditions à des concentrations entre 0,01 et 0,05 mg/ml, on exprime les concentrations de glucose par milligramme équivalent de glucose par rapport à 1 g d'extrait sec (mg EG/ES) [46].

II.2.7 Détermination de la teneur en Eau

L'humidité et la quantité d'eau présentes dans les matières végétales. Dans cette étude. 1g de poudre de Maclura Pomifera est placé dans l'étuve à une température de 100C° pendant 24 heures, puis on le met dans un four à une température de 550C° pendant 4 heures jusqu'à ce que la matière végétale devienne blanche. On exprime le taux d'humidité en pourcentage selon la formule suivante [47] :

$$\text{Humidité (Teneur en Eau) (\%)} = \frac{|M1 - M0|}{ME} * 100 \quad (2)$$

Avec :

M1 : La masse de Bécher + matière végétale avant dessiccation

M0 : La masse de Bécher + matière végétale après dessiccation

ME : La masse de la matière végétale en gramme « g » (poudre de Maclura Pomifera)

La teneur en matière sèche (MS) est obtenue avec la formule suivant :

$MS\% = 100 - \text{Humidité (Teneur en Eau) (\%)}$

II.2.8 Détermination de la teneur en cendre

La quantité de cendres est calculée à partir du principe de combustion totale d'un échantillon pour évaluer la proportion de résidus minéraux incombustibles qui surviennent. On introduit 1 g de matière végétale sèche en poudre dans le four régler à une température de 550C° pendant 4 heures jusqu'à l'obtention d'une couleur blanche, on déterminer la teneur des cendre à partir de l'expression suivant [48] :

$$MO(\%) = \frac{|M1 - M2|}{ME} * 100 \quad (3)$$

Avec :

M1 : La masse de Bécher + matière végétale avant mettre au four

M0 : La masse de Bécher + matière végétale après mettre au four

ME : La masse de la matière végétale en gramme « g » (poudre de Maclera Pomifera)

- La teneur des cendres est obtenue avec la formule suivant :

Cendre % = 100 – MO (Teneur de matière organique) (%)

II.2.9 L'activité antioxydante

Le but de cette étude était de comparer deux méthodes simples de détermination de l'activité antioxydante par spectrophotométrie (UV-Visible). Il est nécessaire de choisir la méthode appropriée pour fournir des résultats précis pour les antioxydants étudiés car il existe plusieurs méthodes pour déterminer la capacité antioxydants in vitro. Le test du pouvoir antioxydant réducteur d'ions ferriques (FRAP) et le test d'activité de piégeage des radicaux libres (DPPH) (1, 1-diphényl-2-picrylhydrazyl) ont été les deux méthodes spectrophotométries choisies pour cette étude et ce fruit de Maclura Pomifera [22] .

II.2.9.1 Le test de réduction du radical stable DPPH • (Le 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl)

Le 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH •), un radical libre organique stable de couleur violacée qui se réduit en jaune, est aussi largement utilisé comme modèle de radical libre dans de nombreux domaines. La stabilité de ce composé dans les environnements chimiques dans lesquels il est utilisé est peu connue. Les expériences utilisant le DPPH, telles que l'évaluation des propriétés antioxydants, peuvent être altérées par les réactions secondaires entre le DPPH

et d'autres espèces. Suite à des recherches récentes sur les réactions entre le DPPH et les cations métalliques ou les acides de Lewis [23].

Le test DPPH • est une méthode très utilisée en science alimentaire, en médecine et en biologie pour mesurer l'efficacité antioxydant de molécules pures ou d'extraits de plantes ou des fruits ou légumes. C'est un moyen rapide et facile d'évaluer la capacité des antioxydants à capter les radicaux libres [24].

Le protocole commun repose sur de l'absorbance du DPPH • à 515 nm après une incubation de 30 min ou 1 h de réaction [25]. La réaction de DPPH est expliquée dans la **Fig.10** [26].

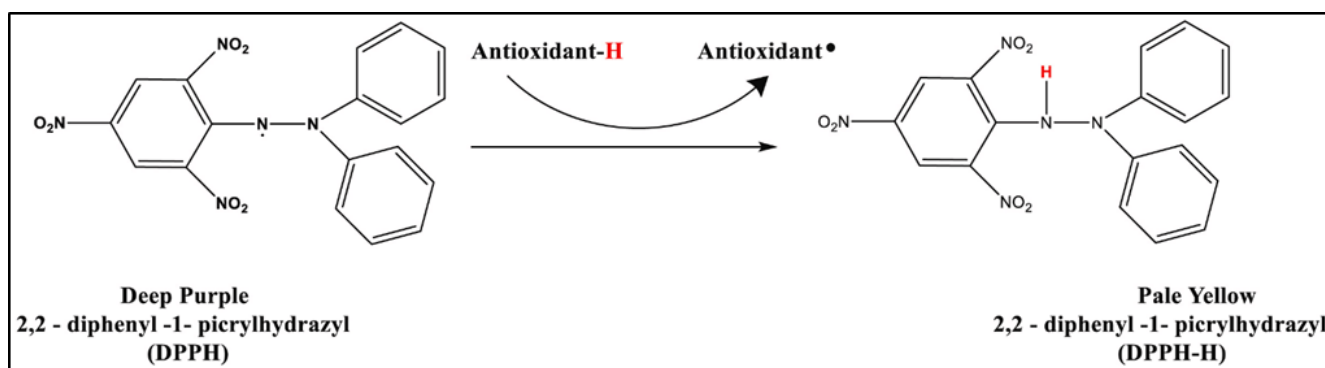


Figure 10: Explication le mécanisme réactionnel pour le DPPH [49].

✓ Le protocole de DPPH

Pour la préparation de DPPH on pèse 0,00125g de DPPH pour avoir une solution méthanolique de concentration 0,00025 mg/ml

On introduit 50µL de l'extrait avec diffèrent concentration avec 1950µl de DPPH fraîchement préparer on parallèle on prépare un contrôle de 50µl de méthanol avec 1950µL de DPPH en suite on les met à une incubation pendent 30 min à température ambiante. L'absorbance a mesuré avec longueur d'onde 517 nm avec un contre blanc. En exprime la gamme d'étalonnage de DPPH avec l'acide ascorbique (vitamine C), comme référence, par ce que il contient une grande quantité de l'activité antioxydante, les concentrations de l'acide ascorbique est entre 0,01 jusqu'un 0,1 mg/ml [50].

L'activité antioxydante De DPPH et déterminer avec IC₅₀ (La concentration d'inhibition à 50%)

Le pourcentage de DPPH et calculer par la formule suivant :

$$IC_{50} \% = \frac{\text{Absorbance de controle} - \text{Absorbance de extrait tester}}{\text{Absorbance de controle}} * 100 \quad (4)$$

II.2.9.2 Réduction de Fer (Test FRAP) (Ferric Reducing antioxidant Power)

Le terme FRAP signifie le pouvoir de réduction de fer pour une activité antioxydante,

Technique de FRAP (puissance antioxydant réduisant l'ion ferrique) repose sur la transformation de l'ion ferrique (Fe^{3+}) en ion ferreux (Fe^{2+}). Cette approche évalue la capacité de réduction des composés à un pH faible [51].

Pour cette méthode on prépare les produits nécessaires pour évaluer ce test, en suivant le protocole suivant :

II.2.9.2.1 Préparation de solution Tampon de PH=6,6 et de concentration 0,2M

Dans une fiole de 100 ml on pèse une masse de 2,840g de hydrogénophosphate de sodium (Na_2HPO_4) est préparés avec l'eau distiller, et dans une autre fiole de 100ml on prépare dihydrogénophosphate de sodium (NaH_2PO_4) de masse 2,399g mélangé avec l'eau distiller aussi, après on prend un volume de 38,1 ml de la première solution de (Na_2HPO_4) et on ajoute le volume de 61,9 ml de la deuxième solution de (NaH_2PO_4) et à l'aide de pH mètre on trouve une solution tampon de PH=6,6 [52].

✓ Protocole de test de FARP

Dans tube à essai on introduit 625 μL de solution tampon (pH=6,6 et 0,2M) ensuite on ajoute 250 μL de l'extrait étudié et l'ajout aussi de 625 μL de la solution de ferricyanure de potassium $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ de 1%.

Le mélange a été incubé au bain marie à température 50C° pendant t =20min, après on ajoute 625 μL de l'acide trichloracétique (TCA) à 10% pour arrêter la réaction, on met les tubes dans centrifugeuse à 3000 tr/min pendant 10min, ensuite on sépare le surnageant avec un volume de 1250 μL et additionner 1250 μL de l'eau distiller et à la fin on ajoute 250 μL de la solution aqueuse de Chlorure ferrique (FeCl_3) à 0,1% [53].

L'absorbance est mesurée avec un spectromètre (UV-Visible) à une longueur d'onde 700nm, on prend l'acide ascorbique comme référence à des concentrations 0,01-0,05 mg/ml.

II.2.10 Les Nanoparticule d'Argon (AgNO_3)

En ce qui concerne cette étude, les NPAG ont réalisé en utilisant l'extrait aqueux et méthanolique du fruit Maclura Pomifera. Pour la formation des NPAG deux paramètres ont été étudiés : la concentration en AgNO_3 et la concentration des extraits.

La caractérisation fait à l'aide de différentes techniques (UV-Visible, Infra-Rouge (IR), Diffraction des Rayon X (DRX), Microscopie Electronique à Balayage (MEB)).

En préparant les extraits et en les obtenant grâce au montage à reflux, on ajoute 1g de poudre de *Maclura Pomifera* aux solvants utilisés précédemment (100ml d'eau distiller pour le premier solvant et (80,20) (v ; v) de méthanol pour le deuxième). L'extraction a été effectuée pendant une heure à une température comprise entre 50 et 55 °C. Le mélange est filtré, puis il est passé à l'évaporateur rotatif et le récupéré dans 3 ml d'eau, puis l'utilisé pour étudier les nanoparticules (en utilisant les extraits concentrés).

II.2.10.1 Les effets affectants la formation des nanoparticules

a. Effet de concentration de l'extrait

L'étude a porté sur la synthèse des NP_{Ag}. Les extraits (AQ et Méthanolique) présentent des concentrations variées (0,1mg/ml-0,2mg/ml-0,3mg/ml-0,4mg/ml-0,5mg/ml) et le paramètre de concentration d'Ag reste constant (pour Ag, on a préparé une solution de 1mM).

Les 5 tubes sont remplis de 1,5 ml de chaque concentration de l'extrait, puis on les mélange avec 1,5 ml de solution d'AgNO₃ de 1mM. On agite le mélange à température ambiante pendant 24 heures.

Une analyse spectrométrique UV-Visible a confirmé la synthèse des NP d'Ag.

b. Effet de concentration d'AgNO₃

Dans cette étude, on a examiné l'impact de la concentration de la solution d'AgNO₃ sur la production des NP_{Ag}. On a préparé différentes concentrations d'AgNO₃ (1mM-2mM-3mM-4mM-5mM) en préservant la concentration de l'extrait à 0,1 mg/ml à température ambiante sous

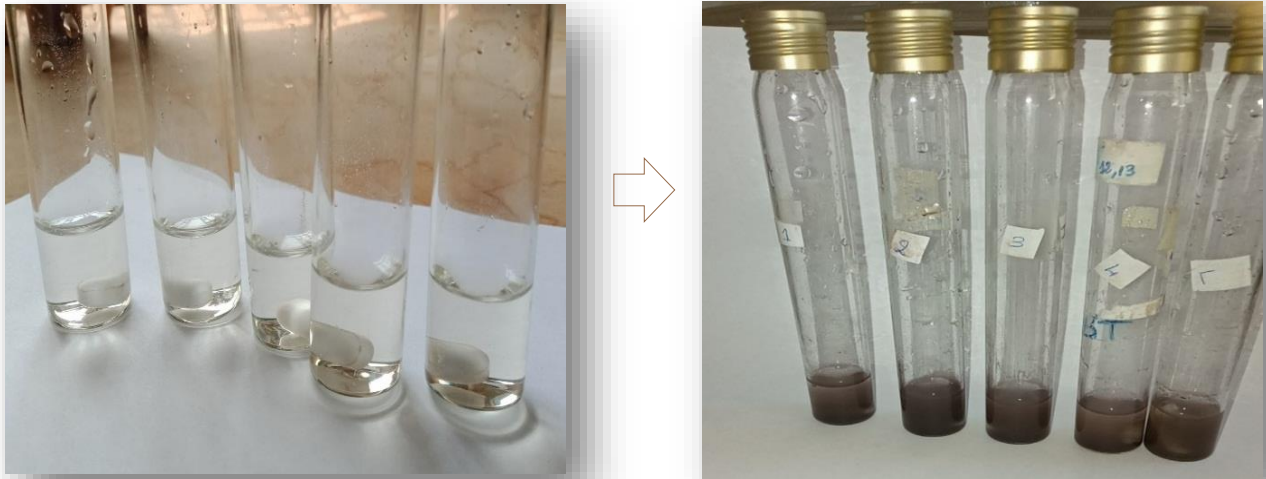


Figure 11: changement de couleur exprime la formation des nanoparticules

Agitation et incubation pendant 24 heures. Toutes les réactions analysées et lire à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible

Pour la caractérisation des nanoparticules NPAg en utilisant le protocole suivant :

On a versé 3 ml d'extrait aqueux dans une fiole de 25 ml, puis on a ajouté 4 ml d'eau distillée. Ensuite, on a complété la fiole avec une solution de nitrate d'argent AgNO_3 de 1mM jusqu'à atteindre le trait de la fiole. Le mélange a été incubé pendant 24 heures en agitant. Le changement de couleur de la couleur jaune à un marron foncé indique la formation des nanoparticules d'argent NPAg.

Une fois qu'on a obtenu la solution des nanoparticules, on a utilisé une centrifugeuse pour les séparer à 3000 tr/min et les laver avec de l'eau plusieurs fois jusqu'à ce que la solution devienne transparente et les particules des NPAg se déplacent au fond du tube. Ensuite, on les séché en utilisant un lyophilisateur [54] .

Pour la caractérisation physico-chimique de ces nanoparticules on utilise plusieurs techniques pour la synthèse des nanoparticules comme (UV-Visible, IR, DRX, MEB).

CHAPITRE III :

Résultats et Discussion

III.1 Rendement

L'extraction par reflux est un procédé unique utilisé dans cette étude.

Deux solvants ont été utilisés pour l'extraction : l'eau distillée (100%) et le méthanol 80% (v, v)

Deux extraits sont obtenus lors de cette extraction : le premier est extrait aqueux et le deuxième est extrait méthanolique. Les résultats obtenus sont exprimés par (%).

L'expression de l'extraction a été faite en utilisant la matière végétale en poudre.

En comparant avec une étude antérieure menée par des chercheurs, il a été démontré que le méthanol peut être extrait entre 20% et 25% des composés bioactifs [55].

Selon les résultats obtenus, l'extrait aqueux a obtenu la valeur de rendement la plus élevée avec un rendement de 68,48% et la performance de l'extrait méthanolique de 80% est légèrement inférieure à celle de l'eau, avec un rendement de 57,94%.

En se basant sur ces valeurs trouvées, il est évident que l'eau est le meilleur solvant le plus polaire et donner une grande quantité de substances bioactives et les composés phénolique par rapport au méthanol.

Ce changement est principalement causé par la nature du solvant, qui est étroitement liée à la solubilité des composés bioactifs recherchés. Par ailleurs, le premier et le second extrait obtenu par extraction à l'aide de l'eau et du méthanol conservent une texture visqueuse même après évaporation. L'interprétation des résultats de cette extraction a été basée sur la solubilité des autres composants tels que l'amidon, les sucres et l'eau, ainsi que des composés bioactifs dans l'eau, ce qui entraîne une augmentation significative de la masse de l'extrait aqueux.

Le tableau (3) et la figure (12) ci-dessous représente les résultats obtenus avec les deux solvants utilisés dans l'extraction

Tableau 3 : le rendement trouvé après extraction

Le solvant utilisé	Eau 100%	Méthanol 80%
Rendement des extraits (%)	(68,48 ± 2,38)	(57,94 ± 6,28)

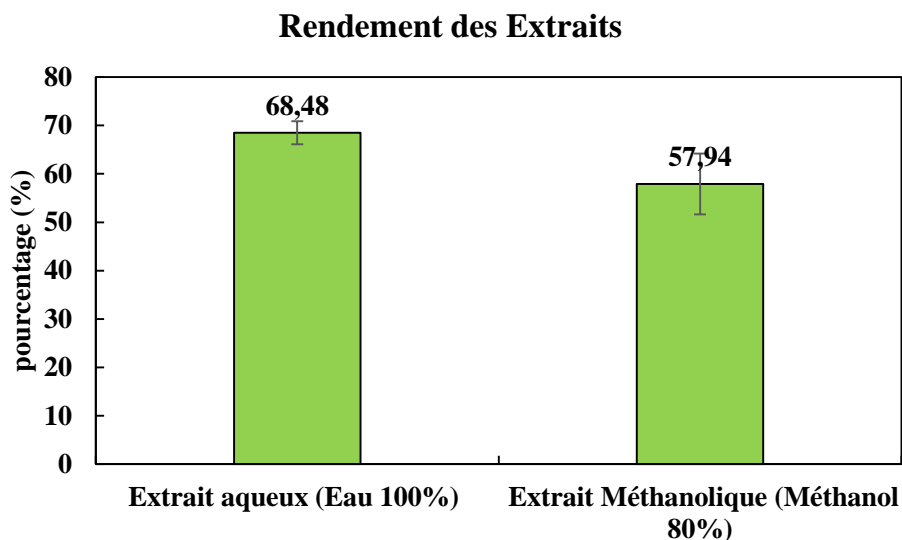


Figure 12: rendement des Extraits de Maclura Pomifera

III.2 Teneur des composés phénoliques

III.2.1. Polyphénol

Les composés phénoliques présents dans les extraits ont été mesurés selon la méthode de Folin-Ciocalteu et les résultats des polyphénols sont déterminés en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage de la figure 13, exprimées en mg d'acide gallique équivalent.

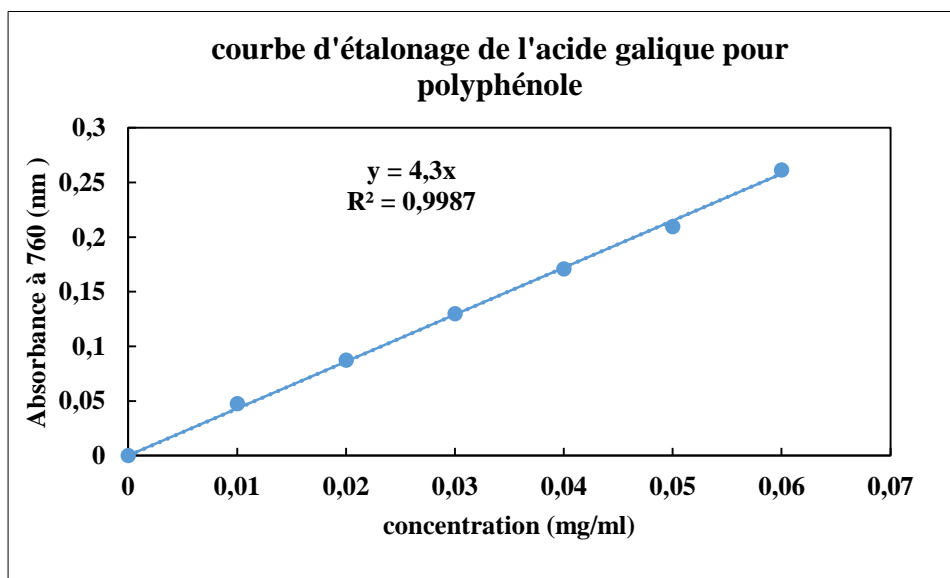


Figure 13: La courbe d'étalonnage de l'acide gallique



Figure 14: la gamme d'étalonnage de L'acide gallique

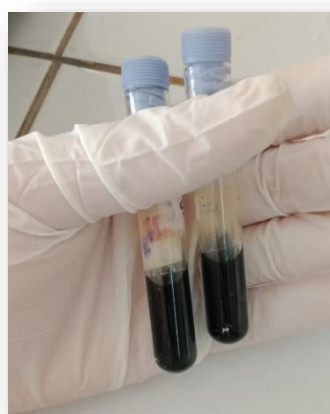


Figure 15: La teneur en polyphénols dans l'extrait aqueux et méthanolique

Les résultats obtenus indiquent une teneur en polyphénol de $(189,94 \pm 2,55 \text{ mg EQ AG/g ES})$ pour l'extrait Aqueux, tandis que pour l'extrait Méthanolique, elle est de $(93,90 \pm 2,06 \text{ mg EQ AG/g ES})$ présentée dans le tableau (4) et la figure (14)

Tableau 4 : résultats des polyphénols obtenus après extraction

	Pour l'extrait aqueux	Pour l'extrait méthanolique
La teneur en polyphénols de le fruit Maclura Pomifera (mg EQ Acide Gallique/g ES)	$189,94 \pm 2,55$	$93,90 \pm 2,06$

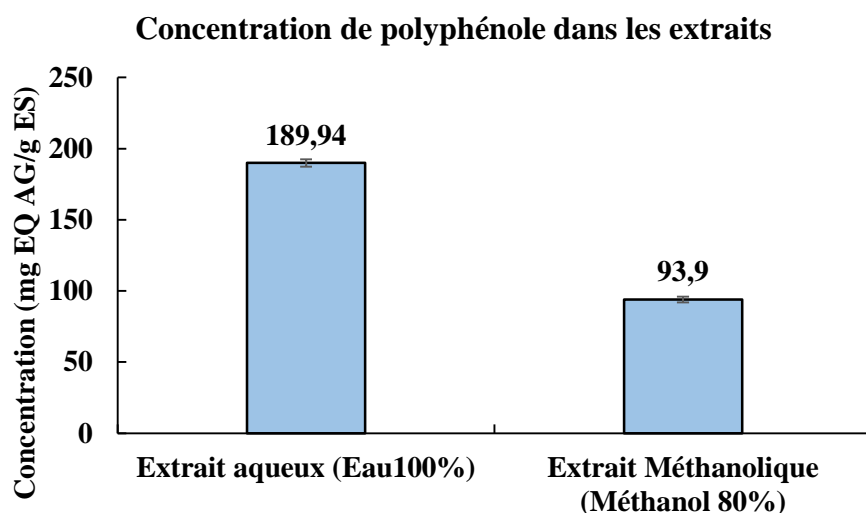


Figure 16: La teneur des polyphénols totaux (mg/ml)

Selon les résultats obtenus dans le tableau 3, il est démontré que l'eau permet une extraction totale plus efficace du méthanol. On a expliqué ces résultats en se basant sur la solubilité des polyphénols dans les solvants en raison de la différence de polarité. Les résultats obtenus, il semble que l'eau soit le solvant le plus performant dans l'extraction des polyphénols et aussi le plus couramment utilisé et est plus polaire que le méthanol.

D'après les études déjà menées et en fonction de la nature chimique soit simple ou bien polymérisée, les caractéristiques structurales et physico-chimiques des polyphénols de *Maclura Pomifera* varient. En outre, une plus grande quantité de solvant de l'eau entraîne un gonflement du matériau végétal, ce qui augmente le contact avec l'eau plus que le méthanol, ce qui améliore le rendement d'extraction[43].

III.2.2 Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont mesurés à l'aide de la méthode colorimétrique de trichlorure d'aluminium ($AlCl_3$) à une longueur d'onde 510 nm et la couleur rouge-orange exprime la présence des flavonoïdes dans les extraits.

Les flavonoïdes sont évalués en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage, qui est exprimée en mg équivalent de catéchine qui exprimer dans la figure (17).

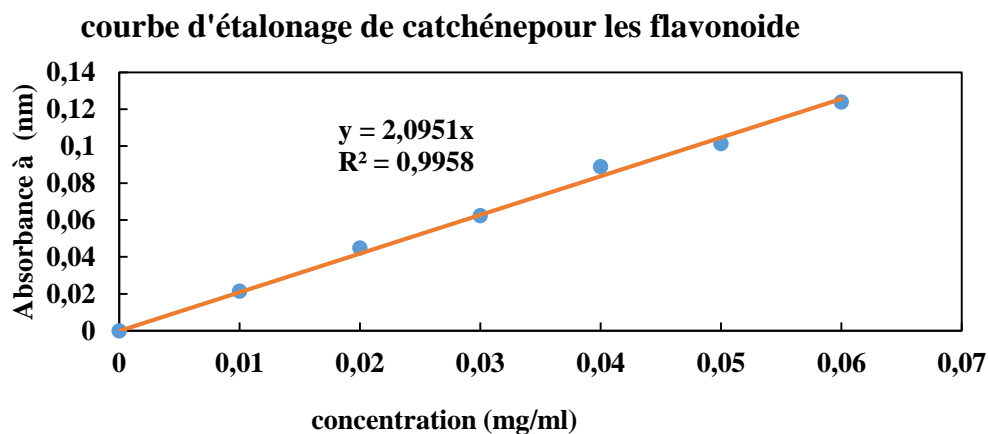


Figure 17: la courbe d'étalonnage de la catéchine

Les dosages des flavonoïdes montrent les valeurs suivantes qui sont exprimés dans le tableau 5 et la figure 18 pour les extraits aqueux ($34,37 \pm 0,68$ mg EQ Catéchine/g ES) et pour l'extrait méthanolique ($21,96 \pm 0,68$ mg EQ Catéchine/g ES). En se basant sur ces données, il est possible de conclure que les flavonoïdes constituent la fraction la plus importante même aux phénols totaux dans l'extrait aqueux, tandis que pour l'extrait méthanolique.

La fraction flavonoïdes et des phénols totaux est nettement inférieure à celle de l'extrait aqueux. Donc on peut dire que l'eau est le meilleur solvant pour le dosage des flavonoïdes.

Tableau 5 : Résultats des teneurs des flavonoïdes dans les deux extraits

	Pour l'extrait aqueux	Pour l'extrait méthanolique
La teneur en Flavonoïde du fruit Maclura Pomifera (mg EQ Catéchine /g ES)	$(34,37 \pm 0,68)$	$(21,96 \pm 0,68)$

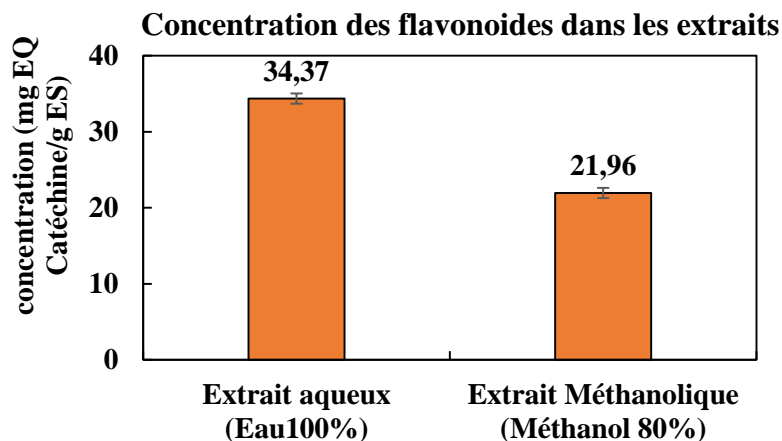


Figure 18: La teneur des Flavonoïdes totaux (mg/ml)

D'après les recherches et les études déjà publiées, la quantité des flavonoïdes présente dans le fruit *Maclura Pomifera* avec l'eau est supérieure à celle du méthanol ce qui est compatible avec nos résultats.

Plusieurs facteurs influencent sur le rendement d'extraction de ces composés, ce qui explique la disparité entre les teneurs en flavonoïde trouvées et plus élevées que celles de ces travaux[56].

On peut citer parmi ces paramètres : la méthode et le solvant utilisés pour extraire, le temps d'exposition au solvant, les conditions climatiques et environnementales dans lesquelles la plante a été cultivée et qui peuvent avoir un impact sur la qualité des échantillons, la sensibilité de la méthode de dosage, la température d'extraction, la méthode de conservation de l'échantillon...

L'extraction des flavonoïdes et autres composés de ce fruit est influencées par tous ces facteurs et mêmes l'extraction globale par un solvant est principalement influencée par sa polarité [57].



Figure 19: La teneur en flavonoïde dans l'extrait aqueux et méthanolique

III.3 Les sucres

La figure (21) de graphe suivant montant la courbe d'étalonnage de Glucose qui détermine l'équation de la régression linéaire exprimé en mg équivalent de glucose.

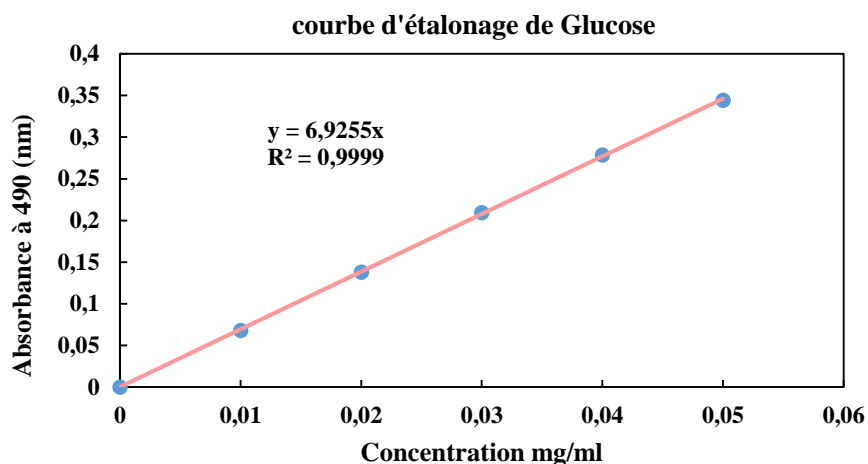


Figure 20 : La courbe d'étalonnage de Glucose

Deux solvants différents ont été utilisés pour évaluer la teneur en sucres de *Maclura Pomifera* : l'eau et le méthanol à 80 %. Les résultats sont exprimés en mg EQ G/gES.

Étant donné que l'eau est un solvant très polaire, elle est plus efficace pour dissoudre les sucres, ce qui se manifeste par une teneur plus élevée en sucres (1,10 mg EQ G/g ES). Cependant, le méthanol, même s'il présente une polarité modérée, est moins efficace pour extraire les sucres que l'eau seule, comme le témoigne la faible teneur en sucres (0,89 mg EQ G/g ES). ces résultats sont montés dans le tableau (6) et la figure (22).

Tableau 6 : les résultats obtenus du teneur en sucre dans les deux extraits

	Pour l'extrait aqueux	Pour l'extrait méthanolique
La teneur en sucre du fruit <i>Maclura Pomifera</i> (mg EQ Glucose/g ES)	1,10±0,27	0,89±0,08

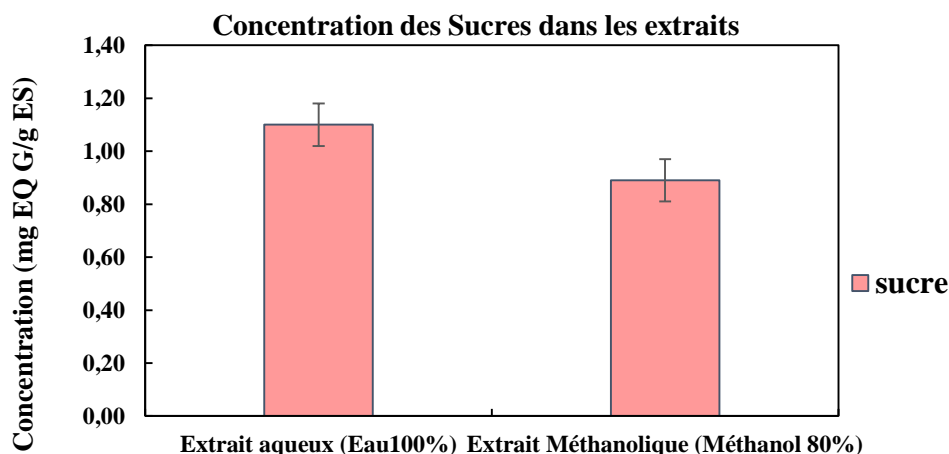


Figure 21 : La teneur des sucres totaux (mg/ml)

Afin d'optimiser l'extraction des sucres, l'eau est le solvant idéal, surtout pour des applications où il est nécessaire de récupérer le plus de sucres possible [58, 59].

III.4 Teneur en Eau

Ce tableau représente la teneur en eau (humidité %) et la quantité de la matière sèche (MS).

Tableau 7: Teneur en eau et matière séché de fruit Maclura Pomifera

	Humidité (H%)	Matière Sèche (MS)
Fruit de Maclura Pomifera	3%	97%

Le fruit de Maclura Pomifera présente une faible teneur en eau de 3%, tandis qu'il renferme une forte proportion de matière sèche, avec un pourcentage de 97%. Cette faible teneur en eau indique que ce fruit est plus stable et peut être stocké pendant une durée suffisante.

Une étude a montré que ce fruit contient 5,88% d'eau. Cette différence que on a observé indique que les conditions climatiques dans lesquelles il est cultivé varient d'une région à l'autre dans différentes régions du monde [11].

III.5 Teneur en cendre

Le résidu minéral inorganique qui reste après la combustion complète de la matière organique est appelé cendre. Elles représentent le nombre total de minéraux dans l'échantillon [60].

Le tableau suivant présente les résultats obtenus de deux extraits aqueux et méthanolique :

	Extrait AQ	Extrait Méthanolique
Teneur en cendre (%)	1,06	1,58
Teneur en Matière Organique (%)	98,99	98,62

Tableau 8: Teneurs en cendre totaux et matière organique de Maclura Pmifera

L'utilisation du méthanol permet d'obtenir une quantité de cendres plus élevée (1,58 %) par rapport à l'utilisation de l'eau (1,06 %).

Cela démontre que le méthanol est plus performant pour extraire les minéraux de *Maclura Pomifera*, sans doute en raison de sa capacité à solubiliser certains minéraux plus efficacement que l'eau seule.

Les minéraux hydrosolubles peuvent être extraits avec efficacité par l'eau, ce qui explique que l'eau c'est solvant polaire, de plus, le méthanol, en tant que solvant mixte (eau + méthanol), peut extraire à la fois les composés hydrosolubles et certains composés organiques liés aux minéraux.

Les résultats obtenus indiquent que *Maclura Pomifera* est une source de minéraux de niveau modéré à élever, en fonction du solvant utilisé. Par contre ce fruit est très riche en composés organiques [12].



Figure 22 : Teneur en cendre obtenue de fruit *Maclura Pomifera*

III.6 Activité Antioxydante

III.6.1 Le test de réduction du radical stable DPPH •

Plusieurs façons ont été utilisées pour présenter les résultats du test DPPH. Les résultats sont généralement présentés sous forme de valeur IC 50, qui correspond à la quantité d'antioxydant requise pour réduire de 50 % la concentration initiale de DPPH. On évalue cette valeur en mesurant le taux d'inhibition en fonction de la concentration de l'extrait [61].

En utilisant équation (4) pour calculer le pourcentage d'inhibition de DPPH et la solution d'acide ascorbique à différentes concentrations a été utilisé pour rétablir une droite d'étalonnage, comme montré dans la figure (24).

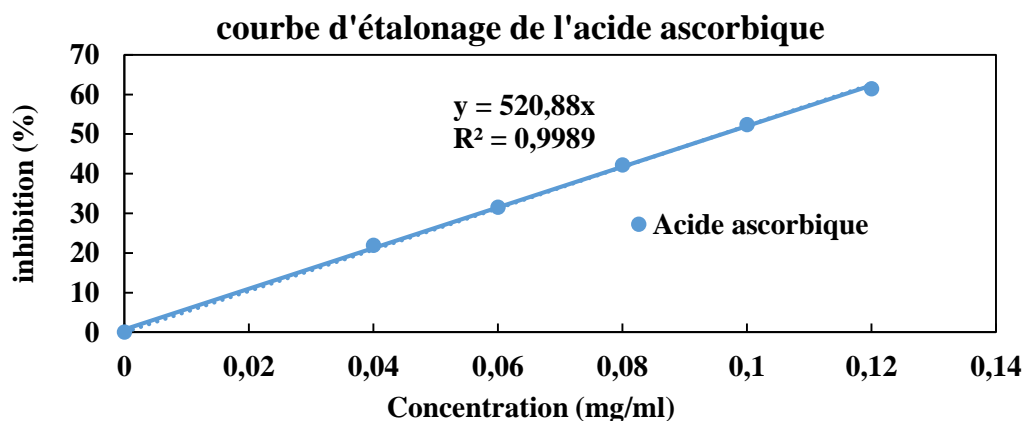


Figure 23: courbe monter le pourcentage d'inhibition de l'acide ascorbique

On a évalué l'activité antioxydante des extraits en mesurant le taux d'inhibition du radical libre DPPH•. Les résultats obtenus lors de la mesure du pourcentage d'inhibition du radical DPPH varient en fonction de la concentration des extraits aqueux et méthanolique, comme le montre la figure (25).

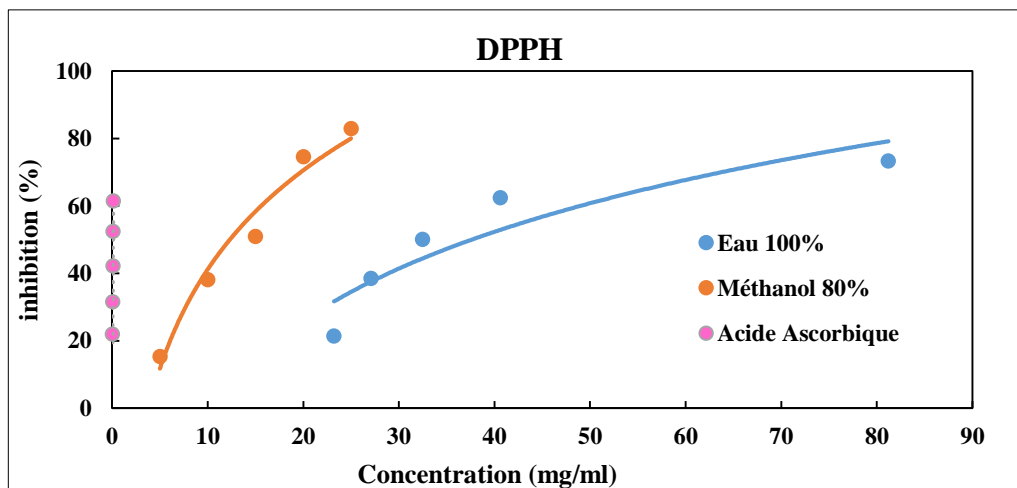


Figure 24 : Pourcentage d'inhibition de l'extrait aqueux et l'extrait méthanolique de fruit Maclura Pomifera et la courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique.

Le taux d'inhibition du DPPH, qui augmente avec l'augmentation de la concentration, a été déterminé pour l'acide ascorbique (le référence) et les extraits aqueux et méthanolique de fruit Maclura Pomifera.

Les extraits aqueux et méthanolique (figure 25) présentent un pourcentage d'inhibition de l'acide ascorbique plus élevé pour toutes les concentrations.

Selon ces résultats, l'extrait méthanolique présente une activité antioxydante supérieure à celle de l'extrait aqueux, mais elle est moins efficace que celle de l'acide ascorbique.

La mobilité de l'atome d'hydrogène du groupement hydroxyle des composés phénoliques de notre extrait méthanolique est responsable de cette activité.

Lorsqu'il y a un radical libre DPPH·, l'atome H est former une nouvelle liaison avec le radicale libre, ce qui change en une molécule stable DPPH-H. Cela donne une baisse concentration du radical libre et une diminution de l'absorbance pendant la réaction jusqu'à ce que la capacité de l'antioxydant donneur d'hydrogène soit épuisée. La décoloration de la couleur violette à jaune démontre que l'extrait étudié présente une activité antioxydante élevée ce qui est convenable avec les résultats du D.Villaño et al [62].

L'extrait de la *Maclura Pomifera*, une espèce riche en composés phénoliques qui sont responsables à l'activité antioxydante.

Détermination de IC₅₀ pour les extrais aqueux et méthanolique

La Figure (26) présente les valeurs d'IC₅₀ pour l'extrait aqueux et méthanolique de *Maclura Pomifera*.

La concentration nécessaire pour inhiber 50% de radicale libre pour les deux extraits (IC₅₀) et montrer dans la figure (26). Les résultats d'IC₅₀% sont 39,05mg/ml pour l'extrait aqueux et 12,32mg/ml pour l'extrait méthanolique, ces résultats montrent que la présence d'une activité antioxydante important dans *Maclura Pomifera*.

Dans le fruit de *Maclura Pomifera*, mais l'acide ascorbique reste toujours le plus performant de cette activité par rapport à notre extraits étudiés (aqueux et méthanolique).

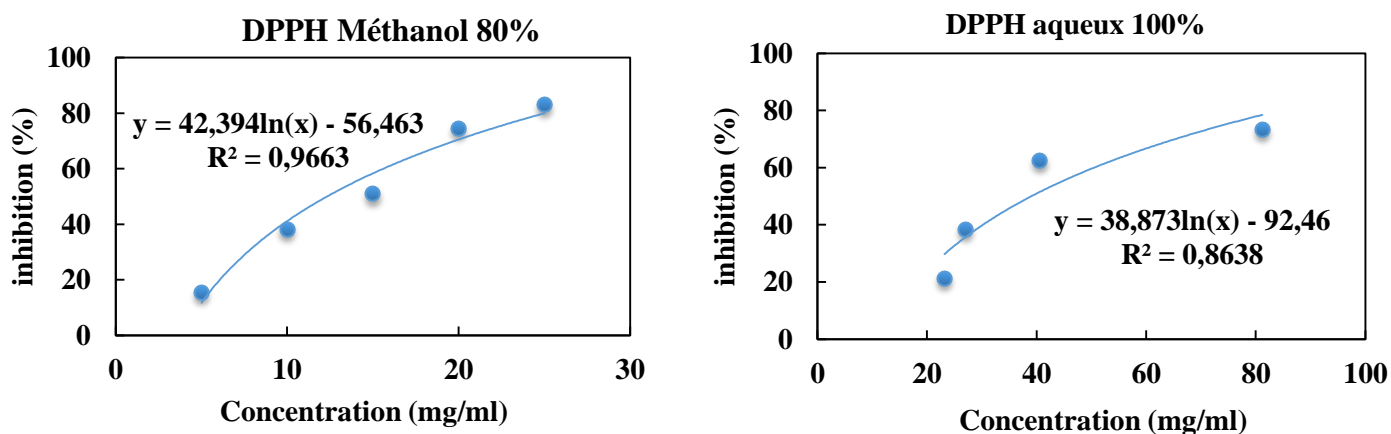


Figure 25 : Pourcentage d'inhibition de l'extrait aqueux et méthanolique de *Maclura Pomifera*

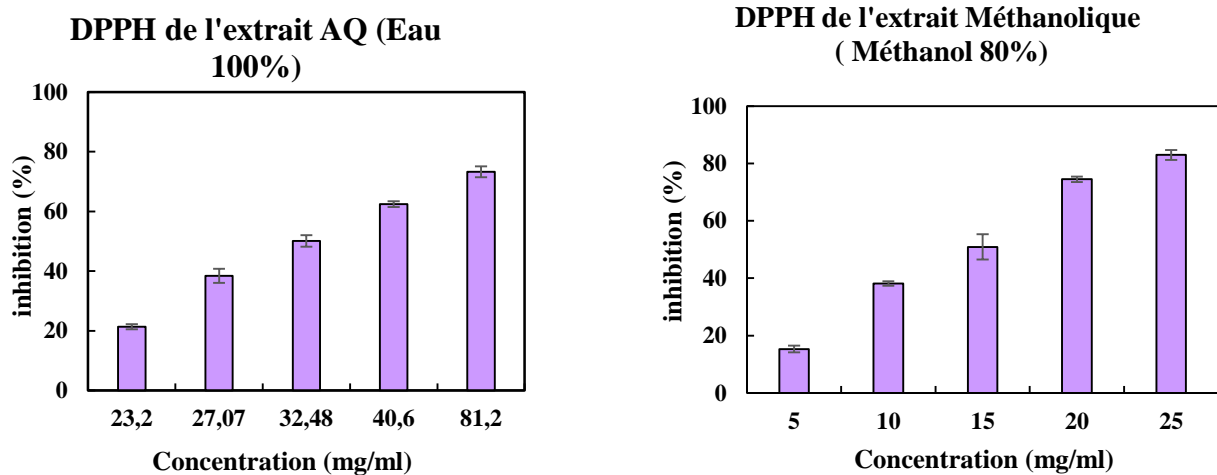


Figure 26: inhibition de l'extrait aqueux et méthanolique en fonction de différentes concentrations

Donc on conclue que le pourcentage d'inhibition de DPPH et augmenter avec l'augmentation de l'extrait.

III.6.2 Réduction de Fer (Test FRAP)

La composition des extraits des plantes et les conditions du système de test influencent grandement sur les capacités antioxydants des extraits des plantes [63]. De nombreux facteurs influencent sur les capacités antioxydants, qui ne peuvent être entièrement décrits par une seule méthode. Il est donc essentiel de réaliser plusieurs types de mesures de la capacité antioxydant afin de tenir compte des divers mécanismes d'action antioxydant. Le test FRAP est utilisé comme deuxième méthode pour évaluer l'activité antioxydante de fruit du *Maclura Pomifera*, en plus de ces tests.

Cette méthode est simple, rapide et facilement reproductible [64].

Il s'applique à tous. Il est utilisable à la fois chez les plantes et dans les plasmas, ainsi que dans les extraits organiques et aqueux [63].

En présence de réducteurs dans les extraits, le Fe^{3+} /complexe ferricyanide est réduit à la forme ferreuse. Ainsi, il est possible d'évaluer la teneur en Fe^{2+} en mesurant et en observant l'augmentation de la densité de la couleur bleue dans le milieu réactionnel à une longueur d'onde égale 700nm [65]

La solution d'acide ascorbique à différentes concentrations a été utilisée pour rétablir une droite d'étalonnage, comme montré dans la figure (28).

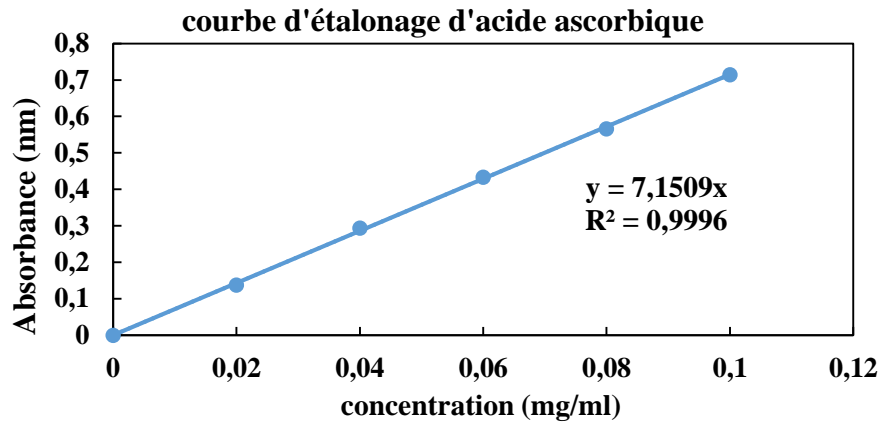


Figure 27

: courbe

d'étalonnage de l'acide ascorbique

Dans la figure (29), on peut observer les résultats de l'activité réductrice pour les deux extraits de Maclura Pomifera. D'après les résultats obtenus, l'augmentation de la réduction de fer augmente en fonction des concentrations utilisées dans nos extraits, ce qui indique la contribution des antioxydants donneurs d'électrons présents dans les différents extraits.

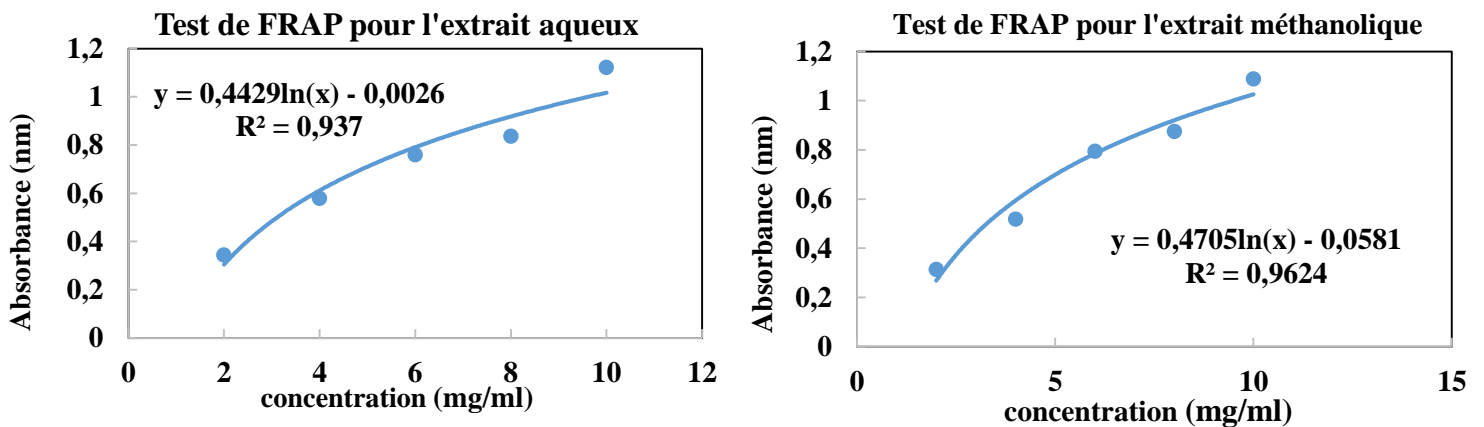


Figure 28 : L'absorbance de l'extrait aqueux et méthanolique en fonction de concentration

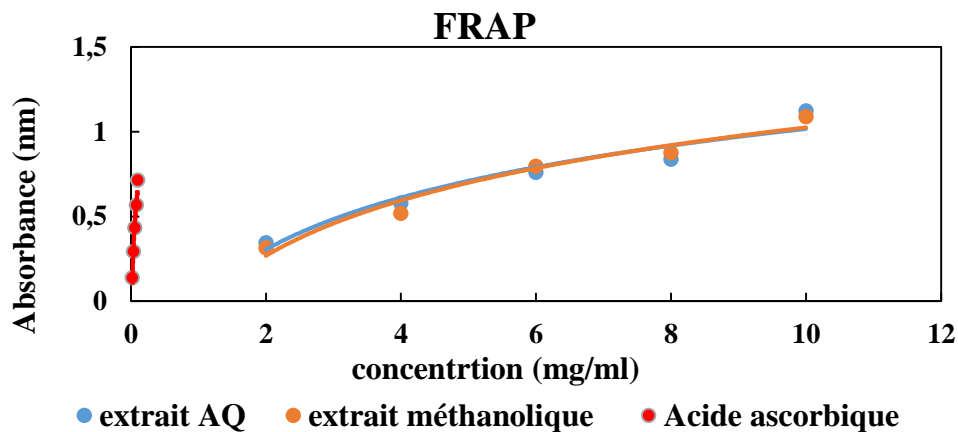


Figure 29 : le pouvoir réducteur de les extraits aqueux et méthanolique de fruit Maclura Pomifera et la courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique

L'extrait méthanolique présente un pouvoir réducteur plus faible que l'acide ascorbique (figure 30), ce qui est en accord avec les recherches précédentes sur l'extrait méthanolique et aqueux de *Maclura Pomifera* [65].

L'espèce *Maclura Pomifera* possède un pouvoir réducteur qui peut être attribué à la présence de groupements hydroxyles dans les composés phénoliques qui peuvent être des donneurs d'électrons.

Ainsi, les antioxydants sont perçus comme des agents qui réduisent les oxydants. Quelques recherches précédentes ont également démontré que le faible pouvoir réducteur d'un composé peut être un indicateur important de son potentiel antioxydant [63, 66]

Selon nos résultats (figure 31), ainsi que celui de (Li, H.-B., et al), il y a également une forte capacité de réduction, ce qui suggère la présence d'antioxydants capables de transférer un électron pour réduire le Fe^{3+} à Fe^{2+} .

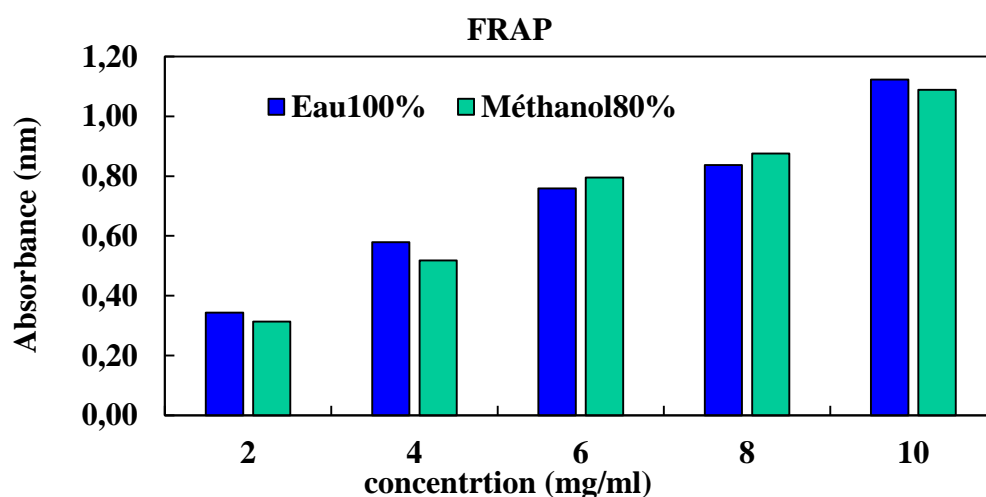


Figure 30 : L'absorbance des extraits aqueux et méthanolique de test FRAP en fonction de diverse concentration

Détermination de EC50 pour les extraits aqueux et méthanolique

Dans les résultats obtenus est à partir de la figure (29) on peut déduire EC50 pour les extrait de fruit *Maclura Pomifera*

Pour l'extrait aqueux, EC50 donne la valeur de $(3,11 \pm 0,18)$ mg/ml de et pour l'extrait méthanolique on a trouvé la valeur de EC50 égale $(3,20 \pm 0,01)$ mg/ml

Quelques recherches précédentes ont démontré que la capacité de réduire un composé peut être un indicateur important de son potentiel antioxydant [67].

Donc, on conclue que l'extrait le plus efficace celui qui a valeur de EC 50 la plus faible

III.7 Synthèse des Nanoparticule d'argent

Dans le présent travaille, les nanoparticules d'argent (NPAg) ont été rapidement obtenues en utilisant du nitrate d'argent provenant des extraits aqueux et méthanoliques du fruit Oranger D'Osage (*Maclura Pomifera*).

Les effets de concentration de l'extrait et de concentration d'argent ont été étudiés pour établir les conditions optimales pour les NPAg.

Les NPAg ont été caractérisés par différentes techniques : spectroscopie d'absorption UV-Visible (UV-Vis), diffraction des rayons X (XRD), spectroscopie infrarouge (IR), microscopie électronique à balayage (MEB).

III.7.1 caractérisé par les spectres UV-Vis des Ag NP

III.7.1.1 Effet de concentration de l'extrait pour l'extrait aqueux

On a confirmé la formation des NPAg en observant un changement de couleur caractéristique, passant du jaune au brun après une durée de 24H à température ambiante. On peut attribuer cela à la réduction des ions argent par l'extrait.

Les données obtenues à l'aide du spectrophotomètre UV-Visible. Elles ont manifestement eu un impact significatif sur la biosynthèse des NPAg. Selon la figure (32), on observe une valeur faible de l'absorbance de longueur d'onde 302 nm lorsque la concentration d' AgNO_3 diminue, ce qui entraîne une variation de la concentration de l'extrait entre 0,1 mg/ml et 0,5 mg/ml. Après 400 nm former les nano particule. Cela montre la formation des nanoparticules.

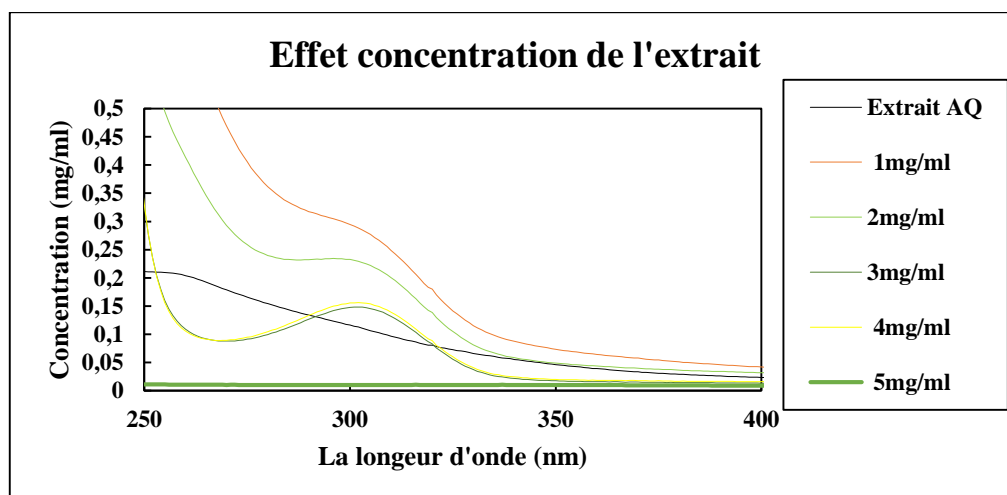


Figure 31: Effet de concentration de l'extrait aqueux

III.7.1.2 Effet de concentration de l'extrait pour extrait méthanolique

Les graphiques ci-dessous illustrent l'impact de la concentration de l'extrait méthanolique représentant différentes concentrations sur (1 mg/ml, 2 mg/ml, 3 mg/ml, 4 mg/ml, et 5 mg/ml) avec une mesure spécifique d'absorbance ou de concentration à diverses longueurs d'onde (en nm).

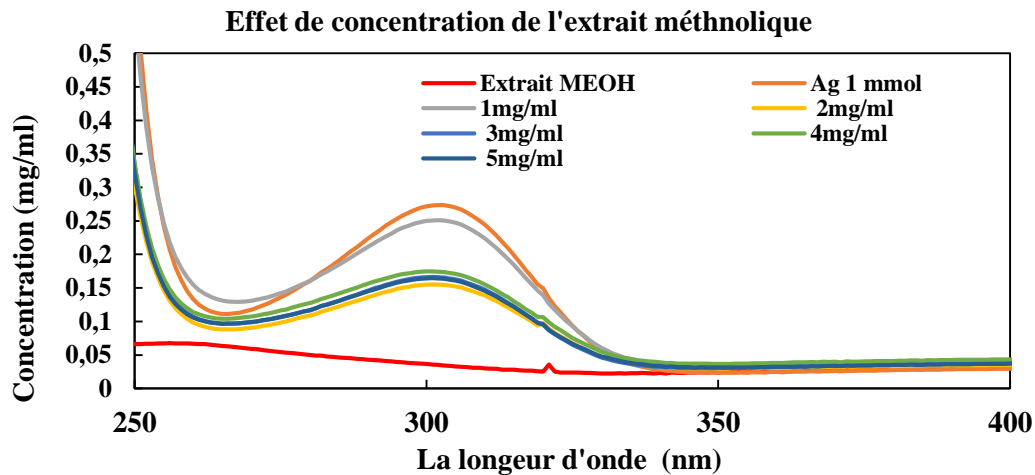


Figure 32: Effet de concentration de l'extrait méthanolique

L'absorbance augmente avec des concentrations croissantes de concentration, comme le montre le graphique, ce qui indique la formation des nanoparticules dans l'extrait méthanolique. Les graphes caractéristiques des nanoparticules d'argent (NPAg) confirment également la synthèse de nanoparticules. Cela suggère que l'extrait méthanolique peut jouer le rôle d'un environnement favorisant la formation de nanoparticules et que des concentrations plus élevées entraînent une production accrue.

III.7.1.3 Effet de concentration d'Ag pour l'extrait aqueux

Les courbes montrent comment la concentration d'argent influence sur l'absorption à différentes longueurs d'onde.

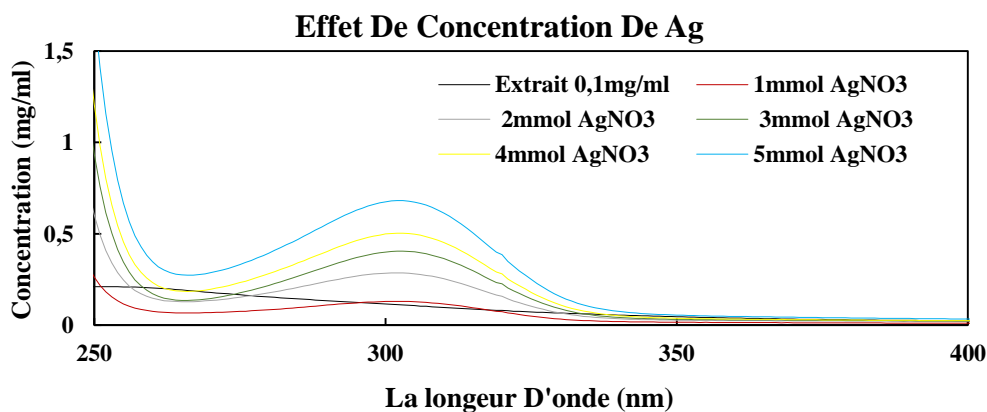


Figure 33: Effet de concentration d'AgNO₃ pour l'extrait AQ

Comme mentionné précédemment, l'intensité de la bande SPR (résonance plasmonique de surface) a été accrochée avec l'augmentation de la concentration en argent (figure 24) en raison de l'accélération de la vitesse de réaction et de l'augmentation de la concentration en NPAg [68].

La concentration d'Ag augmente avec l'absorbance, ce qui est démontré par les spectres UV-Vis des NPAg à différents moments. Cela indique que seuls les ions d'Ag sont présents et que l'extrait doit être terminé avant de déterminer la réaction cela est proche des résultats du (azizian et al) [69].

Les plus hautes concentrations d'absorption se déplacent vers des longueurs d'onde plus élevées.

III.7.1.4 Effet de concentration d'Ag pour l'extrait méthanolique

Les courbes révèlent une diminution et se dirigent vers une absorbance plus faible et stable. Il semble que l'impact des solutions sur l'absorbance soit moins marqué dans la plage de longueur d'onde.

L'absorption des solutions de Nap à une concentration plus élevée (4 mmol et 5 mmol) est plus élevée dans les deux régions de pic, ce qui est en accord avec la loi de Beer-Lambert.

Des variations sont observées dans les courbes des extraits méthanoliques, sans doute en raison des composés actifs présents dans l'extrait et de leurs interactions particulières avec les longueurs d'onde UV. [69, 70]

La solution d'argent nitrate (1 mmol) présente une réponse différente, avec une absorbance initialement élevée puis une diminution plus rapide que les autres solutions

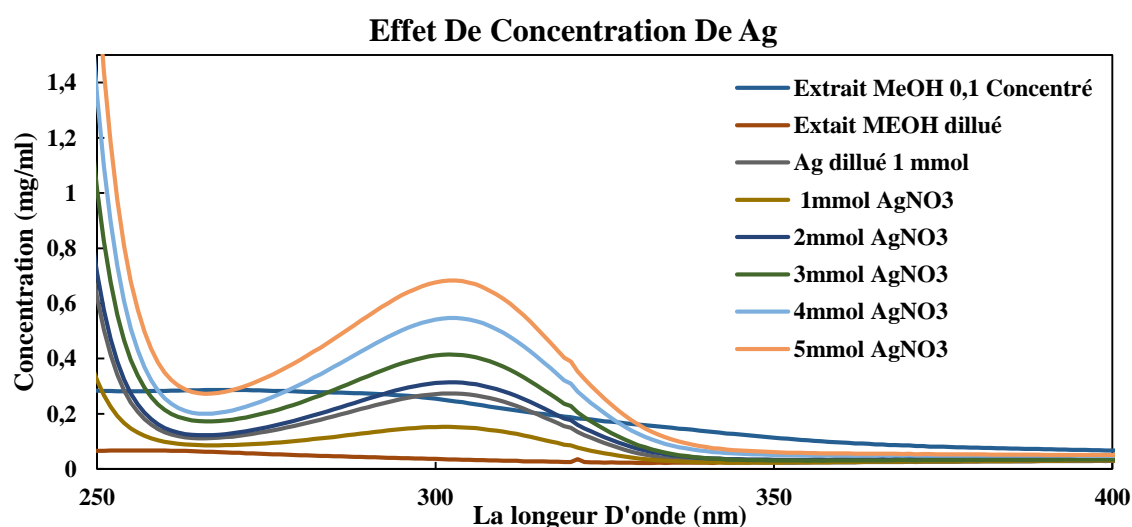
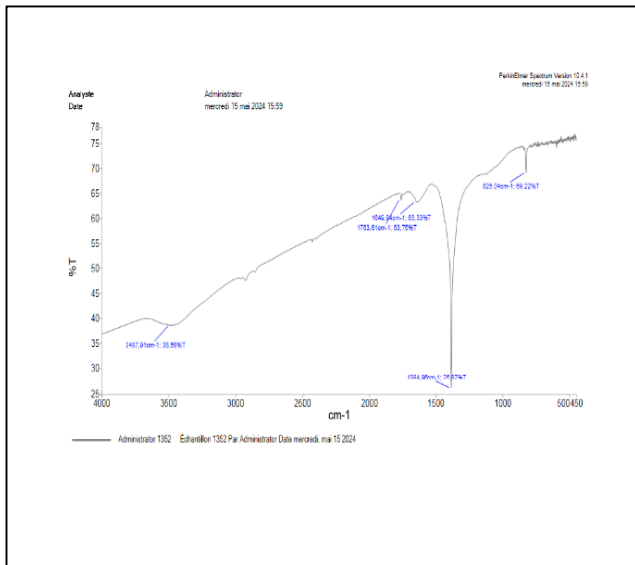


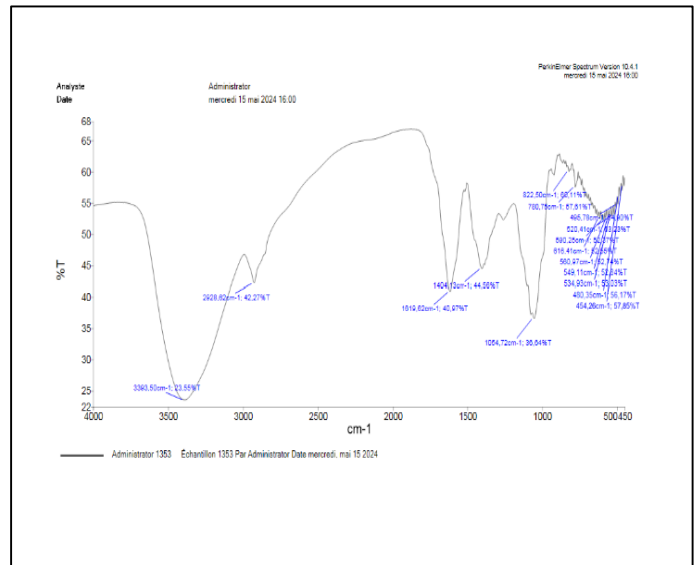
Figure 34 : Effet de concentration d'AgNO₃ de l'extrait méthanolique

III.8 Caractérisation par infrarouge (IR) :

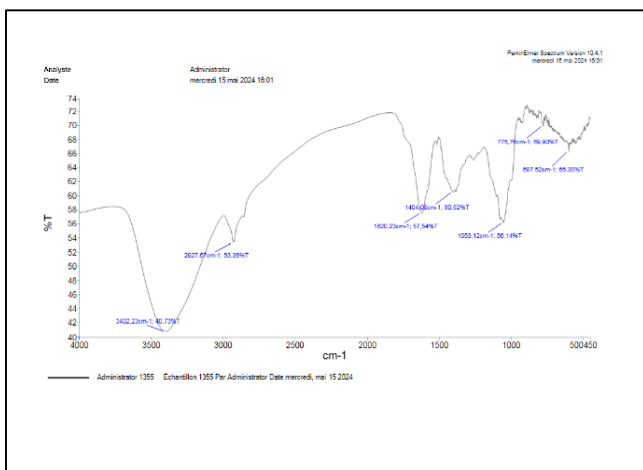
Les figures suivantes représentent les spectres IR des NPAg et de l'extrait :



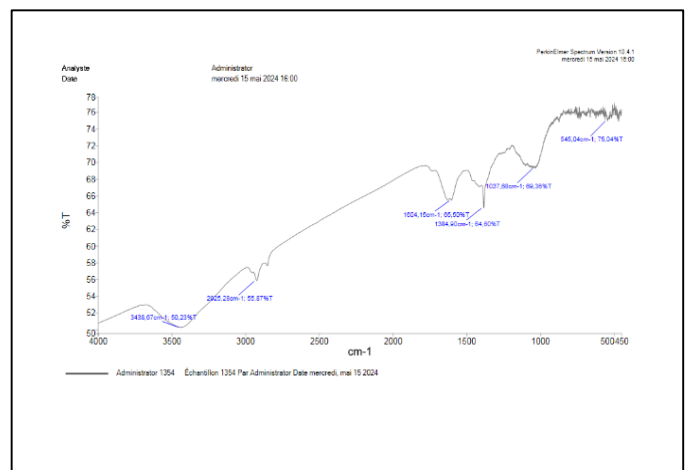
Caractérisation par IR pour l'extrait AQ



Caractérisation par IR pour l'extrait AQ et $AgNO_3$



Caractérisation par IR pour l'extrait méthanolique



Caractérisation par IR pour l'extrait méthanolique et $AgNO_3$

Figure 35: Spectres IR des NPAg et des extraits aqueux et méthanolique pour le fruit *Maclura Pomifera*

Les courbes montrent un spectre infrarouge (IR) obtenu grâce à la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les groupes fonctionnels présents dans cet extrait peuvent être identifiés grâce à ce spectre qui étudie les fréquences d'absorption spécifiques des liaisons chimiques.

✓ *Pour la courbe IR pour l'extrait AQ*

La vibration d'élongation O-H des alcools ou des phénols est généralement observée dans la bande d'adsorption $3487,91\text{ cm}^{-1}$. En outre, à $1649,94\text{ cm}^{-1}$ On peut expliquer cette bande par la vibration d'élongation C=O des amides (de type carbonyle). La vibration d'élongation C=O

des anhydrides d'acides carboxyliques est représentée par la bande vers $1763,81\text{ cm}^{-1}$. En outre, les niveaux de $1384,99\text{ cm}^{-1}$ sont caractéristiques des vibrations de déformation O-H dans les alcools ou des vibrations de déformation C-H dans les méthylènes CH_2 . Cette bande mesurant $825,04\text{ cm}^{-1}$ pourrait être liée à des vibrations qui ne sont pas liées aux liaisons C-H des aromatiques ou aux vibrations C-Cl des halogénures d'alkyle [71].

✓ *Pour la courbe IR pour l'extrait AQ et AgNO_3*

Il s'agit de $3393,50\text{ cm}^{-1}$. Ce pic élevé est caractéristique des vibrations de dilatation des liaisons O-H, souvent liées aux groupes hydroxyles des alcools ou des acides carboxyliques. La largeur de ce pic indique la présence de liaisons hydrogène, ainsi que dans $2928,82\text{ cm}^{-1}$ ce niveau de vibration est typique des vibrations d'élongation des liaisons C-H des groupes méthyle ($-\text{CH}_3$) et méthylène ($-\text{CH}_2-$) des alcanes. et en outre de $1619,82\text{ cm}^{-1}$ cette bande est responsable des vibrations de déformation des liaisons C=C dans les composés aromatiques, ou des vibrations des liaisons C=O dans les carbonyles conjugués. De plus, la présence de $1404,13\text{ cm}^{-1}$ peut également être expliquée, ce pic donne les vibrations de déformation des liaisons C-H des groupes méthyle ($-\text{CH}_3$) et méthylène ($-\text{CH}_2$). On peut également observer des vibrations asymétriques de liaisons N=O dans les composés nitro et à $1054,72\text{ cm}^{-1}$ on observe aussi une caractéristique des vibrations d'élongation des liaisons C-O dans les alcools, les éthers et les acides carboxyliques. Cela peut aussi suggérer la présence de groupes sulfonâtes (S=O) et dans cette région de $822,50\text{ cm}^{-1}$, les pics sont fréquemment liés aux vibrations en dehors du plan des liaisons C-H dans les composés aromatiques et autour de $780,75\text{ cm}^{-1}$. Et à $618,41\text{ cm}^{-1}$ de vibrations de torsion des liaisons C-H dans les composés aromatiques est caractéristique de ce pic. Les vibrations de torsion des liaisons C-Cl dans les chlorures organiques sont fréquemment associées à cette bande [72, 73].

✓ *Pour la courbe IR pour l'extrait méthanolique*

L'étude de l'IR de ce fruit met en évidence la présence de divers groupes fonctionnels. Les bandes mesurant respectivement $3402,23\text{ cm}^{-1}$ et $1053,12\text{ cm}^{-1}$ impliquent la présence de groupes hydroxyle (O-H) et éther (C-O). La bande à $2927,57\text{ cm}^{-1}$ et $1404,96\text{ cm}^{-1}$ révèle des groupes alkyles (C-H), tandis que la bande à $1620,23\text{ cm}^{-1}$ indique des groupes carbonyles (C=O). Les bandes avec des dimensions de $775,78\text{ cm}^{-1}$ et $597,52\text{ cm}^{-1}$ laissent entendre des structures aromatiques ou cycliques [74].

✓ *Pour la courbe IR pour l'extrait méthanolique et AgNO_3*

Différentes bandes caractéristiques sont mises en évidence dans le spectre infrarouge obtenu, ce qui permet d'identifier des groupes fonctionnels spécifiques dans notre échantillon. La présence de nitriles, d'alcane, de carbonyles (probablement esters ou cétones), de groupes

méthyle, d'éthers ou de phosphates, de liaisons organométalliques ou aromatiques est probable à $2493,87\text{ cm}^{-1}$, $2925,28\text{ cm}^{-1}$, $1804,15\text{ cm}^{-1}$, $1384,90\text{ cm}^{-1}$, $1037,86\text{ cm}^{-1}$ et $545,04\text{ cm}^{-1}$, respectivement [75].

On a observé ces légères variations dans les positions des bandes d'absorption entre les extraits de *Maclura Pomifera* et les NPAg, ce qui laisse entendre que les groupes fonctionnels phénoliques hydroxyle (AOH) jouent un rôle prépondérant dans la synthèse et la formation des NPAg et agissent comme des réducteurs et/ou des stabilisants.

III.9 Caractérisation par diffraction des rayons X (DRX)

Les figures suivantes représentent les pics DRX des NPAg et des extraits aqueux et méthanolique :

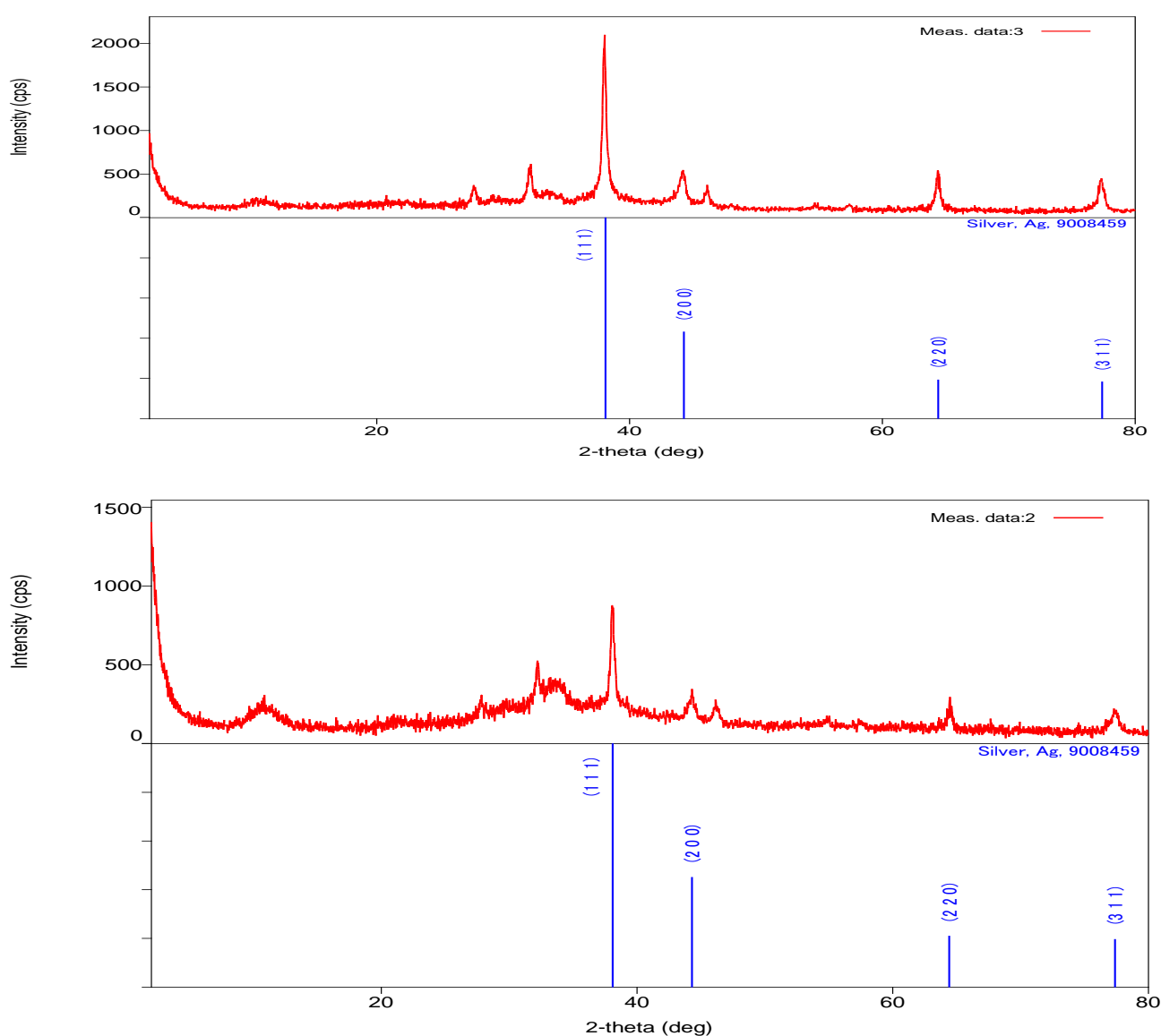


Figure 36 : Spectre DRX des NPAg pour les extraits aqueux et méthanolique de fruit *Maclura Pomifera*

Plusieurs pics d'intensité sont représentés dans la figure (38) en fonction de l'angle 2-thêta et aussi les niveaux les plus élevés et observer représentent les plans cristallins principaux, comme par exemple, les pic qui existe à environ 38° , 44° , 64° et 77° sont généralement associés aux plans (111), (200), (220) et (311) du cristal d'argent, ce qui suggère la présence de nanoparticules d'argent, donc présente la forme d'un cube face centré (CFC) [76]

Pour les deux extraits, le pic (1 1 1) est plus élevé que les autres pics, ce qui suggère que les plans cristallins des Ag NP se sont principalement développés dans cette position.

L'extrait aqueux et méthanolique de fruit de *Maclura Pomifera* contient des nanoparticules d'argent (Ag), selon les résultats de diffraction des rayons X. On peut confirmer cela en comparant les pics de diffraction aux plans cristallins de l'argent.

III.10 Caractérisation par Microscopie électronique à balayage (MEB) :

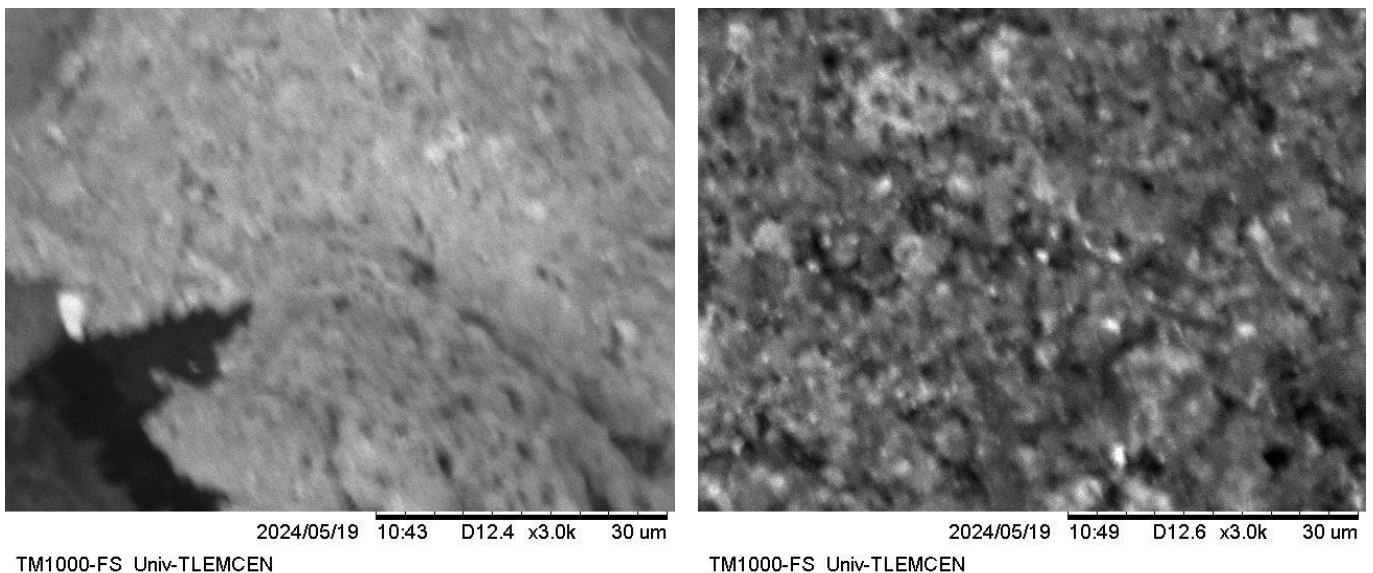


Figure 37: Micrographie (MEB) confirmé la présence des NP Ag pour l'extrait de fruit *Maclura Pomifera*

La figure 37 présente des particules de l'ordre des nanoparticules exprimant la formation des nanoparticules d'argent.

La sensibilité de détection de $30\mu\text{m}$ sans affirmé que la taille des nanoparticules varie de 1nm à 100nm [28]

Il est nécessaire d'utiliser la technique de microscopie électronique à transmission (MET) pour détecter les particules des NP Ag. Il est possible de distinguer des détails très fins dans l'épaisseur des échantillons, allant de $0,1$ à $0,5\text{nm}$. [77].

Conclusion

L'étude a permis d'analyser plusieurs composés biochimiques de *Maclura Pomifera*, ainsi que ses caractéristiques phytochimiques et ses effets antioxydants.

L'évaluation des composés polyphénols totaux par la méthode de Folin-Ciocalteu a révélé la présence de quantités importantes de polyphénols. En outre, il a été démontré que l'extrait de fruit *Maclura Pomifera* contient davantage de polyphénols.

Selon notre expérience en termes de dosage colorimétrique et de changement de couleur, *Maclura Pomifera* renferme une quantité significative des flavonoïdes.

Nos résultats prouvent aussi qu'elle contient des sucres et même un peu d'eau.

Deux méthodes ont été utilisées pour évaluer l'activité antioxydante : le test FRAP et la méthode de réduction de radical libre DPPH et on évalue les valeurs en mesurant le taux d'inhibition en fonction de la concentration d'extraits. Selon nos résultats, on a confirmé que les extraits de fruit de *Maclura Pomifera* possèdent une activité antioxydante significative et importante.

Des techniques de caractérisation ont été utilisées pour analyser les nanoparticules d'argent synthétisées, comme l'UV-visible, l'infrarouge (IR) et la diffraction aux rayons X par diffraction (DRX), MEB. Cette étude montre que les éléments phytochimiques du fruit *Maclura Pomifera* jouent un rôle dans la réduction immédiate de l'ion argent. L'utilisation d'extraits pour la formation des nanoparticules d'argent présente un intérêt majeur en raison de leur facilité d'obtention, de leur coût abordable et de leur absence de toxicité dans la majorité des cas. Par ailleurs, ces extraits contiennent divers métabolites susceptibles de favoriser la réduction des ions d'argent.

Référence :

[A]. <https://images.app.goo.gl/wq6speF6LVTWbCny5>

[B]. <https://images.app.goo.gl/8JNqG19jEUv1utvB6>

[C]. <https://images.app.goo.gl/Cf5TZEhbGeBDHgy8>

1. Bahorun, T., et al., Oxygen species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations. *Arzneimittel-forschung*, 1996. 46(11): p. 1086-1089.
2. Neergheen, V.S., et al., Characterization of the phenolic constituents in Mauritian endemic plants as determinants of their antioxidant activities in vitro. *Journal of plant physiology*, 2006. 163(8): p. 787-799.
3. Atanasov, A.G., et al., Discovery and resupply of pharmacologically active plant-derived natural products: A review. *Biotechnology advances*, 2015. 33(8): p. 1582-1614.
4. Orazbekov, Y., et al., Isolation and biological evaluation of prenylated flavonoids from *Maclura pomifera*. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2018. 2018.
5. Su, Z., et al., Phenolics from the fruits of *Maclura pomifera*. *Natural Product Communications*, 2017. 12(11): p. 1934578X1701201122.
6. Salem, M.Z., N.H. Mohamed, and H. Nashwa, Physico-chemical characterization of wood from *Maclura pomifera* (Raf.) CK Schneid. Adapted to the Egyptian environmental conditions. *Journal of Forest Products & Industries*, 2013. 2(2): p. 53-57.
7. Brockman, C.F. and R.A. Merrilees, *Important Forest Trees of the Eastern United States 1991*: U.S. Department of Agriculture, Forest Service.
8. Stojiljkovic, M., et al., Macro-and micro-element composition of Osage orange *Maclura pomifera* L.(Moraceae). *Journal of Elementology*, 2018. 23(4).
9. Smith, J.L. and J.V. Perino, *Osage Orange (Maclura pomifera): History and Economic Uses*. *Economic Botany*, 1981. 35(1): p. 24-41.
10. Ferro, M.L., A Cultural and Entomological Review of the Osage Orange (*Maclura pomifera*) (Raf.) Schneid. (Moraceae) and the Origin and Early Spread of "Hedge Apple" Folklore. *Southeastern Naturalist*, 2014. 13: p. 1-34.
11. Saloua, F., N.I. Eddine, and Z. Hedi, Chemical composition and profile characteristics of Osage orange *Maclura pomifera* (Rafin.) Schneider seed and seed oil. *Industrial crops and products*, 2009. 29(1): p. 1-8.
12. Filip, S., et al., Chemical composition and antimicrobial activity of Osage orange (*Maclura pomifera*) leaf extracts. *Archiv der Pharmazie*, 2021. 354(2): p. 2000195.
13. Tsao, R., R. Yang, and J.C. Young, Antioxidant isoflavones in osage orange, *Maclura pomifera* (Raf.) Schneid. *Journal of agricultural and food chemistry*, 2003. 51(22): p. 6445-6451.
14. Huxel, E., *Potential commercialization of Osage Orange (Maclura pomifera) fruit grown on silvopastures in Texas and Oklahoma*. 2013.
15. Ribaud, G., T. Vendrame, and S. Bova, Isoflavones from *Maclura pomifera*: structural elucidation and in silico evaluation of their interaction with PDE5. *Natural Product Research*, 2017. 31(17): p. 1988-1994.
16. Tsao, R. and Z. Liu, Exploration and characterization of bioactive phytochemicals in native Canadian plants for human health. *Canadian Journal of Plant Science*, 2007. 87(5): p. 1045-1053.
17. Laib, I., et al., Effet de la digestion gastro-intestinale in vitro sur les composés phénoliques et l'activité antioxydante du thé vert *Camellia sinensis* L. issu de l'agriculture biologique. *Nutrition Clinique et Métabolisme*, 2021. 35(3): p. 212-221.

18. Bennetau-Pelissero, C., *Polyphénols et voies de signalisation, données récentes. Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 2014. 49(4): p. 151-159.
19. Tsao, R., S. Khanizadeh, and A. Dale, *Designer fruits and vegetables with enriched phytochemicals for human health. Canadian Journal of Plant Science*, 2006. 86(3): p. 773-786.
20. E, C., et al., *Trente-sept plantes chinoises (Magnoliidae, Ranunculidae, Asteridae). Caractères botaniques, étude pharmacologique et intérêt thérapeutique / Thirty-seven Chinese herbs (Magnoliidae, Ranunculidae, Asteridae). Botanical characteristics, pharmacological investigation and therapeutical properties* 2015.
21. Sainz-Hernández, J.C., et al. *Biological Application of the Allopathic Characteristics of the Genus Maclura: A Review. Plants*, 2023. 12, DOI: 10.3390/plants12193480.
22. Michel, B., *Guide des plantes à fruits charnus comestibles et toxiques* 2015: Lavoisier.
23. Shah, P. and H. Modi, *Comparative study of DPPH, ABTS and FRAP assays for determination of antioxidant activity. Int. J. Res. Appl. Sci. Eng. Technol*, 2015. 3(6): p. 636-641.
24. Thaipong, K., et al., *Comparison of ABTS, DPPH, FRAP, and ORAC assays for estimating antioxidant activity from guava fruit extracts. Journal of food composition and analysis*, 2006. 19(6-7): p. 669-675.
25. Barak, T.H., et al., *In vitro anti-aging potential evaluation of Maclura pomifera (Rafin.) Schneider 80% methanol extract with quantitative HPTLC analysis. Turkish Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2022. 19(4): p. 400.
26. Kupeli, E., et al., *Anti-inflammatory and antinociceptive potential of Maclura pomifera (Rafin.) Schneider fruit extracts and its major isoflavonoids, scandenone and auriculasin. Journal of ethnopharmacology*, 2006. 107(2): p. 169-174.
27. Khan, I., K. Saeed, and I. Khan, *Nanoparticles: Properties, applications and toxicities. Arabian Journal of Chemistry*, 2019. 12(7): p. 908-931.
28. Mercier-Bonin, M., et al., *Exposition orale et devenir dans l'intestin des nanoparticules alimentaires : exemple de l'argent et du dioxyde de titane. Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 2016. 51(4): p. 195-203.
29. Chuto, G. and P. Chaumet-Riffaud, *Les nanoparticules. Médecine Nucléaire*, 2010. 34(6): p. 370-376.
30. Lanone, S. and J. Boczkowski, *Les sources de nanoparticules. Revue française d'allergologie*, 2010. 50(3): p. 211-213.
31. Greco, F., et al., *Reprotoxicité des nanoparticules. Gynécologie Obstétrique & Fertilité*, 2015. 43(1): p. 49-55.
32. Delgado-Niño, P., et al., *Optical and structural characterization of SrZr_{0,1}Ti_{0,9}O₃. Journal of Luminescence*, 2012. 132(10): p. 2546-2552.
33. Akermi, M., et al., *Effect of PEG-400 on the morphology and electrical properties of ZnO nanoparticles application for gas sensor. Materials Science in Semiconductor Processing*, 2013. 16(3): p. 807-817.
34. Behera, S., et al., *UV-visible spectrophotometric method development and validation of assay of paracetamol tablet formulation. J Anal Bioanal Techniques*, 2012. 3(6): p. 151-7.
35. Farcas, F. and P. Touzé, *La spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF). Une méthode intéressante pour la caractérisation des ciments (in French) Bull. Lab. Ponts Chaussées*, 2001. 230: p. 77-88.
36. Ali, A., Y.W. Chiang, and R.M. Santos, *X-ray diffraction techniques for mineral characterization: A review for engineers of the fundamentals, applications, and research directions. Minerals*, 2022. 12(2): p. 205.
37. Morvan, J. and P. Elies, *Analyse par la microscopie électronique à balayage de monnaies féodales bretonnes*. 2018.
38. MICHEL, J.-P. and É.d.M.-P. de Saurupt, *Microscopie électronique par transmission. Bulletin de l'Union des physiciens*, 1999(811): p. 237-245.

39. Masse, R. and C. Boudène, *Les nanoparticules constituent-elles une nouvelle classe de toxiques environnementaux ? Archives des Maladies Professionnelles et de l'Environnement*, 2013. 74(3): p. 316-319.
40. Marano, F. and R. Guadagnini, *Les nanoparticules dans l'alimentation : quels risques pour le consommateur ? Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 2013. 48(3): p. 142-150.
41. Parrot-Lopez, H., F. Perret, and B. Bertino-Ghera, *Les cyclodextrines amphiphiles et leurs applications. Élaboration de nanoparticules de cyclodextrines amphiphiles pour des applications biomédicales. Annales Pharmaceutiques Françaises*, 2010. 68(1): p. 12-26.
42. Sivaguru, P. and X. Bi, *Introduction to silver chemistry. Silver Catalysis in Organic Synthesis*, 2019: p. 1-32.
43. Mahmoudi, S., M. Khali, and N. Mahmoudi, *Etude de l'extraction des composés phénoliques de différentes parties de la fleur d'artichaut (Cynara scolymus L.). Nature & Technology*, 2013(9): p. 35.
44. Singleton, V.L., R. Orthofer, and R.M. Lamuela-Raventós, [14] *Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent, in Methods in enzymology 1999, Elsevier*. p. 152-178.
45. Ardestani, A. and R. Yazdanparast, *Inhibitory effects of ethyl acetate extract of Teucrium polium on in vitro protein glycoxydation. Food and chemical toxicology*, 2007. 45(12): p. 2402-2411.
46. DuBois, M., et al., *Colorimetric method for determination of sugars and related substances. Analytical chemistry*, 1956. 28(3): p. 350-356.
47. Audigié, C., J. Figarella, and F. Zonszain, *Manipulations d'analyse biochimique 1986: Doin éditeurs*.
48. Afnor, Ø., *Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits. AFNOR*, 1982. 325.
49. Coman, N.-A., et al., *Comparative study on the chemical composition and biological activity of polyphenolic extracts obtained from Maclura pomifera (Raf.) CK Schneid bark and periderm. BioResources*, 2023. 18(4): p. 8104.
50. Brand-Williams, W., M.-E. Cuvelier, and C. Berset, *Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. LWT-Food science and Technology*, 1995. 28(1): p. 25-30.
51. Soltani, Y., et al., *Activités antioxydantes des extraits de trois organes de Juniperus phoenicea L. de l'Ouest algérien. Phytothérapie*, 2018. 16(3): p. 142.
52. Erdoğan Orhan, İ., et al., *Antioxidant activity of some flavonoid derivatives and the extracts from Maclura pomifera (Rafin.) Schneider and its essential oil composition. Turkish Journal Of Biochemistry-Türk Biyokimya Dergisi*, 2016. 41(1).
53. Dieng, S.I.M., et al., *Evaluation de l'activité antioxydante des extraits hydro-ethanoliques des feuilles et écorces de Piliostigma thonningii Schumach. International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 2017. 11(2): p. 768-776.
54. Lakshmanan, G., et al., *Plant-mediated synthesis of silver nanoparticles using fruit extract of Cleome viscosa L.: assessment of their antibacterial and anticancer activity. Karbala International Journal of Modern Science*, 2018. 4(1): p. 61-68.
55. Schall, E. and F. Quackenbush, *The antioxidants of the Osage orange fruit. Journal of the American Oil Chemists' Society*, 1956. 33(2): p. 80-82.
56. Teixeira, D.M., et al., *HPLC-DAD quantification of phenolic compounds contributing to the antioxidant activity of Maclura pomifera, Ficus carica and Ficus elastica extracts. Analytical letters*, 2009. 42(18): p. 2986-3003.
57. Altuner, E.M., et al., *High hydrostatic pressure extraction of phenolic compounds from Maclura pomifera fruits. African Journal of Biotechnology*, 2012. 11(4): p. 930-937.
58. Otles, S., *Handbook of food analysis instruments 2016: CRC Press*.
59. Khaleghi, A., et al., *Morphological, physiochemical and antioxidant responses of Maclura pomifera to drought stress. Scientific Reports*, 2019. 9(1): p. 19250.
60. Cunniff, P., *AOAC (Association of Official Analytical Chemists). Washington DC*, 1995.

61. Deng, J., W. Cheng, and G. Yang, A novel antioxidant activity index (AAU) for natural products using the DPPH assay. *Food Chemistry*, 2011. 125(4): p. 1430-1435.
62. Villaño, D., et al., Radical scavenging ability of polyphenolic compounds towards DPPH free radical. *Talanta*, 2007. 71(1): p. 230-235.
63. Li, H.-B., et al., Antioxidant properties in vitro and total phenolic contents in methanol extracts from medicinal plants. *LWT-Food science and Technology*, 2008. 41(3): p. 385-390.
64. Benzie, I.F. and J.J. Strain, The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of "antioxidant power": the FRAP assay. *Analytical biochemistry*, 1996. 239(1): p. 70-76.
65. Chung YunChin, C.Y., et al., Antioxidative activity and safety of the 50 ethanolic extract from red bean fermented by *Bacillus subtilis* IMR-NK1. 2002.
66. Touaibia, M. and F.Z. Chaouch, Evaluation de l'activité anti-oxydante des extraits aqueux, méthanolique et éthanolique de l'espèce saharo-endémique *Myrtus nivellei* Batt et Trab.(Myrtaceae)[Evaluation of the antioxidant activity of aqueous, methanolic and ethanolic extracts of the Sahara-endemic species *Myrtus nivellei* Batt and Trab.(Myrtaceae)]. *International Journal of Innovation and Applied Studies*, 2014. 6(3): p. 407.
67. Bougandoura, N. and N. Bendimerad, Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja calamintha* ssp. *Nepeta* (L.) Briq. *Nature & Technology*, 2013(9): p. 14.
68. Noruzi, M., et al., Rapid green synthesis of gold nanoparticles using *Rosa hybrida* petal extract at room temperature. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2011. 79(5): p. 1461-1465.
69. Azizian-Shermeh, O., A. Einali, and A. Ghasemi, Rapid biologically one-step synthesis of stable bioactive silver nanoparticles using *Osage orange* (*Maclura pomifera*) leaf extract and their antimicrobial activities. *Advanced Powder Technology*, 2017. 28(12): p. 3164-3171.
70. Irvani, S. and B. Zolfaghari, Green synthesis of silver nanoparticles using *Pinus eldarica* bark extract. *BioMed research international*, 2013. 2013.
71. Stuart, B.H., *Infrared spectroscopy: fundamentals and applications* 2004: John Wiley & Sons.
72. Simonova, D. and I. Karamancheva, Application of Fourier transform infrared spectroscopy for tumor diagnosis. *Biotechnology & Biotechnological Equipment*, 2013. 27(6): p. 4200-4207.
73. Shurvell, H. and L. Pinzuti, *Sur Les Spectres Infrarouges Des Phtalocyanines*. *Canadian Journal of Chemistry*, 1966. 44(2): p. 125-136.
74. Kaya Celiker, H., *Mid-Infrared Spectral Characterization of Aflatoxin Contamination in Peanuts*, 2012, Virginia Tech.
75. Gruska, R.M., et al., *Fourier Transform Mid-Infrared Spectroscopy (FT-MIR) as a Method of Identifying Contaminants in Sugar Beet Production Process—Case Studies*. *Molecules*, 2023. 28(14): p. 5559.
76. Liu, T.-M., et al., *One-step shell polymerization of inorganic nanoparticles and their applications in SERS/nonlinear optical imaging, drug delivery and catalysis*. *Scientific Reports*, 2014. 4(1): p. 5593.
77. Kohl, H. and L. Reimer, *Transmission Electron Microscopy*. *Springer Series in Optical Sciences*, 2008. 36.

ملخص

يحتوي العمل المنجز على استخلاص المركبات النشطة بيولوجيًا من ثمار ماكلورا بوميفيرا، مثل البوليفينول والفلافونويد و (FRAP) والسكريات والرطوبة. بالإضافة إلى ذلك، قمنا أيضًا بدراسة خصائصها المضادة للأكسدة باستخدام طريقتين تمت دراسة تكوين الجسيمات النانوية من المستخلصات المائية والميثانولية في الجزء الأخير، وتم تحليلها (DPPH) ، باستخدام تقنيات مختلفة (UV-Visible) ، IR ، XRD ، SEM،

الكلمات المفتاحية: ماكلورا بوميفيرا، النشاط المضاد للأكسدة، الاستخلاص، المركب الفينولي، الجسيمات النانوية الفضية (NPAg)

Résumé

Le travail réalisé consiste à extraire les composés bioactifs du fruit Maclura Pomifera, tels que les polyphénols, les flavonoïdes, les sucres et l'humidité. De plus, on a également étudié leurs propriétés antioxydants à l'aide de deux méthodes (FRAP et DPPH). La formation des nanoparticules des extraits aqueux et méthanolique a été étudiée dans la dernière partie, et a été analysée à l'aide de différentes techniques (UV-Visible, IR, DRX, MEB).

Mots clés : Maclura Pomifera, Activité antioxydante, Extraction, composé phénolique, Nanoparticule (NPAg)

Abstract

The work carried out consists of extracting bioactive compounds from the Maclura Pomifera fruit, such as polyphenols, flavonoids, sugars and moisture. Additionally, we also investigated their antioxidant properties using two methods (FRAP and DPPH). The formation of nanoparticles from aqueous and methanolic extracts was studied in the last part, and was analyzed using different techniques (UV-Visible, IR, XRD, and SEM).

Keywords : Maclura Pomifera, antioxidant activity, Extraction, phenolic compound, nanoparticle(NPAg)