

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Saad Dahlab de Blida1



Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département Agro-alimentaire

Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention

Du diplôme de Master en

Spécialité : Nutrition et Diététique Humaine.

Filière : sciences alimentaires.

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie.

Caractérisation Phytochimique de l'ail triquètre
(*Allium triquetrum* L.)

Présenté par :

Mokrani Ahlem

Devant le jury :

Mr OUSSADOU L.	MCB	Président	USDB1
Mme HAMZA K.	MCB	Examinatrice	USDB1
Mme KADRI F.	MCA	Promotrice	USDB1

Année universitaire 2021-2022

وَقَالَ
رَبِّ زِدْنِي عِلْمًا



Remerciements

Avant tout, merci à Dieu de m'avoir donné le courage, la santé, la volonté, et la puissance pour achever ce travail.

J'exprime ma profonde reconnaissance et mes vifs remerciements au Dr. KADRI F. qui m'a honoré par la proposition et l'acceptation de diriger ce travail, pour sa disponibilité et sa simplicité et surtout pour sa patience pendant la correction de ce mémoire. Madame, j'ai apprécié votre qualité de bonne enseignante, je ne peux pas que venir vous exprimer mon sincère et profond respect et ma gratitude.

Mes remerciements s'adressent également aux membres du jury :

Dr Oussadou Larbi pour m'avoir honoré en acceptant la présidence de ce jury devant lequel je présente mon projet de fin d'étude.

Dr HAMZA Kahina qui a aimablement accepté de faire partie de mon jury en tant qu'examinatrice.

Un grand merci à Mr Abou Mostapha le responsable laboratoire GC-MS au centre de CRAPC et leur personnel de m'avoir accepté au sein de son laboratoire et orientée durant la période de la réalisation de la partie physicochimique de mon travail.

J'adresse également mes remerciements à Mme SEKLAOUI Houria, ingénieur au laboratoire de Biochimie aux départements de Biologie pour sa gentillesse et son aide à réaliser les dosages des composés phénoliques et à Mr Bouhenna, le chef de laboratoire des activités biologiques pour son accueil, son assistance et contribution à l'évaluation de l'activité antioxydante.

En fin, Je remercie exceptionnellement mes parents et toute ma famille pour leur soutien, leurs encouragements et leurs conseils durant toutes mes années d'études.

Dédicace

Je dédie ce travail à ma très chère mère qui m'a entouré d'amour, d'affection et qui fait tout pour ma réussite, et veillé à mon bien être et mon confort.

Mon mari, pour sa patience, sa gentillesse et sa présence à mes cotes dans les moments les plus durs.

A mes chers frères islam, Mohamed, Rahim, Fatah. À mes chères sœurs Nabila, Souad, Fatima, Iman vous étiez toujours là pour me soutenir, m'aider et m'encourager durant mon parcours ; que dieu le tout puissant vous protège.

A mon cher beau-frère Amine.

A mes neveux et mes nièces. A mes chères adorables cousines je vous remercie pour votre encouragement et de tous moments agréables que nous passés ensemble je vous aime.

A tous mes collègues de la section NDH.



Résumé

Le présent travail a porté sur l'étude Phytochimique d'une plante spontanée, *Allium triquetrum* L. de la région de Gouraya, wilaya de Tipaza.

Les analyses physico-chimiques ont montré que la plante a une teneur élevée en eau et en minéraux avec un pH peu acide de 6,7.

L'analyse par GC-MS de la fraction apolaire des feuilles et bulbes extrait par Soxhlet a révélé la présence de 11 composés provenant de différents acides gras, Saturés, mono insaturés et polyinsaturés.

Le dosage par spectrophotométrie de l'extrait méthanolique a montré la richesse de cette plante en polyphénols totaux (18.72+-1.84 mg/g d'extrait) et en flavonoïdes (4.49-+0.04mg/g d'extrait). La méthode de DPPH a Montré que cet extrait procède un potentiel antiradicalaire intéressant avec une IC₅₀ de 0,69µg/l qui est 18 fois plus faible que celle du produit de référence l'hydroxy toluène butyle (BHT).

Grace à ses propriétés montrées dans ce travail, *Allium triquetrum* L. de Gouraya mérite d'être valorisé comme plante médicinale et comme condiment ou légume vert.

Mots clé : *Allium triquetrum* L., physicochimique, phases polaire et apolaire, Polyphénols, flavonoïdes, DPPH, IC₅₀.

Summary

This work focuses on the phytochemical study of a spontaneous plant, *Allium triquetrum* L. from the Gouraya region, wilaya Tipaza.

Physico-chemical analyses have shown that the plant has a high content of water and minerals with a low pH of 6.7.

The analysis by GC-MS of the apolar fraction of leaves and bulbs would be by Soxhlet revealed the presence of 11 compounds from different fatty, saturated, monounsaturated and polyunsaturated acids.

The spectrophotometry assay of methanolic extract showed the richness of this plant in total polyphenols (18.72±1.84 mg/g d'extract) and flavonoids (4.49±0.04mg/g d'extract). The DPPH method showed that this extract produces an interesting anti-radical potential with an IC₅₀ of 0.69µg/l, which is 18 times lower than that Of the referred product butylated hydroxytoluene (BHT)

Thanks to its properties shown in this work, *Allium triquetrum* L. de Gouraya deserves to be valued as a medicinal plant and as a condiment or green vegetable.

Keywords: *Allium triquetrum* L., physicochemical, polar and apolar phases, polyphenol, flavonoids, DPPH, IC₅₀.

الملخص

يركز العمل الحالي على الدراسة الكيميائية النباتية لنبات بري، *Allium triquetrum* L من منطقة قورايا، ولاية تيبازة

أظهرت التحليلات الفيزيائية الكيميائية أن المحطة تحتوي على نسبة عالية من المياه والمعادن مع الأس الهيدروجيني 6.7.

كشفت تحليل GC-MS للجزء غير القطبي من الأوراق والبصلات المستخرجة بواسطة Soxhlet عن وجود 11 مركبًا من مختلف المساعدات الدهنية، المشبعة وغير المشبعة

أظهر القياس الطيفي لمستخلص الميثانول ثراء هذا النبات في إجمالي البوليفينول (18.72 + 1.84 مجم/جم مستخلص) والفلافونويد (4.49 - 0.04 مجم/جم مستخلص). أظهرت طريقة DPPH أن هذا المستخلص له إمكانات مضادة للراديكال مثيرة للاهتمام مع IC50 من 0.69 g/1 وهو أقل 18 مرة من منتج الانكسار hydrox butyl toluene (BHT).

بفضل خصائصه الموضحة في هذا العمل، يستحق *Allium triquetrum* L. de Gouraya تقديره كنبات طبي وكبهارات أو خضروات خضراء.

الكلمات الرئيسية: الثوم البري *Allium triquetrum* L، الخصائص الفيزيوكيميائية، الطور القطبي و اللاقطبي، متعدد الفينولات، فلافونويدات، الجذر الحر، DPPH، IC50.

Liste des Tableaux

Tableau 3.1 : Taux en cendre dans les feuilles et les bulbes <i>d'A. Triquetrum</i> (%).	29
Tableau 3.2 : Rendements d'extraction.	30
Tableau 3.3 : Résultats de GC-MS.	31
Tableau : Activité antioxydante par le test DPPH	47

Liste des Figures

Figure 1.1 : Ail triquètre.....	4
Figure 1.2 : Feuilles et tige florifère d' <i>Allium triquetrum</i> . Inflorescence et fleurs.	5
Figure 1.3 : Fleur du l' <i>Allium triquetrum</i>	5
Figure 1.4 : Graines (à gauche) et les fruits (à droite) d' <i>Allium triquetrum</i> . (Tehranchian 2011).....	6
Figure 5 : Bulbes d' <i>Allium triquetrum</i>	6
Figure 1.6 : Différents types d'acide phénoliques.	11
Figure 1.7 : Structure de base des flavonoïdes et leurs différentes classes.....	12
Figure 1- 8 : Structure chimique du keampférol 3-O-[2-O-(trans-p-coumaroyl)-3-O- β-D-glucopyranosyl]-β-D-glucopyranoside d' <i>Allium triquetrum</i>	12
Figure 1-9 : Structure chimique des tannais.....	14
Figure 2.1 : Dispositif de soxhlet utilise au laboratoire (à gauche) et son schéma (à droite). 19	
Figure 2.2 : Rota vapeur.	20
Figure 2.3 : Diagramme récapitulatif de l'extraction.	21
Figure 2.4 : Appareil Chromatographie Gazeuse Couplée à la Spectrométrie de Masse CG-MS.	22
Figure 2.5 : Réduction du radicale libre DPPH par un antioxydant.....	26
Figure 3.1 : Teneur en humidité de la plante entière d' <i>Allium triquetrum</i>	28
Figure 3.2 : Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH. En fonction des différentes concentrations de l'extrait méthylique d' <i>Allium triquetrum</i> , en comparaison a la BHT.	35
Figure 01 : Courbe d'étalonnage de la quercitine pour le dosage des flavonoïdes totaux.	48
Figure 02 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols.	48

Table des Matières

✚ REMERCIEMENTS	I
✚ DEDICACE.....	II
✚ RESUME.....	III
✚ SUMMARY	IV
✚ الملخص	V
✚ LISTE DES TABLEAUX.....	IV
✚ LISTE DES FIGURES	V
✚ TABLE DES MATIERES	VI
INTRODUCTION	1

CHAPITRE 01

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1. Genre <i>Allium</i>	4
1.2. Espèce <i>Allium triquetrum</i> (Ail triquètre).....	4
1.2.1. Description botanique.....	4
1.2.2. Feuilles et tiges florales	5
1.2.3. Fruits et grain.....	6
1.2.4. Bulbes	6
1.2.5. Classification	7
1.2.6. Nomenclature	7
1.2.7. Origine et habitat	7
1.3. Valeur nutritive et nutraceutique de l'ail triquètre.	8
1.3.1. Utilisation de la plante.....	8
1.3.2. Composition de l'ail triquètre et leur rôle nutritif	8
1.3.3. Micro-nutriment	10
1.3.4. Composes phénoliques	10
1.3.4.1. Acides phénoliques.....	10
1.3.4.2. Flavonoïdes	11
1.3.4.3. Tanins	13

CHAPITRE 02

MATERIEL ET METHODES

2. Matériels.....	16
2.1. Matériel Biologique	16
2.2. Matériel non Biologique	16
2.3. Méthodes	16

2.3.1. Caractérisation Physico-chimique	16
2.3.1.1. Détermination de Taux d'humidité	16
2.3.1.2. Déterminations de la teneur en cendres	18
2.3.1.3. Détermination de PH	18
2.3.2 Etude Phytochimique.....	18
2.3.2.1Extraction de la fraction Lipophiles	18
2.3.2.2. Séparation de la fraction Hydro Alcoolique :	20
2.3.2.3 Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse CG-MS de l'extrait ...	22
2.3.2.4. Dosage des polyphénols totaux.	24
2.3.2.5. Dosage des flavonoïdes	24
2.3.2.6. Activité antioxydante.....	25

CHAPITRE 03

RESULTATS ET DISCUSSION

3.1. Résultats des analyses physico-chimiques.	28
3.1.1. Taux d'humidité de l'Allium triquetrum	28
3.2. Résultats des analyses Phytochimique	30
3.2.1. Analyse de l'extrait lipophile par CG-MS :	30
3.2.2. Fraction hydroalcoolique	34
3.2.2.1Teneur en poly phénols et en flavonoïdes	34
3.2.2.2. Teneur en poly phénols	34
3.2.2.3 : Teneur en flavonoïde.....	34
3.2.2.4. Résultats de Activité antioxydant de l'extrait hydro alcoolique (test DPPH)	35
CONCLUSION	37
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	38

ANNEXES

INTRODUCTION

L'ail triquètre ou *Allium triquetrum* L., une plante spontanée de la flore algérienne. appartient au genre *Allium* qui représente le plus grand genre de la famille des Liliaceae, est une plante à fleurs vertes rayées, blanches pendantes en forme de cloche. Originaire de la région de la méditerranée occidentale centrale, qu'on le trouve couramment dans les écosystèmes des zones humides. (Corea *et al.* 2003 ; Tela botanique, 2019) .

Selon plusieurs études ethnobotaniques, l'ail triquètre est une plante comestible et ornementale et médicinale. Elle est utilisée comme ingrédient principale dans les salades et les soupes pour son goût doux semblable à celui de l'oignon (Corea *et al.* ,2003). Elle possède des vertus anti inflammatoire, antiseptique et antiparasitaire hypotenseur et vermifuge. (Gitin *et al.* ,2012)

L'*Allium triquetrum* est rarement étudié, Rabah (2020) est le premier auteur ayant étudié la composition lipophile des bulbes, feuilles et fleurs par CG-MS. Il a montré que les acides gras représentaient les principaux composés lipophiles, des stérols, monoglycérides et des composés aromatiques.

L'étude de la fraction hydro alcoolique des organes d'*Allium triquetrum* (région de Blida) par Menacer (2019) a révélé principalement la présence de flavonoïdes, saponines et une grande teneur en polyphénols, ce qui a offert à ses extraits une capacité antioxydante élevée. Ces précieuses molécules peuvent contribuer à la valorisation d'*Allium triquetrum* en tant que source des produits photochimiques à valeur ajoutée.

Notre travail a pour but de évaluée le potentiel Phytochimique de l'*Allium triquetrum* L. d'une autre zone bioclimatique de l'Algérie à savoir la région de Gouraya de la wilaya de Tipaza. Afin d'atteindre cet objectif, nous sommes intéressés à la composition des deux fractions polaires et apolaires, d'où nous avons accédé à l' :

- Extraction de la fraction apolaire par la méthode de soxhlet dans un solvant organique et examination de sa composition par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS) ;
- Extraction de la fraction polaire par macération dans l'alcool et dosage par spectrophotométrie des polyphénols et des flavonoïdes totaux ;
- Evaluation de la capacité antioxydant de la fraction polaire par la méthode de piégeage des radicaux libres (DPPH*).

CHAPITRE

01

Synthèse Bibliographique

1.1. Genre *Allium*

Allium L. est le genre le plus représentatif de la famille des Liliaceae, qui comprend 700 espèces de plantes vivaces et de bisannuelles bulbeuses largement distribuée Dans l'hémisphère de nord. Qui ont une saison sèche notamment en Asie central, Amérique du Nord, Europe de l'Est, et l'Afrique de Nord. D'après l'APG III(2009) de nombreux botaniste rangent ce genre dans la famille des Amaryllidacée. Il est un genre économiquement important en raison de l'énorme quantité d'oignons consommés, beaucoup d'espèces ont une odeur d'ail (oignons) mais certain sont totalement inodores. (APG III, 2009 ; Gitin *et al.*, 2020).

A l'état végétatif tous *les Allium* présentent une structure analogue « plateau » conique qui représente la tige qui produit une succession de feuilles dont les gaines foliaires cylindrique s'emboitent les unes dans les autres. (Messiae *et al.*, 1993).

Ce genre est riche en espèces d'usage alimentaire telles que l'ail cultivé (*Allium sativum*) et l'oignon (*Allium capa*), il y aussi des espèces sauvages dont certains ont des vertus médicinales telle que l'*Allium roseum* L. l'ail triquètre est utilisé pour des motifs culinaires, médicinale et ornementaux. (Najjaa *et al.*, 2007).

1.2. Espèce *Allium triquetrum* (Ail triquètre)

1.2.1. Description botanique

L'*Ail triquètre* L (*Allium triquetrum*) également connus sous le nom de poireau a trois coins (ongles), d'oignon triangulaire ou d'Ail à tige triangulaire, est une plante à fleurs vivace gazonnante de 20 à 50 cm à forte odeur d'Ail. elle possède à sa base une petit bulbe ovoïde blanchâtre, passant insensiblement à la tige .cette dernière présente 3 angles aigus, dans son quart inferieure, elle port des feuilles linéaires, large .légèrement en gouttière ;sur leur face supérieures et carénées en dessous, atteignant a peu près la hauteur de la tige .(CBNB, 2020).



Figure1.1 : Ail triquètre. (Eppo Globale).

1.2.2. Feuilles et tiges florales

La taille de la plante d'*Allium triquetrum* varie un peu en fonction des conditions environnementales, donc le nombre de feuilles diffère mais généralement de 2 à 5 feuilles, sont de couleur vert, et de 1 à 3 tiges. Les feuilles mesurant 30 à 40 cm de haut et environ de 1.5 de large et proviennent de bulbe .Le pédoncule est de section triangulaire, dresse, provenant directement de bulbe et généralement de 30 à 50 cm plus haut que les feuilles .Il se termine par une ombelle contenant chacune de cinq à dix fleurs . (**Tehranchian, 2011**).



Figure 1.2 : feuilles et tige florifère d'*Allium triquetrum*. Inflorescence et fleurs. (CBNB, 2020)

Les fleurs de l'ail triquètre portant six tépales (pétales et sépales non différencie) blanc avec une nervure verte. Elles sont groupées vers le haut de la tige sous forme d'ombelles lâches (5 à 10 fleurs) unilatérales. Le pédicelle est plus long que la fleur et le gynécée (pistil) comprend un ovaire supère a trois carpelles unis avec 1 à 2 ovules par loge. Un style court et un stigmate divisé en trois. L'androcée est composé de six étamines, soudées à la base des tépales.



Figure 1.3 : fleur du l'*Allium triquetrum*. (Tela botanica)

1.2.3. Fruits et grain

Les fruits sont sous forme de capsules globulaires verts. la taille des capsules diffère en fonction de nombre de graine, elle est généralement de 3 à 5 mm de diamètre, contient six graines ovoïdes noirs qui mesurent de 2 à 5 mm de long. Les graines ont une courte durée de vie (1 an) et chaque plante peut produire jusqu'à 50 graines par saison. (Blood, 2011).



Figure 1.4 : les graines (à gauche) et les fruits (à droite) d'*Allium triquetrum*. (Tehranchian, 2011).

1.2.4. Bulbes

Les bulbes d'*Allium triquetrum* se trouve à sa base, sont petits ovoïde et blanchâtre de 4 à 22 mm de diamètre sur 0.5-2 cm de long avec une forte odeur d'ail. Les bulbes sont des organes servant à stocker les ressources pour l'année suivante, lorsque le feuillage meurt, ils formant la jeune plante de la prochaine saison de croissance. Les bulbes passent insensiblement à la tige avec des racines blanche qui ne se propagent pas profondément, mais peuvent s'étendre jusqu'à 30 cm de long selon la saison et le type de sol. (Tehranchian, 2011).

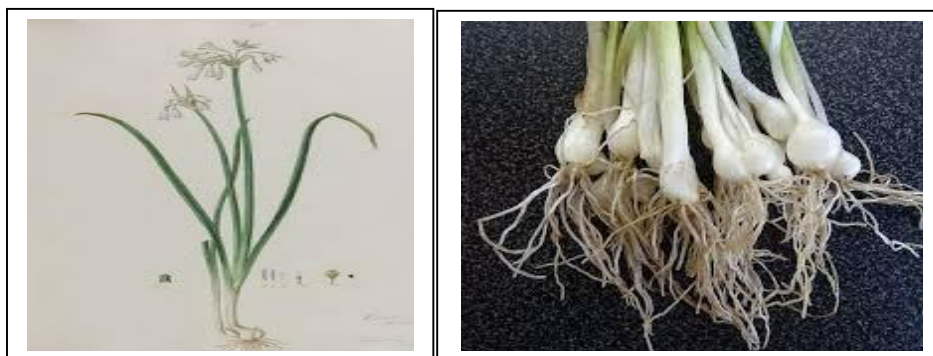


Figure 1.5 : Bulbes d'*Allium triquetrum*. (Serge, 2006)

1.2.5. Classification

L'*Allium triquetrum* est le nom botanique de l'ail triquètre sa classification polygénique (APG III, 2013) est comme suit :

- **Règne** : Plante.
- **Sous-embranchement** : Angiospermes.
- **Classe** : Monocotylédones
- **Ordre** : Asparagales.
- **Famille** : Amaryllidacées.
- **Sous-famille** : Allioidées.
- **Genre** : *Allium*.
- **Espèce** : *Allium triquetrum* L.

1.2.6. Nomenclature

Le terme générique *Allium* est très ancienne, c'est un mot latin de l'ail qui se réfère à l'odeur caractéristique de l'ail, tandis que le mot « triquètre » vient de latin triquetrus, qui signifie a trois angles saillants qui est lié à son aspect triangulaire de la tige à les fleurs. (Baba Aissa, 1999 ; Corea *et al.*, 2003).

Allium triquetrum possède plusieurs noms vernaculaires, se varie son nom dans chaque pays (Tela botanica, 2019)

- **Français** : Ail triquètre, Ail campanule, Ail trois angles, Ail sauvage.
- **Anglais**: Angled onion, three-cornered garlic, three-corner leek, and three-cornered leek.
- **Arabe**: thoum el ghaba, becal eddib, boubras.
- **Kabyle** : vivras, bibraz.

1.2.7. Origine et habitat

Cette plante originaire de la région de la méditerranée occidentale, les îles canaries, l'Afrique du nord-ouest, elle vient également d'Australie et d'Amérique du nord, Elle commence à se développer en région atlantique, en Bretagne, dans ce dernier ils poussent à l'état sauvage et il était naturalisé par les pays européens. (Menacer *et al.* 2020)

En Algérie, elle est commune dans le nord surtout dans la région de tell mais assez rare dans le ouest de l'Algérie dans certaines régions (Kabylie et Blida). (Rabah *et al.*, 2020).

Son habitat naturel est constitué de forêt, de prairies et de zones humides et les zones fraîches et ombragées de la méditerranée (Gitin *et al.* 2012).

Le cycle végétatif d'*Allium triquetrum* L commence en automne et se termine en printemps, la période de floraison se produit généralement entre mars et mai elles poussent sur le sol sec à frais et préfèrent une exposition ensoleillée. (Kodaira *et al.* 2000).

1.3. Valeur nutritive et nutraceutique de l'ail triquètre.

1.3.1. Utilisation de la plante

L'ail triquètre est une jolie plante ornementale mais pas que ça, la plante est comestible, elle est présente dans les assiettes de certaines régions et remplaçant facilement l'ail cultivé dans sa saison, aussi elle est l'une des plantes médicinales et a des bénéfices sur la santé. (Laib *et al.*, 2020 ; Rabah *et al.*, 2020).

Utilisation culinaire : selon Corea *et al.* (2003), l'ail triquètre est utilisé en Italie comme ingrédient principal dans les salades, les soupes et la tourte pour son goût doux semblable à celui de l'oignon.

En Algérie, dans certaine région telle que la Kabylie la plante entière est consommée sous forme d'omelette et utilisée pour aromatiser les galettes de pain ou assaisonner les salades. Ses jeunes feuilles peuvent accompagner d'autres légumes dans le plat de couscous et d'autres pâtes, elles se mangent crues ou cuites. (Menacer *et al.*, 2020).

Utilisation médicinale : la plante est employée sous forme de poudre, extrait, teinture. Elle possède des vertus anti-inflammatoires, antiseptique, antiparasitaire. Le bulbe a un effet hypotensif stimulant, vermifuge, soporifique. Ainsi la plante entière et les fleurs sont utilisées pour la prévention contre les maladies des reins et des intestins. Certaines études ont déjà mis en relation les bénéfices pour la santé d'*Allium triquetrum* L. et la présence de métabolites secondaires spécifiques. (Rabah *et al.*, 2020).

1.3.2. Composition de l'ail triquètre et rôle nutritif

Les composés nutritionnels de l'ail triquètre comprennent le magnésium, le calcium, le sodium, potassium, les composés soufrés, les oligo-éléments en particulier le zinc et le fer les vitamines A, C, B1.

Avec cette composition l'ail triquètre possède un rôle dans le traitement des carences en minéraux et en vitamines tels que la thiamine (B1) et la vitamine C et zinc qui peut améliorer par conséquent la réponse du système immunitaire et l'activité naturelle des cellules tueuses

.Il joue un rôle dans le maintien de notre bien-être physiologique. (**Daniel et marie 2000 ; Mohammed *et al.*, 2017**).

Les acides gras (saturés et insaturés) représentent les principaux composés lipophiles des bulbes et des feuilles d'*Allium triquetrum* où l'acide gras oméga-3 (9z, 12z, 15z)-octadeca- 9, 12,15- triénoïque et l'acide gras oméga-6 (9z, 12z)-octadeca-9,12-diénoïque (acide linoléique) et l'acide (9Z)-octadeca-9-énoïque (acide oléique) sont rapportés dans la littérature. (**Rabah *et al.*, 2010 ; Menacer *et al.*, 2019**).

1.3.3. Micronutriments

Toutes les plantes végétales ont un métabolisme primaire qui fournit les molécules de base (acides nucléiques, lipides, protéines, acides aminés et glucides). Les plantes produisent, en plus, un grand nombre de composés qui ne sont pas issus directement lors de la photosynthèse, mais résultent de réactions chimiques ultérieures. Ces composés sont appelés métabolites secondaires, ce terme a été probablement introduit par Albrecht Kossel en 1891, est utilisé pour décrire une vaste gamme des composés chimiques dans les plantes, qui sont responsable des fonctions périphériques indirectement essentiels à la vie des plantes. Ainsi que ces substances représentent une source importante de molécules utilisables par l'homme dans des différents domaines que la pharmacologie ou l'agro-alimentaire. (**Jean-Jacques *et al.*, 2005 ; Hartmann, 2007**).

Les métabolites secondaires peuvent être classés sur la base de leur structure chimique et de leur composition. Ils sont Généralement classés selon leur voie de biosynthèse. Trois grandes familles de molécules sont généralement considérées : les terpènes, les alcaloïdes, les polyphénols. (**Tiwari *et al.*, 2015**).

1.3.4. Les composés phénoliques

Les composés phénoliques ou « les polyphénols » sont une catégorie de molécules organiques spécifiques du règne végétal qui forment un très vaste ensemble de plus de 8000 structures phénoliques connues. L'élément structural fondamental qui caractérise les composés phénoliques est la présence d'un cycle aromatique portant un ou plusieurs groupement hydroxyle libre ou bien engagé dans une autre fonction (éther, ester, hétéroside) (**Lugasi *et al.*, 2003**)

Selon leur structure de base, les composés phénoliques peuvent être regroupés en différentes classes, les plus importantes sont les acides phénoliques, les flavonoïdes et les tannins. Toutes les classes sont représentées dans le genre d'*Allium*. (**El Gharras, 2009**)

1.3.4.1. Acides phénoliques

Les acides phénoliques sont des composés poly phénoliques les plus simples possèdent au moins une fonction carboxylique et un hydroxyle phénolique. Ils incluent deux sous-groupes les acides hydrox-benzoïques sont dérivés par hydroxylation de l'acide benzoïque avec une structure de base de type C6-C1. Le deuxième sous-groupe sont les acides hydrox-

cinnamiques des dérivés de l'acide cinnamique) ont une structure de base de type C6-C3 (**Rong Tsao, 2010**)

L'*Allium triquetrum* est une riche source d'acides poly phénoliques parmi lesquels on cite : l'acide gallique, l'acide férucique, l'acide coumarique, l'acide caféique. (**Singh et al., 2009 ; siminet et al., 2013**)

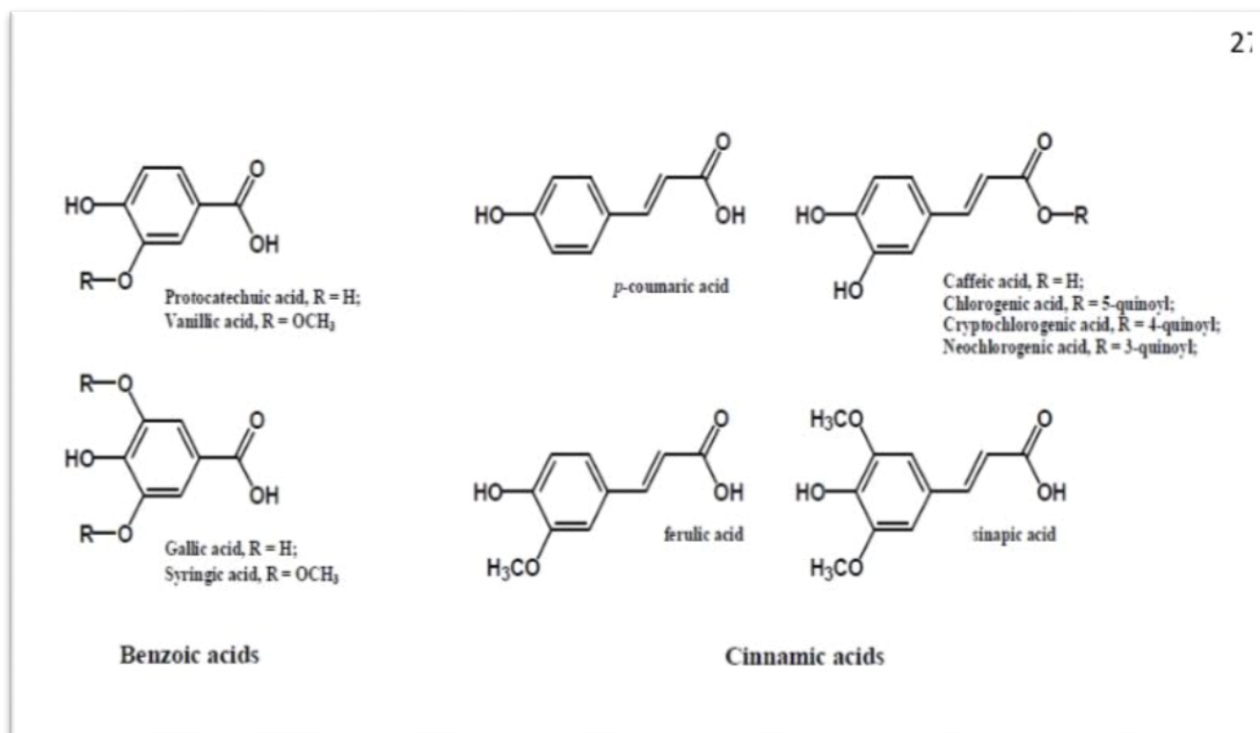


Figure 1.6 : Différents types d'acide phénoliques. (**Tasoa, 2010**).

1.3.4.2. Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont une classe importante de produits naturels ayant une structure poly phénolique, avec plus de 4500 composés identifiés. Ils ont des effets biochimiques et antioxydants favorables associés à diverses maladies. Ces composés présentent un squelette de base à quinze atomes de Carbone arrange en 3 cycles C6, C3, C6 dans lesquelles les deux unités C6 (anneau A et anneau B) sont en nature phénolique (noyaux benzénique) reliés par un noyau C qui est un hétérocycle pyranique. Selon le degré d'oxydation de l'hétérocycle central C et le degré d'insaturation ainsi que les Positions des groupements hydroxyles sur les noyaux A et B, différentes classes de flavonoïdes peuvent être distinguées. Différents groupes ont été identifiés dont six sont particulièrement les plus répondus et les mieux caractérisés : les

flavones, les isoflavones, les flavanones, les flavonols, les flavones et les anthocyanidines. (Tsao, 2010 ; Panche *et al.* , 2016).

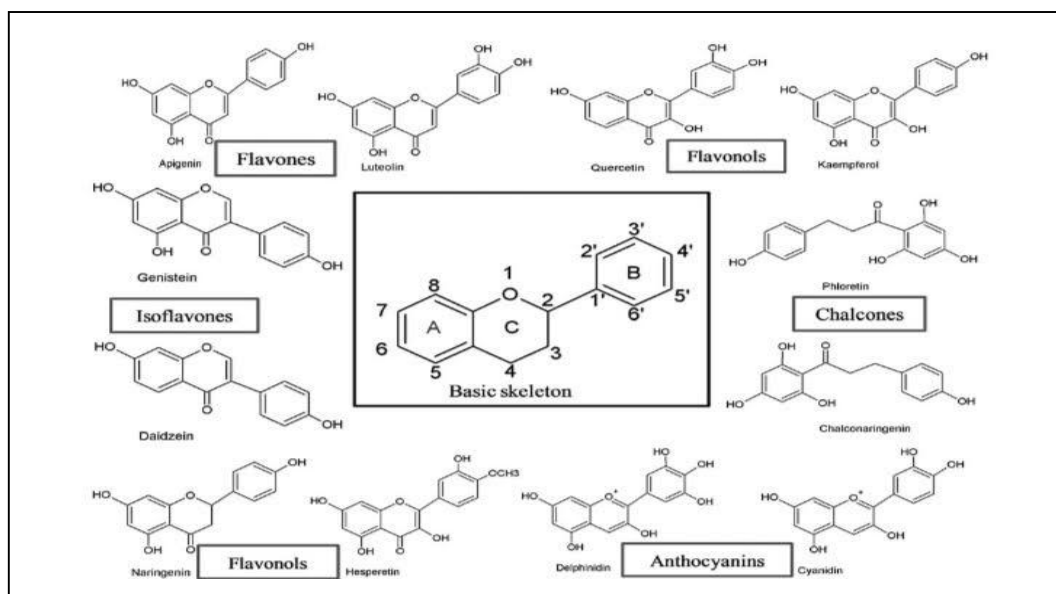


Figure1.7 : Structure de base des flavonoïdes et leurs différentes classes. (Panche *et al.*, 2016)

Les flavonols est la classe la plus abondante de flavonoïdes dans les alliums. Dans sept glycosides keampférol ont été isolé sont ; 3-O-(2-O-trans-p-coumaroyl) glucoside, keampférol 3-O-(2-O-trans-p-feruloyl) glucoside, keampférol 3-Oglucoside, keampférol 3-O-rutinoside, keampférol 7-Oglucoside, 8-hydroxy keampférol 8-Oglucoside et keampférol 3-O-[2-O-(trans-p-coumaroyl)-3-O- β -D-glucopyranosyl]- β -D-glucopyranoside. (Damini *et al.*, 2020).

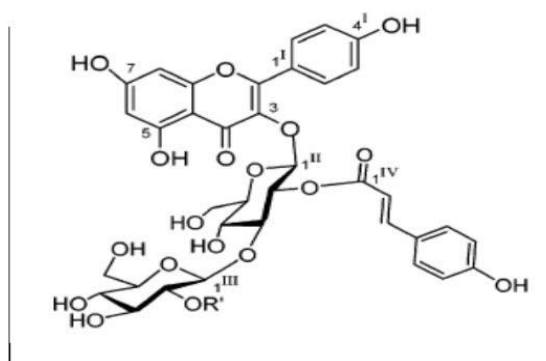


Figure 1- 8 : Structure chimique du keampférol 3-O-[2-O-(trans-p-coumaroyl)-3-O- β -D-glucopyranosyl]- β -D-glucopyranoside d'*Allium triquetrum*. (Corea *et al.*,2013).

Intérêt pharmacologique :

Les flavonols ont des propriétés bénéfiques dans le traitement des maladies du cœur (anti thrombotique et vasodilatatrice) des cancers. Ils ont des activités anti tumorales et chimio préventives. Certains flavonoïdes possèdent des activités diurétiques (fleurs de genêt), antiazioténique, antispasmodique et antiulcéreuse. **(Middleton et Kardasnam, 1993)**, antiallergiques, anti-inflammatoires, antiviraux.

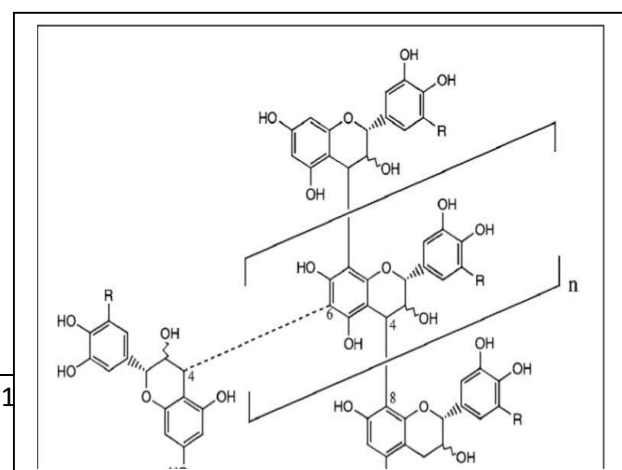
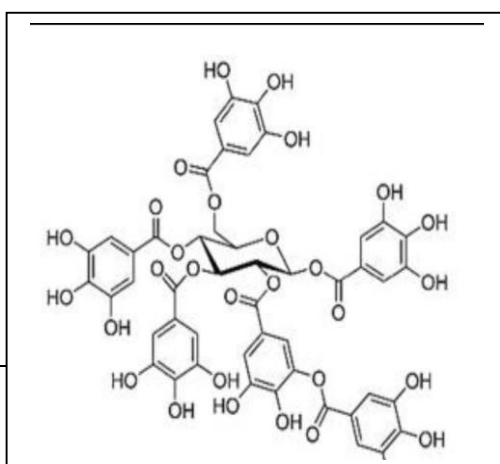
1.3.4.3. Tanins

C'est un vaste ensemble hétérogène de substances naturelles polyphénoliques de poids moléculaires allant de 500 à 300 da de complexité variable. Solubles dans l'eau, et ont les capacités de se lies fortement à des macromolécules telles que les protéines et les polysaccharides pour former avec eux des composés stables. Ces composés sont présents dans un grand nombre de produits d'origines végétales. Les tanins naturels sont subdivisés selon leur structure chimique en deux groupes les tanins Hydrolysables et les tanins condensés. **(Serema et al., 2008 ; Huang et al. , 2018)**.

Les tanins hydrolysables ce sont des hétéro polymères possèdent un noyau central constitué d'un polyol. Il s'agit souvent d'un D-glucose sur lequel les groupements hydroxyle sont en partie ou en totalité estérifiés avec l'acide gallique, comme leur nom l'indique, ces substances s'hydrolysent facilement en milieux acides et alcalins sous l'action d'enzymes pour donner une fraction glucidique (glucose) et une fraction poly phénolique. Les tanins hydrolysables ont un poids moléculaire plus faible et précipitent les protéines beaucoup moins que les tanins condensés.

Les tanins condensés sont des composés complexes définis chimiquement comme étant des oligomères (2 à 10 unités de flavines hydroxyles) ; ils sont classés en deux groupes :

- Les catéchols ou catéchines : ce sont des dérivés du 3-hydroxy-flavane.
- Les Proanthocyanidine ou les Leucocyanidine : ce sont des dérivés du 3,4-dihydroxyflavane. **(Milane, 2004)**.



A- tannins hydrolysables**B-tannins condensés****Figure 1-9 : Structure chimique des tannais. (Huang, 2018)****Propriétés pharmacologiques et emplois des tanins :**

Les tanins sont des molécules douées d'activités pharmacologiques remarquables avec des effets significatifs sur la santé humaine. En effet, ils sont également utilisés comme additifs pour l'industrie agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique. Grâce à leurs capacités anti-oxydantes, ils ont la particularité d'inhiber la peroxydation des lipides, en agissant comme donneurs de protons et accepteurs de radicaux libres, stoppant ainsi le mécanisme d'autres oxydations. Les tanins ont de grandes capacités anti-oxydantes dues à leurs noyaux phénol (Thé vert). Du fait que l'efficacité anti-oxydative des polyphénols dépend de leur structure chimique : les tanins hydrolysables et condensés sont 15 à 30 fois plus efficaces que les phénols simples. Ainsi le comportement alimentaire à travers la consommation de plantes à tanins peut influencer, le parasitisme intestinal (action antiparasitaire), tel le grenadier, De nombreuses études ont montré l'effet antiseptique, antimicrobien des tanins sur différents bactéries, virus et champignons (protecteurs des membranes cellulaires vis-à-vis de la fixation des virus et inhibiteurs de leur réplication) (Hassaine, 2019).

CHAPITRE

02

Matériel et Méthodes

Mon étude expérimentale a été réalisée durant la période (Mars-Juin 2022), et s'est déroulée au niveau du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyse Physico-chimique (CRAPC) situé à bou-imail wilaya de Tipaza.

2. Matériel

2.1. Matériel Biologique

La partie végétative de l'ail triquètre (*Allium triquetrum L*) a été récoltée dans la région de Gouraya wilaya de Tipaza dans sa période de floraison au mois mars. Les échantillons (feuilles, fleurs, bulbes) sont lavés avec de l'eau ensuite découpés en petits morceaux. Une quantité a été séchée dans une étuve à 40°C.

2.2. Matériel non Biologique

Appareillage, matériel de laboratoire, réactifs, solvants et verrerie utilisés dans les différentes étapes de notre travail sont illustrés dans l'**annexe 1**.

2.3. Méthodes

2.3.1. Caractérisation Physico-chimique

2.3.1.1. Détermination de Taux d'humidité

Principe :

La teneur en humidité est généralement déterminée selon une approche Thermogravimétrique, c'est -à- dire par perte de l'eau à la dessiccation. Dans ce cas l'échantillon est chauffé et la perte du poids due à l'évaporation de l'humidité est enregistrée. La dessiccation est effectuée à l'étuve à 103 °C. Le résidu est pesé après refroidissant (**Zerrad et al., 2008**).

Mode opératoire :

- Prendre et peser un creuset en verre (on note sa mass B en g)
- Peser avec précision un échantillon végétal (3.15g) dans le creuset (on note la masse A exact de l'échantillon en g)
- Placer l'échantillon 24 h à l'étuve à 105 °C
- Sortir l'échantillon, le refroidir au dessiccateur, peser à nouveau le creuset (on note sa masse C en g).

Expression du résultat

Le calcul permettant d'obtenir l'humidité résiduelle en % est le suivant :

$$\text{HR \%} = (A - C) / (A - B) * 100$$

2.3.1.2. Déterminations de la teneur en cendres

Principe :

La teneur en cendres a été évaluée par calcination (on pèse entre 3 à 5 g de la plante fleurs et feuilles) à 550°C dans un four à moufle pendant trois heures (Gitin *et al.*, 2012).

Expression des résultats :

$$\begin{aligned} \text{Cd \%} &= 100 - \text{MO\%} \\ \text{Avec MO\%} &= (\text{P1/P0}) * 100 \end{aligned}$$

Soit : **Cd** : Taux de cendres (%)

MO : Matière organique (%)

P0 : Masse de la prise d'essai.

P1 : Perte de poids durant la calcination (g).

2.3.1.3. Détermination de pH

Le pH de l'extrait lipophile a été déterminé conformément à la méthode décrite par (Rodant marine *et al.*, 2009).

Principe :

Le pH est déterminé à l'aide d'un pH mètre. C'est un appareil qui mesure la différence de potentiel entre deux électrodes.

2.3.2 Etude Phytochimique

2.3.2.1 Extraction de la fraction Lipophile

Pour la préparation des extraits lipophiles par soxhlet nous avons suivi la méthode de (Rabah *et al.*, 2010), l'extraction a été effectuée par le solvant organique Dichlorométhane.

Principe de soxhlet

Cette extraction a été proposée pour la première fois par le chimiste allemand **Franz Ritter Von Soxhlet** en 1879 en déterminant la matière grasse du lait. L'extracteur de soxhlet est un appareil en chimie analytique qui permet de faire à chaud l'extraction par solvant d'un solide (une extraction solide-liquide). Un ensemble soxhlet est constitué d'un ballon d'un réfrigérant et un extracteur.

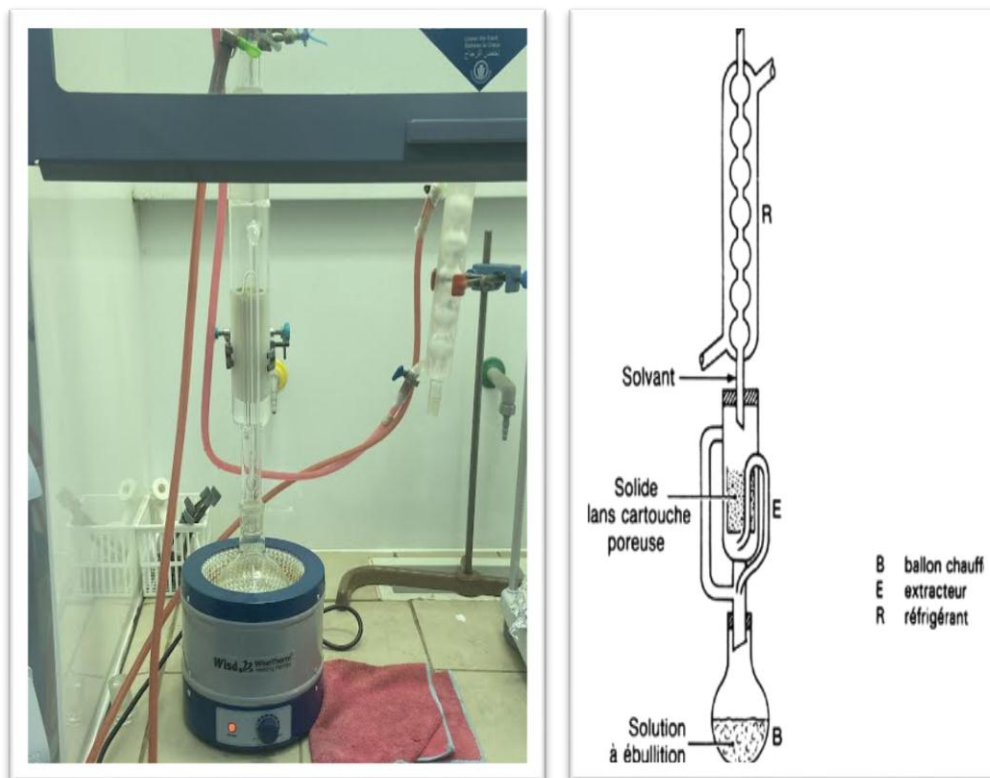


Figure 2.1 : Dispositif de soxhlet utilise au laboratoire (à gauche) et son schéma (à droite).

Dans un système conventionnel de soxhlet, la matière végétale est placée dans la cartouche poreuse, puis dans le réservoir de soxhlet. Remplir le ballon avec de solvant et surmonter l'extracteur d'un réfrigérant. A l'aide d'un chauffe-ballon, porter le solvant à ébullition. Celui-ci passe par la tubulure et est condensé par le réfrigérant. Il tombe alors dans le réservoir contenant la cartouche et solubilise l'échantillon. Se remplit dès que le niveau de solvant est à hauteur du coude. Une vidange de réservoir est automatiquement faite. Le solvant et l'extrait de l'échantillon sont entraînés dans le ballon. Pour réaliser une extraction correcte d'une substance, on réalise généralement plusieurs cycles.

Mode opératoire :

15 g de la plante fraîche (feuilles, fleurs et bulbes) découpés sont introduits dans une cartouche poreuse prévue à cet effet. Puis placer la cartouche dans l'extracteur et dans un ballon à fond rond 200 ml de Dichlorométhane ayant versés. Ensuite l'extracteur est fixé sur le ballon. L'extracteur est placé dans le chauffe-ballon qui est sous haute puis il est fixé au support à l'aide de deux pinces.

Chauffer le système et laisser l'extraction se faire pendant 7h. Le solvant de solution enrichie de substances apolaires est ensuite évaporé à l'aide d'un rota vapeur sous vide à une

température de 40°C, L'extrait est conservé à 4°C jusqu'à son utilisation dans l'analyse de chromatographie gazeuse couple à la spectrométrie de masse **CG-MS**.



Figure 2.2 : un Rota vapeur.

Calcul de rendement : Le rendement d'extraction est calculé par la formule suivante :

$$\text{Taux d'extraction(\%)} = [(P1-P0)/E]*100$$

P1 : poids du ballon avec l'extrait sec en g.

P0 : poids de ballon vide en g.

E : poids l'échantillon végétale en g.

2.3.2.2. Séparation de la fraction Hydro Alcoolique :

Principe :

La préparation de l'extrait enrichi de substances polaires de la plante a été réalisée par macération dans le solvant. Le résidu de la cartouche après l'extraction au soxhlet est réutilisé dans cette extraction.

Mode opératoire :

Une quantité de 15 g de résidu est mélangée avec le Méthanol à 80% à raison de (1 :5), et l'ensemble est mis sous agitation magnétique pendant 1h. Le mélange obtenu est ensuite filtré sur papier filtré wattman. L'opération est répétée une seconde fois et Les filtrats obtenus sont rassemblés et évaporés à sec et sous vide à 40 °C. L'extrait sec est conservé au réfrigérateur à 4°C jusqu'à son utilisation.

Calcul de rendement : Le rendement d'extraction est calculé par la formule suivante :

$$\text{Taux d'extraction (\%)} = [(P1-P0) / E] * 100$$

P1 : poids du ballon avec l'extrait sec en g.

P0 : poids de ballon vide en g.

E : poids l'échantillons végétale en g.

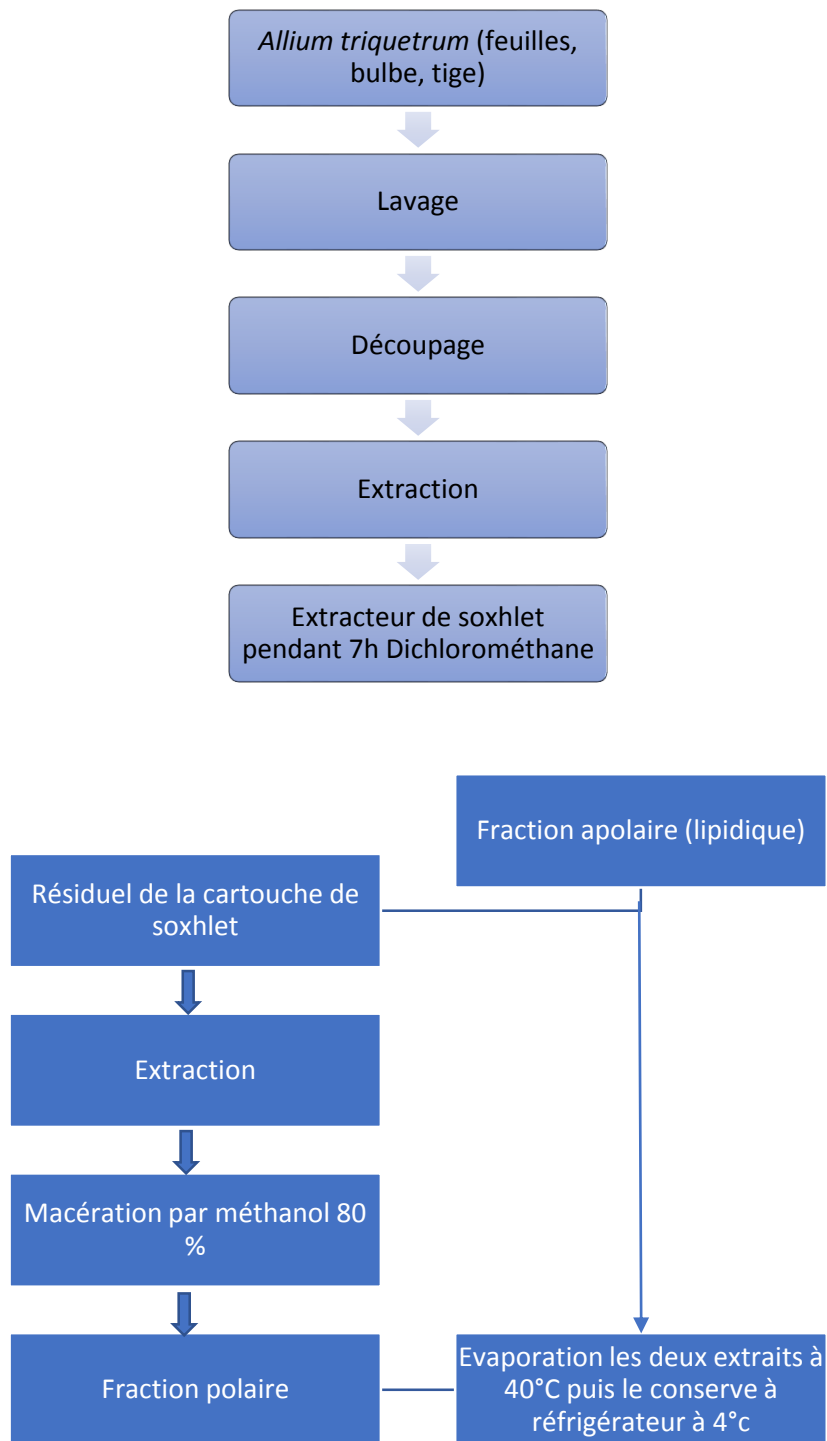


Figure 2.3 : Diagramme récapitulatif de l'extraction.

2.3.2.3 chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse CG-MS de l'extrait

Principe :

C'est une technique d'analyse qualitative, quantitative, séparative pour tout échantillon volatil (tout échantillon qui a un point d'ébullition et peut s'évaporer facilement depuis leur forme solide au liquide), elle combine entre la chromatographie de phase gazeuse qui sépare les composés de l'échantillon, et la spectrométrie de masse qui détecte et identifie ces composés en fonction de leur masse surcharge.

L'appareil de la CG-MS est composé d'un injecteur, colonne capillaire installée dans un four, détecteur, enregistreur et le gaz transporteur.

Cette technique a été utilisée respectivement pour la caractérisation qualitative et quantitative des acides gras présents dans l'extrait de la plante (phase apolaires).



Figure 2.4 : Appareil Chromatographie Gazeuse Couplée à la Spectrométrie de Masse CG-MS.

La condition opératoire : l'extrait sec (phase apolaire) est solubilisé dans le Dichlorométhane.

Equipement_:

- chromatographe : Hewlett Packard Agiles 6890 plus.
- Spectromètre de masse : Hewlett Packard Agilent 5973.

Injecteur :

- Température : 250°C.

-Mode d'injection : Splitless.

-Volume injecté : 1 µl.

Colonne :

-Type : HP-5MS

-dimensions : longueur 30 m * D Int 0.25 mm * épaisseur film 0.25 µm.

-Phase stationnaire : 5% phényle, 95% diméthyle polysiloxane.

-température du four : 70°C pendant 15 min, 10°C/min jusqu'à 130°C., isotherme pendant 2 min. 3°C/min jusqu'à 220°C, isotherme pendant 4 min, 10°C/min jusqu'à 280°C., isotherme pendant 15 min. durée d'analyse 68 min.

-Gaz vecteur : Hélium pureté : N6 ; Débit GV : 0.5ml/min.

Détecteur de masse

-Mode d'analyse : Scan TIC (de 30 à 550)

-Délai du solvant : 3.5 min.

-température de l'interface : 270°C.

-Type d'ionisation : Impact électronique.

-Intensité du filament : 70 év.

-Types de l'analyseur de masse : Quadripôles.

-Température de la source : 230°C.

Mode opératoire :

1 µl de l'extrait est injectée par une micro-seringue dans l'injecteur, ensuite l'échantillon emporte par le gaz porteur qui est l'hélium avec un débit GV 0.5 ml/ min, ce gaz joue le rôle de la phase mobile va emmener les éléments gazeux volatiles de l'extrait dans la phase stationnaire qui se représente sous forme d'une colonne capillaire, installée dans un four, la température de four change après chaque isotherme.

Les éléments volatiles de l'échantillon vont être séparés les un des autres au sein de cette colonne. Cette séparation se fait en fonction de point d'ébullition et l'affinité des éléments, donc la séparation des éléments volatiles dépend de leur polarité et la polarité de la phase stationnaire.

Le temps de passage dans la colonne de chaque élément correspond à son temps de rétention. La détection des éléments séparés se fait à la sortie de la colonne par le spectromètre de masse après ionisation et vaporisation des molécules en utilisant sa source d'ionisation électronique avec un filament 70év. Ils vont se rendre jusqu'au multiplicateur d'électrons qui va convertir

ces ions en signale électrique qui va être amplifié pour obtenir un spectre ou un chromatographe qui va présenter l'intensité des molécules de l'extrait de la plante détectées en fonction de leur temps de rétention.

2.3.2.4. Dosage des polyphénols totaux.

Pour le dosage des polyphénols totaux nous avons utilisé la méthode de Folin-Ciocalteu (Li *et al.* 2007).

Principe :

La méthode de Folin-Ciocalteu est utilisée pour doser les polyphénols totaux, l'extraction est faite avec du méthanol afin de récupérer le surnageant qui est ensuite traité avec le Folin-Ciocalteu et le carbonate de sodium. La lecture est faite à une longueur d'onde de 765nm, contre un blanc ne contenant pas de polyphénols appelés « standard ». La concentration est déterminée par extrapolation sur courbe d'étalonnage réalisée au paravent. Le standard utilisé pour la droite d'étalonnage est l'acide gallique [acide 3, 4,5-trihydroxy-benzoïque].

Cette technique est utilisée pour doser la concentration des composés Phénoliques totaux, par spectrophotométrie.

Mode opératoire :

D'abord on prend 100µl de chaque extrait de l'ail triquètre dans des tubes à essais, on ajoute 500µl du réactif de Folin-Ciocalteu 10 fois dilué et on agite puis laisser incuber pendant 2 minutes. Ensuite on ajoute 2ml de carbonate de sodium à une concentration de 20%, enfin on le laisse 30 minutes à l'obscurité et on mesure la densité optique à 765nm.

Nous avons effectué la même opération pour l'acide gallique à différentes concentrations en introduisant 100µl de ces dernières dans une série de tubes et ajouter les autres réactifs le blanc est représenté par l'éthanol additionné du Folin-Ciocalteu, et de carbonate de Sodium.

Les concentrations des polyphénols totaux contenus dans les extraits sont déduites en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue (annexe 2).

Lecture :

On trace la courbe d'étalonnage $DO = f(C)$, et on déduit la concentration des composés phénoliques à partir de la densité optique et on exprime le taux de polyphénols en équivalence g d'acide gallique/g d'extrait.

2.3.2.5. Dosage des flavonoïdes

L'estimation de la teneur en flavonoïdes totaux contenus dans les extraits de *L'Allium triquetrum* est réalisée par la méthode de (Bahorun *et al.*1996).

Principe :

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner avec le groupement CO un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium. Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (Fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons (Gayon *et al.*, 1972).

La concentration des flavonoïdes contenus dans les extraits est calculée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant la quercitrine comme standard.

Mode opératoire :

Mettre 1 ml d'extrait dans un tube à essai ; ajouter 1ml de chlorure d'aluminium (AlCl₃) à 2 %, incuber pendant 10 min à température ambiante et lire les absorbances à 415 nm. Les résultats sont exprimés en mg équivalent en quercitrine par g d'extrait. La courbe d'étalonnage est donnée dans l'annexe 2.

2.3.2.6. Activité antioxydante

L'activité antioxydant de l'extrait méthanoïque de *l'Allium triquetrum* est évaluée *in vitro* par le piégeage du radical libre DPPH (2,2-diphényle-1-picryl hydrazyl).

Principe :

Le DPPH est un radical libre de couleur violette est réduit en un composé de couleur jaune en présence de composés anti radicalaires. L'intensité de la coloration mesurée au spectrophotomètre, est inversement proportionnelle à l'activité anti radicalaire des composés dont nous souhaitons déterminer l'activité.

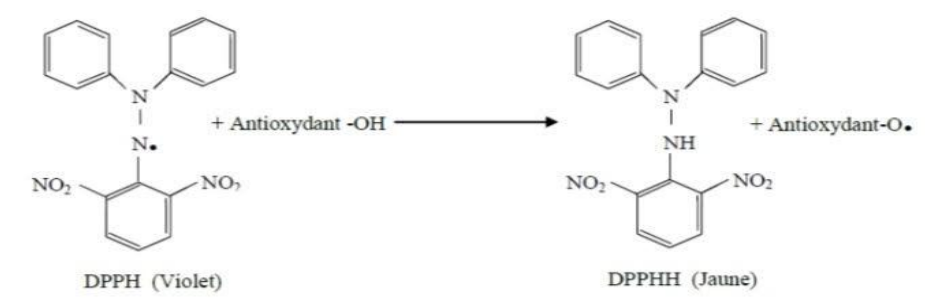


Figure 2.5 : Réduction du radical libre DPPH par un antioxydant.

Ce radical libre présente une coloration violette, lorsqu'il est piégé par des substances antioxydants, la forme réduite confère à une coloration jaune pâle, le virage de cette coloration et l'intensité de la décoloration de la solution dépend de la nature, la concentration et la puissance de la substance anti radicalaire.

Mode opératoire :

Dissoudre 6 mg de DPPH dans un volume de 100 ml de méthanol. Conserver à l'abri de la lumière. L'absorbance mesurée en spectrophotomètre doit être comprise entre 0.5 et 0.7 à 517 nm avant l'usage.

Peser 4 mg de l'extrait sec méthanolique et le diluer avec 1 ml de méthanol, mélanger jusqu'à la dissolution totale (c'est la solution mère). A partir de cette solution mère, réaliser trois séries de dilutions. Chaque série est composée de 7 micros tubes de 300 µl, l'extrait dilué de moitié avec du méthanol.

Ajouter 600 µl de la solution préparée DPPH à 150 µl de l'extrait dilué contenu dans les tubes et incuber à l'obscurité pendant 30 min et lire les absorbances des échantillons par spectrophotomètre à 517nm contre un blanc qui est le méthanol (le solvant).

Le pourcentage d'inhibition a été exprimé en utilisant la formule :

$$\text{DPPH (\%)} = \frac{A_{\text{control}} - A_{\text{sample}}}{A_{\text{Control}}} * 100.$$

CHAPITRE

03

Résultats et discussion

3.1. Résultats des analyses physico-chimiques.

3.1.1. Taux d'humidité de l'*Allium triquetrum*.

Le taux d'humidité en pourcentage, de la plante entière (les feuilles et les bulbes) d'*Allium triquetrum* L est donné dans la figure 3.1.

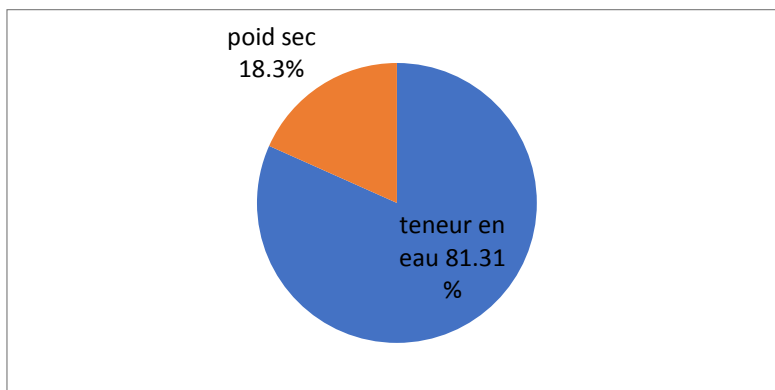


Figure 3.1 : Teneur en humidité de la plante entière d'*Allium triquetrum*.

L'eau présente la partie majoritaire des plantes. Elle leur assure la turgescence et leur permet le transport des substances minérales, nutritives d'éléments issus du métabolisme, la teneur en eau varie selon l'espèce et l'organe considéré.

D'après nos résultats, la plante d'*Allium triquetrum* L. à un taux d'humidité très important (81.68%). La matière sèche ne représente que 18.31% pour les feuilles et bulbes.

L'étude de **Himed (2015)** a montré des taux plus élevés d'eau dans les deux organes étudiés d'*Allium triquetrum*. La teneur en eau des feuilles et des bulbes est respectivement 92.62% et 91.74% avec des poids secs de 7.38% et 8.26% respectivement.

Selon **Gitan et al. (2012)** la teneur en eau varie entre 91% et 94% pour trois variétés d'*Allium* (*Allium cepa* var. 'Diamant', *Allium cepa* var. 'Rubiniu', *Allium ursinum* L).

Toute fois les résultats se rapprochent de ceux rapportés par **Menacer (2019)** qui' avait signalé des teneurs en eau de (88.32 %) pour les deux organes étudiés d'*Allium triquetrum*. Nous constatons encore qu'il est proche de celui obtenu (89.11%) par **Dini et al. (2008)** ayant travaillé sur l'oignon rouge.

3.1.2. Taux de cendres

La teneur en cendre représente la quantité totale en sels minéraux dans l'organe testé. Les résultats concernant les feuilles et les bulbes de l'*Allium triquetrum* est présenté dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1: Taux en cendre dans les feuilles et les bulbes d'*Allium Triquetrum* (%).

Organes	Teneur en cendre
Feuilles	13.78%
Bulbes	5.78%

Les résultats montrent une différence considérable dans la teneur en cendres entre les deux organes étudiés. Le rendement de la matière inorganique des feuilles est plus important. Il est en moyenne de 13.78%. Cependant, les bulbes ne contiennent que 5.78% de minéraux par rapport au poids frais.

Ces résultats sont très loin de ceux l'étude de **Himed (2015)** qui à montrer des taux plus faibles en matières minérales dans les feuilles et bulbes d'*Allium triquetrum*. Les cendres ne représentent que 2.24% pour les feuilles et 1.66% pour les bulbes par rapport au poids sec.

Nous résultats sont proche de l'étude de **Menacer (2019)** sur ces deux organes de l'*Allium triquetrum*, qui a montré un taux de 18.5% de la matière minérale dans les feuilles, et 4.75% des bulbes par rapport au poids sec.

Selon **Gitin et al. (2012)** la teneur en cendres des feuilles et des bulbes, de trois espèces d'*Allium* varie entre 8% et 9% par rapport à leur poids sec.

3.1.3. pH d'*Allium triquetrum*.

Le pH de l'extrait lipophile d'*Allium triquetrum* est de 6.79. Cette valeur est plus faible que celui enregistré par **Gitin et al. (2012)** dans les différentes variétés d'*Allium cepa*, les trois variétés de cette espèce ont donnée des pH qui varient entre 5.5 et 5.9.

3.1.4. Rendements d'extraction

Les résultats de rendements d'extraction par Dichlorométhane et méthanol sont montrés dans le tableau 3.2.

Tableau 3.2_: Rendement d'extraction.

Organes	L'extrait	Le rendement (%)
Feuilles et bulbes	Dichlorométhane	2.01
	Méthanol	6.10

La teneur en composés apolaires extraits par Dichlorométhane des feuilles et des bulbes est faible. Au contraire les composés polaires des mêmes organes extraits par méthanol sont élevés.

L'étude de **Himed (2015)** et **Menacer (2019)** ont montré des rendements beaucoup plus élevés pour les fractions polaires des feuilles et des bulbes d'*Allium triquetrum* par rapport à nos résultats (6%). Les rendements de l'extrait méthanolique par macération sont donnés (11-16%) par les deux auteurs respectivement

Le rendement de notre extraction apolaire par Dichlorométhane de la plante entière 2.01%, s'approche de celle de **Rabah et al. (2020)** qui montrent un taux variant entre 0.5-5% de poids sec.

Il a été montré que le rendement d'extraction des différents composés polaires et apolaires varient en fonction de la méthode d'extraction utilisée, et la polarité du solvant utilisé et du degré de solubilité des composés dans ces solvants.

3.2. Résultats des analyses Phytochimique

3.2.1. Analyse de l'extrait lipophile par CG-MS :

Les résultats de l'analyse de l'extrait lipophile des feuilles et bulbes d'*Allium triquetrum* est présenté dans le tableau 3.3.

Tableau 3.3 : Résultats de GC-MS.

Composés	Temps de retentions (min)	Surface A	Nom de composé	Synonyme	% de surface %A	Formule chimique	Masse moléculaire
1	33.35	40600192	Méthyle palmitelaidate	Methylpalmitelaidate	2.10	C17H32O2	268
2	34.12	358032380	Méthyle Palmitate	1.Hexadecanoic acid, methyl ester 2.Palmitic acid, methyl ester 3.Metholene 2216 4.Methyl hexadecanoate 5.Methyl n-hexadecanoate 6.Methyl palmitate 7.Uniphat A60 8.Emery 2216 9. Radia 7120	18.49	C17H34O2	270
3	37.15	5895796	Heptadecanoic acid, methyl ester	1.Margaric acid methyl ester 2.Methyl heptadecanoate 3.Methyl margarate 4.n-Heptadecanoic acid methyl ester	0.30	C18H36O2	284
4	39.29	275350562	Cis 9 oleic acide méthyle ester	1. 9,12-Octadecadienoic acid (Z, Z)-, methyl ester 2. 8,11-Octadecadienoic acid, methyl ester 3. 9,12-Octadecadienoic acid (Z, Z)-, 114387 000112-63-0 99 methyl ester	14.22	C19H34O2	294
5	39.67	1105287879	8-Octadecenoic acid, methyl ester	1.Methyl 8-octadecenoate	57.09	C19H36O2	296
6	40.23	99202221	Methylstearate	1. Octadecenoic acid, methyl ester 2.Stearic acid, methyl ester 3.n-Octadecanoic acid, methyl ester	5.12	C19H38O2	298

7	45.37	10397249	11-Eicosenoic acide, méthyle ester	11-Eicosenoic acide, méthyle ester	0.54	C21H40O2	324
8	46.29	19812863	Methyl arachidate	1.Eicosanoic acid, methyl ester 2.Methyl arachidate 3.Methyl eicosanoate 4.Arachidic acid methyl ester 5.Kemester 2050 6.Methyl arachidate 7.Methyl eicosanoate	1.02	C21H42O2	326
9	51.15	7022948	Docosanoic acide, méthyle ester	1.Behenic acid, methyl ester 2.Methyl behenate 3.Methyl docosanoate 4.n-Docosanoic acid methyl ester	0.36	C23H46O2	354
10	52.56	2397925	Methyltricosanoate	Tricosanoic acid, methyl ester	0.12	C24H48O2	368
11	53.78	12186596	Methyl lignocerate	1.Tetracosanoic acid, methyl ester 2.Methyl tetracosanoate 3.Lignoceric acid methyl ester	0.63	C25H50O2	382

L'analyse de l'extrait lipophile des feuilles et bulbes de l'*Allium triquetrum* a permis de mettre en évidence un profil chromatographique très riche en composés chimiques.

Les acides gras saturés et insaturés libres ou sous forme d'ester ont présenté les groupes chimiques le plus important de la fraction apolaire des feuilles et bulbes de l'ail triquètre. Onze acides gras ont été détectés dans les deux parties morphologiques de la plante. L'acide gras 8-octadecenoic acide méthyle ester provient de l'acide oléique consistée composant majoritaire (57.09%) suivi de palmitate de méthyle (AG saturé) est un ester méthylique d'acide gras hexadécanoïque (palmitique acide) avec 18.49%, ensuite, on trouve le 9,12-octadecadienoic acide (z.z)-méthyle ester avec 14.22% il provient de l'acide linoléique (AG poly insaturé oméga-6).

Les autres acides gras constituant la fraction lipidique des feuilles et bulbes d'*Allium triquetrum* sont successivement : l'acide Méthyle stéarate 5.12% (AG saturé), L'acide méthyle

palmitollaidate est un ester méthylique de l'acide gras palmitoléique (2.10%), méthyle arachidate (1.02%).

Il y a d'autres acides gras présents dans l'extrait lipophile avec une très faible quantité (moins de 1%) sont : l'acide lignocérique (0.63%, AG saturé) et les esters de l'acide Eicosénoïque avec (0.54%, AG monoinsaturé), acide docosanoïque (0.36%, AG saturé), l'acide heptadécanoïque (0.30%, AG saturé) et l'acide tricosanoïque (0.12%, AG saturé).

Les résultats de l'analyse de l'extrait lipophile des feuilles et bulbes d'*Allium triquetrum* sont très proches des travaux réalisés sur différents organes de la même espèce.

En effet, **Rabah et al. (2020)** ont été les premiers qui ont étudié la composition lipophile des bulbes et feuilles d'*Allium triquetrum* par CG-MS, selon les résultats obtenus, les acides gras représentaient les principaux lipophiles dans les extraits étudiés en particulier l'acide gras ω -6-(9,12)-octadéca-9,12-diénoïque (acide linoléique) et de l'acide gras ω -3(9,12, 15Z)-octadéca-9, 12,15-triénoïque (l'acide linoléique), suivi de l'acide (9Z)- octadéca-9-énoïque (acide oléique).

L'étude de **Menacer (2019)** a montré que la fraction lipidique des bulbes et des feuilles d'ail triquètre est très riche en acides gras saturés et insaturés dont les principaux sont l'acide Palmitique (23.24%), l'acide hexadécanoïque méthyle ester (23,30 %) suivi de l'acide hexanoïque méthyle ester (14,03 %) ; et l'acide gras polyinsaturé linoléique (omega-6) était présent avec un taux de 6.93%. Nous constatons que ces résultats sont qualitativement similaires au bien qu'ils sont quantitativement différents.

L'étude chimique de la composition de fraction apolaire de l'ail triquètre a mis en évidence une hétérogénéité chimique. Elle contient un taux très élevée en acide gras saturés et poly insaturés et des ester méthyle d'acide gras. Ces résultats peuvent prospecter des applications intéressantes pour l'ail triquètre dans les domaines pharmaceutique et nutraceutique. En effet l'augmentation des niveaux d'acide gras poly insaturés dans l'alimentation ont été associés à un risque plus faible de maladies coronarienne ainsi des avantages contre les cancers du côlon et du sein et de la prostate.

L'*Allium triquetrum* est très riche en acides gras saturés, mono insaturés et Polyinsaturés. Ils constituent une source d'énergie et assurent plusieurs autres fonctions physiologiques chez

les mammifères. En effet, l'acide linoléique est un gras polyinsaturé oméga-6 indispensable car il ne peut être synthétisé par l'organisme, il est ainsi un précurseur métabolique des acides gras polyinsaturés oméga-6 et considéré comme un constituant majeur des phospholipides membranaires. L'acide linoléique est un acide gras essentiel oméga-3 précurseur d'acides gras polyinsaturés oméga-3, avec un effet antiathérogène. L'acide oléique (acide gras mono-insaturé) est un constituant majeur des lipides de structure, il possède éventuellement des propriétés hypocholestérolémiantes et antiathérogènes. D'autre part, l'acide stéarique rentre dans la structure des phospholipides membranaires et n'a aucun effet sur la lipémie, tandis que l'acide myristique régule l'activité de certaines protéines membranaires. Néanmoins, en cas d'excès de l'acide palmitique et l'acide stéarique peuvent présenter un effet hypercholestérolémies. (Guesnet *et al.*, 2005)

3.2.2. Fraction hydroalcoolique

3.2.2.1 Teneur en poly phénols et en flavonoïdes

Les équations des courbes d'étalonnage de l'acide gallique pour ($y=0.0037$, $R^2=0.9995$) et de quercitrine ($y=0.0413$, $R^2=0.9968$) sont utilisées respectivement pour l'estimation des taux des polyphénols et des flavonoïdes.

3.2.2.2. Teneur en poly phénols

Le dosage des polyphénols de l'extrait méthanolique des feuilles et bulbes de notre plante a donné des taux considérables (18.72 ± 1.84 mg extrait /g). Plusieurs études ont montré la richesse d'ail triquètre en composé phénolique (Corea *et al.*, 2003 ; Maccelli *et al.*, 2020).

En comparant les résultats obtenus avec d'autres travaux qui ont été réalisés dans ce contexte. On trouve que le taux des polyphénols, dans l'*Allium triquetrum* de la région de Gouraya est proche à celui trouvé par Himed (2015), qui a mis en évidence des teneurs appréciables de polyphénols dans les feuilles et bulbes d'*Allium triquetrum* (16.811 ± 0.18 mg/g d'extrait). Supérieures à celui de Menacer (2019), qui a montré une teneur de (10.46 ± 0.04 mg/g) dans l'ail triquètre de la région de Blida et inférieure au taux de polyphénols rapporté par Laib *et al.*, (2022) qui était égal à 35.69 ± 0.004 µg/ mg d'extrait.

3.2.2.3 : Teneur en flavonoïde

Les résultats de dosage des flavonoïdes dans l'extrait méthanolique de la plante entière de l'*Allium triquetrum* de la région de Gouraya ont montré une faible concentration (4.49 ± 0.53 mg/g) d'extrait, cette teneur est environ 4 fois inférieure à celle

enregistrée par Menacer (2019) (14.27 ± 0.20 mg/g). Par contre, elle est comparable à celle de **Himed (2015)** qui a signalé une teneur en flavonoïdes de 7.78 mg/g.

La différence entre les teneurs en molécules dosées dans l'extrait de la plante peut être expliquée par l'influence de plusieurs paramètres tels que la méthode et le solvant d'extraction ainsi que le temps de contact avec le solvant.

Par ailleurs, le contenu polyphénoliques varie qualitativement et quantitativement d'une plante à une autre cela peut être attribué à plusieurs facteurs (facteurs climatiques et environnementaux tels que la zone géographique, le sol... etc. (**Ebrahimi et al. 2008**), le patrimoine génétique, la période de la récolte et le stade de développement de la plante. (**Miliaauskas et al. 2004**).

3.2.2.4. Résultats de l'activité antioxydant de l'extrait hydro alcoolique (test DPPH)

Les résultats du pouvoir anti radicalaire par piégeage du radical libre DPPH de l'extrait méthylique des feuilles et bulbes de l'ail triquètre sont illustrés dans la figure 3.2.

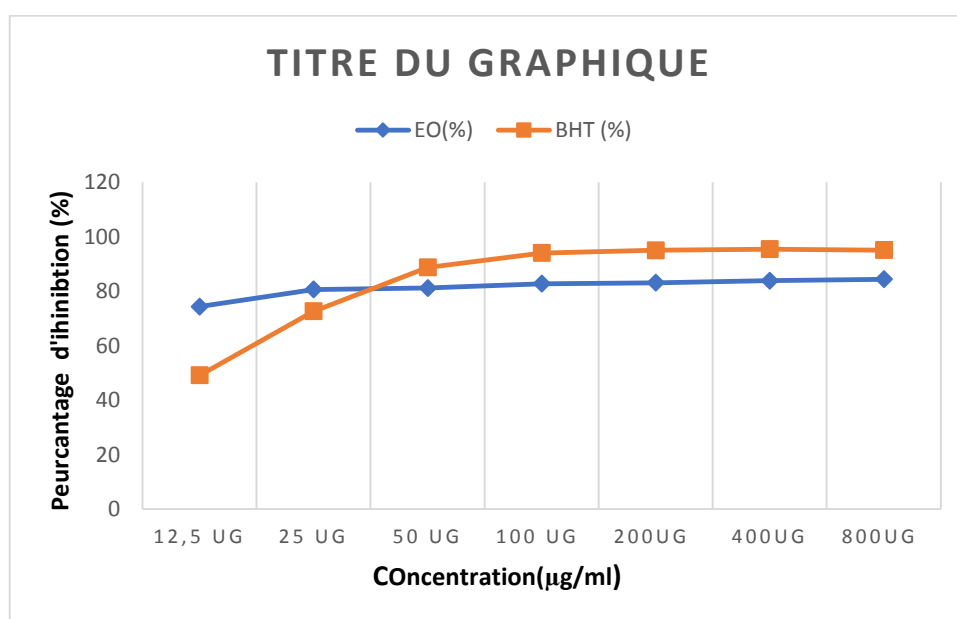


Figure 3.2 : Pourcentages d'inhibition du radical libre DPPH. En fonction des différentes concentrations de l'extrait méthylique d'*Allium triquetrum*, en comparaison à la BHT.

La régression linéaire de la courbe de l'activité antiradicalaire de l'extrait testé a été utilisée pour calculer l'IC₅₀

La valeur IC₅₀ représente la concentration d'inhibiteur (antioxydant) nécessaire pour diminuer 50% de taux des radicaux libres. Le pouvoir antioxydant est inversement

proportionnel à l'IC₅₀, plus ce dernier est petit plus le pouvoir antioxydant est fort. (**Kadri, et al. ,2011**).

L'extrait méthanolique des feuilles et bulbes l'*Allium triquetrum a* enregistré une valeur de IC₅₀ égal 0.69 (µg/ml).

En effet un taux de piégeage du radical DPPH, de 84.38% a été enregistré à la concentration 800 (µg/ml). Ce résultat montre que la plante à une bonne activité antioxydant en comparaison avec le control positif BHT qui a montré un taux d'inhibition de 95.02 % à la même concentration 800(µg/ml) avec un IC₅₀ de 12.99 (µg/ml).

D'après ces résultats, nous constatons que l'extrait méthanolique des feuilles et bulbes l'*Allium triquetrum a* un pouvoir antioxydant (IC₅₀ 0.69±0.06 µg/ml) plus de 18 fois supérieure à celui du BHT, (control positif) (IC₅₀ 12.99±0.41 µg/ml).

L'ail triquètre présente une forte activité antioxydante qui a été rapporté par plusieurs auteurs (**Himed 2015 ; Menacer et al. ,2019**). Les résultats de **Menacer et al. (2019)** ont montré que le pouvoir d'inhibition des radicaux libres DPPH de l'extrait de la même espèce correspondait à une IC₅₀ =2.49 µg/ml (BHT=0.62 µg/ml). **Chang et al. (2013)**, ont montré que le taux d'inhibition des radicaux libres se situe entre 63.63-88.33 % pour *Allium sativum*.

Cette activité est peut être liée aux polyphénols, en particulier les flavonoïdes. En outre, de nombreuses études ont révélé la capacité élevée des polyphénols de piégeage des radicaux libres (**Kumamoto et al., 2001 ; Khokhar et al., 2003**). Ces molécules sont capables de capter ou de neutraliser les radicaux libres. Les flavonoïdes et leurs dérivés constituent le plus grand groupe de polyphénols présents dans les plantes. Ils possèdent de fortes activités antioxydantes grâce au mécanisme de piégeage des espèces oxygénés réactives et par l'inhibition du stress oxydatif (**Bhandari et al. ,2014**).

CONCLUSION

Conclusion

La présente étude avait pour objectif principal d'analyser les deux fractions, lipophile et hydrophile et l'activité antioxydante de l'ail triquètre (*Allium triquetrum* L.), une espèce spontanée de la flore algérienne récoltée dans la région de Gouraya (wilaya de Tipaza).

La détermination du taux d'humidité dans la plante entière a montré que l'ail triquètre de Gouraya est riche en eau (81.31%).

La détermination de la teneur en cendres a montré que la plus forte proportion se trouve dans les feuilles par rapport aux bulbes où le rendement de la matière inorganique a été le plus important.

L'extraction des composés apolaires de la plante entière (feuilles et bulbes) par la méthode de Soxhlet, en utilisant le solvant organique le dichlorométhane, a montré un rendement faible (R=2.01) en comparaison à celui des composés polaires des mêmes organes extrait par la méthode de macération et en utilisant le méthanol (6.10%). Le pH de l'extrait lipophile de la plante enregistré était de 6.79 donc il est peu acide.

L'analyse de la fraction polaire (lipidique) par la GC-MS a montré majoritairement la présence de onze composés provenant de différents acides gras dont les plus importants sont :

- ✓ L'acide 8-octadécenoic acide méthyle ester provenant de l'acide oléique
- ✓ Le palmitate de méthyle (AG saturé) est un ester méthylique d'acide gras hexadécanoïque (acide palmitique).
- ✓ Le 9,12-octadécadienoic acide (z.z)-méthyle ester provient de l'acide linoléique (AG poly insaturé oméga-6).

Ceci montre qu'*Allium triquetrum* est une bonne source d'acides gras insaturés (oléique et linoléique) indispensables à l'organisme.

L'évaluation de l'activité antioxydant de l'extrait méthanolique des feuilles et bulbes de la plante par la méthode de piégeage du radical libre DPPH a permis la mise en évidence d'un pouvoir antioxydant intéressant de l'ail triquètre ($IC_{50}=0,69\mu g/l$), cette activité est due à la richesse de la plante en substances phytochimiques. En effet, le dosage des polyphénols par la méthode de Folin-Ciocalteu et des flavonoïdes par la méthode des chlorures d'aluminium a indiqué que la plante renferme une teneur considérable en composés phénoliques (18.72+-1.84 mg extrait) et en flavonoïdes (4.49+- 0.53mg extrait/g).

Nous pouvons conclure qu'*Allium triquetrum* L est une plante à grand intérêt alimentaire et ayant une activité antioxydante importante grâce à sa richesse en composés Phytochimique polaires et apolaires.

REFERENCES

BIBLIOGRAPHIES

Bibliographies

- **Angiosperm Phylogeny Group**, “An update of the Angiosperm Phylogeny Group classification for the orders and families of flowering plants: APG III”, Botanical journal of the linnean society, vol. 161,105-121.(2009), (2013).
- **Panche1, A, N, A. D. Diwan and S. R. Chandra1**.flavonoids: an overview
1Department of Bio-Engineering, Birla Institute of Technology, Mesra, Ranchi, Jharkhand 835215, India. Journal of Nutritionnel Science vol. 5, e47, page 1 of 15. (2016)
- **Baba Aïssa F.** Encyclopédie des plantes utiles. Flore d’Algérie et du Maghreb. Plus de 800 plantes de la flore d’Algérie et du Maghreb, ainsi que des substances végétales d’Afrique, d’Orient et d’Occident. Edition. Librairie Moderne –Rouïba, PP. 101. (1999)
- **Blood K.** Environnemental Weeds. A Field Guide for SE Australia. (2001)
- **Brunet S.** (Analyse des mécanismes d’action antiparasitaire de plantes riches en substances polyphénoliques sur les nématodes du tube digestifs des ruminants. Thèse de doctorat de Pathologie et Nutrition. Université de Toulouse. Faculté de Paul Sabatier, 215p. (2008)
- **Bhandari, S.R., Yoon, M.K., Kwak, J.H,** “Contents of phytochemical constituents and antioxidant activity of 19 garlic (*Allium sativum L.*) Parental lines and cultivars”. Horticulture, environment and biotechnology; vol. 55, n°2, (2014).
- **Charles-Marie Messiaen (Joseph Cohat) Maurice Pichon Jean-Paul Leroux**
André Beyries. Livre « LES ALLIUM ALIMENTAIRESREPRODUITS PAR VOIE VÉGÉTATIVE ». (1993).
- **Corea, G., Fattorusso E., Lanzotti V.,** “Saponins and flavonoids of *Allium triquetrum*”, Journal of natural products, vol. 66, 1405-1411. (2003).
- **Chang, T.C., Chang, H.T., Chang, S.T., Lin, S.F., Chang, Y.H., Jang H.D.,** "A Comparative study on the total antioxidant and antimicrobial potentials of ethanolic extracts from various organ tissues of *Allium spp*". Food nutrition science, vol. 4, 182-190 (2013).
- **Doat J.** Les tanins dans les bois tropicaux. Revue bois et forêts des tropiques. n°182
37-54. (1978).
- **Daniel Z and Maria H;** Domestication of plants in the Old World,
Third edition (Oxford: Oxford University Press, p. 195. Singh Brahma N., Singh B.R., Singh R.L., Prakash D., Singh D.P, Sarma B.K., Upadhyay G. & Singh H.B. (2009). Polyphenolics

from various extracts/fractions of red onion (*Allium cepa*) peel with potent antioxidant and antimutagenic activities. Food and Chemical Toxicology 47. 1161–1167.(2000).

- **Dini I.**, Tenore C. T. and Dini A. . Chemical composition, nutritional value and antioxidant properties of *Allium caepa* L. Var. *tropeana* (red onion) seeds. Food Chemistry 107, 613–621.(2008).
- **Damini Kothari**, Woo-Do Lee and Soo-Ki Kim. *Allium* Flavonols: Health Benefits, Molecular Targets, and Bioavailability. Antioxidants Review (2020).
- **El Gharras, H.**, "Polyphenols: Food sources, properties and applications – A review", International journal of food science and technology, vol. 44, n°12, 2512-2518. (2009).
- **Espèce exotique envahissante *Allium triquetrum* L.** Fish réalisé par CBNB, antenne, Bretagne (18 mai 2020).
- **Fiche e-flore**, la flore électronique de Tela Botanica, *Allium triquetrum* L.", (2012), 1-6
- **Guillaume Calu** .L'eau et les plantes. Mémoire bibliographique en Sciences Végétales. P.19.(2004).
- **Guesnet, P.**, Alessandri, J-M., Astorg, P., Pifferi, F., Lavialle, M., "Les rôles physiologiques majeurs exercés par les acides gras polyinsaturés (AGPI) Oilseeds and fats, crops and lipids, vol. 12, n° 5-6, (2005
- **Gitin, L.**, Dinică, R., Par Navel, R., "The influence of extraction method on the apparent content of bioactive compounds in Romanian *Allium* spp. Leaves", Notulae botanicae horti agrobotanici, vol. 40, n°1, 93-97.(2012).
- **Himed H.** Étude des activités antioxydante et antibactérienne des polyphénols d'*Allium triquetrum* L. en vue de leur application sur la sardine commune. Mémoire de magister, Université Constantine 1. (2015).
- **Hebi, M.**, Eddouks, M., "Évaluation de l'activité antioxydante de *Stevia rebaudian*", Phytothérapie, vol.14, (2016).
- **Huang, Q.**, Liu, X., Zhao, G., Hu, T., Wang, Y., "Potential and challenges of tannins as an Alternative to in-feed antibiotics for farm animal production, review", Animal nutrition, vol. 4, (.137-150.(2018).
- **Anonym**, <https://gd.eppo.int/taxon/ALLTQ/photos>.(date).

- **Jean-Jacques Macheix**, Annie Fleuriet, Christian Jay-Allemand PPUR presses polytechniques, - 192 pages. Livre Les composés phénoliques des végétaux : un exemple de métabolites secondaires d'importance économique 192 pages. (2005)
- **Kadri, A.**, Zarai, A., Békir, A., Gharsallah, N., Damak, M., Gdoura, R., “Chemical composition and antioxidant activity of Marrubium vulgare L. essential oil from Tunisia”, African journal of biotechnology, vol. 10, 3908-3914. (2011)
- **Khokhar S**, Owusu-Apenten R Ant nutritional factors in food legumes and effects of processing. EOLSS, IV. (2003)
- **Kumamoto M**, Sonda T, Nagayama K, Tabata M Effects of pH and metal ions on antioxidative activities of catechines. Biosci. Biotechnol. Biochem. 65(1), 126-132. (2001)
- **Lugasi A.**, Hovari J., Sagi, K. V. ET Biro L. The role of antioxidant phytonutrients in the prevention of diseases. Acta Biologica Szegedensis 1-4, 119-125. (2003).
- **Lazli, A.**, Beldi, M., Ghouri, L., Nouri, N.H., “Étude ethnobotanique et inventaire des plantes médicinales dans la région de Bougous Weber, E., “Invasive Plant Species of the World : A Reference Guide to (Parc National d’El Kala,- Nord-est algérien)”, Bulletin de la société royale des sciences de Liège, vol. 88, (2019)
- **Laib et al.** J. Appl. Biosci. Vol : 171, Effet de digestion gastro-intestinale in vitro sur les composés phénoliques et l’activité antioxydante d’ail triquètre *Allium triquetrum L.* (2022).
- **Meddleton, E.**, Kardasnam, J.C.,. The flavonoids Advances. In: research since 1986. J B Harborne, Chapman and Hall, London, 617-652 p. (1993)
- **Milane H.** La quercitine et ses dérivés ; moléculaires à caractères pro-oxydant ou capteurs de radicaux libres : études et applications thérapeutiques. Thèse de Doctorat en sciences, pharmacochimie. Université de Strasbourg, 155p. (2004).
- **Meddour, R.**, Meddour-Sahar O., “Medicinal plants and their traditional uses in kabylia (Tizi ouzou, Algeria)”, Arabian journal of medicinal & aromatic plants, 137-151.(2015).
- **Menacer.A.** Extraction, Caractérisation et Identification de quelques Métabolites Secondaires actives d’une plante Spontanée *Allium triquetrum L.*, et Activités Biologiques. Thèse de doctorat (2019)
- **Maccelli A**, Cesa S, Cairone F, Secci, D, Menghini, L, Chiavarino B, Fornarini S, Crestoni M, Locatelli M Metabolic profiling of different wild and cultivated *Allium* species based on

high resolution mass spectrometry, HPLC-PDA and color analysis. Journal of Mass Spectrometry, 10, 1-12. (2020).

● **Menacer A.** and SAIDI F. Phytochemical analysis, anti-inflammatory and analgesic properties of *ALLIUM triquetrum L.* in mice. Revue Agrobiologic, 11(1): 2297-2304.(2021)

● **Najjaa, H.,** Zouari, S., Arnault, I., Auger, J., Ammar, E., Neffati M., “Différences et similitudes des métabolites secondaires chez deux espèces du genre *Allium*, *Allium roseum L.* et *Allium ampeloprasum L.*”, Acta botanica gallica, vol. 158, n° 1, 111-123. (2007)

● **Tehranchian, P.,** Biological control of an Australian noxious weed Angled Onion(*Allium triquetrum L.*) using Molecular and Traditional Approaches, These de Doctorat, Biotechnology & Biosciences Discipline, School of Applied Sciences, RMIT University, Australia, (2011),

● **Tiwari, R.,** Rana, C.S., “Plant secondary metabolites: a review”, International journal of engineering research and general science, vol. 3, issue five, 661-670. (2015)

● **Pulve, P.,** "Allium triquetrum L.", fiche e-flore, la flore électronique de Tela Botanica, (2012).

● **Serga Muller :** livre « plantes invasives en France » Ed. Museum d’histoire Naturelle(2006)

● **Sereme A.,** Millogo-Rasolodimby J., Guinko S., Nacro M . Propriétés thérapeutiques des plantes à tanins du Burkina Faso Article original Pharmacopée et Médecine traditionnelle Africaines, (2008).

● **Singh Brahma N.,** Singh B.R., Singh R.L., Prakash D., Singh D.P, Sarma B.K., Upadhyay G. & Singh H.B .Polyphenolics from various extracts/fractions of red onion (*Allium cepa*) peel with potent antioxidant and antimutagenic activities. Food and Chemical Toxicology, 47, 1161-1167 (2009).

● **Simin N.,** Orcic D., Cetojevic-Simin D., Mimica-Dukic N., Anackov G., Beara I., Mitic-Culafic & Bozin B. (Phenolic profile, antioxidant, anti-inflammatory and cytotoxic activities of small yellow onion (*Allium flavum L. subsp. flavum*, Alliaceae. LWT - Food Science and Technology 54. 139e146 (2013).

● **Mohammed, S.** EISSA Mohammed Effect of Addition of Garlic and Ginger Powder on Physicochemical, Microbiological and Organoleptic Characteristics of White Cheese.(2017).

● **Rabah S,** Kouachi K, Ramos P, Gomes A Almeida A, Haddadi-Guemghar H, Madani K Silvestre A, Santos S Unveiling the bioactivity potential of *Allium triquetrum* lipophilic

fraction: chemical characterization and in vitro antibacterial activity against methicillin-resistant *Staphylococcus aureus*. *Food & Function* (2020).

● **Rong Tsao** Chemistry and Biochemistry of Dietary Polyphenols. Guelph Food Research Centre, Agriculture & Agri-Food Canada, *Journal of Nutrients* (2010).

● **Zerrad, W.**, Mataoui, B.S., Hillali.S., El Antri S., Hmyene, A., “Etude comparative des mécanismes biochimiques de résistance au stress hydrique de deux variétés de blé dur”, *Lebanese science journal*, vol. 9, n°2, 27-36, (2008).

ANNEXES

Annexe 1: Matériel utilisés

APPAREILLAGE.

- Autoclave
- Agitateur
- Balance de précision
- bain marie
- chauffe ballon
- Extracteur de Soxhlet
- Etuve
- four a moufle
- GC-MC
- haute chimique
- rota vapeur
- ph mètre
- spectrophotomètre UV

VERRIE

- Béchers
- Ballon à fond rond plat à col rond
- Erlenmeyer
- cartouche poreuse
- creuset en verre
- micropipette
- papier wattman
- Pinces
- pipettes gradues
- portoirs
- spatules
- seringue
- tubes à essai

Solution et réactif

- dichlorométhane
- Méthanol
- Folin-Ciocalteu
- carbonate de sodium
- ALCL3
- Eau distille

Annexe 2

Profile chromatographique de la GC-MS

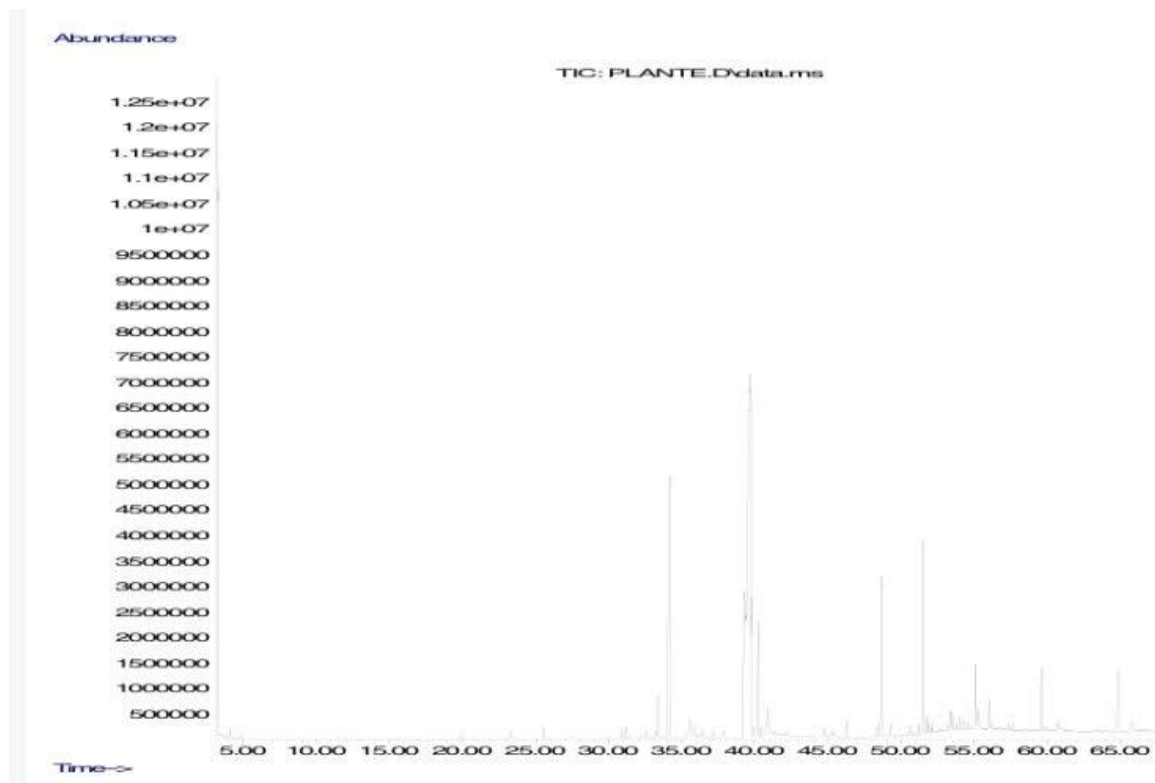


Tableau : activité antioxydante par le teste DPPH .

Extracts	% Inhibition in DPPH assay								
		12,5 µg	25 µg	50 µg	100 µg	200 µg	400 µg	800 µg	IC ₅₀ µg/mL
EO	71,35 ± 2,45	74,343 ± 3,408	80,615 ± 0,615	81,15 ± 0,35	82,713 ± 1,808	83,075 ± 3,075	83,835 ± 0,765	84,386 ± 1,284	0,69805 ± 0,06045
BHT ^b	49,09± 0,76 72,63± 2,06 88,73±0,89 94,00±0,31 94,97±0,08 95,38±0,41 95,02±0,23 12,99±0,41								

Courbes d'étalonnage.

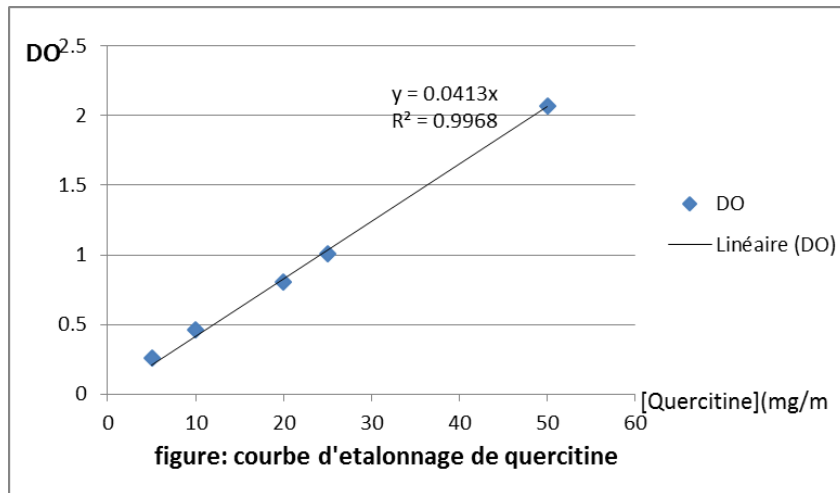


Figure 01 : courbe d'étalonnage de la quercitine pour le dosage des flavonoïdes totaux.

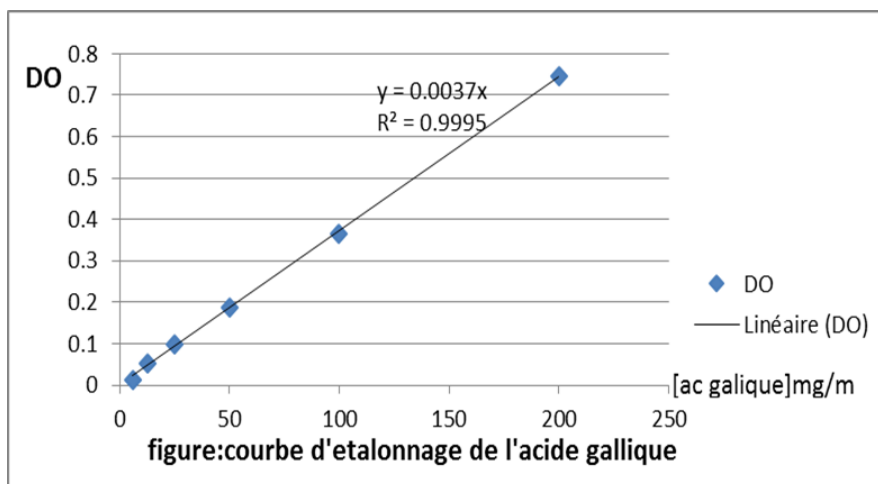


Figure 02 : courbe d'étalonnage de l'acide gallique pour le dosage des polyphénols.