

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Mohamed Khider Biskra

Faculté des Sciences Exactes et des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences de la Nature et de la Vie

Réf: .../....

**Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de
Master**

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Biologie

Spécialité : Biochimie et Biologie Moléculaire

Thème

**Contribution à l'Etude quantitative des
polyphénols et flavonoïdes des fruits de
Capparis spinosa L.**

Présenté par : RAHMOUNE Zohra

Devant le jury :

Président : M^{me} BELKHERIE Dalale

Promoteur : M^{me} MEDDOUR Asma

Examineur : M^{me} OURAGHE Hayat

Année Universitaire 2013/ 2014

REMERCIEMENT

Au terme de ce modeste travail, je voudrais remercier, au premier lieu notre Dieu tout puissant de m'é avoir guidé et de m'é avoir donné la volonté et la patience pour arriver à ce stade.

Au deuxième lieu ma grand remerciement est adressé à : mon enseignant et promoteur M^{me} Meddoure Asma qui accepté avec gentillesse d'orienter notre travail et de nous avoir apporté sa précieuse collaboration tout au long de notre étude.

Je tiens également à remercier M^{me} Belkhéri Dalale pour L'honneur qu'elle me fait en présidant le jury de mon mémoire et M^{me} Ouraghe Hayate d'avoir accepté d'examiner et de juger ce travail

DEDICACE

Je dédier ce modeste de travail

A

Mon père et ma mère, pour leur soutien moral, matérielle, Leurs sacrifices et leurs encouragements qu'ils m'ont porté durant ma vie.

J'espère que je puisse arriver les satisfaire, que dieu les garde pour moi.

A

Mes sœurs : Khaoula, Djahida.

Mes frères : Abed al Araouffe, Ali.

Mes ancles et mes tantes et leurs familles.

Mes grande mère.

A tous les nombres de « mousala date Àinitakaine :
Nour,Houda,Zaineb,Zohra,Imane,Rabiaa,Khadidja,Fatima»

A

et toutes mes amies de la city :

Samia ,Amina3,Marime, Rabiaa, Marieme Hania,lman,Souhaila ,Soumaia, Rekaia,Hanane
,Khanmsa.Linda.

Razika , zaineb3.,thanaa ,Manale,Zhoure ,Ahlame,Zahra,Naima.Sara,Amel

,Kanza ,Khawla

A

Tous mes amis de bloc Fet °

Et tous mes cher amis et collègues de département de biologie surtout de la promotion

2014 chacun par son nom.

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des Figures

Liste d'abréviation

Introduction

I. Généralités sur les plantes médicinales et le *Capparis spinosa* L

I.1. Les plantes médicinales

02

I.1.1. Définition de plantes médicinales

02

I.1.3. Récolte et conservation des plantes médicinales

02

I.2. *Capparis spinosa* L

03

I.2.1. Historique

03

I.2.2. Définition

04

I.2.3. Répartition géographique

04

I.2.4. Composition chimique

06

I.2.5. Usage de *C. spinosa* en médecine

06

I.2.6. Effets biologiques de *Capparis spinosa* L

08

I.2.7. Valeur nutritionnelle

09

II. Généralités sur Les métabolites secondaires

II.1. Les Composés phénoliques

11

II.1. Définition

11

II.1.2. Classification

11

II.1.3. Effets biologiques des composés phénoliques

12

II.1.4. Les flavonoides

13

II.1.5. Découverte des flavonoides

13

II.1.6. Les tannins

II.1.6.1.Sources végétales des tannins	15
II.1.7.Les saponines	15
II.2.Alcaloïdes	16
II.3. Les huiles essentielles	16

II.4. Les terpenes	16
Partie expérimentale	
I .Matériel et methods	19
I.1.Matériel végitaux	19
I.1.1.récolte et conservations de la plante	19
I.2. Extraction	20
I.2.1.Choix des solvants	20
I.2.2.Extraction avec des solvantes à polarité croissante	20
I.3.Analyse qualitative des différents extraits des fruits du <i>Capparis spinosa</i> L	22
I.3.1.Mise en évidence des flavonoïdes	22
I.3.2.Mise en évidence des tanins	22
I.3.3.Mise en évidence des saponines	23
I.3.4. Mise en évidence de phytostérols	23
I.3.5.Mise en évidence des alcaloïdes	23
I.3.6.Mise en évidence des diterpènes	24
I.3.7.Mise en évidence des protéines	24
I.4.Analyse quantitative de différents extraits des fruits du <i>Capparis spinosa</i> L	24
I.4.1.Dosage des polyphénols	25
I.4.1.2.Préparation de la gamme d'étalonnage	25
I.4.2.Dosage des flavonoïdes	26
II. Résultat et discussion	30
II.1.Extraction	30
II.2.Analyse qualitative des extraits du <i>capparis spinosa</i> L	30
II.2.1.Teste préliminaires	30
II.2.2.Analyse quantitative des extraits du <i>capparis spinosa</i> L	32
II.2.2.1.Dosage des polyphénols	32
II.2.2.2.Dosage des flavonoïdes	34
Conclusion	
Références bibliographique	

II.4. Les terpenes	16
Partie expérimentale	
I .Matériel et methods	19
I.1.Matériel végitaux	19
I.1.1.récolte et conservations de la plante	19
I.2. Extraction	20
I.2.1.Choix des solvants	20
I.2.2.Extraction avec des solvantes à polarité croissante	20
I.3.Analyse qualitative des différents extraits des fruits du <i>Capparis spinosa</i> L	22
I.3.1.Mise en évidence des flavonoïdes	22
I.3.2.Mise en évidence des tanins	22
I.3.3.Mise en évidence des saponines	23
I.3.4. Mise en évidence de phytostérols	23
I.3.5.Mise en évidence des alcaloïdes	23
I.3.6.Mise en évidence des diterpènes	24
I.3.7.Mise en évidence des protéines	24
I.4.Analyse quantitative de différents extraits des fruits du <i>Capparis spinosa</i> L	24
I.4.1.Dosage des polyphénols	25
I.4.1.2.Préparation de la gamme d'étalonnage	25
I.4.2.Dosage des flavonoïdes	26
II. Résultat et discussion	30
II.1.Extraction	30
II.2.Analyse qualitative des extraits du <i>capparis spinosa</i> L	30
II.2.1.Teste préliminaires	30
II.2.2.Analyse quantitative des extraits du <i>capparis spinosa</i> L	32
II.2.2.1.Dosage des polyphénols	32
II.2.2.2.Dosage des flavonoïdes	34
Conclusion	
Références bibliographiques	

Liste des abréviations

ALCL₃ : Trichlorure d'aluminium

CH : Extrait de chloroforme

EP : Extrait d'éther de pétrole

FeCL₃ : Trichlorure de fer

HCL : Acide chlorhydrique

MeOH : Extraits méthanolique

SD : Standard Déviation (la déviation standards)

µgEAG /mg de poudre : microgramme d'équivalent d'acide gallique par poudre

µGEAQ/mg de poudre : microgramme d'équivalent d'équivalent de quercétine par mg de poudre

Liste de Tableau

Tableau.3. 1. Préparation des dilutions d'acide gallique.....	26
Tableau.3.2. Préparation des dilutions de quercétine.....	27
Tableau.4.5. Résultats d'aspect et couleur des extraits du fruit mature de <i>Capparis spinosa</i>	30
Tableau. 4.6. Résultats des tests préliminaires des différents extraits des fruits <i>C. spinosa</i>	30
Tableau.4.7 . Teneur des différents extraits de <i>Capparis spinosa</i> en polyphénols totaux.....	33
Tableau.4.8. Teneur des différents extraits de <i>Capparis spinosa</i> en Flavonoïdes.....	35

Introduction

Les plantes sont une source du grand nombre de drogues comportant à différents groupes tels que les antispasmodiques, les émétiques, les anticancéreuses, les antimicrobiens etc. Un grand nombre des plantes sont également d'une forte utilisation par les personnes dans le monde entier. Il croit maintenant que la nature les a donné d'une manière ou plus pour traiter diverse maladies. (TIWARI et *al.*, 2011) .

Dans le cadre de l'étude des substances naturelles des plantes médicinales de la Flore Algérienne et méditerranéenne, nous sommes intéressés à l'étude de l'espèce *Capparis spinosa* L. c'est une plante de la famille des Capparidaceae, largement développée dans les pays du bassin méditerranéen.

L'objectif de notre étude est la quantification des polyphénols et des flavonoïdes contenus dans les fruits matures de *C.spinosa* L. selon le plan suivant:

- Première partie aborde: les différentes connaissances bibliographiques sur les plantes médicinales et la plante à étudier et sur quelques métabolites secondaires.
- Deuxième partie, consacrée aux:
 - Préparation de différents extraits par macération dans des solvants à polarité croissante.
 - Tests préliminaires qui mises en évidence la présence de quelques métabolites secondaires dans les différents extraits
 - Dosage spectrophotométrique des polyphénols et des flavonoïdes

Liste des Figure

Figure 1.1. <i>Capparis spinosa</i> L. (photo réelle).....	4
Figure 1.2. Fleur de <i>Capparis spinosa</i> L.....	5
Figure .1. 3. Distribution naturelle du câprier.....	6
Figure .2. 4. Effets biologiques des polyphénols.....	12
Figure .2.5. Structure de base des flavonoïdes.....	14
Figure. 2.6. Structure des différentes classes des flavonoïdes.....	14
Figure 3.7. Les différentes parties de <i>C. spinosa</i>	20
Figure 3.8. Le matériel végétal sec avant broyage.....	20
Figure 3.9. Extraction de poudre des fruits de <i>C. spinosa</i> par des solvants à polarité croissante.....	22
Figure.4. 10. Droite d'étalonnage d'acide gallique	33
Figure. 4.11. Droite d'étalonnage de quercitrine.....	34

Introduction

Partie bibliographique

Chapitre 1

Généralité sur les plantes médicinales
et le *Capparis spinosa* L

I.1. Les plantes médicinales

I.1.1. Définition des plantes médicinales

Une plante médicinale est une plante qui est utilisée pour prévenir, soigner ou soulager divers maux (zeghad, 2009). Et selon Farnsworth et *al.*, (1986) une plante médicinale est une drogue végétale dont au moins une partie possède des propriétés médicamenteuses.

I.1.2. Intérêt de l'étude des plantes médicinales

Aujourd'hui, les traitements à base des plantes reviennent au premier plan, car l'efficacité des médicaments tels que les antibiotiques (considérés comme la solution quasi universelle aux infections graves) décroît, les bactéries et les virus se sont peu à peu adaptés aux médicaments et leur résistent de plus en plus. N'oublions pas que de tout temps, à l'exception de ces cent dernières années, les hommes n'ont eu que les plantes pour se soigner, qu'il s'agisse de maladies bénignes, rhume ou toux, ou plus sérieuses, telles que la tuberculose ou la malaria (Iserin, 2001).

Les plantes médicinales sont importantes pour la recherche pharmacologique et l'élaboration des médicaments, non seulement lorsque les constituants des plantes sont utilisés directement comme agents thérapeutiques, mais aussi comme matières premières pour la synthèse de médicaments ou comme modèles pour les composés pharmaco-logiquement actifs (Decaux, 2002).

I.1.3. Récolte et conservation des plantes médicinales

L'efficacité d'une plante dépend nécessairement de sa récolte (au moment opportun et en placesaine) et de sa conservation (dans un lieu sec, à l'abri de la poussière et de la lumière) (Baba Aissa, 1999).

Ainsi, le choix du moment de la cueillette dépend du rythme naturel de la vie végétale .il est toujours préférable de procéder à la récolte par un temps sec et chaud : les plantes mouillées de pluie ou de rosée s'altèrent, moisissent, fermentent, et perdent, de toute façon, toute valeur thérapeutique. Le matin est le moment le plus favorable mais on peut toutefois cueillir aussi le soir, avant la fraîcheur (Deduigue, 1984).

Il est préférable d'imposer une protection vis-à-vis de la lumière à toutes les plantes, car les feuilles, fleurs, etc...., se décolorent rapidement à la lumière, d'où une détérioration de leur aspect. En effet, la luminosité peut accélérer de nombreux processus chimiques, et entraîner une dégradation ou une modification des constituants présents. La température constitue un autre paramètre important et il est admis qu'une élévation de température de 10°C double la vitesse de dégradation. Donc il est préférable de stocker les plantes dans un endroit bénéficiant d'une température et d'une humidité relative constantes (Wichtel et Anton, 1999).

I.2. *Capparis spinosa* L.

I.2.1. Historique

Capparis spinosa connu depuis la plus haute Antiquité, c'est un aromate culinaire et une plante médicinale (Gilly, 2005). Le genre *Capparis*, de la famille des Capparidaceae, groupe plus de 350 espèces d'origine tropicale ou subtropicale. Dans de nombreuses régions du monde, l'homme utilise certaines d'entre elles dans divers domaines, souvent utilisé comme combustible ou en charpenterie, par exemple. La principale utilité économique du câprier provient du commerce de ses boutons floraux, généralement connus sous le nom de "câpres", qui font l'objet d'échanges commerciaux considérables, notamment à l'échelon international. (Barbera, 1991).

Capparis spinosa « câprier » a une longue histoire d'utilisation comme épice culinaire et reste employée couramment comme épice aujourd'hui. Les résultats archéologiques en Chine indiquent une utilisation médicinale pour la câpre. En Grèce antique, la câpre a été employée contre rhumatisme. (Jiang *et al.*, 2007 ; Simon *et al.* , 1984).

A l'antique les Egyptiens utilisaient la plante pour calmer les douleurs des dents, traiter les problèmes d'estomac, les piqûres de scorpion, et accélèrent la menstruation, ... (Rivera *et al.*, 2003). Les encens arabes utilisaient cette plante aussi pour dissiper de mauvaises odeurs des spiritueux et traiter les maladies rénales, les maladies de peau et toutes sortes de douleurs (Ibn sina, 1877).

I.2.2. Définition

Capparis spinosa est un arbrisseau de 30 à 100 cm ou plus, à tiges portant des feuilles ovales à elliptique avec une base arrondie de 2 à 5 cm de long, des bourgeons verts et des grandes fleurs blanches violacés, de 5 à 7 cm (Iserin , 2001), avec des racines épaisses et profondes (Zohary et *al.*, 1960;Hewoodet *al.*, 1964;Inocenioet *al.*, 2006 ;Saadaoui et *al.*,2007).

Le fruit est Ellipsoïde, avec un péricarpe mince contenant des graines mûres. Les graines sont réniformes de 3 à 4 mm.(zohary et *al.* ,1960 ; inocenio et *al.* , 2006 ; janick et paull.,2006 Saadaoui et *al.* , 2009 ;saadaoui et *al.* , 2007).



Figure 1.1.*Capparis spinosa* L. (photo réelle).



Figure 1.2. Fleur de *Capparis spinosa* L. (Beniston, 1984).

I.2.3. Classification

Capparis spinosa comme une plante spontanée, a une grande distribution normale dans le bassin Méditerranéenne (Tlili et *al.*, 2010), Il est connu par plusieurs noms par exemple : Câpre (anglaise), Kabbar (Arabe), Alcaparro (Espagne), et Gollaro (Pakistan) (Zohary et *al.*, 1960 ; Hewood et *al.*, 1964 ; Inocenio et *al.*, 2006; Saadaoui et *al.*, 2007). Sa classification selon Germano et *al.*, (2002) est:

Règne : Végétal

Sous règne : Eucaryotes

Embranchement : Spermaphytes

Sous embranchement : Angiospermes

Classe : Dicotylédones

Ordre : Rhoedales

Famille : Capparidaceae

Genre : *Capparis*

Espèce: *Capparis spinosa*.

I.2.4. Répartition géographique

Il y a une forte association entre le câprier et les océans et les mers. *C. spinosa* se développe des côtes atlantiques des Îles Canaries et du Maroc à la Mer Noire vers la Crimée et l'Arménie, et vers l'est à la Mer Caspienne en l'Iran (Jacobs, 1965 ; Fici, 2004 ; Inocenio et al., 2006 ; Romeo et al., 2007).

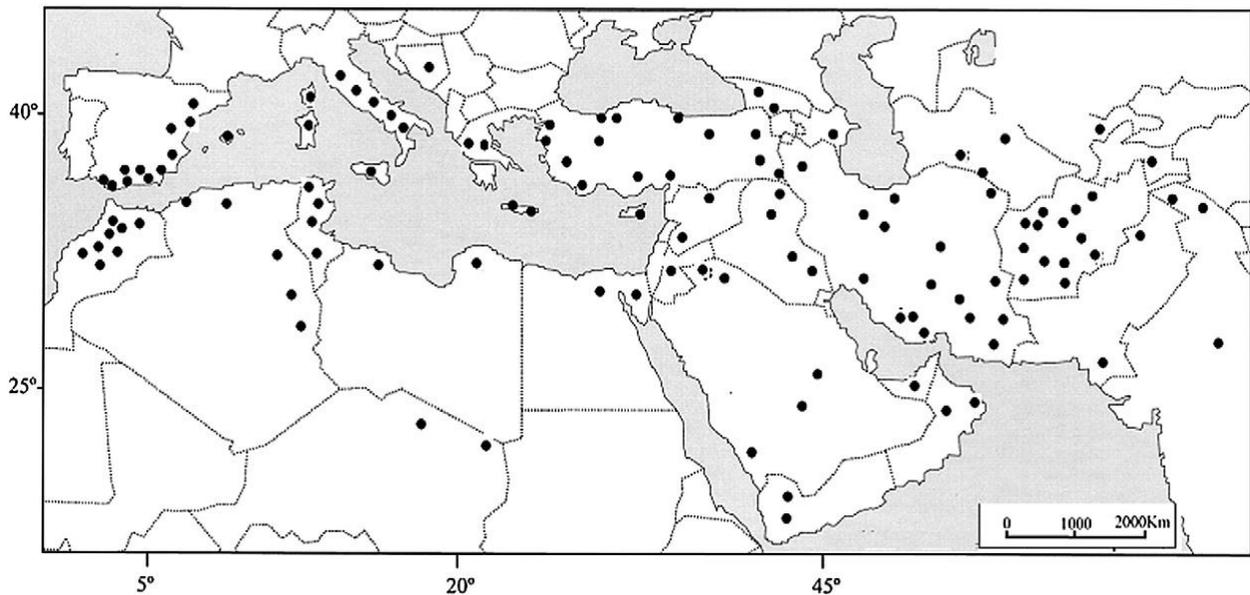


Figure 1. 3. Distribution naturelle du câprier (Inocenio et al., 2006).

I.2.5. Exigences écologiques

Le câprier est adaptée aux sols pauvres, et est répandue sur les roches les montagnes et se développe sur de nombreux types de sol, elle se développe spontanément en fissures et dans les murs (Satyanarayana et al. 2008), sur le sol à pH de 6.1 à 8.5 (Pugnaire et al., 1991 ; Özcan et al., 1998). C'est une plante des climats arides et semi-arides. Les températures moyennes annuelles des zones où il est présent à l'état spontané sont supérieures à 13°C (Duke et Terrel, 1974; Correal et al., 1988). De même, les zones d'Europe où il est cultivé se caractérisent par une pluviosité limitée, d'une valeur de 200 mm dans le sud de l'Espagne, de 457 mm à Pantelleria et de 681 mm à Salina (moyennes décennales). Etant typiquement xérophytes, les plantes développent sans signe manifeste de stress hydrique causé par les longs étés secs méditerranéens, résistant à des températures dépassant largement les 40°C (Barbera, 1991).

I.2.6. Composition chimique

C. spinosa est riche en protéine, lipides, hydrates de carbone, vitamines et minéraux (Ozcan et Fragiska, 2005 ; Yili et *al.*, 2006), ont montré la présence des sucres : glucose, arabinose, mannose et galactose, et également l'existence de lipides; l'acide gras principal était acide linoléique suivi de l'acide oléique(YILI et *al.*,2006).

Les câpres sont l'une des hautes sources flavonoïde comme rutine (ou le rutoside) et quercétine: quercétine-3-rutinosides, quercétine-7-O-glucorhamnoside, kaempférole-3-rutinosides, kaempférole 3-O- rhamnosyl-rutinoside (Inocencio et *al.*, 2000, Bonina et *al.*, 2002 ; Satyanarayana et *al.*, 2008). La partie aérienne de la plante contient aussi des vitamines comme vitamine A et K et des minéraux comme Fer, cuivre, calcium, magnésium et sodium (Tesoriere et *al.*, 2007).

Les alcaloïdes sont aussi présents dans le câprier, ils sont distribués principalement dans les racines et les graines (Panicoa et *al.*, 2005 ; Satyanarayana et *al.*, 2008). La teneur élevée en alcaloïdes a été trouvée dans les racines de la plante où la stachydrine représente 87,43 % des alcaloïdes totaux, trois alcaloïdes spermidines (la capparispine, la capparispine-26-O- β -D-glucoside et la cadadicine 26-O- β -D-glucoside hydrochloride) ont été identifiés dans les racines de la plante (Fu et *al.*, 2008). La cadadicine, un nouvel alcaloïde a été isolé du câprier (Satyanarayana et *al.*, 2008).

I.2.7. Usage de *C. spinosa* en médecine.

C. spinosa fait, depuis très longtemps, l'objet d'un usage médicinal, tant en ce qui concerne l'écorce des racines que les câpres. L'écorce des racines récoltée à la fin de l'été est utilisée en poudre, sous forme d'infusions, de décoctions (1,5 g dans 100 ml d'eau), de Teintures huileuses (10 g macéré pendant 10 Jours dans 100 ml d'huile d'olive), elle a une fonction diurétique, elle stimule les fonctions hépatiques, ainsi elle a des fonctions astringentes et emménagogues. Mêlées à de l'huile d'olive, ou à du lait ou du miel, ou encore à des graisses animales, elle est utilisé pour soigner des blessures ou des abcès ou pour rendre la peau lisse ou veloutée (barbera ,1991).

I.2.8. Effets biologiques de *Capparis spinosa* L.

Récemment, il a été trouvé que le câprier possède des propriétés médicinales et activités antioxydantes (Tlili et al., 2010). Le câprier est doué de plusieurs activités biologiques. Il est connu comme un agent analgésique, antirhumatismale, il est impliqué dans le traitement de la goutte (Panicoa et al., 2005).

L'extrait méthanolique des bourgeons floraux du câprier représente un effet protecteur sur les chondrocytes via leur activité inhibitrice par la production des prostaglandines, sur le monoxyde d'azote et des espèces réactives de l'oxygène qui provoquent la biodégradation du cartilage (Panicoa et al., 2005).

Le câprier possède un effet anti-inflammatoire, du fait que, le capparénole-13 a inhibé considérablement l'œdème de l'oreille des rats induit par la carragénane (Satyanarayana et al., 2008).

L'extrait méthanolique des bourgeons floraux présente aussi un effet antihistaminique et antiallergique (Trombette et al., 2005).

Les substances naturelles extraites du câprier sont également d'importants agents antioxydants. En effet, l'extrait méthanolique des bourgeons floraux cru de la plante a montré une activité antioxydante dans divers modèles *in vitro*, d'où il est suggéré leur utilisation potentielle dans les conditions pathologiques du stress oxydant (Tesoriere et al., 2007). En outre, le même extrait *in vitro*, a montré un grand pouvoir antiradicalaire: une application locale de cet extrait protège la peau contre les érythèmes provoqués par les rayons ultraviolet (Bonina et al., 2002).

L'extrait aqueux de la partie aérienne de la plante est utilisé pour le traitement des douleurs hépatiques (Handa et al., 1986). En effet, cet extrait est largement utilisé pour déterminer l'activité antihépatotoxique de différents constituants de la plante. L'acide benzoïque p-méthyle, isolé de la fraction méthanolique de l'extrait aqueux a montré une activité antihépatotoxique significative (Gadgoli et Mishra, 1999).

L'extrait aqueux de la plante a révélé, *in vivo*, une activité anti-hyperglycémiant sans affecter la concentration sanguine de l'insuline. En effet, l'administration orale de 20 mg/kg de l'extrait aqueux de la plante pendant 14 jours, a produit une diminution significative du taux de glucose sanguin chez les rats diabétiques. Le taux du glucose sanguin a été presque normalisé après 2 semaines d'administration

orale et d'une façon quotidienne. En plus, ce traitement provoque ainsi une diminution du taux plasmatique des triglycérides après 1 à 2 semaines et du cholestérol après 4 à 7 jours (Eddouks et *al.*, 2005 ; Lemhadri et *al.*, 2007).

I.2.9.Valeur nutritionnelle

C.spinosa a une valeur nutritive considérable, les bourgeons floraux sont intensivement utilisés dans le régime alimentaire comme légume, les bourgeons floraux immatures qui ont été imbibés en vinaigre ou conservés en sel granulaire. Ils ont été longtemps utilisés dans les recettes des salades, pâtes, viande, sauces et garnissent pour ajouter une saveur et un arôme épicés piquants à la nourriture. Il a été suggéré que les câpres aient été utilisées ou sont encore utilisées dans le traitement de l'anémie (Ozcan, 2005).

Chapitre II

Généralités sur les métabolites secondaires

II.1. Les composés phénoliques

II.1.1. Définition

Les composés phénoliques sont des métabolites secondaires végétaux. Ils peuvent être définis comme des molécules indirectement essentielles à la vie des plantes (d'où la dénomination de métabolites secondaires) (Zeghad, 2009).

Les composés phénoliques constituent une vaste classe de substances organiques cycliques très variées, d'origine secondaire qui dérive du phénol C_6H_5OH qui est un monohydroxybenzène. Les composés phénoliques sont très répandus dans le règne végétal ; on les rencontre dans les racines, les feuilles, les fruits et l'écorce. La couleur, l'arôme, ou l'astringence des plantes dépendent de la concentration et des transformations des phénols. Les composés phénoliques représentent de 2 à 3% de la matière organique des plantes et dans certains cas jusqu'à 10%. Tous les phénols, à de très rares exceptions (exemple : la lignine), sont des métabolites énergétiques des échanges cellulaires et interviennent activement dans différents processus : photosynthèse, respiration, croissance, résistance aux maladies infectieuses (Rakipov, 1987).

II.1.2. Classification

Les polyphénols sont répartis en plusieurs classes :

- Les acides phénoliques
- Les flavonoïdes
- Les tanins
- Les stilbènes
- Les lignanes et les coumestanes
- Phytoestrogènes
- Les saponines
- Les phytostérols et les phytostanols

Bien qu'ils ne soient pas des polyphénols, on ajoute ordinairement à cette liste les isothiocyanates, qui dérivent de l'hydrolyse des glucosinolates (Dacosta, 2003).

II.1.3. Effets biologiques des composés phénoliques

Les composés phénoliques participent activement aux interactions de la plante avec son environnement en jouant soit le rôle des signaux de reconnaissance entre les plantes symbioses, ou bien lui permettant de résister aux diverses agressions vis-à-vis des organismes pathogènes. Ils participent de manière très efficace à la tolérance des végétaux à des stress variés, donc ces composés jouent un rôle essentiel dans l'équilibre et l'adaptation de la plante au sein de son milieu naturel (Macheix et *al.*, 2005).

Chez l'homme Ces composés montrent des activités anti-carcinogène, anti-inflammatoire, analgésique, antibactérienne, antivirale, anticancéreuse (Babar Ali et *al.*, 2007), vasodilatateur (Falleh et *al.*, 2008) et antioxydant (Gomez-Caravaca et *al.*, 2006).

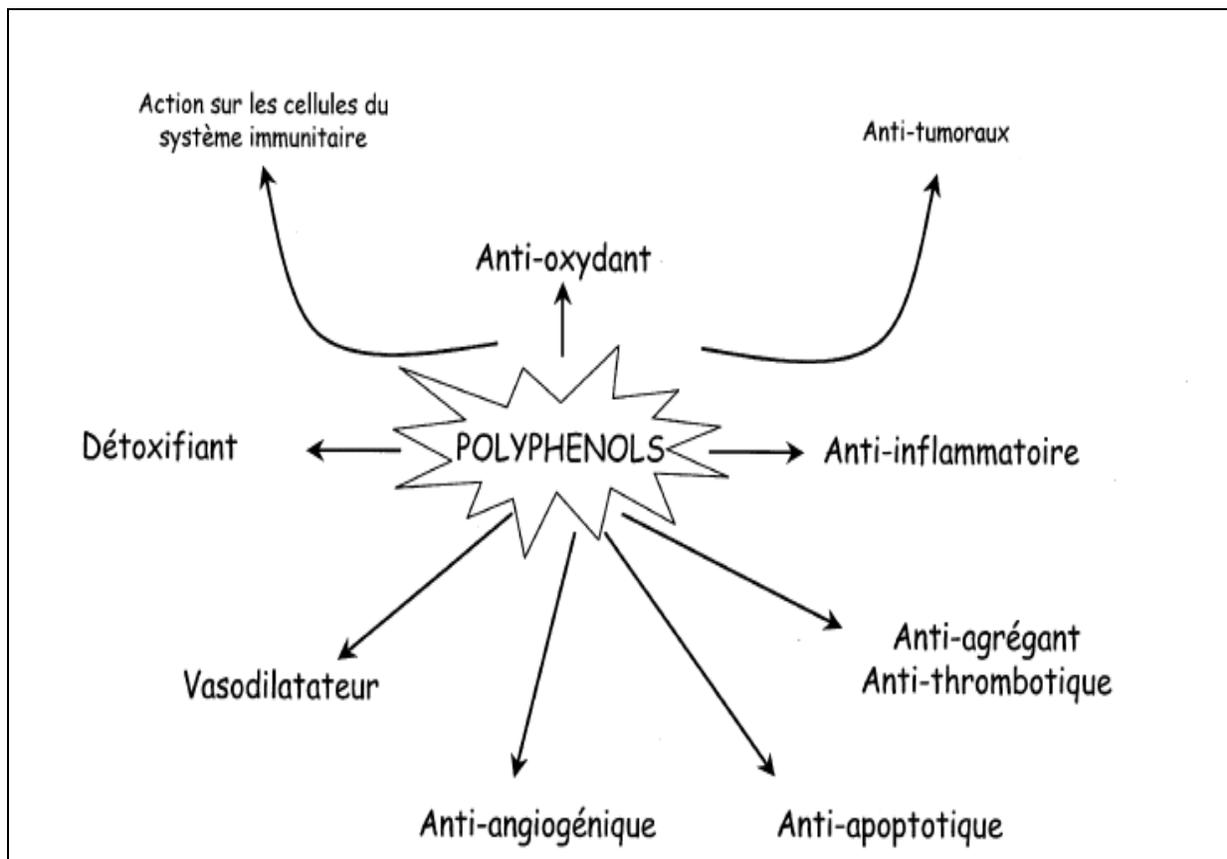


Figure .2. 4. Effets biologiques des polyphénols (Martin et Andriantsitohaina, 2002).

II.1.4. Les flavonoïdes

II.1.4.1. Définition

L'expression du flavonoïde a été introduite en 1952 par Geissman et Hinreiner pour désigner les pigments ayant un squelette ($C_6-C_3-C_6$), provenant du mot latin *favus* qui signifie Jaune (Bouakaz, 2006).

Les flavonoïdes, présents dans la plupart des plantes, sont des pigments polyphénoliques qui contribuent entre autres, à colorer les fleurs et les fruits en jaune ou en blanc. Ils ont un important champ d'action et possèdent de nombreuses vertus médicinales antioxydants, ils sont particulièrement actifs dans le maintien d'une bonne circulation... Certains flavonoïdes ont aussi des propriétés anti-inflammatoire et antivirale. (Iserin, 2001). Occupant une place prépondérante dans le groupe des phénols, les flavonoïdes sont des métabolites secondaires ubiquistes des plantes. On estime qu'environ 2 % du carbone organique photo-synthétisé par les plantes, soit quelques 10^9 tonnes par an, est converti en flavonoïdes (Lhuillier, 2007).

II.1.4.2. Découverte des flavonoïdes

L'intérêt nutritionnel pour les flavonoïdes date de la découverte de la vitamine C à la suite des travaux de Szent Gyorgyi (prix Nobel, 1937) (Marfak, 2003), qui a constaté que les symptômes hémorragiques du scorbut liés à la fragilité ou l'hyperperméabilité des vaisseaux, étaient guéris par des extraits de paprika ou de jus de citron riche en vitamine C et des flavonoïdes. Alors que l'acide ascorbique seul est inefficace. Les analyses chimiques ont montré que la fraction active était de nature flavonoïque. Cette action des flavonoïdes sur la perméabilité vasculaire a été appelée propriété vitaminique p (p étant la première lettre du mot perméabilité) (Marfak, 2003 ; Hadi, 2004).

II.1.4.3. Structure des flavonoïdes

Les flavonoïdes ont tous la même structure chimique de base, ils possèdent un squelette carboné de quinze atomes de carbones constitué de deux cycles aromatiques (A) et (B) qui sont reliés entre eux par une chaîne de C3 en formant ainsi l'hétérocycle (C) (W- Erdman et *al.*, 2007).

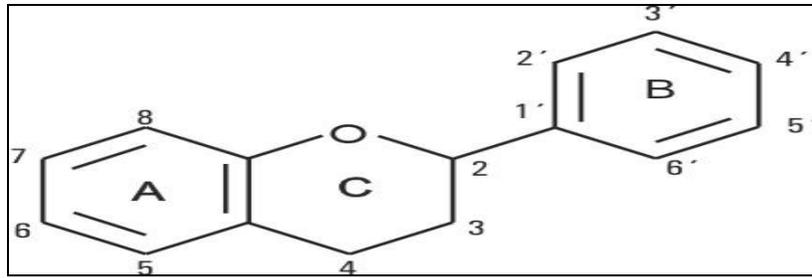


Figure 2.5. Structure de base des flavonoïdes (Dacosta, 2003).

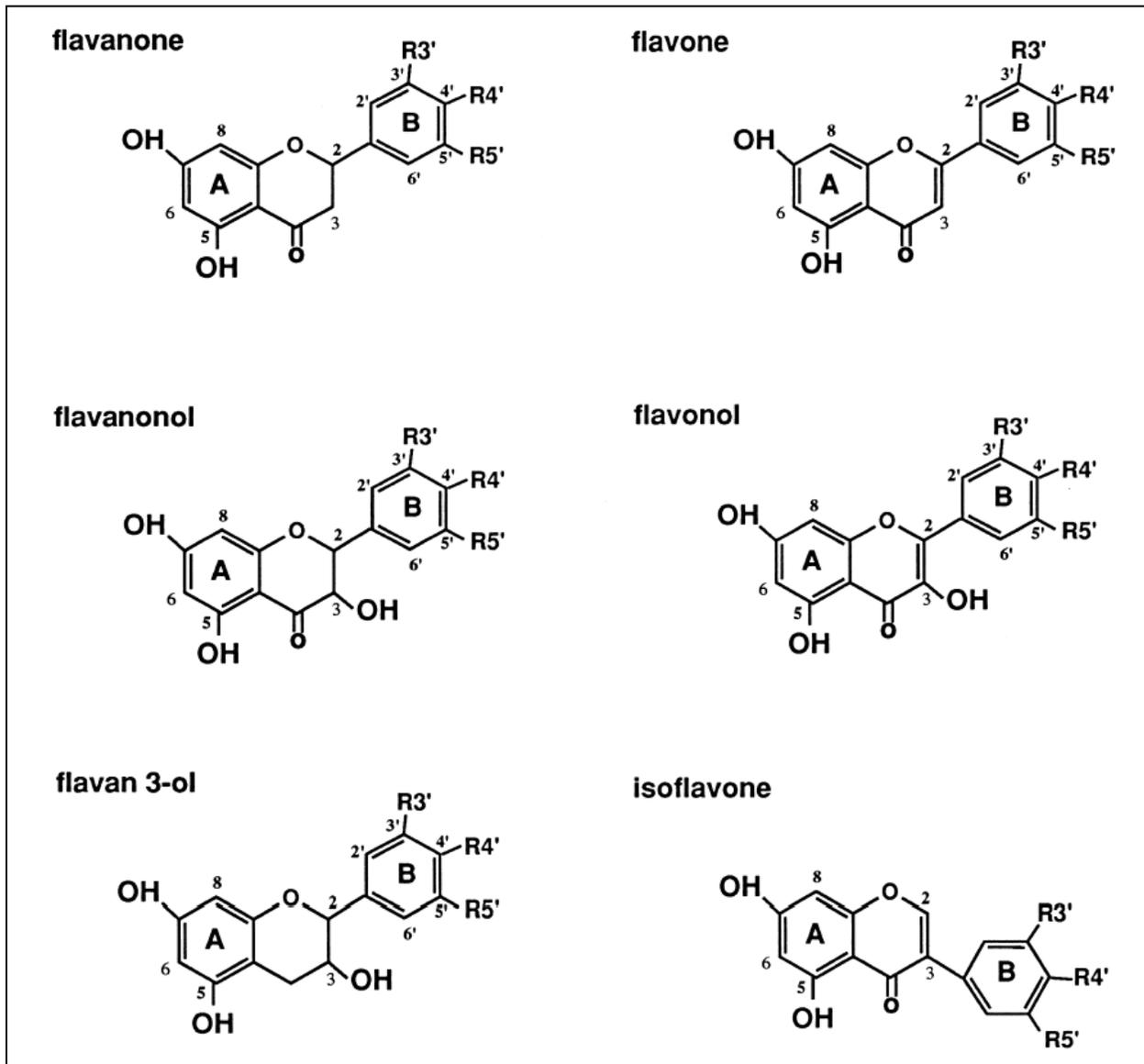


Figure 2.6. Structure des différentes classes des flavonoïdes (Gamet-payrastré et al., 1999).

II.1.5. Les tannins

Les tannins sont des composés phénoliques de haut poids moléculaire utilisés dans l'industrie du cuir, également responsables de l'astringence de certains aliments (Haslam, 1989). Ce sont des polyphénols polaires d'origines végétales (berthod et al. ,1999), ils existent dans presque chaque partie de la plante : écorce, bois, feuilles, fruits et racines (cowan, 1999).

La plupart des propriétés biologiques des tanins sont liées à leur pouvoir de former des complexes avec des macromolécules en particulier avec les protéines. Cette propriété semble être essentielle dans leur activité antivirale. Ainsi, leur association avec les protéines de surface des virus ou des cellules hôtes serait à l'origine de la diminution de la charge virale. De telles activités ont été trouvées vis-à-vis de l'herpès (Takechi et *al.*, 1985).

II.1.5.1. Sources végétales des tannins

Les tanins sont particulièrement abondants chez les conifères (Ghestem et *al.*, 2001). On les trouve dans de nombreuses plantes utilisées dans l'alimentation, notamment les céréales et les légumineuses (orge, haricots secs, petits pois, caroube, sorgho) (Peronny ,2005).

Parmi les fruits riches en tanins sont le cassis, la myrtille, le raisin, la canneberge et la fraise ayant des teneurs maximales observées entre 1,2% et 0,2% du poids frais (Bravo, 1998). Selon (Ghestem, 2001), tous les organes végétaux peuvent en renfermer (racines, écorces, feuilles) mais on note fréquemment une accumulation dans les organes âgés.

II.1.6. Les saponines

Principaux constituants de nombreuses plantes médicinales, les saponines tirent leur nom au fait que, comme le savon, elles produisent de la mousse quand on les plonge dans l'eau. (Iserin et *al.*, 2001).

Les saponines existent sous deux formes, les stéroïdes et les triterpénoïdes. La structure chimique des stéroïdes est similaire à celle de nombreuses hormones humaines (œstrogène, cortisone) (Iserin et *al.*, 2001).

II.2. Alcaloïdes

Ce sont des substances d'origine biologique et le plus souvent végétale (il n'en n'existe que des rares représentants dans le règne animal), éventuellement reproductibles par synthèse azotées de réactions alcalines plus ou moins prononcées et douées, à faible dose, de propriétés pharmacodynamiques marquées. Leurs noms se terminent toujours par «ine». Les alcaloïdes renferment toujours du carbone, de l'hydrogène et de l'azote, et le plus souvent, en plus, de l'oxygène (exceptionnellement quelques alcaloïdes contiennent du soufre) , les alcaloïdes ont des effets biologiques comme antibiotique, antiparasitaire: toxique pour l'hématozoaire du paludisme, antitumorale, ainsi qu'ils ont une action sur la circulation sanguine en améliorant la circulation cérébrale (Messai, 2011).

D'autres alcaloïdes, comme l'atropine, présente dans la belladone (*Atropa belladonna*) ont une action directe sur le corps : activité sédatrice, effets sur les troubles nerveux (maladie de Parkinson) (Iserin , 2001).

II.3. Les huiles essentielles

Ce sont des substances volatiles et odorantes obtenues des végétaux par entraînement à la vapeur d'eau. Les huiles essentielles ont, à toutes époques, occupé une place importante dans la vie quotidienne de l'homme qui les utilisait autant pour se parfumer, aromatiser la nourriture ou même se soigner (El haibe, 2011). Elles se forment dans un grand nombre de plantes comme produits du métabolisme secondaire. Les huiles essentielles sont des mélanges liquides très complexes. Elles ont des propriétés et des modes d'utilisation particuliers et ont donné naissance d'une branche nouvelle de la phytothérapie : l'aromathérapie (Bruneton ,1999).

II.4. Les terpènes

Les terpènes sont des hydrocarbures naturels, de structure cycliques ou chaîne ouverte. Leur particularité structurale la plus importante est la présence dans leur squelette d'unité isoprénique à 5 atomes de carbone (C_5H_8) (Lamarti et *al.*, 1994 et Dudareva et *al.*, 2005). Les terpènes ont des effets contre les bactéries, les mycètes, les virus et les protozoaires (Cowan, 1999).

I.1. Matériel végétale

I.1.1. récolte et conservations de la plante

Le matériel végétal est constitué de fruits matures de l'espèce *Capparis spinosa* récoltés de régions d'Ain Zaàtout wilaya de Biskra (Est d'Algérie) en octobre 2013. Les fruits récoltés ont été nettoyés et séchés à l'ombre à l'abri de la lumière et de l'humidité, et à température ambiante. Après séchage, le matériel végétal a été broyé par un mortier pour obtenir une poudre fine, qui a servi pour la préparation des différents extraits.



Figure .3.7. Les différentes parties de *C. spinosa*



Figure .3.8. Le matériel végétal sec avant broyage

I.2. Extraction

Notre étude a été réalisée au niveau des laboratoires du département des sciences de la Nature et de la vie, l'extraction a été faite par macération dans des solvants à polarité croissante.

I.2.1. Choix des solvants

L'obtention des composés biologiquement actifs de la matière végétale dépend en grande partie du type du solvant utilisé dans le procédé d'extraction. Parmi les facteurs affectant le choix du solvant, il y'a la quantité de composés photochimiques à extraire, la diversité de différents composés extraits, la toxicité du solvant dans le processus d'essai biologique.

I.2.1. Extraction avec des solvants à polarité croissante

Différents types d'extraits ont été préparés selon la méthode de DIALLO et *al.*,(2004) avec modification les solvants utilisée sont éther de pétrole, chloroforme et Méthanol .

19 g de la poudre ont été extrait avec 114 ml d'éther de pétrole et placé sous Agitation pendant 24 heures (1g pour 6 ml). Après filtration sur papier Wattman, le marc était ensuite mis en agitation avec 114 ml de chloroforme pendant 24 heures, puis 114 ml de méthanol Pendant 24 heures aussi, dans les mêmes conditions opératoires.

Les différentes étapes d'extraction sont résumées dans la figure suivante:

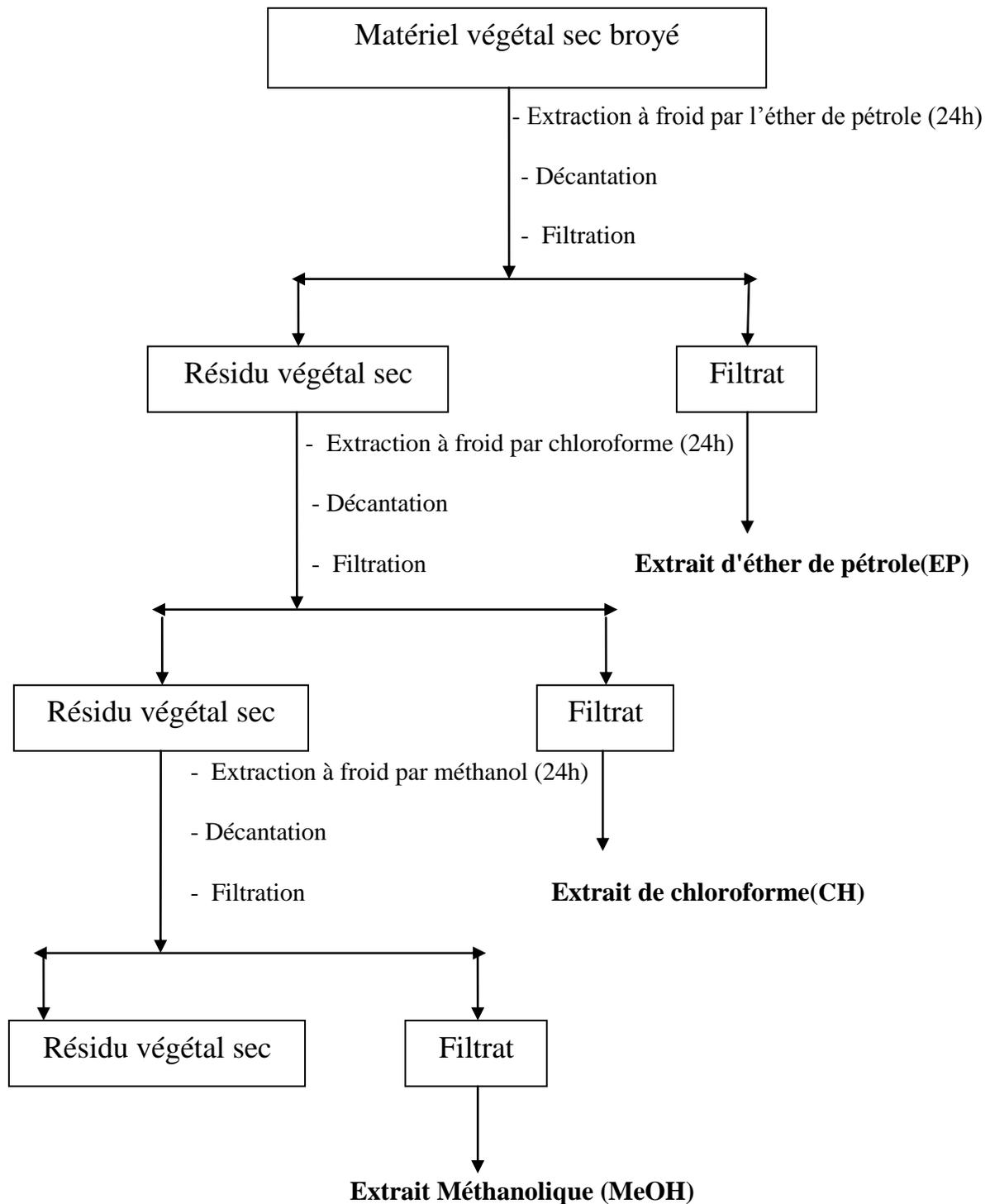


Figure.3. 9. Extraction de poudre des fruits de *C. spinosa* par des solvants à polarité croissante.

II.1. Analyse qualitative de différents extraits des fruits du *Capparis spinosa* L

Les tests préliminaires indiquent la présence ou l'absence des différents métabolites secondaires d'intérêt.

II.1.1. Mise en évidence des flavonoïdes

La détection de la présence des flavonoïdes dans les différents extraits a été faite selon la méthode de PARIS *et al.*, (1969).

Principe:

Pour chaque 2ml de chaque extrait, on a ajouté quelques gouttes d'acide chlorhydrique (HCl) à (1%) et quelques morceaux de magnésium (Mg).

Expression des résultats :

La présence des flavonoïdes dans les 3 extraits est indiquée par le virage de la couleur vers l'orange ou le rouge brique.

II.1.2. Mise en évidence des tanins

La détection de la présence des tanins dans les différents extraits a été faite selon la méthode de TIWARI *et al.*, (2011).

Principe:

On a ajouté 3-4 gouttes de solution de trichlorure de fer ($FeCl_3$) à chaque extrait.

Expression des résultats:

La couleur vire au bleu noire en présence des tanins galliques et au brun verdâtre en présence des tanins catéchiques (DOHOU *et al.*, 2003).

II.1.3. Mise en évidence des saponines

Principe:

0.5 ml de chaque extrait a été ajoutée à 2 ml de l'eau, le mélange a été agité (TIWARI et *al.*, 2011).

Expression des résultats:

Si la mousse produite persiste pendant dix minutes, elle indique la présence des saponines.

II.1.4. Mise en évidence de phytostérols

Principe:

A 1ml d'extrait chloroformique, on a ajouté des gouttes d'anhydride acétique, le mélange a été porté à ébullition et laissé se refroidir

Expression des résultats:

La formation d'un anneau brun à la jonction indique la présence des phytostérols (TIWARI et *al.*, 2011).

II.1.5. Mise en évidence des alcaloïdes

Les alcaloïdes sont mis en évidence grâce aux réactifs généraux de Caractérisation des alcaloïdes, parmi les, le réactif de Dragendorff (réactif à l'iodobismuthate de potassium) (KONKON *et al.*, 2006). et le réactif de Mayer's (Iodure mercurique de potassium) (TIWARI et *al.*, 2011).

Principe:

On a ajouté des gouttes de l'eau acidifié par HCl à 1% à 1ml de chaque extrait puis on a ajouté des gouttes de réactif de Mayer's ou Dragendorff.

Expression des résultats:

Pour le réactif de Mayer, la formation de précipité jaune indique la présence des alcaloïdes.

Avec du réactif de Dragendroff, la formation du précipité rouge indique la présence des alcaloïdes.

II.1.6. Mise en évidence des diterpènes**Principe:**

On a ajouté 3 à 4 gouttes de la solution d'acétate de cuivre à 1 ml de chaque extrait.

Expression des résultats:

L'apparition de couleur verte indique la présence des Diterpènes (TIWARI et al., 2011).

II.1.7. Mise en évidence des protéines**Principe:**

On a mis 1ml de chaque extrait avec 3 à 4 gouttes d'acide nitrique.

Expression des résultats:

L'apparition de couleur jaune indique la présence des protéines.(TIWARI et al., 2011) .

II. 2. Analyse quantitative de différents extraits des fruits du *Capparis spinosa* L.**II.2.1.Dosage des polyphénols**

La teneur en polyphénols totaux est habituellement déterminée avec le Spectrophotomètre en utilisant généralement le réactif de Folin-Ciocalteu, selon la méthode de Singleton et al.,(1999).

Le réactif de Folin-Ciocalteu est formé d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_4$), qui sont réduits lors de l'oxydation des phénols en oxydes bleus de

tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_3), ce qui nous aide à doser les phénols dans le visible à une longueur d'onde de l'ordre 765 nm (.RIBEREAU- GAYON, 1968).

II.2.1.1.Préparation de la gamme d'étalonnage

Une courbe d'étalonnage standard a été obtenue à partir de solutions d'acide gallique (0.2mg/ml) de différentes concentrations (0 - 200 μ g/ml).

Principe:

200 μ l de chaque extrait et du standard ont été additionné à 1ml du réactif de Folin- Ciocalteu (dilué 10 fois dans l'eau distillée). Après incubation pendant 4 minutes, 800 μ l de carbonates de sodium (Na_2CO_3) (75g/l) ont été ajoutées, puis les solutions ont été secouées immédiatement et sont maintenues à l'obscurité pendant 2h à température ambiante. L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 765 nm.

La Préparation des dilutions d'acide gallique a été faite comme suit, et chaque essaie a été réalisé en triple.

Tableau 3. 1. Préparation des dilutions d'acide gallique.

Tube	1	2	3	4	5	6	7	8
Solution mère	0	0.02	0.04	0.08	0.1	0.14	0.18	0.2
Eau distillée	0.2	0.18	0.16	0.12	0.1	0.06	0.02	0
Concentration	0	20	40	80	100	140	180	200

Les différentes dilutions (1, 1/2, 1/4 et 1/8) de différents extrait sont été réalisées à partir des extraits préparés, chaque essaie été réalisé en triple.

Expression des résultats:

Les résultats ont été exprimés en microgrammes d'équivalent d'acide gallique par milligramme de poudre (μg EAG/mg).

II.2.2. Dosage des flavonoïdes

La quantification des flavonoïdes a été effectuée par la méthode de Dowd adaptée par (ARVOUET-GRAND *et al.*, 1994) basée sur la complication des flavonoïdes par l'aluminium en utilisant le trichlorure d'aluminium (AlCl_3) comme réactif dans cette méthode.

La quantification des flavonoïdes a été déterminée en fonction d'une courbe d'étalonnage réalisée par l'étalon standard: quercitrine à des différentes concentrations (0-35 $\mu\text{g}/\text{ml}$)

Principe:

1 ml de chaque extrait et du standard a été additionné à 1ml d' AlCl_3 (2 mg d' AlCl_3 en 100 ml de méthanol). Après l'agitation avec vortex les tubes ont été incubés à l'obscurité pendant 10 min à température ambiante. L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 430 nm.

La Préparation des dilutions de quercétine a été faite comme suit, et chaque essai a été réalisé en triple.

Tableau 2. Préparation des dilutions de quercétine.

Tube	1	2	3	4	5	6	7	8
solution mère	0	0.14	0.28	0.43	0.57	0.71	0.86	1
Eau distillée	1	0.86	0.72	0.57	0.34	0.29	0.14	0
Concentration	0	5	10	15	20	25	30	35

Les différentes dilutions (1, 1/2, 1/4 et 1/8) de différents extraits sont été réalisées à partir des extraits préparés, chaque essai a été réalisé en triple.

Expression des résultats:

Les résultats ont été exprimés en microgrammes d'équivalent de quercétine par milligramme de poudre (μg EAC/mg).

II.1.Extraction

La préparation des extraits à partir des fruits matures du *C. spinosa* a été effectuée selon la méthode de Diallo *et al.*,(2004). Le broyat a été soumise à une extraction par des solvants à polarité croissante afin d'obtenir trois extraits : extrait d'éther de pétrole (Ep), extrait de chloroforme (CH) et extrait méthanolique (MeOH).

L'utilisation d'une extraction par des solvants à polarité différente et dans des Conditions ambiantes permet d'obtenir 3 extraits différents selon le degré de solubilité des molécules bioactives.

Tableau:5 Résultats d'aspect et couleur des extraits du fruit mature de *Capparis spinosa*

extrait	aspect	Couleur
EP	Liquid	Vert Claire
CH	Liquid	Vert foncée
MeoH	Liquid	Marron claire

II.2. Analyse qualitative des extraits du *Capparis spinosa*

II.1. 1.Tests préliminaires

Les résultats des tests photochimiques sont résumés dans le tableau suivant:

Tableau 6 : Résultats des tests préliminaires des différents extraits des fruits *C. spinosa*.

Extrait	Métabolite tasté	Couleur resultant	Résultat
EP	Flavonoïdes	Vert claire	~
CH		Vert foncé	~
MeOH		Rouge brique	+
EP	Tanins	Vert claire	-
CH		Vert foncé	-
MeOH		Marron claire	-

EP	Saponines	Formation de mousse	+
CH		Formation de mousse	+
MeOH		Formation de mousse	+
CH	Phytostérols	Annaux marron	-
EP	Alcaloïdes	précipité rouge brique	+
CH		précipité rouge brique	+
MeOH		précipité rouge brique	+
EP	Diterpènes	Vert	+
CH		Vert	+
MeOH		vert	+
EP	Protéines		+
CH		Jaune	+
MeOH			+

Le symbole (+) montre la présence des métabolites au niveau des extraits, le symbole (-) montre l'absence des métabolites, et le symbole (~) une présence très faible.

Pour notre étude et après ces tests, nous pouvons dire que nos extraits contiennent des flavonoïdes ce qui est en accord avec (Moghaddasian *et al.*, 2012), où ils ont mentionné que le câprier (*Capparis spinosa*) est l'une des plante de forte quantité de flavonoïdes surtout les grains. Aussi la présence des alcaloïdes est en accord avec (Tlili *et al.*, 2010) et avec Moghaddasian *et al.*, (2012). La présence des protéine dans cette plante est aussi rapportée par (Ozcan et Akgul., 1998 ; Tlili *et al.*, 2010).

On a trouvé aussi la présence des saponines qui est en accord avec (fatin, 2012) qui a parlé sur la présence des saponines, mais il y a plusieurs études phytochimique faites sur cette espèce, ne rapporte pas la présence des saponines (Rahmani *et al.*, 2012 ; Iadhari *et al.*, 2013).

La présence de diterpènes dans notre étude ne confirme pas par autres études (Sharifmoghaddasi, 2013).

Le résultat négatif pour les phytostérols et les tanins peut confirmer par l'étude bibliographique qui ne sites pas la présence de ce 2 dernier dans cette espèces (Tlili *et al.*,2010 ; Rahmani *et al.*,2012)

Les extraits polaires montrent une présence des flavonoïdes plus importante que les extraits apolaires, ceci peut être attribué à la différence du degré de polarité des flavonoïdes.

Les tests préliminaires ont révélés la présence des alcaloïdes dans nos échantillons pour les trois extraits. Ces résultats positifs indiquent la richesse du Câprier en alcaloïdes.

II.2.3. Analyse quantitative des extraits du *Capparis spinosa*

II.2.3.1.Dosage des polyphénols

La teneur en polyphénols totaux a été estimée par le réactif de Folin-Ciocalteu selon la méthode de singleton *et al.*,(1999).

La courbe d'étalonnage a été tracée en utilisant comme étalon standard l'acide gallique (de 0 à 200mg/ml). Tous les essais ont été réalisés en triple et la concentration des composés phénoliques totaux était déterminés à partir de droite d'étalonnage ($y = 0.005x + 0.015$, $R^2 = 0.988$) et exprimée en microgramme d'équivalent d'acide gallique par milligramme d'extrait (μg EAG/mg de poudre).

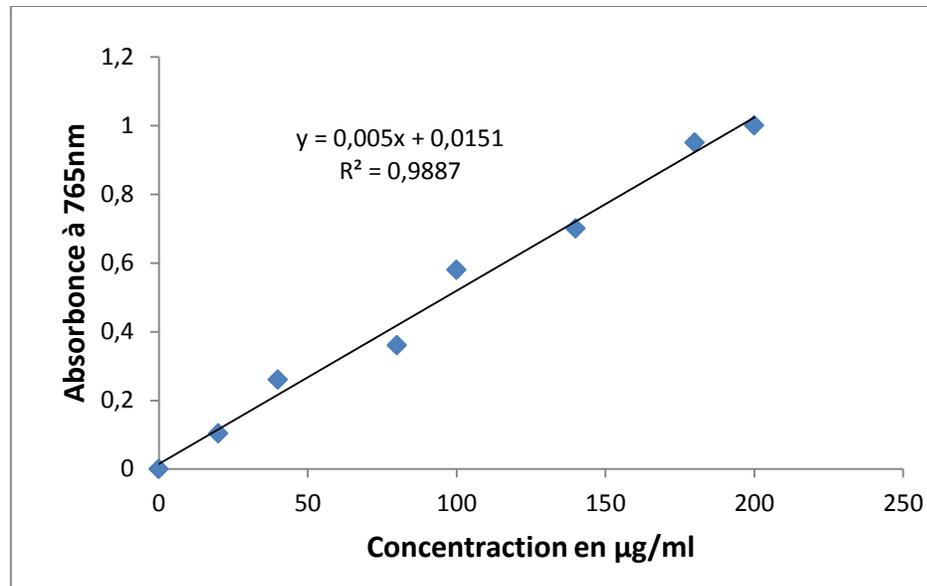


Figure 10 : Droite d'étalonnage d'acide gallique (moyenne \pm SD de trois mesures).

Les résultats de dosage quantitatif des polyphénols totaux des trois extraits sont résumés dans le tableau ci-dessous:

Tableau 7 : Teneur des différents extraits de *Capparis spinosa* en polyphénols totaux

EXTRAIT	Teneur en polyphénolestotaux ($\mu\text{g EAG}/166.67\text{mg}$).
EP	127.00 \pm 3.95
CH	138.06 \pm 0.90
MeOH	165.26 \pm 1.90

II.2.3.2. Dosage des flavonoïdes

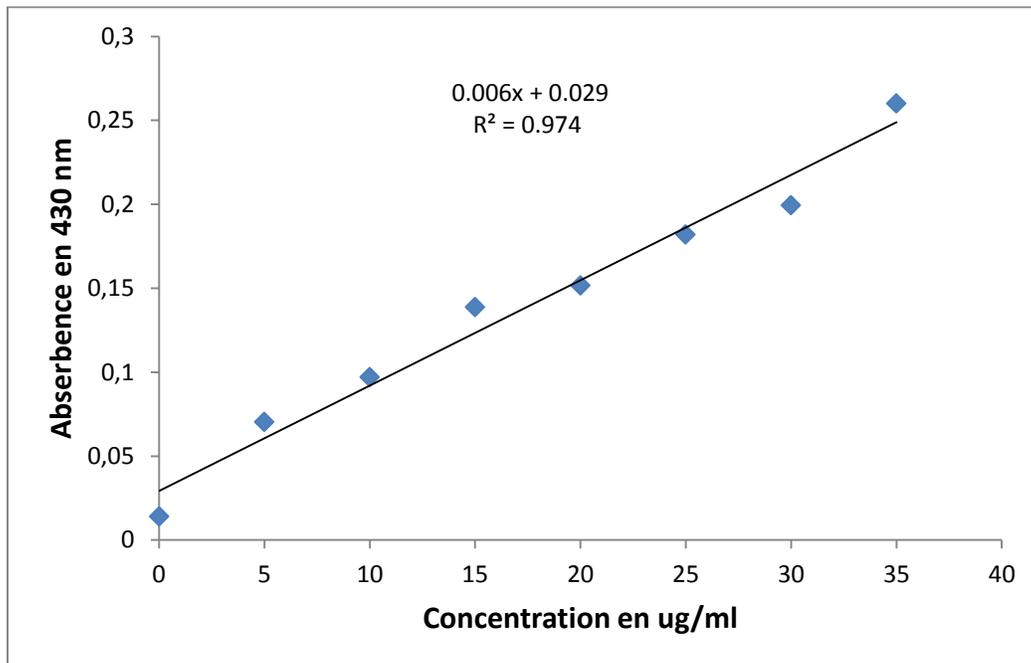


Figure11 : Droite d'étalonnage de quercitrine (moyenne \pm SD de trois mesures).

Le dosage des flavonoïdes a été réalisé avec AlCl_3 , la quercitrine a été employée comme standard selon la méthode de (Dohou et *al*, 2003).

Les essais ont été réalisés en triple et les résultats étaient déterminés à partir de la droite d'étalonnage ($y = 0.006x + 0.029$, $R^2 = 0.974$) et exprimés en microgramme d'équivalent de quercétine par milligramme d'extrait ($\mu\text{gEC}/\text{mg}$ de poudre).

Les résultats de dosage quantitatif des flavonoïdes dans les trois extraits sont résumés dans le tableau ci-dessous:

Tableau11 : Teneur des différents extraits de *Capparis spinosa* en Flavonoïdes

EXTRAIT	Teneur de flavonoïdes totaux ($\mu\text{g EC}/166.67 \text{ mg de poudre}$).
EP	4.99 ± 0.04
CH	5.08 ± 0.6
MeOH	8.84 ± 0.7

Le taux élevé en polyphénols a été révélé dans l'extrait MeOH puis le CH et l'EP et celui en flavonoïdes dans l'extrait MeOH puis les extraits apolaires. D'après les résultats de Meddour et *al.*, (2010), le contenu de polyphénols de l'extrait MeOH des fruits du *C. spinosa* est de $29,0 \pm 0,84 \mu\text{g}/125 \text{ mg de poudre}$ (équivalent d'acide gallique) et de $5.97 \pm 0.42 \mu\text{g}/125 \text{ mg de poudre}$ (équivalent de rutine) pour les flavonoïdes. Nous pouvons dire que nos résultats donnent des valeurs élevées par rapport à ces résultats, cette différence trouve son explication dans les parties étudiées car Meddour et *al.*, (2010) travaillaient sur mélange des bourgeons à fleur, fleurs et fruits immatures, mais nous avons travaillé sur les fruits mûrs qui expliquent la teneur des polyphénols élevée, d'autre part probablement la différence en standard utilisé pour le dosage des polyphénols.

En outre, Bonina et *al.*, (2002) ont également trouvé que l'extrait MeOH est riche en Polyphénols ($65,13 \pm 5,53 \text{ mg/g}$ (milligramme d'équivalent de rutine par gramme d'extrait), valeur élevée par rapport à nos résultats, cette différence trouve son explication dans la différence des parties de la plante étudiée ou la composition phytochimique de la plante elle-même qui est due aux variations environnementales (ils ont travaillé sur les bourgeons à fleurs) et probablement dans la différence en standard utilisé pour le dosage des polyphénols.

Partie expérimentale

Chapitre I

Matérielle et Méthode

Chapitre II

Résultat et discussion

Conclusion

Le but de ce travail est l'étude qualitative et quantitative des polyphénols et des flavonoïdes des fruits matures de *Capparis spinosa* L.

Nous avons préparé des extraits EP, CH, MeOH à partir des fruits matures du *C. spinosa*, les tests qualitatifs effectués sur ces extraits révélant la présence des flavonoïdes, des alcaloïdes, des saponines, des protéines et diterpènes et l'absence des tannins et des phytostérols. Les analyses quantitatives des polyphénols et flavonoïdes réalisés par le dosage par spectrophotomètre ont révélé la richesse d'extrait MeOH, puis CH et EP.

En effet, les résultats obtenus lors de la réalisation de ce travail ne constituent qu'une contribution dans la valorisation de cette espèce, des essais complémentaires seront nécessaires.

En fin, par ce travail nous espérons apporter notre modeste contribution à la valorisation des plantes médicinales Algériennes.

Références bibliographiques

Arvouet-grand a., vennat b., pourrat a., legret p. 1994. Standardisation d'un extrait de propolis et identification des principaux constituants. *Journal Pharmacologie Belg* 49:462-468.

Asolkar Iv., kakhar kk., chakre.1992. Glossary of Indian medicinal plants with active principles. Part 1 (1963- 1983). Publications and information Directorate, New Delhi, India :166-7.

BABA AISSA F. 1999. Encyclopédie des plantes utiles. Flore d'Algérie et du Maghreb in les huiles essentielles, p 10.

BABAR ALI M. J HAHN E.J., PAEK K. Y. 2007. Methyl Jasmonat Acid Induced Oxidative Stress and Accumulation of Phenolics in Panax ginseng Bioreactor Root Suspension Cultures. *Molecules* 12: 607-621.

BARBERA G. 1991. AGRICULTURE Programme de recherche Agrimed Le câprier (Capparis spp.), commission des communautés européennes , Luxembourg.72p

BERTHED A., BILLARDELLO .B ET GEOFFREY S. 1999. Polyphénols in countercurrent chromatography. An example of large-scale separation. *Analisis.EPD sciences, wiley. VCH* 27: 750-757.

BONINA F., PUGLIA C., VENTURA D., AQUINO R., TORTORA S., SACCHI A., SAIJA A., TOMANIO A., PELLEGRINO M.L. ET DE CARPARIS P. 2002. In vitro antioxidant and in vivo photoprotective effects of a lyophilized extract of Capparis spinosa L. buds. *Journal of Cosmetic Science* 53:321-335.

BOUAKAZ, 2006. Etude phytochimique de la plante *Genista Microcephala*. Université de Batna. Mémoire de magister. 126p

BRAVO L (1998). Polyphenols : chemistry dietary sources; metabolism, and nutritional significance. *Nutrition reviews*, 56(11): 317-33

BRUNANTON j. 1999. Pharmacognosie et photochimie, plantes médicinales, 3^{ème} éd., paris Edition médicinales internationales, édition tect et DOC Lavoisier :1120 p.

CHOPRA RN., NAYER SC., CHOPRA 1C. 1996. Glossary of Indian medicinal plants. National Institute of Science and Communication, New Delhi: 49-129.

CORREAL E., SANCHEZ-GOMEZ p., ET AL. 1988. Woody species (trees and shrubs) of multiple value for the arid and semi-arid zones of northern Mediterranean ECC countries. Commission des Communautés Européennes. EUR 11770.

COWAN M.M., 1999. Products as Antimicrobien agents .Clinical Microbiologie reviews d'œnologie. Paris : Édition Dunod : 254.

DACOSTA E. 2003. Les phytonutriments bioactifs. Yves Dacosta (Ed). Paris. 317p.

DECAUX I. 2002. Phytothérapie ; mode d'emploi, Ed : Le Bien Public : pp 6-7.

DEDUIGUE G.1984. Larousse des plantes qui guérissent. Librairie Larousse.

DIALLO D., SANOGO R., YASAMBOU H., TRAORE A., COULIBALY K. ET MAÏGA

2004. Étude des constituants des feuilles de *Ziziphns mauritiana* Lam.(Rhamnaceae), utilisées traditionnellement dans le traitement du diabète au Mali. c. R. Chimie 7 : 1073-1080.

DOHOU N., YAMNI K., TAHROUCH s., IDRISSE HASSANI L. M., BADOUC A. ET GMIRA N. 2003. Screening phytochimique d'une endémique Ibéro-Marocaine, *Thymelaea lythroïdes*. Bull. Soc. Pharm. Bordeaux 142: 61-78.

DUDAREVA N., ANDERSSON S., ORLOVA I., GATTO N. REICHEL M., RODES D., BOLANDE W et GERSHENZON J. 2005. The nomevalonate pathway support both monoterprne and sesquiterpene formation in snapdragon flowers Ed.rodney croteau, Washington State university,pullmane,WA. PNAS1 02 (3): 933-938.

DUKE J. A., TERREL E. E., 1974. Crop diversification matrix: introduction.Taxon 23(5/6):759-

EDDOUKS M., LEMHADRI A., MICHEL J-B. (2005). Hypolipidémie activity of aqueous extract of *Capparis spinosa* L. in normal and diabetic rats. Journal of Ethnopharmacology 98 : 345-350.

ELHAIB A. 2011. Valorisation de terpenes natureles issus de plantes marocaines par transformations catalityiques : école doctorale science de matière (SDM). Thèse du doctorat. Unéverérsité de Toulouse. 195p

FALLEH, H., KSOURI, R., CHAIEB, K., KARRAY-BOURAOUI, N., TRABELSI, N.,

BOULAABA, M., ABDELLY, C. 2008. Phenolic composition of *Cynara cardunculus* L. organs, and their biological activities .C. R. Biologies 331: 372-379.

FARNSWORTH N. R., AKERELE O., BINGEL A. S., SOEJARTO D. D. ET GUO Z. 1986. Places des plantes médicinales dans la thérapeutique. Bulletin de l'organisation mondiale de la santé 64 (2) :159-164.

- FATIN M. 2012.** IN Vitro Evaluation of *Capparis spinosa* against lubricious terrestris (Annelida). Short communication 5 (2): 199-202.
- FICI S. 2004.** Micromorphological observations on leaf and pollen of *Capparis* L. section *Capparis* (*Capparaceae*). Plant Biosyst 138:125-34.
- FRAGISKA M. 2005.** Wild and Cultivated Vegetables. Herbs and Spices in Greek Antiquity Environ Archaeol 10(1):73-82.
- FU XP, WU T., ABDURAHIM M., SU Z., HOU XL., AISA HA., WU H. 2008.** New spermidine alkaloids from *Capparis spinosa* roots. Photochemistry Letters : 59-62.
- GAIND KN., JUNEJA TR. 1969.** Investigations on *Capparis spinosa*. Plants Med 17:95-7.
- GAMET-PAYRASTRE, L., MANENTI, S., GRATACAP, M.P., TULLIEZ, J., CHAP, H., PAYRASTRE, B. 1999.** Flavonoids and the inhibition of PKC and P3^β -kinase. General Pharmacology 32: 279-286.
- GERMANO MP., DE PASQUALE R., D'ANGELO V., CATANIA S., SILVARI , COSTA C. 2002.** Evaluation of extracts and isolated fraction from *Capparis spinosa* L. buds as an antioxidant source. Agr Food Chem 50: 168-71.
- GILLY G. 2005.** Les plantes aromatique et huiles essentielles à Grasse (botanique- culture chimie production et marché, l'harmattan p375.
- Gomez-Caravaca, A.M., Gomez-Romero, M., Arraez-Roman, D., Segura-Carretero, A., Fernandez-Gutierrez, A. (2006).** Advances in the analysis of phenolic compounds in products derived from bees. j Pharmaceutical and Biomédical Analysis. 41: 1220-1234.
- HANDA SS., SHARMA A., CHAKRABORTI KK. 1986.** Natural products and plants as liver protecting drugs. Fitoterapia 57: 307-349.
- Haslam E. (1989).** Plant Polyphenols: Vegetables Tannins Revisited, Cambridge University Press, Cambridge, 32:1-13.3.
- IBN SINA. 1877.** Kitab al-Qanun Tibb. Beirut: Al-Munthanna Library.p 343. (Arabie).
- INOCENCIO C., RIVERA D., ALCARAZ A., TOMAS-BARBERAN FA. (2000).** Flavonoid content of commercial capers (*Capparis spinosa*, *c. sicula* and *c. orientalis*) produced in mediterranean countries. European Food Research Technology 212 :70-74.
- Inocenio c., rivera d., obon mc., alcaraz f., barrena j-a. 2006.** A systematic révision of *Capparis* section *Capparis* (*Capparaceae*). Ann Mo Bot Gar 93:12-29.

- ISERIN P. 2001.** Encyclopédie des plantes médicinales. Ed. Larousse-Bordas Paris, 335p.
- JACOBS M. 1960.** *Capparidaceae*. Flora Malesiana Ser 1, 6(1):61-105.
- JACOBS M. 1965.** The genus *Capparis* (*Çapparaceae*) from the Indus to the Pacific. Blumea 12:385-541.
- JANICK J, PAULL RE. 2006.** The encyclopedia of fruits and nuts. Edited by Janick j, Purdue University, USA, and Paull RE., University of Hawaii at Manoa, USA. 228-23.
- JIANG 1-E, LI X, FERGUSON DK, WANG Y-F, LIU C-J, EI C-S (2007).** The discovery of *Capparis spinosa* L. (Capparidaceae) in the Yanghai Tombs (2800 years b.p.), NW China, and its medicinal implications. Journal of Ethnopharmacology 113 : 409-420.
- KONKON N. G., SIMAGA D., ADJOUNGOUA A. L., N'GUESSAN K. E., ZIRIHI G. N. ET KONE B. D. 2006.** Etude pytochimique de *Mitrgyna inermis* (Wild.) OKTZE (Rubiaceae), plante feuille antidiabétique. Pharm. Méd. Trad. Afr. XIV: 73 - 80.
- LADHARI A., OMEZZINE F., CHAIEB LAARIF A., AND HAOUALA R. 2013.** African journal of agricultural Research 8(42):31,5232-5238.
- LAMARTI A., BADO C., DEFFEEUX G. ET CARDE J.P. 1994.** Biogénèse des monoterpènes. Bull.soc.pharm.bordeaux 133,69-118.
- LEMHADRI A., EDDOUKS M., EPICE T., BURCELIN R. (2007).** Anti-hyperglycaemic and Anti-obesity Effects of *Capparis spinosa* and *Chamaemelum nobile* Aqueous Extracts in HFD Mice. American Journal of Pharmacology and Toxicology 2, 106-110.
- LHUILLIER, A. 2007.** Contribution a l'étude phytochimique de quatre plantes malgaches : *Agauria salicifolia* Hook.fex Oliver, *Agauriapolyphylla* Baker (Ericaceae), Tambourissa
- MACHEIX J J., FLEURIET A. ET JAY-ALLEMAND C. 2005.** Les composés phénoliques des végétaux : un exemple de métabolites secondaires d'importance économique. Ed Presses polytechnologiques et universitaires romandes. p4-5.
- MARTIN S., ANDRIANTSITOHAINA R. (2002)** .Mécanismes de la protection cardiaque et vasculaire des polyphénols au niveau de l'endothélium. Annales de cardiologie e(d'angéiologie. 51: 304-315.
- MEDDOUR A , YAHIA M ,BENKIKI N ,AYACHI A.2011.** étude de l'activité antioxydant et antibactérienne des extraits d'ensembles des parties de la fleur du *Capparis spinosa* L.Lebanese Science Journal 14(1)49-60.

- Messai I. 2011.** étude photochimique d'une plante médicinale de l'est algérien (*Artemisia herba alba*) : Phytochimie. Thèse de doctorat, université Mentouri, Constantine, p21.22
- OGHADDASIAN., BEHNAZ., ASLI E., DAVOOD AND ANOOSH E. 2012.** Caper the Mystique of the recent century. International Journal of Agriculture and Crop Sciences 4 (10): 4-608.
- ZCAN M, AKGUL A. 1998.** Influence of species harvest date and size on composition of capers (*Capparis* spp.) flower buds. Nahrung, 42.
- ZCAN M. 2005.** Mineral composition of different parts of *Capparis ovata* Desf. Growing Wild Turkey. J. Med. Food 8:405-407.
- PANICO AM., CARDILE TV., GARUFI F., PUGLIA c., BONINA F., RONSISVALLE G. 2005.** Protective effect of *Capparis spinosa* on chondrocytes. Life sciences 77 (20) : 2479-2488.
- PERONNY S.** La perception gustative et la consommation des tannins chez le MAKI phytochemistry 24 (10) :2245-2250.
- PUGNAIRE FI, ESTEBAN E.1991.** Nutritional adaptations of caper shrub (*Capparis ovata* Desf) to environmental stress. Plant Nutr 12:61,151.
- Rahmani R., Mahmoodi M., Karimi M., Hoseini F., Heydari R., Salehi M., Yousefi A. 2012.** Effect of hydroalcoholic extract of *Capparis spinosa* fruit on blood sugar and lipid profile of Diabetic and normal Rats. Zahedan journal of Research in Médicale Sciences 15 (11):34-38.
- RAKIPOV N. (1987).** Biochimie des cultures tropicales, Ed: Mir, 151-165.
- RAVEN J.1990.** Plants and Plant Lore in Ancient Greece. Annales Musei Goulandris 8:129-180
- RIBEREAU-GAYON J. ET PEYNAUD E. (1968).** Les composés phénoliques des végétaux. Traité d'oenologie. Paris : Édition Dunod, 254 p.
- RIVERA D, INOCENCIO C, OBON C, ALCARAZ F. 2003.** of food and medicinal uses of *Capparis* L. subgenus *Capparis* (*Capparidaceae*). Econ Bot 57:515-34.
- ROMEO , ZIINO M, GIUFFRIDA D. 2007.** Flavour profile of capers (*Capparis spinosa* L.) from the Eolian Archipelago by HS-SPME/GC-MS. Food Chem 101:1272-8.
- Saadaoui E, Khaldi A, Khouja ML, El Gazzah M. 2009.** Intraspecific variation of *Capparis spinosa* L. in Tunisia. Herbs Spices Med Plants; 15:9-15.‡
- SAADAOU I E, KHALIDI A, KHOUJA ML, EL-GAZZAH M. 2007.** Etude de la variabilité morphologique du iprier (*Capparis* spp.) en Tunisie. Revue des régions arides, p. 523-7.

- SATYANARAYANA T., ANJANA A.M., AND VIJETHA P. (2008).** PHCOG REV.: Plant Review Phytochemical and Pharmacological Review of Some Indian Capparis Species. Pharmacognosy Reviews [Phcog Rev.] -Supplément, 2 (4): 36-45.
- SHARAF M., EL-ANSARI MA., SALEH NAM.(2000).** Quercetin triglycéride from *Capparis spinosa*. Fitoterapia 71, 46-9.
- SHARRIF M M. (2011)** .*Capparis spinosa* L. Propagation and Médicinal uses Advances in Environmental Biology 5(13): 3920-3922.
- SINGLETON V.L, ET ROSSI J. A. (1965).** Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdicphosphotungstic acid reagents. Am J Enol Vitic 16:144-158.
- TESORIERE L., BUTERA D., GENTILE C., LIVERA MA. 2007.** Bioactive components of caper (*Capparis spinosa* L.) from Sicily and antioxidant effects in a red meat simulated gastric digestion. gr Food Chem 55:8465-71.
- Tiwari P., Kumar B., Kaur M., Kaur G., Harleen Kaur.(2010)** . Phytochemical screening and Extraction: international pharmaceutical sciences .;1(1):106-98
- TLILI N, NASRI N, SAADAOU E, KHALDI A, TRIKI S. 2009.** Carotenoid and tocopherol composition of leaves, buds and flowers of *Capparis spinosa* grown wild in Tunisia. J Agric Food Chem ;57:5381-5.
- TLILI N., SAADAOU E., SAKOUHI F., ELFALLEH W., EL GAZZAH M. (2010).** Morphology and chemical composition of Tunisian caper seeds: variability and population profiling. African Journal of Biotechnology. 10(10), pp. 2112-2118
- W -ERDMAN J., BALENTINE J. D., ARAB L., BEECHER G., DWYER J. T., FOLTS J., HARNLY., HOLLMAN J. P., L -KEEN C., MAZZA G., MESSINA M., SCALBERT A., VITA J., WILLIAMSON G. ET BURROWES J. 2007.** Flavonoids and heart health : Proceeding of the ILSI North America flavonoids workshop, Washington. Journal of Nutrition 137 (3) :718 -737.
- WALTERS SM., WEBB DA. 1964. Editors. Flora Europaea, 1. 1 st ed. Cambridge: Cambridge University Press. *Capparis* L. p 259.
- WICHTEL M, ET ANTON R, 1999.** plantes thérapeutique : tradition pratique , officinale, science et thérapeutique. Ed.tech .et Doc.in les huiles essentielles P 10.

YILI A , TAO W, SAGDULLAEV BT, AISA HA, ULCHENKO NT, GLUSHENKOVA AI, ET AL. 2006.Lipids and carbohydrates from *Capparis spinosa* roots. Chem Nat Comp 42:100-1.

ZEGHAD N. 2009 Etude du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales d'intérêt économique (*Thymus vulgaris*, *Rosmarinus officinalis*) et évaluation de leur antibactérienneté. Biotechnologie végétale. Thèse de magistère. Université Mantouri. Costantine. 130p

ZOHARY M. 1960 The species of *Capparis* in the Mediterranean and the near Eastern countries. Bull Res Counc Isr 8:49-64.

Résumé

L'étude phytochimique de l'extrait méthanolique MeOH, l'extrait d'éther de pétrole EP, et l'extrait de chloroforme CH des fruites matures de *C.spinosa* a montré la présence des flavonoïdes, des alcaloïdes, des saponines, des protéines et diterpènes et l'absence des tannins et des phytostérols. Le dosage des polyphénols et des flavonoïdes réalisés par spectrophotomètre ont révélé la richesse de l'extrait MeOH avec des concentrations de $165.26 \pm 1.90 \mu\text{gEAG}/166.67\text{mg}$ de poudre pour les polyphénols, et de $8.84 \pm 0.7 \mu\text{gEC}/166.67\text{mg}$ de poudre pour les flavonoïdes.

Mots clés : *Capparis spinosa* L., Polyphénols, Flavonoïdes, Dosage. l'extrait méthanolique , l'extrait d'éther de pétrole, l'extrait de chloroforme .

Abstract

The phytochemical study of methanolic extract MeOH, petroleum ether extract EP, and chloroform extract CH of mature fruits of *C.spinosa* showed the presence of the flavonoids, alkaloids, saponins, proteins and diterpens and the absence of tannins and phytosterols. The proportioning of the polyphenols and the flavonoids realized by spectrophotometer revealed the richness of MeOH extract with concentration of $165.26 \pm 1.90 \mu\text{gEAG}/166.67 \text{ mg}$ of powder for the polyphenols and of $(8.84 \pm 0.7 \mu\text{gEC}/166.67 \text{ mg of powder})$ for the flavonoids.

Key words: *Capparis spinosa* L., Polyphenols, Flavonoids, Dosage. methanolic extract, petroleum ether extract, chloroform extract

ملخص

بينت دراسة المستخلص الميثانولي ومستخلص ايثر البترول ومستخلص الكلوروفورم لثمار الكبار احتواءها على متعددات الفينول والفلافونيدات والصابونينات والبروتينات و الديتاربان وغياب التانينات و الفيتوستيرول. قياس تركيز متعددات الفينول والفلافونيدات بواسطة جهاز spectrophotomètre بينت غنى المستخلص الميثانولي بمتعددات الفينول بتركيز يعادل $165.26 \pm 1.90 \mu\text{g}$ من حمض الغاليكفي 166.67mg من مسحوق ثمار الكبار وبالفلافونيدات بتركيز يعادل $8.84 \pm 0.7 \mu\text{g}$ من الكارستيني في 166.67mg من مسحوق ثمار الكبار.

الكلمات المفتاحية : الكبار، متعددات الفينول، الفلافونيدات، المعايير، المستخلص الميثانولي، مستخلص ايثر البترول , مستخلص الكلوروفورم