



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique

Université IBN Khaldoun

جامعة ابن خلدون تيارت

Faculté Sciences de la Nature et de la Vie

Département Sciences Agronomique

Thèse présentée en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat LMD sciences du sol

## **Rhizosphère du *Quercus suber* L., : métabolites secondaires et activités biologiques**

Présenté par : HOCEINI-BENTHAHA. Melia

Devant le Jury :

**Président : HASSANI Abdelkrim**

Professeur Univ. IBN Khaldoun Tiaret

**Encadrant : HOUALI Karim**

Professeur Univ. Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou

**Co-encadrant : BOUSSOUM Mohand-Ouidir**

Professeur Univ. IBN Khaldoun Tiaret

**Examinatrice 1 : OULBACHIR Karima**

Professeur Univ. IBN Khaldoun Tiaret

**Examinatrice 2 : BOUCHENAFI Nadia**

Professeur Univ. IBN Khaldoun Tiaret

**Examineur 3 : CHERFOUH Rabia**

MCA Univ. Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou

Année universitaire 2025-2026

## ***Remerciement***

Je tiens avant tout à rendre grâce à ALAH, le Tout-Puissant et le Miséricordieux, qui m'a donné la force, la patience et la sagesse nécessaires pour accomplir ce travail. Sans Sa divine guidance, rien n'aurait été possible.

Ce travail de thèse n'aurait pu aboutir sans le soutien, l'encadrement et l'aide précieuse de nombreuses personnes. Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce projet.

En premier lieu, je souhaite remercier mon directeur de thèse, Mr le professeur HOUALI Karim, pour sa confiance, ses conseils avisés et sa disponibilité tout au long de ces années. Son expertise, sa rigueur scientifique et son soutien indéfectible ont été des moteurs essentiels dans l'accomplissement de ce travail.

Je tiens également à honorer la mémoire de mon premier directeur de thèse, Mme la professeure BOUDIAF-NAITKACI Malika, qui nous a malheureusement quittés trop tôt. Son enthousiasme, sa passion pour la recherche et sa vision ont profondément marqué le début de ce parcours. Bien qu'il ne soit plus là pour voir l'aboutissement de ce travail, son influence et ses enseignements restent gravés dans chaque page de cette thèse. Je lui dédie une partie de ce succès en témoignage de ma reconnaissance et de mon respect.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude au professeur BOUSSOUM Mohand-Ouidir, d'avoir accepté la codirection de cette thèse, pour ses conseils, encouragements et prise en charge.

Je tiens à remercier les membres de jury qui ont accepté d'examiner ce travail :

Je tiens à exprimer toute ma gratitude à monsieur le professeur HASSANI Abdelkrim de l'université IBN KHALDOUN d'avoir accepté de présider le jury et d'examiner ce travail.

Je présente mes vifs remerciements au professeur OULBACIR Karima de l'université IBN KHALDOUN d'avoir accepté de juger cette thèse.

Mes remerciements s'adressent également au professeur BOUCHENAFI de l'université IBN KHALDOUN pour avoir accepté de consacrer son temps à l'évaluation de ce travail.

Au maitre de conférences A, Monsieur CHERFOUH Rabia qui n'a pas hésité à répondre favorablement à notre invitation à participer à l'examen de notre travail et à ces remarques de professionnel du domaine sur ce dernier.

Je remercie chaleureusement le professeur MEKLICH (ENSA), le professeur KADI (UMMTO), madame KADI (UMMTO) et ainsi que la professeur SADOUNE (UMMTO) pour m'avoir accueilli (e) dans leurs laboratoires et m'avoir ainsi offert la possibilité de réaliser une partie de mes expérimentations.

Mes remerciements vont également à Madame KADI et Madame Mestar pour leurs orientations avisées, la Professeure KROCHL.F, la Professeure YAKOUB.S et Madame AMAR- KHOUDJA.N pour leur accompagnement et leurs contributions.

Un grand merci à mes collègues et amis du laboratoire Biochimie appliquée et biotechnologies (LABAB) pour leur soutien et les échanges stimulants qui ont rendu cette aventure scientifique aussi enrichissante.

## ***Dédicace***

À mes chers parents,

Pour votre amour inconditionnel, vos innombrables sacrifices et la confiance inébranlable que vous m'avez toujours accordée. Vous m'avez appris à croire en mes rêves, à persévérer malgré les épreuves, et à me relever avec dignité. Ce chemin parcouru est avant tout le vôtre.

À mes précieux frères (Nasser, Ouramdane et Kamal),

À mes adorables sœurs (Horia, Lynda, Fahima, Sonia et Sabiha),

À ma belle-sœur Malika,

Merci pour votre affection, votre soutien indéfectible et les éclats de rire partagés, qui ont été autant de lumières sur mon parcours.

À mes nièces Djamila, Yani et Celia.

À toi, mon cher époux, merci pour ta patience, ton appui constant, et ta foi silencieuse en mes capacités. Ton soutien a été une ancre dans la tempête,

À mes oncles, tantes, cousins et cousines,

À mes chères amies Yasmine, Chafiaa, Zakia, Nassima, Kayla, Kahina, Katia, Tassaidit.

À mes amis Fasci Massi, Khelef, Fahim, Brahim et Achour.

Merci pour votre bienveillance, votre amitié sincère et votre présence précieuse qui ont accompagné chaque étape de cette aventure.

À toutes celles et ceux, proches ou lointains, qui ont contribué d'une manière ou d'une autre à façonner la personne que je suis devenue,

À la mémoire de mes grands-parents maternels, Ounissa et Amoukrane, de mes grands-parents paternels, Lounis et Djouher, ainsi que de mes beaux-parents, Malika et Mouloud. Que Dieu les accueille dans Son vaste paradis, incha'Allah. Leur souvenir demeure une source de force et d'inspiration

Cette thèse est le reflet de votre amour, de vos encouragements et de votre foi en moi.

Elle vous appartient autant qu'à moi.

**HOCEINI-BENTAH Melia**

## Liste des publications et des communications nationales internationales issues de cette thèse :

- Hoceini-Bentaha, M., Kadi-Bennane, S., Boussoum, M. O., Nabti, E. H., Kadir, N., Mestar-Guechaoui, N., ... & Houali, K. (2025). Seasonal and Edaphic Modulation Influences the Phenolic Contents and Antioxidant Activity in Cork Oak (*Quercus suber* L.): Evidence from the Algerian Mediterranean Forest. *Forests*, 16(6), 906.
- Hoceini M., Mestar N., Messaoudene-Haddar.L, Ait Lounis M., Ben Younes C, Sarni C., Boudiaf Nait Kaci M. Activité Bio-Insecticide Des Feuilles De *Quercus Suber* L. Sur Les Larves D'un Parasite Des Chênaies : Cas D'*Andricus Grossulariae* G.
- Hoceini M., BOUDIAF NAIT KACI M., MESTAR N., SARNI C. Effet saisonnier sur les teneurs en polyphenols totaux des extraits foliaire de *Quercus suber* L. : cas de la futaie d'AIT HAMMAD Tizi Ouzou.

## Résumé

Le chêne-liège (*Quercus suber* L.), espèce méditerranéenne riche en métabolites secondaires, constitue un modèle d'étude pour comprendre les mécanismes d'adaptation aux facteurs abiotiques. Cette recherche a été menée sur deux stations forestières contrastées (littorale et collinéenne) en Kabylie (Nord de l'Algérie). Des échantillons de feuilles, racines et sols rhizosphériques (N1 : 0–15 cm ; N2 : 15–25 cm) ont été collectés en hiver et en été 2019. L'étude a porté sur les polyphénols totaux (PPT), flavonoïdes (FLAV) et tanins totaux (TT), ainsi que leur activité antioxydante (DPPH, FRAP, TAC). Une caractérisation physico-chimique du sol a été réalisée en parallèle. L'approche permet d'évaluer la résilience biochimique de *Q. suber* face aux contraintes environnementales. L'étude met en évidence une variation saisonnière significative ( $p = 0,01$ ) des PPT du sol rhizosphérique, avec des teneurs plus élevées en été, notamment en station collinéenne. L'analyse inter-stations a mis en évidence des différences hautement significatives ( $p < 0,001$ ) entre les concentrations en polyphénols totaux (PPT), tanins totaux (TT) et flavonoïdes (FLAV) dans les tissus végétaux analysés (feuilles, RN1, RN2). La station côtière se distingue par des teneurs hivernales plus élevées en PPT dans les feuilles ( $107,21 \pm 0,13$  mg EAG/ g RS) et les racines (RN1 :  $95,47 \pm 0,78$  mg EAG/ g RS, RN2 :  $158,16 \pm 4,2$  mg EAG/ g RS), ainsi qu'en tanins racinaires. La station collinéenne enregistre les concentrations maximales en été, de PPT ( $60,08 \pm 1,68$  mg EAG/ g RS) et TT ( $39,09 \pm 0,10$  mg EAT/ g RS) sont observées dans les racines superficielles (RN1), tandis que les RN2 accumulent davantage des TT ( $38,32 \pm 0,03$  mg EAT/ g RS) et les feuilles présentent un enrichissement en flavonoïdes ( $18,13 \pm 1,15$  mg EAQ/ g RS). Une influence marquée de la saison sur la spécialisation organo-spécifique a été observée ( $p < 0,05$ ). En zone littorale, les RN2 concentrent les PPT et TT en hiver, alors qu'en été, les feuilles deviennent les principaux sites d'accumulation des PPT. L'accumulation des flavonoïdes varie également selon l'organe et la saison, en hiver, elle prédomine dans les RN1, puis migre vers les RN2 en été. En station collinéenne, les RN2 et RN1 accumulent respectivement FLAV/TT et PPT en hiver, tandis qu'en été, les feuilles deviennent le principal site d'accumulation des PPT/FLAV et les RN1 se distinguent par des TT. L'étude révèle des variations significatives de l'activité antioxydante selon les stations, les saisons et les organes analysés. Les extraits racinaires (RN1, RN2) de la station collinéenne de SACCARDY présentent une activité antioxydante supérieure à celle d'Azouza, indépendamment de la saison. Toutefois, les extraits foliaires d'Azouza montrent une meilleure activité antiradicalaire (DPPH  $IC_{50} = 146,17 \pm 1,87$   $\mu$ g/mL). Une variation saisonnière marquée ( $p = 0,0001$ ) est observée : l'activité antioxydante est maximale

en hiver à Azouza, et en été à SACCARDY. La diminution de l'IC<sub>50</sub> DPPH entre saisons est plus prononcée à SACCARDY (278,76 → 179,37 µg/mL) qu'à Azouza (146,17 → 130,90 µg/mL). L'analyse ANOVA montre une variabilité inter-organe : à Azouza, les feuilles sont les plus actives (DPPH, TAC), suivies des RN2, puis des RN1. En été, le FRAP est plus élevé dans les RN2, tandis qu'en hiver, ce sont également les RN2 qui prédominent. À SACCARDY, les RN1 dominent en été pour les trois tests, alors que les RN2 prennent le relais en hiver. L'analyse en composantes principales (78 % de variance totale, F1 : 52 %, F2 : 26 %) a distingué clairement les saisons (axe F1) et les stations (axe F2). La biosynthèse foliaire de métabolites secondaires est positivement corrélée à la disponibilité en phosphore (P) et l'altitude. En station collinéenne hivernale, une forte corrélation a été observée entre le rapport C/N et l'activité antioxydante foliaire (DPPH, FRAP, TAC) ( $R = 0,71-0,94$ ,  $\alpha = 0,05$ ), ainsi qu'entre les FLAV foliaires et la teneur en argile ( $R = 0,95$ ).

**Mots clé :** écosystème méditerranéen, métabolites secondaires, *Quercus suber* L., le rapport Carbone/Azote (C/N), Phosphore, activité antioxydant

## Summary

The cork oak (*Quercus suber* L.), a Mediterranean species rich in secondary metabolites, serves as a model for investigating adaptation mechanisms to abiotic factors. This study was conducted in two ecologically contrasting forest sites (coastal and hilly) in Kabylie (northern Algeria). Samples of leaves, roots, and rhizospheric soils (N1: 0–15 cm; N2: 15–25 cm) were collected during winter and summer 2019. The investigation focused on total polyphenols (TPP), flavonoids (FLAV), and total tannins (TT), as well as their antioxidant activity (DPPH, FRAP, and TAC assays). A physicochemical characterization of the soil was also performed. This approach aimed to assess the biochemical resilience of *Q. suber* to environmental stressors. The results revealed a significant seasonal variation ( $p = 0.01$ ) in rhizospheric soil TPP content, with higher concentrations recorded in summer, particularly at the hilly site. Inter-site analysis revealed highly significant differences ( $p < 0.001$ ) in the concentrations of total polyphenols (TPP), total tannins (TT), and flavonoids (FLAV) among the plant tissues analyzed (leaves, RN1, RN2). The coastal site was characterized by higher winter levels of TPP in leaves ( $107.21 \pm \text{mg GAE/g DW}$ ) and roots (RN1:  $95.47 \pm 0.78 \text{ mg GAE/g DW}$ ; RN2:  $158.16 \pm 4.2 \text{ mg GAE/g DW}$ ), as well as increased tannin contents in roots. In contrast, the hilly site recorded maximum summer concentrations of TPP ( $60.08 \pm 1.68 \text{ mg GAE/g DW}$ ) and TT ( $39.09 \pm \text{mg CE/g DW}$ ) in the superficial roots (RN1), while RN2 accumulated higher TT levels ( $38.32 \pm 0.03 \text{ mg CE/g DW}$ ), and leaves exhibited elevated flavonoid content ( $18.13 \pm 1.15 \text{ mg QE/g DW}$ ). A marked seasonal influence on organ-specific metabolite distribution was observed ( $p < 0.05$ ). In the coastal zone, RN2 concentrated TPP and TT in winter, whereas in summer, leaves became the primary site of TPP accumulation. Flavonoid distribution also varied by organ and season: in winter, FLAV was predominant in RN1, shifting to RN2 in summer. In the hilly station, RN2 and RN1 respectively accumulated FLAV/TT and TPP during winter, whereas in summer, leaves became the main site of TPP/FLAV accumulation, and RN1 showed the highest TT levels. The study reveals significant variations in antioxidant activity depending on site, season, and plant organ. Root extracts (RN1, RN2) from the hilly site of SACCARDY exhibited consistently higher antioxidant activity compared to those from the coastal forest of Azouza, regardless of season. However, leaf extracts from Azouza demonstrated stronger radical-scavenging capacity (DPPH  $\text{IC}_{50} = 146.17 \pm 1.87 \text{ } \mu\text{g/mL}$ ). A pronounced seasonal variation ( $p = 0.0001$ ) was observed, with antioxidant activity peaking in winter at Azouza and in summer at SACCARDY. The seasonal decrease in DPPH  $\text{IC}_{50}$  was more substantial at SACCARDY.



(278.76 → 179.37 µg/mL) than at Azouza (146.17 → 130.90 µg/mL). ANOVA analysis revealed significant inter-organ variability: at Azouza, leaves exhibited the highest antioxidant activity (DPPH, TAC), followed by RN2 and then RN1. In summer, FRAP activity was greatest in RN2, and remained dominant in RN2 during winter. At SACCARDY, RN1 showed the highest activity across all three assays in summer, whereas RN2 dominated in winter. The principal component analysis (PCA), which explained 78% of the total variance (F1: 52%, F2: 26%), clearly differentiated the seasons along axis F1 and the ecological stations along axis F2. Foliar biosynthesis of secondary metabolites was positively correlated with phosphorus (P) availability and altitude. In the collinean site during winter, a strong correlation was observed between the C/N ratio and foliar antioxidant activity (DPPH, FRAP, TAC) ( $R = 0.71\text{--}0.94$ ,  $\alpha = 0.05$ ), as well as between foliar flavonoid content and soil clay content ( $R = 0.95$ ).

**Keywords:** Mediterranean ecosystem, secondary metabolites, *Quercus suber* L., Carbon/Nitrogen (C/N) ratio, Phosphorus, antioxidant activity.

## ملخص

يُشكل بلوط الفلين (*Quercus suber* L.)، وهو نوع متوسطي غني بالمستقلبات الثانوية، نموذجًا دراسيًا لفهم آليات التكيف مع العوامل غير الحيوية. أُجري هذا البحث في موقعين غابات متباينين (ساحلي وجبلي) في منطقة القبائل (شمال الجزائر). جُمعت عينات من الأوراق والجذور وتربة منطقة الجذور (N1: 0-15 سم؛ N2: 15-25 سم) في شتاء وصيف عام 2019. ركزت الدراسة على إجمالي البوليفينولات (TPP)، والفلافونويدات (FLAV)، وإجمالي العفص (TT)، بالإضافة إلى نشاطها المضاد للأكسدة (DPPH، FRAP، TAC). أُجريت توصيفات فيزيائية وكيميائية للتربة بالتوازي. يسمح لنا هذا النهج بتقييم المرونة الكيميائية الحيوية لبلوط الفلين في مواجهة الضغوط البيئية. تُبرز الدراسة تباينًا موسميًا كبيرًا ( $p = 0.01$ ) في إجمالي البوليفينولات في منطقة الجذور، مع ارتفاع مستوياتها في الصيف، وخاصة في المنطقة الجبلية. أظهر تحليل المحطات فروقًا معنوية عالية ( $p < 0.001$ ) بين تركيزات البوليفينولات الكلية (PPT) والعفص الكلي (TT) والفلافونويدات (FLAV) في أنسجة النباتات المُحللة (الأوراق، RN1، RN2). وتتميز المحطة الساحلية بمستويات أعلى من PPT في الأوراق ( $0.13 \pm 107.21$  ملغ EAG/غ RS) والجذور (RN1:  $0.78 \pm 95.47$  ملغ EAG/غ؛ RN2:  $4.2 \pm 158.16$  ملغ EAG/غ RS)، بالإضافة إلى تركيزات ثانويات الجذور. سجلت محطة التل أقصى تركيزات في الصيف من PPT ( $1.68 \pm 60.08$  ملغ EAG/غ RS) و TT ( $0.10 \pm 39.09$  ملغ EAT/غ RS) لوحظت في الجذور السطحية (RN1)، بينما تراكت RN2 المزيد من TT ( $0.03 \pm 38.32$  ملغ EAT/غ RS) وأظهرت الأوراق إثراءً بالفلافونويدات ( $1.15 \pm 18.13$  ملغ EAQ/غ RS). لوحظ تأثير ملحوظ للموسم على التخصص العضوي المحدد ( $p < 0.05$ ). في المنطقة الساحلية، يركز RN2 و PPT و TT في الشتاء، بينما في الصيف، أصبحت الأوراق المواقع الرئيسية لتراكم PPT. يختلف تراكم الفلافونويد أيضًا وفقًا للعضو والموسم؛ في الشتاء، يسود في RN1، ثم ينتقل إلى RN2 في الصيف. في محطة التل، يتراكم FLAV/TT و PPT في RN2 على التوالي في الشتاء، بينما في الصيف، تصبح الأوراق الموقع الرئيسي لتراكم PPT/FLAV، ويتميز RN1 بـ TT. تكشف الدراسة عن اختلافات كبيرة في نشاط مضادات الأكسدة وفقًا للمحطات والفصول والأعضاء التي تم تحليلها. تُظهر مستخلصات الجذور (RN1 و RN2) من محطة تلال ساكاردى نشاطًا مضادًا للأكسدة أعلى من مستخلص أزوزا، بغض النظر عن الموسم. ومع ذلك، تُظهر مستخلصات أوراق أزوزا نشاطًا مضادًا للجذور الحرة أفضل DPPH ( $IC_{50} = 146.17 \pm 1.87$  ميكروغرام/مل). لوحظ تباين موسمي ملحوظ ( $p = 0.0001$ ): حيث يبلغ نشاط مضادات الأكسدة ذروته في الشتاء في أزوزا، وفي الصيف في ساكاردى. كان الانخفاض في DPPH  $IC_{50}$  بين المواسم أكثر وضوحًا في ساكاردى ( $179.37 \rightarrow 278.76$  ميكروغرام/مل) منه في أزوزا ( $130.90 \rightarrow 146.17$  ميكروغرام/مل). يُظهر تحليل ANOVA تباينًا بين الأعضاء: في أزوزا، تكون الأوراق هي الأكثر نشاطًا (TAC، DPPH)، تليها RN2، ثم RN1. في الصيف، يكون FRAP أعلى في RN2، بينما في الشتاء، يهيمن RN2 أيضًا. في ساكاردى، يهيمن RN1 في الصيف لجميع الاختبارات الثلاثة، بينما يتولى RN2 زمام الأمور في الشتاء. ميز تحليل المكونات الرئيسية (التباين الكلي 78٪،  $F1: 52\%$ ،  $F2: 26\%$ ) بوضوح بين المواسم (محور F1) والمحطات (محور F2). ارتبط التخليق الحيوي للأوراق للمستقلبات الثانوية ارتباطًا إيجابيًا بتوافر الفوسفور (P) والارتفاع. وفي محطات التلال الشتوية، لوحظ وجود ارتباط قوي بين نسبة C/N ونشاط مضادات الأكسدة الورقية (DPPH، FRAP، TAC) ( $R = 0.71-0.94$ ،  $\alpha = 0.05$ )، وكذلك بين FLAV الورقية ومحتوى الطين (R = 0.95).

**الكلمات المفتاحية:** النظام الإيكولوجي للبحر الأبيض المتوسط، المستقلبات الثانوية، *Quercus suber* L. ، نسبة الكربون/النيتروجين (C/N) ، الفوسفور، النشاط المضاد لأوكسدة

## Liste des figures

<b>Figure.1</b> Répartition du chêne-liège dans le monde .....	4
<b>Figure. 2</b> Répartition spatiale du chêne liège en Algérie .....	5
<b>Figure.3</b> Aspect de l'arbre du chêne liège ( <i>Q. suber</i> ) .....	6
<b>Figure.4</b> La formule développée du phénol.....	16
<b>Figure.5</b> Squelette de base des flavonoïdes .....	17
<b>Figure.6</b> Structures de base des principaux flavonoïdes .....	18
<b>Figure.7</b> Les structures de phloroglucinol (a) Phlorotanin tétramérique (b) .....	19
Les tanins hydrolysables sont des métabolites secondaires végétaux qui sont considérés comme des combinaisons phénoliques (Fig.8). Ils suscitent l'intérêt ces dernières années en raison de leur activité biologique.....	19
<b>Figure.8</b> Structure chimique de tanins hydrolysables de la noix.....	20
<b>Figure.9</b> Structure de tanin condensé. ....	20
<b>Figure.10</b> Impact des stress biotiques et abiotiques sur les plantes et mécanismes de défense associés.....	24
<b>Figure.11</b> Réponses des plantes au stress de la sécheresse .....	26
<b>Figure 12.</b> Différentes caractéristiques structurelles associées à l'activité antioxydant. ....	30
<b>Figure 13</b> Mécanisme d'action des antioxydants phénoliques.....	30
<b>Figure 14</b> réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH. ....	31
<b>Figure 15</b> Mécanisme réactionnel intervenant lors du test FRAP entre le complexe ferricyanide ferrique Fe (III) et un antioxydant (AH). ....	32
<b>Figure.16</b> Facteurs influençant sur la rhizosphère.....	34
<b>Figure. 17</b> Constituants des exsudats racinaires et leurs fonctions dans la rhizosphère.....	40
<b>Figure.18</b> Interactions possibles au sein du phytobiome entre la plante, le stress abiotique, les microbes clés et les communautés microbiennes .....	44
<b>Figure.19</b> Communication chimique souterraine des plantes avec d'autres organismes.....	46
<b>Figure.20</b> Mécanismes augmentant la disponibilité de l'azote dans la rhizosphère pour les plantes légumineuses et non légumineuses. ....	48
<b>Figure.21</b> Carte de localisation des zones d'études (QGIS 3.10.10).....	51
<b>Figure.22</b> Aspect physionomique du peuplement de chêne liège dans le site AIT HAMMAD .....	53
<b>Figure.23</b> Les espèces composant le cortège floristique sylvatique de chêne liège ( <b>A</b> : <i>Cytisus triflorus</i> , <b>B</b> : <i>Rubus ulmifolius</i> , <b>C</b> : <i>Crataegus monogyna</i> ) .....	54

<b>Figure.24</b> Espèces témoins de l'état dégradé du site. <b>A</b> : <i>Asphodelus microcarpus</i> <b>B</b> : <i>Ampelodesmos mauritanicus</i> .....	55
<b>Figure.25</b> Les champignons accompagnant le cortège floristique de chêne liège ( <b>A</b> : <i>Armillaria tabescens</i> , <b>B</b> : <i>Armillaria mellea</i> , <b>C</b> : <i>Macroleprota procera</i> ).....	55
<b>Figure 26</b> Aspect physionomique du peuplement de chêne liège dans le site SACCARDY..	56
<b>Figure 27</b> Echantillonnage du sol rhizosphérique de <i>Q. suber</i> et leur conditionnement. (HOCEINI, 2019).....	58
<b>Figure 28</b> Echantillonnage des feuilles et des racines <i>Q. suber</i> et leur conditionnement .....	59
<b>Figure 29</b> Teneurs en polyphénols totaux du sol rhizosphérique du <i>Q. suber</i> de deux profondeurs dans les deux stations côtière (AIT HAMMAD) et collinéenne (SACCARDY). (SRN1 : 0-15cm, N2 : 15-25cm).....	68
<b>Figure 30</b> Teneurs en polyphénols totaux (PPT), flavonoïdes totaux (FLV) et tanins totaux (TT), des racines de <i>Q. suber</i> de deux site Côtière (AIT HAMMAD), Collinéenne (SACCARDY), Algérie (N1 : profondeur de 0-15cm, N2 : profondeur 15-25cm,) pendant les deux saisons étudiées. ....	71
<b>Figure 31</b> Teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et tanins totaux, des feuilles de <i>Q. suber</i> dans deux site Côtier et Collinéen, Algérie. ....	74
<b>Figure.32</b> Les valeurs d'IC <sub>50</sub> pour les trois tests DPPH, FRAP et TAC et des racines de <i>Q. suber</i> , N1 : prélevées de la profondeur 0-15cm ; N2 : prélevées de la profondeur 15-25cm, pendant la saison hivernale et estivale, dans deux stations : côtière de la forêt de Zekri et collinéenne de la forêt Beni Ghobri, Algérie et de l'acide ascorbique.....	81
<b>Figure.33</b> Les valeurs d'IC <sub>50</sub> pour les trois tests DPPH, FRAP et TAC et des feuilles de <i>Q. suber</i> au cours de deux saisons étudiées (hiver et été) dans les deux stations : côtière de la forêt de Zekri et collinéenne de la forêt Beni Ghobri, Algérie et de l'acide ascorbique. ....	85
<b>Figure.34</b> Comparaison de l'activité antioxydante (DPPH, FRAP et TAC) selon les organes étudiés dans les deux forêts étudiées, Azouza et Beni-Ghobri. ....	87
<b>Figure.35</b> Plan factoriel principal F1 x F2 de l'ACP : a) Les variables ; b) Les variables étudiées (métabolites secondaire, activités antioxydantes et les caractéristiques édaphiques) et les facteurs (saison et profondeur).....	89

## Liste des tableaux

<b>Tableau.1</b> Les coordonnées des deux zones d'études.....	52
<b>Tableau.2</b> Données climatologiques des stations d'étude.....	57
<b>Tableau 3</b> Paramètres physiques des sols rhizosphériques .....	64
<b>Tableau 4</b> Paramètres chimiques des sols rhizosphériques.....	66
<b>Tableau 5</b> Teneurs des composés phénoliques (PPT, TT et FLAV) .....	70
<b>Tableau 6</b> Variation intra-organes des contenus en composés phénoliques (PPT, TT et FLAV) (N1 : la profondeur de 0-15cm, N2 la profondeur 15-25cm).....	77
<b>Tableau 7</b> Variation inter-station de l'activité antioxydantes pour les trois tests (DPPH, FRAP, TAC) dans les extraits racinaires (N1 et N2) et foliaires de <i>Q. suber</i> .....	79
<b>Tableau 8</b> Matrice de corrélation de Pearson .....	91

## Liste des abréviations

ERO : espèces réactives de l'oxygène.

*Q. suber* : *Quercus suber* L.

Fig : Figure

APCOR : Associação Portuguesa da Cortiça

ha : hectare

D.G.F : Direction général des forêts

CO<sub>2</sub> : Dioxyde de carbone

pH : potentiel Hydrogène

m : mètre

°C : degré Celsius

mm : millimètre

EcM : Ectomycorhizes

FAO : Food and Agriculture Organization

ADN : Acide Désoxyribonucléique

NAD : Nicotinamide Adénine Dinucléotide

Da : Dalton

TC : tanins condensés

TH : tannins hydrolysables

Eqt : équation

ATP : Adénosine triphosphate

CMA : Champignons mycorhiziens arbusculaires

PGPR: Plant Growth-Promoting Rhizobacteria

AIA: Acide Indole-3-Acétique

ABA : Acide abscissique

ACC : 1-aminocyclopropane-1-carboxylique.

HPAE : Hiver, Printemps, Automne et Eté

Tab : Tableau

Pass : phosphore assimilable

ppm : parties par million

CE : conductivité électrique

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  : Carbonate de sodium

$\text{CH}_3\text{COOK}$  : acétate de potassium

$\text{AlCl}_3$  : chlorure d'aluminium

mg EAG /g RS : milligramme équivalent d'acide gallique/ gramme de résidu sec

mg EAT /g RS : milligramme équivalent d'acide tannique/ gramme de résidu sec

mg EQ /g RS : milligramme équivalent de Quercétines/ gramme de résidu sec

DPPH : diphényl-picryl-hydrazyl

TCA : acide trichloracétique.

ml : millilitre

$\text{FeCl}_3$  : trichlorure de fer

$\text{Na}_2\text{HPO}_4$  : hydrogénophosphate de sodium

$\text{H}_2\text{SO}_4$  : acide sulfurique



## Table des matières

Introduction .....	1
<b>Chapitre I Synthèse bibliographique</b>	
<b>I. Présentation de <i>Quercus suber</i> L.....</b>	<b>4</b>
<b>I.1 Importance socio-économique de <i>Q. suber</i> .....</b>	<b>6</b>
<b>I.2 Rôle écologique de <i>Q. suber</i> .....</b>	<b>7</b>
<b>I.3 Rôle biologique du <i>Q. suber</i> .....</b>	<b>8</b>
<b>I.4 Effet thérapeutique du <i>Q. suber</i> .....</b>	<b>8</b>
<b>I.5 Exigences de <i>Quercus suber</i> L. ....</b>	<b>9</b>
<b>I.6 Déclin de chêne liège.....</b>	<b>12</b>
<b>II. Métabolites secondaires .....</b>	<b>14</b>
<b>II.1 Définition.....</b>	<b>14</b>
<b>II.2 Différentes classes des composés phénoliques étudiées .....</b>	<b>15</b>
<b>II.2.1 Polyphénols .....</b>	<b>15</b>
<b>II.2.2 Flavonoïdes.....</b>	<b>16</b>
<b>II.2.3 Tanins .....</b>	<b>18</b>
<b>II.3 Rôles et activités biologiques des composés phénoliques .....</b>	<b>21</b>
<b>II.3.1 Rôles des flavonoïdes .....</b>	<b>21</b>
<b>II.3.2 Rôles des tanins.....</b>	<b>22</b>
<b>II.4 Composition phytochimiques et activités biologiques des extraits de <i>Q. suber</i>.....</b>	<b>22</b>
<b>II.5 Facteurs responsables du stress oxydatif et la production des métabolites secondaires de la plante .....</b>	<b>23</b>
<b>II.5.1 Facteurs abiotiques.....</b>	<b>24</b>
<b>II.5.2 Facteurs biotiques.....</b>	<b>28</b>
<b>II.6 L'activité antioxydante des polyphénols .....</b>	<b>29</b>
<b>II.6.1 Les mécanismes d'action antioxydants des polyphénols.....</b>	<b>30</b>
<b>II.7 Méthodes d'évaluation in vitro des capacités antioxydantes .....</b>	<b>31</b>
<b>II.7.1 Test du DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl).....</b>	<b>31</b>
<b>II.7.2 Test du phosphomolybdate ou de la capacité antioxydante totale (TAC) .....</b>	<b>32</b>
<b>II.7.3 Test de réduction du fer (FRAP).....</b>	<b>32</b>
<b>III. Interface sol-racine (Rhizosphère) .....</b>	<b>32</b>

III.1	Rhizosphère comme zone dynamique des exsudats racinaires.....	33
III.1.1	Sol.....	34
III.1.2	Interaction plante-racine .....	39
III.1.3	Microbiome du sol .....	43
<b>Chapitre II Matériels et méthodes</b>		
I.	Présentation des sites d'étude .....	51
I.1	Les situations géographiques.....	51
I.2	Choix des sites d'étude .....	52
I.3	Description des sites d'étude.....	52
I.3.1	Site AIT HAMMAD .....	52
I.3.2	Site SACCARDY .....	56
I.4	Climat .....	56
I.5	Sol.....	57
II.	Echantillonnage .....	57
III.	Analyses du sol rhizosphérique .....	59
III.1	Cartérisation des paramètres physiques et chimiques du sol rhizosphérique .....	59
III.2	Préparation des extraits.....	60
III.3	Dosage de la teneur en polyphénols totaux (PPT) .....	60
IV.	Analyses du matériel végétal .....	60
IV.1	Préparation des extraits végétaux.....	60
IV.2	Caractérisation phytochimique.....	61
IV.2.1	Teneur en polyphénols totaux .....	61
IV.2.2	Teneur en tanins totaux .....	61
IV.2.3	Teneur en flavonoïdes totaux .....	61
IV.3	Propriétés antioxydantes.....	62
IV.3.1	Teste du DPPH (diphényl-picryl-hydrazyl) .....	62
IV.3.2	Evaluation du pouvoir réducteur (FRAP).....	62
IV.3.3	Test de phosphomolybdate ou de la Capacité antioxydante totale (TAC) .....	63
V.	Analyses statistiques.....	63
<b>Chapitre III Résultats et discussion</b>		
I.	Résultats et discussion.....	64
I.1	Au niveau du sol rhizosphérique.....	64
I.1.1	Caractéristiques physiques.....	64
I.1.2	Caractéristiques chimiques.....	65
I.1.3	Teneur en polyphénols des sols rhizosphériques étudiés .....	68

<b>I.2</b>	<b>Détermination des polyphénols, flavonoïdes et tannins totaux .....</b>	<b>69</b>
<b>I.2.1</b>	<b>Variation inter-stations .....</b>	<b>69</b>
<b>I.2.2</b>	<b>Variation saisonnière.....</b>	<b>70</b>
<b>I.2.3</b>	<b>Variation intra-organes.....</b>	<b>77</b>
<b>I.3</b>	<b>Activité antioxydante .....</b>	<b>78</b>
<b>I.3.1</b>	<b>Variation inter-stationnelle.....</b>	<b>79</b>
<b>I.3.2</b>	<b>Variation saisonnière.....</b>	<b>80</b>
<b>I.3.3</b>	<b>Variation intra-organes.....</b>	<b>86</b>
<b>I.4</b>	<b>Effet des caractéristiques du sol sur les métabolites secondaires de <i>Q. suber</i> .....</b>	<b>88</b>
	<b>Conclusion.....</b>	<b>95</b>
	<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>96</b>

# Introduction

### Introduction

Le bassin méditerranéen, reconnu comme l'un des 34 hotspots mondiaux de biodiversité (Myers et *al.*, 2000), constitue un système écologique particulièrement vulnérable aux changements climatiques (Ochoa-Hueso et *al.*, 2017). Ces dernières décennies, l'augmentation de la fréquence et de l'intensité des événements climatiques extrêmes a engendré des perturbations majeures dans les écosystèmes forestiers (Masson-Delmotte et *al.*, 2021; Soheili et *al.*, 2023). Ces bouleversements entraînent des perturbations écologiques (perte de biodiversité, dégradation des sols) et socio-économiques (baisse de productivité agricole et forestière) (Martínez-Vilmoth, 2021).

Les plantes sont soumises à une multitude de facteurs abiotiques, tels que la température, l'humidité du sol, la salinité, ou encore la disponibilité en nutriments qui influencent fortement leur croissance, leur physiologie et leurs mécanismes de défense. Cependant, lorsque la production d'espèces réactives de l'oxygène (ERO) dépasse les capacités antioxydantes des cellules, un stress oxydatif s'installe, perturbant l'homéostasie cellulaire et entraînant des dommages métabolique (Vicidomini et *al.*, 2024 ; Kodikara et *al.*, 2020 ; P. Zhang et *al.*, 2017), et altère l'homéostasie cellulaire (Caretto et *al.*, 2015). L'accumulation de ces composés phénoliques constitue une réponse adaptative clé aux stress biotique et abiotique (Lattanzio, 2021). Pour faire face, elles ont développé un arsenal de mécanismes de défense complexes (Jan et *al.*, 2021), parmi ces réponses adaptatives, la production de métabolites secondaires joue un rôle clé, non seulement dans la protection contre les stress environnementaux (Pérez-Girón et *al.*, 2022), mais également dans les interactions biotiques, notamment au niveau de la rhizosphère (Hiremath et *al.*, 2024).

La rhizosphère, zone d'interaction étroite entre les racines et le sol environnant, constitue un hotspot d'échanges biochimiques où les exsudats racinaires, incluant des flavonoïdes, des phénols ou des tannins, modulent l'activité microbienne, facilitent la mycorhization, ou mobilisent des nutriments peu disponibles comme le phosphore ou le fer (Trivedi et *al.*, 2020). Ces métabolites secondaires, au-delà de leur fonction de défense contre les pathogènes telluriques ou les ravageurs racinaires, présentent également une activité biologique marquée, notamment antioxydante, antifongique et allélopathique.

Le chêne liège (*Quercus suber* L.), appartenant à la famille des Fagaceae, est l'une des essences forestières les plus importantes du bassin méditerranéen. Originaire de la région

méditerranéenne occidentale, il est principalement présent dans le sud-ouest de l'Europe et le nord-ouest de l'Afrique (Touati et *al.*, 2015), joue un rôle fondamental dans la conservation des sols et la séquestration du carbone (Reis et *al.*, 2021). Il revêt également une importance économique et sociale grâce à la production de liège, une ressource renouvelable essentielle pour les populations locales (Bugalho et *al.*, 2011). Cependant, liège subissent actuellement un impact important sur leur croissance et leur rendement en liège, perdant près de la moitié de leur superficie (A. Costa et *al.*, 2022; H. N. Kim et *al.*, 2017; M. P. Mendes et *al.*, 2019; Puyo, 2013). Les effets combinés de l'augmentation des températures et de la diminution des précipitations menacent davantage leur croissance et leur productivité (Cherubini et *al.*, 2021; Gentilesca et *al.*, 2017), la dégradation accélérée des terres (Rodrigo Comino, 2022). Ce déclin peut entraîner de grandes pertes économiques puisque les chênes sont considérés comme des spécimens d'arbres de grande valeur en raison de leur longue histoire d'exploitation pour la production de bois et la construction (Choat et *al.*, 2012). Le cas des subéraies algériennes illustre parfaitement cette problématique. Ces écosystèmes, historiquement producteurs de liège et protecteurs des sols, subissent une régression alarmante (Bouزيد et *al.*, 2022), mettant en péril les moyens de subsistance des communautés locales (Ghefar et Dehane, 2018).

Face à l'aggravation prévue des conditions climatiques (Masson-Delmotte et *al.*, 2021; UNDP, 2023), Des études récentes, comme celles d'Aronson, (2022), souligne l'urgence de mettre en place des stratégies de conservation et de gestion durable pour préserver ces écosystèmes.

Une meilleure compréhension des stratégies d'adaptation métabolique de *Q. suber*, en particulier au niveau foliaire et rhizosphérique, s'avère donc essentielle pour : prédire sa capacité de résilience face à l'intensification des stress climatiques, identifier les marqueurs biochimiques associés à sa tolérance aux contraintes saisonnières et guider des stratégies de conservation ciblées, notamment par la sélection de génotypes performants ou l'optimisation des pratiques sylvicoles.

Cette approche intégrative, couplant les réponses aériennes et souterraines, permettrait d'élucider les mécanismes clés de l'adaptation plastique de cette espèce-clé d'écosystème (Thyoff et *al.*, 2019), tout en répondant aux enjeux de durabilité des subéraies méditerranéennes face aux changements globaux (Aronson, 2022).

Dans un contexte de changements climatiques accentués en région méditerranéenne, caractérisé par des étés secs et chauds et des hivers humides, le chêne-liège développe des mécanismes d'adaptation encore mal élucidés, notamment au niveau de sa rhizosphère. Cette étude se propose d'explorer comment les variations saisonnières (été et hiver) influencent le métabolisme secondaire dans les feuilles et les racines (prélevées à deux profondeurs du sol), ainsi que leur activité antioxydante, dans le but de répondre aux questions suivantes :

1. Quelle est la variabilité saisonnière (hiver vs été) et spatiale (profondeurs racinaires) des profils métaboliques (phénols, flavonoïdes, etc.) chez *Q. suber* ?
2. Comment les conditions édaphiques et climatiques contrastées (sécheresse estivale vs humidité hivernale) modulent-elles l'activité antioxydante de ces métabolites ?
3. Existe-t-il une corrélation entre la composition en métabolites secondaires des racines et celle des feuilles, reflétant une réponse intégrée de la plante aux stress saisonniers ?

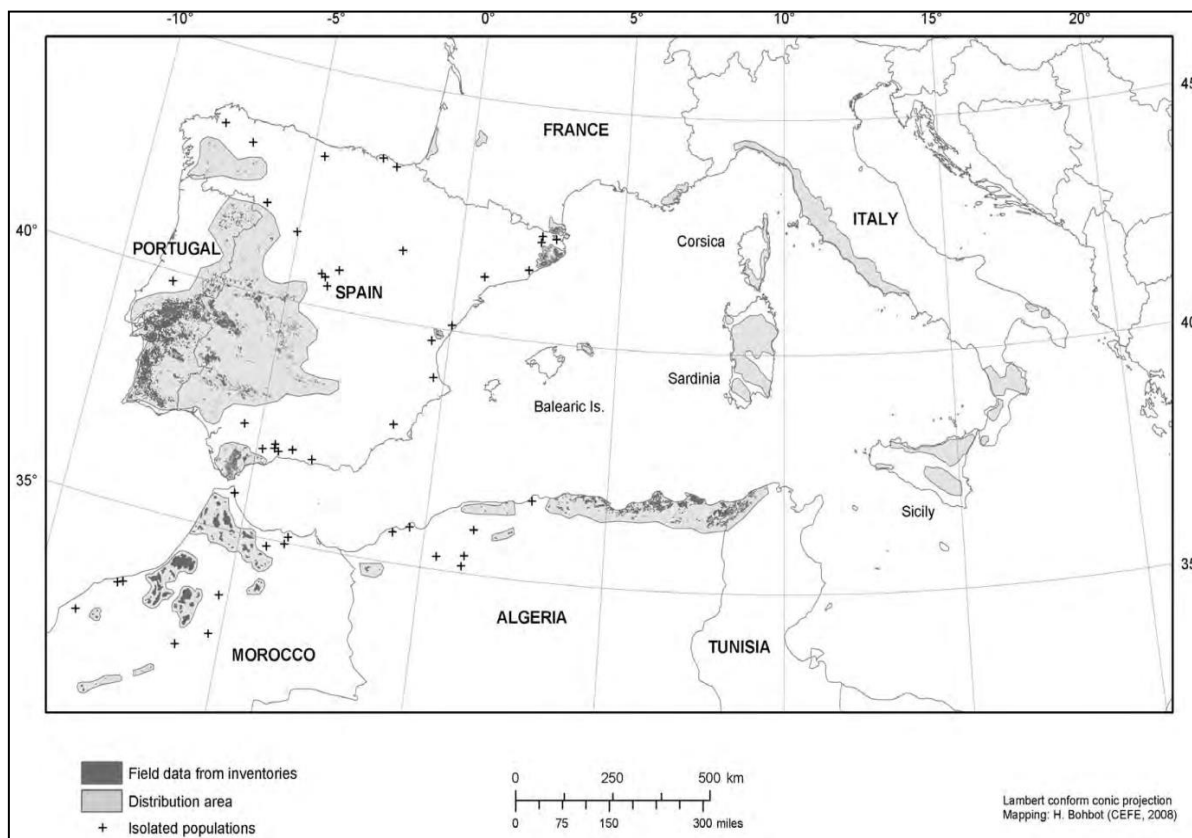
Cette problématique vise à comprendre les stratégies d'adaptation biochimique et écophysologique du chêne-liège face aux stress abiotiques, tout en évaluant le potentiel biotechnologique de ses métabolites en fonction des saisons et des niches racinaires. Les résultats pourraient contribuer à une meilleure gestion des écosystèmes méditerranéens sous pression climatique.

# **Synthèse bibliographique**



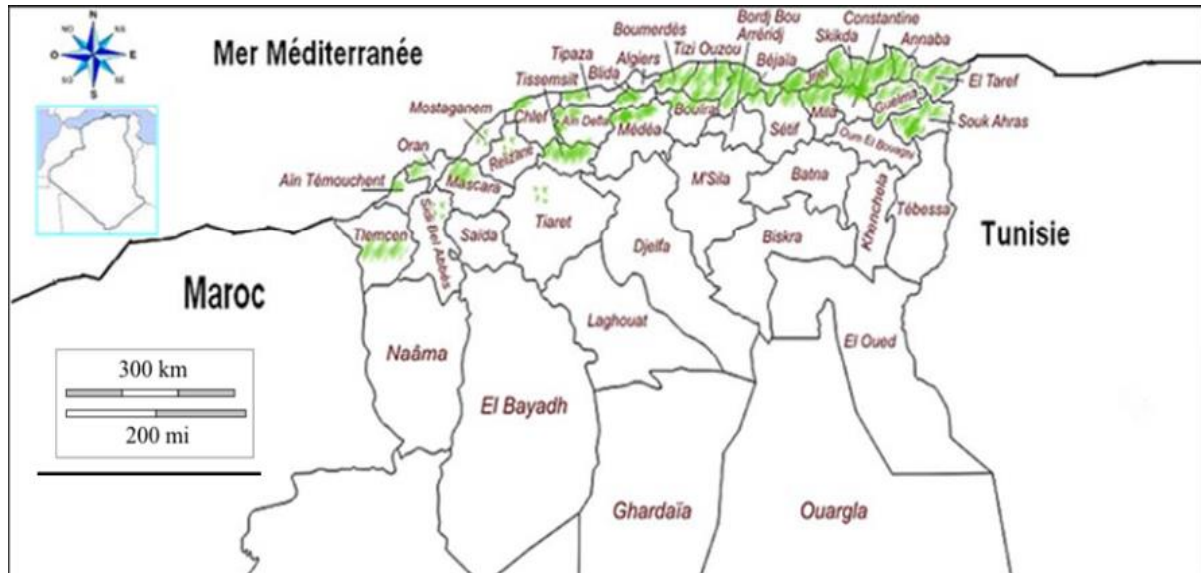
## I. Présentation de *Quercus suber* L

Le chêne liège a été décrit par Linné en 1753, est une espèce emblématique du bassin méditerranéen occidental. Seul représentant du groupe *Cerris* dans cette région, il contraste avec les autres espèces du groupe principalement asiatiques (Díaz-Fernández et al., 2004). Il couvre environ 2,2 millions d'hectares dans la région du bassin méditerranéen occidental (EUFORGENE, 2019), son aire de répartition couvre les zones côtières d'Afrique du Nord (Maroc, Algérie, Tunisie) et d'Europe du Sud (Portugal, Espagne, France, Italie) (Teixeira, 2022), ainsi que plusieurs îles méditerranéennes (Silva et al., 2005; Touati et al., 2015). Présent entre les 33°N et 45°N de latitude (Pereira, 2011), cette espèce majeure des écosystèmes méditerranéens s'est établi durant le Paléogène avant de se diversifier au Cénozoïque supérieur (Barron et al., 2017). Bien qu'absent des côtes adriatiques (à l'exception de quelques populations en Croatie et Italie du Sud (Schirone et al., 2015) (Fig.1). Le chêne liège demeure une composante essentielle de la biodiversité méditerranéenne. Les subéraies méditerranéennes couvrent 2123000 millions d'hectares (APCOR, 2020), Les plus vastes formations se trouvent sur la côte atlantique ibérique et au Maroc, où la forêt de la Mamora s'étend sur 60 000 ha (Ali et Lamarti, 2014).



**Figure.1** Répartition du chêne-liège dans le monde (Pausas et al., 2009).

La superficie des forêts de chêne-liège en Algérie s'étendait entre 440 000 et 480 000 hectares. Ces peuplements étaient répartis sur 23 wilayas, couvrant une zone allant du littoral méditerranéen au Nord jusqu'aux chaînes telliennes au Sud, avec près de 80 % de cette superficie concentrée dans l'Est du pays (Bouhraoua et *al.*, 2014) (Fig.2).



**Figure. 2** Répartition spatiale du chêne liège en Algérie (Dehane et Ghedar, 2017).

Le chêne-liège représente une espèce forestière d'importance capitale dans le bassin méditerranéen, tant pour ses valeurs socio-économiques, environnementale et paysagère (Mechergui et *al.*, 2023). Chaque année, environ 300 000 tonnes de liège y sont récoltées dans le monde, dont 70% sont transformées en bouchons de bouteilles (Bugalho et *al.*, 2011). À l'échelle mondiale, 67 % du liège est produit en Europe contre 33 % en Afrique (APCOR, 2020). Tandis que l'Algérie contribue à hauteur de 5%, avec une production annuelle de 10 000 tonnes issues de 220 000 hectares productive (Dehane et *al.*, 2011). Historiquement, la valeur commerciale du liège s'est affirmée dès le XVIIIe siècle avec l'essor du commerce viticole (Bugalho et *al.*, 2011). En Algérie, son industrie a connu un développement remarquable depuis 1990, diversifiant ses applications. Pourtant, malgré son importance socio-économique et environnementale, les subéraies méditerranéennes, y compris algériennes subissent une régression inquiétante nécessitant des mesures de conservation urgentes.

Dans les années 1950 pourtant, les productions historiques de l'Algérie la plaçaient au 2ème rang après le Portugal, avec une production moyenne de 37000 t par an (Dehane et *al.*, 2012).

*Quercus suber* L., communément appelé chêne-liège, est un arbre qui appartient au genre *Quercus*, la section *Cerris* et la famille des Fagacées (J. Silva et *al.*, 2023) (Fig.3). Il est le seul taxon de section *Cerris* dans l'Ouest du bassin méditerranéen, tandis que la plupart des autres espèces de la section *Cerris* se propagent en Asie et que quelques autres atteignent la Méditerranée orientale (Díaz-Fernández et *al.*, 2004). Il regroupe plus de 500 espèces (Makhlouf et *al.*, 2018).



**Figure.3** Aspect de l'arbre du chêne liège (*Q. suber*) (HOCEINI, 2020).

### **I.1 Importance socio-économique de *Q. suber***

Le chêne-liège représente une ressource majeure pour les économies méditerranéennes, principalement grâce à la valeur commerciale de son écorce et de son bois (Bugalho et *al.*, 2011; J. S. Silva et Catry, 2006). Son essor économique remonte au XVIII<sup>e</sup> siècle, avec l'expansion du commerce du vin et la demande croissante en bouchons. Au XIX<sup>e</sup> siècle, des efforts soutenus ont été déployés pour développer cette ressource (Bugalho et *al.*, 2011), donnant naissance à une filière industrielle structurée.

Le liège, matériau naturel aux propriétés uniques, représente une ressource stratégique majeure pour les économies méditerranéennes. Produit phare des forêts de chêne-liège, il se distingue par sa structure alvéolaire unique, combinant légèreté, élasticité et résistance, ce qui lui confère des applications multiples dans des secteurs variés (Duarte et Bordado, 2015).

Principalement connu pour son utilisation dans les bouchons de vin haut de gamme (représentant 70% de sa valorisation économique), le liège trouve également des applications importantes dans l'isolation thermique et acoustique des bâtiments, les revêtements de sol écologiques, et même dans des industries high-techs comme l'aérospatiale pour ses propriétés d'absorption des vibrations et de résistance aux températures extrêmes (Costa et *al.*, 2018; Touati et *al.*, 2015). Au-delà de ses usages traditionnels, le liège ouvre la voie à des innovations durables : sa transformation en charbon actif pour la filtration de l'eau ou en écocéramiques poreuses démontre son potentiel dans l'économie circulaire (S. P. Silva et *al.*, 2005). Le secteur du liège, particulièrement développé au Portugal (premier producteur mondial), illustre parfaitement comment une ressource naturelle renouvelable peut concilier rentabilité économique et durabilité environnementale (V. Sousa et *al.*, 2021). En effet, les subéraies jouent un rôle clé dans la séquestration du carbone et le maintien de la biodiversité méditerranéenne, tout en offrant des débouchés économiques stables aux populations rurales (Rives et *al.*, 2012).

Les recherches les plus récentes explorent de nouvelles applications de pointe, comme les nanocomposites pour l'électronique ou les biomatériaux pour la santé, confirmant le potentiel encore largement inexploité de ce matériau ancestral (Silva et *al.*, 2023), confirmant ainsi sa place centrale dans la bioéconomie de demain. De plus, il est considéré comme une alternative durable aux matériaux dérivé du pétrole, favorisant une interaction durable plus respectueuse entre l'activité humaine et les ressources naturelles (Rives et *al.*, 2012). Ses propriétés antioxydantes et aromatiques en font également un matériau prisé dans certaines industries (Rego et *al.*, 2023). Enfin, il présente un potentiel d'utilisation comme charbon actif et dans la fabrication d'écocéramiques (Silva et *al.*, 2005). Elle est riche en polyphénols, des composés végétaux aux propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes (Taib et *al.*, 2020).

## **I.2 Rôle écologique de *Q. suber***

Le *Q. suber* joue un rôle écologique majeur dans les écosystèmes méditerranéens, où il abrite de nombreuses espèces menacées et protégées par des conventions internationales (Gauquelin et *al.*, 2018). Ressource entièrement renouvelable et biodégradable, il constitue une alternative durable aux matériaux synthétiques, contribuant ainsi à la préservation des subéraies, des forêt essentielles pour la séquestration du carbone et le maintien de la biodiversité (Rives et *al.*, 2012).

L'écorce de liège, lorsque n'est pas récoltée, s'épaissit naturellement formant une barrière protectrice contre les incendies. Cette adaptation unique fait du chêne liège l'une des espèces les plus résistantes aux feux récurrents, avec une capacité d'une régénération exceptionnelle après du feu (Pausas, 1997).

Les forêts de chênes-lièges jouent un rôle crucial dans la conservation des sols en limitant l'érosion et en améliorant la rétention d'eau, favorisant ainsi la régulation des cycle hydrologique (El Alami et *al.*, 2024; Farguell et *al.*, 2022). Elles participent également à l'atténuation du changement climatique en captant près de 14 millions de tonnes de CO<sub>2</sub> par an (Oliveira et Costa, 2012).

En tant qu'écosystème clé, les subéraies un point chaud de biodiversité, offrent un habitat privilégié pour une faune diversifiée, notamment les oiseaux (Boukherroub et Boukbaker, 2017). Il joue un rôle écologique grâce à ses symbioses mycorhiziennes, notamment avec les truffes, qui améliorent la fertilité des sols et favorisent la régénération forestière (Henkrar et *al.*, 2023). En tant qu'écosystème forestier, il fournit des services essentiels production d'oxygène et création de microclimats favorables à la flore associée (El Antry et Piazzetta, 2014).

### **I.3 Rôle biologique du *Q. suber***

Les subéraies sont reconnues pour leur importance cruciale dans la fourniture d'un large éventail de services environnementaux. Parmi ces services, la conservation de la biodiversité, la protection des sols, la prévention des incendies, la résistance aux "méga-feux", l'adaptation aux changements climatiques, la lutte contre la désertification, la fixation du carbone et la recharge des nappes phréatiques sont particulièrement valorisés. Ces écosystèmes jouent un rôle clé dans le maintien des équilibres écologiques et socio-économiques. Ces études ont conduit à l'organisation de nombreuses conférences et groupes de travail aux niveaux européen et international, soulignant l'importance de cette espèce et de ses habitats (Aronson et *al.*, 2012)

### **I.4 Effet thérapeutique du *Q. suber***

Le chêne-liège présente de multiples vertus thérapeutiques, exploitées depuis longtemps en médecine traditionnelle et confirmées par des études scientifiques récentes. Ses différents composants : fruits, feuilles, écorce et bois, offrent des applications variées en pharmacopée et nutraceutique.

Les fruits de *Q. suber* ont une action stomachique lorsqu'associés au miel peuvent (Alaoui et Laaribya, 2017). Des effets bénéfiques sur les maladies gastriques et coliques sous forme de poudre orale. Ils sont employés dans les industries cosmétiques et pharmaceutiques (Vinha et *al.*, 2016), mais aussi comme une source d'alimentation de qualité pour les porcs ibériques (Pugliese & Sirtori, 2012). Leur teneur élevée en composés phytochimiques et leurs activités biologiques, telles que les propriétés antioxydantes, anticancérigènes et cardioprotectrices, ont suscité un intérêt croissant pour l'intégration dans l'alimentation humaine. Ils ont un potentiel thérapeutique contre l'athérosclérose, le diabète et la maladie d'Alzheimer (Vinha et *al.*, 2016).

L'utilisation des feuilles de chêne, bien que peu répandue, moins utilisées, montrent une efficacité en infusion contre les troubles digestifs et les inflammations (Gamboa-Gómez et *al.*, 2017). Leur richesse en polyphénols leur confère des vertus thérapeutiques, notamment dans le traitement des troubles digestifs, des infections et des maladies inflammatoires (Taib et *al.*, 2020). Des applications dans le traitement des affections cutanées (eczéma, psoriasis) (Taib et *al.*, 2020). Custódio et *al.* (2015), ont démontré l'efficacité des extraits de feuilles de chêne-liège dans la gestion de l'hyperglycémie et de la maladie d'Alzheimer.

Les extraits de l'écorce et le liège, réduit la fréquence et la durée des épisodes de diarrhée (Ribeiro et *al.*, 2020). Le liège, quant à lui, contient des polyphénols aux propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et antimicrobiennes (Taib et *al.*, 2020), biocides (Moiteiro et *al.*, 2006), anticancéreuses (Bejarano et *al.*, 2015).

Le bois *Q. suber* est utilisé pour la fabrication de tonneaux et de traverses de chemin de fer (Laakili et *al.*, 2016). Enfin, le liège moulu et chauffé peut être transformé en carreaux et tapis, utilisés comme revêtements de sol en raison de leur aspect esthétique agréable (Toribio et *al.*, 2005).

### **I.5 Exigences de *Quercus suber* L.**

Le chêne-liège présente des caractéristiques exigences édaphiques et bioclimatiques bien définies qui en font une espèce emblématique du bassin méditerranéen. Essence héliophile par excellence, il montre une préférence marquée pour les sols siliceux acides (pH 4,7 à 6,5), évitant strictement les substrats calcaires (Pausas, 2009; Serrasolses et *al.*, 2009). Bien que tolérant des sols modérément acides avec un pH de 4,8 à 7 (López de Heredia et *al.*, 2017), son optimum écologique se situe dans les sols limoneux à sableux, bien drainé et aérés x, parfois,

on peut également trouver des chênes-lièges dans des sols décarbonatés (Serrasolses et *al.*, 2009).

Sur le plan bioclimatique, l'espèce occupe principalement les étages thermo et méso-méditerranéen, avec une extension possible au supra-méditerranéen, localement dans l'étage thermo-collinéen en zone atlantique (Quézel et Médail, 2003), avec amplitude altitudinale remarquable, allant jusqu'à 2000 m d'altitude, bien que sa croissance optimale se situe en dessous de 600 m (Catry et *al.*, 2009; Pereira, 2011). En Algérie, sa distribution se limite généralement à 1200 m, avec quelques stations exceptionnelles atteignant 1600 m (Saccardy, 1938). Cette espèce prospère sous des températures annuelles comprises entre 13 et 18°C. présente une tolérance climatique exceptionnelle, supportant des températures extrêmes allant de -10°C à +40°C (Catry et *al.*, 2012; J, SilvaS et *al.*, 2023; Pereira, 2011). C'est une essence xérophile mais hygrophile, elle nécessite une humidité relative d'environ 60% en saison sèche (López de Heredia et *al.*, 2017) et se développe optimalement avec des précipitations annuelles de 500-2000 mm (Carty et *al.*, 2009), bien qu'elle puisse survivre à des sécheresses inférieures à 400 mm (López de Heredia et *al.*, 2017; Mechergui et *al.*, 2023). Ces adaptations, combinées à une longévité de 200 à 250 ans, expliquent sa résilience aux conditions méditerranéennes (Silva et *al.*, 2023).

Sur le plan reproductif, le chêne-liège est une espèce monoïque et allogame stricte, principalement anémophile (Silva et *al.*, 2023; Smither et *al.*, 2016 ; Aronson et *al.*, 2012). Sa fructification débute vers 15 ans et devient abondante vers 30 ans (Pereira, 2011). Le cycle phénologique commence en février-mars avec le développement des bourgeons (Pereira, 2011), suivi de la floraison mâle puis femelle (G. Oliveira et *al.*, 1994). La pollinisation printanière aboutit à la formation d'un gland monosperme en automne (Díaz-Fernández et *al.*, 2004). La floraison principale a lieu de mars à juin, parfois jusqu'en juillet (García-Mozo et *al.*, 2001), avec des floraisons secondaires estivales ou automnales, rares et limitées à certains individus (Díaz-Fernández et *al.*, 2004).

Le chêne liège est une espèce sclérophylle à feuillage persistant (Ruiz-Galea et *al.*, 2018; Barron et *al.*, 2017), elles présentent des adaptations xéromorphiques marquées : feuilles ovales (4-7 cm) à bord épineux, avec face supérieure vert foncé et revers pubescent blanc (~430 stomates/mm<sup>2</sup>) caractérisée par des feuilles ovales de 4-7 cm à bord épineux (H. N. Kim et *al.*, 2017; Molinas, 1991). Il développe un système racinaire complexe et adaptatif, combine une racine pivotante profonde et des racines latérales étendues (Pereira, 2011), présentant des

adaptations cellulaires complexes : rhizoderme subérifié, endoderme à bandes caspariennes bien développées, et périderme protecteur (Machado et *al.*, 2013). Ce système dimorphique permet à la fois l'exploitation des horizons superficiels et l'accès aux nappes phréatiques profondes (David et *al.*, 2013). Selon Verdaguer et *al.* (2000), le développement des racines latérales implique :

- Initiation au niveau du protoxylème avec formation de primordiums issus du péricycl ;
- Contribution transitoire de l'endoderme formant un manchon endodermique ;
- Différenciation d'un méristème fermé stratifié avant émergence ;
- Établissement des connexions vasculaires à partir du cordon xylémien opposé.

Le développement des mycorhizes pourrait renforcer la résilience des écosystèmes forestiers face au changement climatique. En effet, de nombreux champignons mycorhiziens améliorent significativement les performances des plantes et leur adaptation aux stress environnementaux. L'inoculation est affectée par la présence ou l'absence de facteurs favorisant le développement de champignons mycorhiziens (Bouchra et *al.*, 2018; Briat et Job, 2017). Par exemple, Suz et *al.* (2014), ont rapporté effet significatif de la disponibilité des éléments nutritifs du sol avec une diminution de la production de mycélium par les EcM.

Dans une étude menée sur les racines de chêne-liège méditerranéen, (Azul et *al.*, 2010), ont identifiés 55 taxons fongiques ECM, incluant les symbiotes les plus abondants. Parmi ceux-ci, *Cenococcum geophilum*, les Russulaceae et les Thelephoraceae représentaient à eux seuls 56 % de la communauté fongique ECM. Selon (Slama et *al.*, 2023), la symbiose mycorhizienne stimule la croissance des racinaires primaires et la biomasse aérienne, tout en optimisant plusieurs paramètres physiologiques (échanges gazeux, teneurs en pigment). Par exemple l'inoculation de *Q. suber* par le champignon *Cépe sp* entraîne une biomasse racinaire importante (Bouchra et *al.*, 2018). Elle favorise la photosynthèse nette, le rendement quantique apparent, l'efficacité d'utilisation de l'eau et la concentration des pigments photosynthétiques. En modifiant le niveau fonctionnel que structural de la plante ce qui lui permet une meilleure tolérance au déficit hydrique et aux conditions climatiques extrêmes (Smith et Read, 2010). Dans une étude menée par Bouchra et *al.* (2018), l'inoculation de *Q. suber* avec neuf (09) champignons mycorhiziens : *Russul*, *Reconverse*, *Boletus*, *Amanita*, *Cortinaire*, *Hebelome*, *Volumus*, *Inocib* et *Scleroderme*, a permis d'améliorer la tolérance des plantes aux conditions de sécheresse. En particulier le champignon *Boletus*, avec sa rapidité d'intégrer aux racines des



chênes-lièges, augmentant leur surface d'absorption, offrant aux plantes stressées une teneur importante en chlorophylle, une meilleure hydratation et une meilleure nutrition.

Maghnia et *al.* (2017), ont signalé que la symbiose mycorhizienne entre *Q. suber* et les truffes optimise l'assimilation et le transfert bidirectionnel des nutriments entre le champignon et le système racinaire de l'arbre. Ce qui peuvent améliorer la nutrition minérale et modifier l'ajustement osmotique dans les cellules de l'arbre hôte résultant de l'accumulation de minéraux et d'acide organique (Chalot et *al.*, 2002). Outre son rôle essentiel dans l'absorption de l'eau et des nutriments ainsi que dans l'ancrage de la plante, le système racinaire constitue également une voie d'infection pour certains agents microbiens pathogènes. Parmi eux, le champignon *Phytophthora cinnamomi* est responsable de la maladie la plus grave affectant le chêne-liège : le dépérissement subit (Robin et *al.*, 2001). Ce pathogène infecte les racines et le collet, puis se propage via le phloème et les tissus cambiaux, tout en étant capable de survivre aux périodes de sécheresse (Brasier, 1996).

Malgré son importance écologique et économique, le chêne-liège est en déclin dans les zones indigènes, principalement en raison de politiques d'utilisation des terres inappropriées et d'événements climatiques extrêmes qui ont été fréquents dans la région méditerranéenne (Pereira-Leal et *al.*, 2014). Alors que la plupart des recherches se concentrent sur sa résistance aux stress abiotiques ou sur l'exploitation de son écorce, peu d'études étudié sa rhizosphère. Pourtant, cette zone d'interface entre les racines et le sol abrite des processus essentiels à la nutrition, à la santé et à la résilience de l'arbre. La végétation méditerranéenne, confrontée à la dynamique particulière de l'humidité du sol de cette région, a développé un certain nombre de mécanismes physiologiques pour tolérer le stress de la sécheresse et croître dans des conditions climatiques défavorables (Magalhães et *al.*, 2016).

## **I.6 Déclin de chêne liège**

Les écosystèmes forestiers méditerranéens sont particulièrement vulnérables aux perturbations accrues liées facteurs abiotiques, notamment les sécheresses prolongées, les vagues de chaleur et les modifications des régimes de précipitations (Trumbore et *al.*, 2015). Dans ce contexte, les forêts de chênes indigènes, notamment celles de chêne-liège, sont particulièrement exposées.

Des projections climatiques récentes prévoient un réchauffement significatif dans la région méditerranéenne, susceptible de modifier la répartition des chênes-lièges, notamment

dans les zones méridionales de leur aire actuelle telles que l'Alentejo et l'Algarve au Portugal, l'Estrémadure et l'Andalousie en Espagne, ainsi que la majeure partie de l'Afrique du Nord (Correia et *al.*, 2018 ; López-Tirado et *al.*, 2018). Le déclin de ces forêts est documenté depuis les années 1950 (Kim et *al.*, 2017). Dans une étude prospective, Vessella et *al.* (2017) ont modélisé l'impact du changement climatique sur la distribution de *Q. suber*, en combinant huit approches écologiques à deux modèles climatiques globaux. Les projections obtenues indiquent une réduction marquée de l'aire de répartition potentielle de l'espèce d'ici la fin du XXI<sup>e</sup> siècle, avec des migrations prévisibles vers le nord et les zones d'altitude, notamment en Afrique du Nord et dans la péninsule Ibérique. À l'inverse, les régions levantines pourraient connaître une régression sévère, voire une disparition locale de l'espèce.

Le cas des subéraies algériennes illustre clairement cette dynamique de déclin. Historiquement reconnue pour sa production de liège, plaçant l'Algérie au deuxième rang mondial après le Portugal dans les années 1950 (Dehane et *al.*, 2012). Cette ressource connaît aujourd'hui une régression alarmante. La superficie de ces forêts est passée d'environ 45 000 hectares en 1893 à seulement 23 000 hectares en 2012, soit une perte de près de 50 % (FAO, 2013), entraînée par le changement climatique, la baisse des précipitations, la hausse des températures estivales et des sécheresses plus fréquentes et plus graves (Cherubini et *al.*, 2021).

Ce stress abiotique peut induire un affaiblissement physiologique des arbres, accroître leur susceptibilité aux pathogènes et aux insectes xylophages (Rodríguez Molina et *al.*, 2005), et induire surproduction d'espèces actives de l'oxygène, telles que le peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) et de radical hydroxyle (·OH) (Kodikara et *al.*, 2020; Tiwari et *al.*, 2017).

L'accumulation excessive de ces ERO perturbe l'homéostasie cellulaires en provoquant des dommages oxydatifs aux lipides, aux protéines et à l'ADN (Viciomini et *al.*, 2024). Certaines études estiment que ce stress oxydatif peut réduire la croissance des plantes et entraîner des pertes de rendement allant jusqu'à 70 % et 50 %, respectivement (Samota et *al.*, 2017). Pour atténuer ces effets délétères, les plantes déploient des mécanismes de défense antioxydants, incluant notamment la biosynthèse métabolites secondaires tels que les flavonoïdes, les acides phénoliques, la vitamine C et la vitamine E. Ces composés agissent comme piègeurs de ERO, chélateur les ions métalliques et régénèrent d'autres antioxydants (Marwicka et Zi ba, 2021). Ces composés agissent comme piègeurs de (Dehghanian et *al.*, 2022; Lattanzio, 2021; Zandalinas et *al.*, 2017). Au-delà de leur rôle dans la défense physiologique, ces métabolites secondaires modulent également les interactions plante-environnement. Ils

participent aux relations mutualistes (ex : pollinisation, formation de nodules racinaires chez les légumineuses) et antagonistes (défense contre les pathogènes et les herbivores) (Chomel et *al.*, 2016). Dans ce contexte, les extraits racinaires et foliaires de *Q. suber* ont fait l'objet de cette recherche. Bien que des études aient été menées sur les extraits foliaires de *Quercus suber*, la majorité des recherches se sont concentrées sur la caractérisation des métabolites secondaires des feuilles (Chaves et *al.*, 2011 ; Custódio et *al.*, 2015 ; Lavado et *al.*, 2021), tandis que les composés bioactifs racinaires restent largement sous-explorés.

Les écorces d'arbres sont largement exploitées en médecine traditionnelle en raison de leurs propriétés thérapeutiques, principalement attribuées à la richesse en composés phénoliques dotés d'activités antioxydantes, antimicrobiennes et anti-inflammatoires (Vong et *al.*, 2018). Parmi elles, l'écorce des espèces du genre *Quercus* suscite un intérêt croissant, en raison de ses usages médicaux traditionnels variés, de sa disponibilité abondante et du faible coût de ses sous-produits lignocellulosiques, tels que l'écorce (Bouras et *al.*, 2015). Des études récentes ont mis en évidence le potentiel des extraits d'écorce de *Q. suber* dans le traitement des infections à *Candida albicans* (El Alami et *al.*, 2024). Par ailleurs, les extraits issus des résidus de liège de cette espèce ont montré une activité antimicrobienne *in vitro* significative à l'encontre de divers agents phytopathogènes du pommier, incluant des champignons et des bactéries. Cette efficacité, notamment améliorée par l'association avec des oligomères de chitosane, s'est révélée supérieure à celle de certains fongicides de synthèse couramment utilisés (Sánchez-Hernández et *al.*, 2022).

Les feuilles, quant à elles, riches en composés polyphénoliques, sont traditionnellement utilisées pour soulager divers troubles digestifs, infections, maladies inflammatoires et affections dermatologiques telles que l'eczéma et le psoriasis (Taib et *al.*, 2020). En outre, leur teneur élevée en flavonoïdes et en composés phénoliques en fait une source prometteuse d'inhibiteurs naturels de l'acétylcholinestérase (AChE), suggérant un potentiel thérapeutique dans la prise en charge de la maladie d'Alzheimer, en raison de leur biodisponibilité élevée et de leur faible toxicité (Ferreira et *al.*, 2020)

## **II. Métabolites secondaires**

### **II.1 Définition**

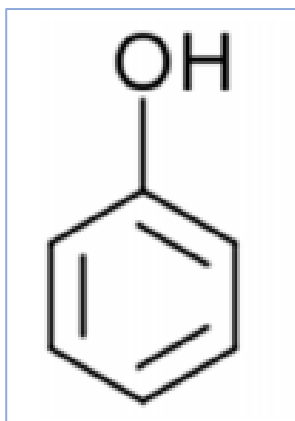
Les métabolites secondaires constituent une classe de composés organiques synthétisés comme sous-produits naturels des processus métabolisme primaire (Khare et *al.*, 2020). Bien que non essentiels à la croissance et au développement fondamental des plantes, ces molécules

jouent un rôle crucial dans leurs mécanismes d'adaptation et de défense, ce qui leur vaut l'appellation de « composés secondaires ». Leur fonction écologique principale consiste à optimiser le fitness des plantes dans face aux stress environnementaux (Zandalinas et *al.*, 2017). La production et l'accumulation de ces métabolites présentent une grande variabilité : interspécifique (différences marquées entre espèces végétales) et intraspécifique : variations au sein d'une même espèce selon les conditions environnementales (Radušien et *al.*, 2012). Elles remplissent plusieurs rôles écologiques : médiation des interactions plante-environnement, établissement de réseaux trophiques complexes et création de liens écologiques entre les autres espèces (Jan et *al.*, 2021). Chaque espèce végétale développe un profil particulier de métabolites secondaires, reflétant son histoire évolutive et ses adaptations écologiques spécifiques (Hounscome et *al.*, 2008). Cette spécialisation métabolique explique en partie la remarquable biodiversité du règne végétal et sa capacité à coloniser des niches écologiques diverses.

## **II.2 Différentes classes des composés phénoliques étudiées**

### **II.2.1 Polyphénols**

Les polyphénols, également appelés composés phénoliques sont considérés comme faisant partie des métabolites secondaires les plus répandus, synthétisés dans toutes les cellules végétales (Qaderi et *al.*, 2023; Y. Li et *al.*, 2020). Caractérisés par la présence d'au moins un cycle aromatique substitué par un ou plusieurs groupements hydroxyles libres (Y. Zhou et *al.*, 2019). Plus de 10 000 composés phénoliques ont été identifiés, y compris des formes solubles dans l'eau et des formes solubles ou insolubles dans les solvants organique (Singla et *al.*, 2019). Ils sont largement présents dans les plantes et les protègent des rayons ultraviolets et d'autres agressions (W. Liu et *al.*, 2023). Ils sont classés en différentes classes et sous-classes en fonction de la structure chimique, du nombre de cycles phénoliques, de la position des groupes fonctionnels ou du squelette carboné (Šamec et *al.*, 2021 ; Tsimogiannis et Oreopoulou ,2019). Parmi eux, le phénol est la forme la plus simple et la moins courante de PC dans les plantes (Fig.4). Ils ont des activités anti-inflammatoires, antioxydantes, antibactériennes et anti-prolifération (P. Ma et *al.*, 2013).



**Figure.4** La formule développée du phénol

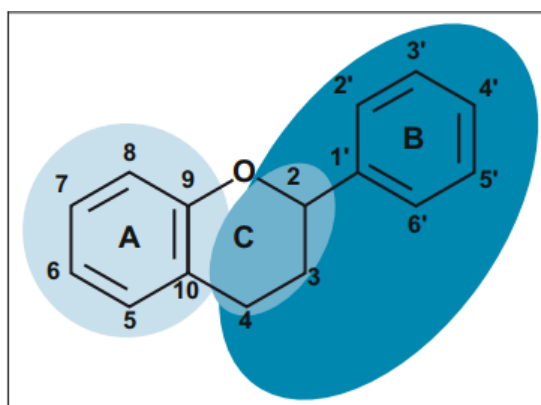
Les polyphénols éliminent les radicaux hydroxyles (OH) et les radicaux anions superoxydes ( $O_2$ ) tout en neutralisant les espèces actives de l'oxygène telles que le peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ) ou oxygène singulet ( $^1O_2$ ) (Hasanuzzaman et *al.*, 2020). Par conséquent, ils peuvent empêcher les réactions radicalaires déclenchées par ces ERO, notamment la peroxydation lipidique, l'oxydation des protéines, les dommages oxydatifs aux acides nucléiques, les altérations du cytosquelette et d'autres processus (Sachdev et *al.*, 2021). Les polyphénols végétaux se divisent en deux grands groupes : les flavonoïdes et les non flavonoïdes (Stagos, 2019).

### II.2.2 Flavonoïdes

Le mot flavonoïde a été introduit en 1952 par Geissman et Hinreiner provenant du latin flavus qui signifie jaune. Ils font partie de la grande famille des composés phénoliques ou polyphénols et comprennent plus de 6 000 structures différentes (Šamec et *al.*, 2021). On les trouve partout dans la nature, bien qu'ils soient plus courants dans les plantes supérieures et les tissus immatures (dans la sève cellulaire) (K. Sharma et *al.*, 2019). Les flavonoïdes sont des métabolites secondaires très abondants dans les plantes, les fruits et les graines, responsables des caractéristiques de couleur, de parfum et de saveur (Dias et *al.*, 2021).

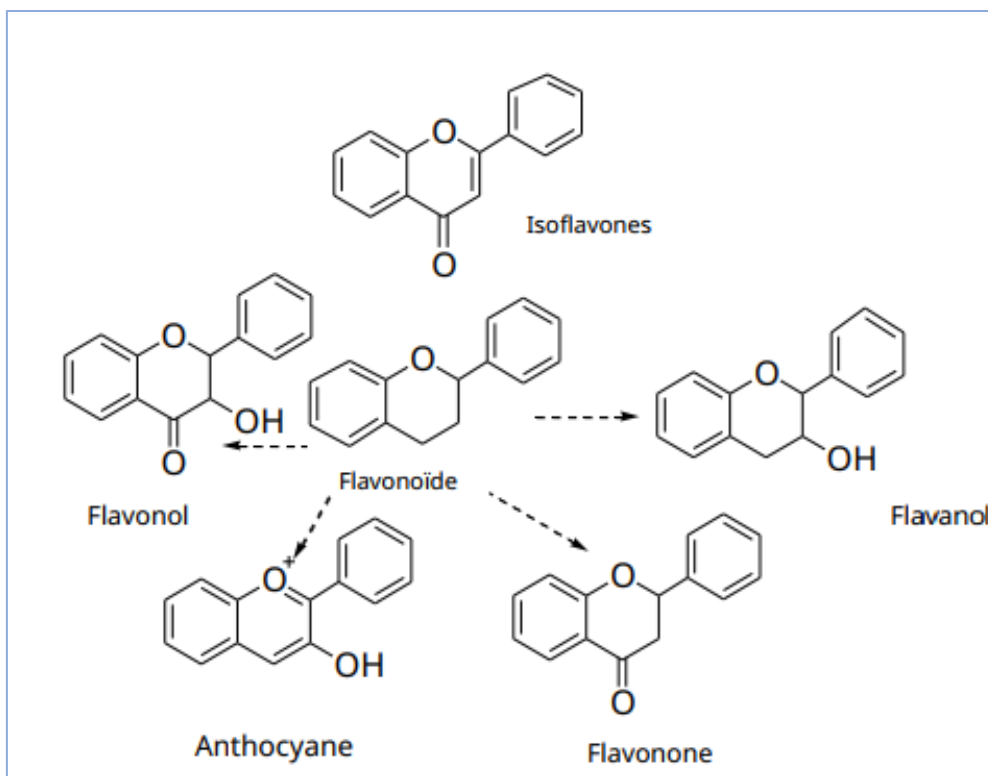
Les flavonoïdes possèdent un squelette flavone basique à 15 carbones, C6-C3-C6, avec deux cycles benzéniques (A et B) liés par un cycle pyranique à trois carbones (C) (Fig.5). La position du cycle B du catéchol sur le cycle C du pyrane et le nombre et la position des groupes hydroxy sur le groupe catéchol du cycle B influencent la capacité antioxydante des flavonoïdes (D'Amelia et *al.*, 2018). Les groupes hydroxy fonctionnels des flavonoïdes peuvent donner des électrons par résonance pour stabiliser les radicaux libres et assurer une protection antioxydante (Šamec et *al.*, 2021). Au sein des classes de flavonoïdes, la capacité antioxydante varie en

fonction du type de groupe fonctionnel et de sa disposition autour de la structure nucléaire (Kaleem, et Ahmad, 2018). Ils exercent leur action antioxydante selon plusieurs mécanismes : (a) piégeage direct des ERO, limitant les dommages oxydatifs ; (b) l'inhibition de la production des ERS, via chélation des métaux pro-oxydants (exp : la quercétine stabilise le fer) ou par le blocage d'enzymes génératrices de radicaux libres (la NADH oxydase et la xanthine oxydase) ; (c) stimulation des défenses antioxydantes endogènes, en activant des enzymes antioxydantes capables de piéger les radicaux libres (Kaleem et Ahmad, 2018).



**Figure.5** Squelette de base des flavonoïdes (Zagoskina et *al.*, 2023).

Ils sont classés en différents types selon leur structure chimique, leur degré d'insaturation et l'oxydation de leur cycle carboné. Les anthoxanthines (flavanone et flavanol), les flavanones, les flavanonols, les flavanes, les chalcones, les anthocyanidines et les isoflavonoïdes constituent les différents sous-groupes de flavonoïdes (Šamec et *al.*, 2021 ; Ullah et *al.*, 2020 ; Singla et *al.*, 2019). Chacun de ces flavonoïdes est largement répandu dans la nature (Fig.6).



**Figure.6** Structures de base des principaux flavonoïdes (Ullah et *al.*, 2020).

Ils ont des rôles variés dans les plantes en tant que métabolites secondaires, étant impliqués dans les processus de défense contre la pigmentation, la stimulation des nodules de fixation de l'azote (Chira et *al.*, 2008).

Les flavonoïdes peuvent être trouvés dans plusieurs boissons et aliments, comme le vin, la bière et le thé, mais les fruits, les légumes, les fleurs et les graines sont les sources contenant les plus grandes quantités de flavonoïdes naturels (Rodríguez-García et *al.*, 2019).

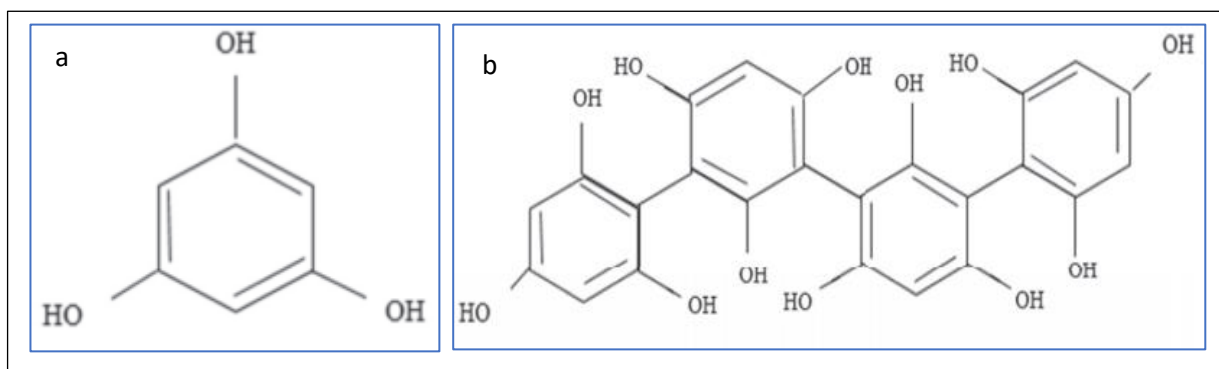
### II.2.3 Tanins

Le terme « tanin » regroupe des substances phénoliques polymériques caractérisés par leurs propriétés de combinaison aux protéines (Bennick, 2002). Ils sont des polymères de flavonoïdes solubles dans l'eau, produits par les plantes et stockés dans des vacuoles (Roy et *al.*, 2017) de poids moléculaire élevé, variant de 500 à 3000Da, considérés le deuxième polyphénol le plus abondant après les lignines (Dehghanian et *al.*, 2022).

Ils sont présents dans les feuilles, l'écorce, les fruits, le bois, les racines et principalement dans les vacuoles des plantes (Dehghanian et *al.*, 2022), dans la racine et la zone subérisée dans *Pinus banksiana* et *Eucalyptus pilulaire* (Bernjak et Kristl, 2020). Présentés en grande quantité dans les racines de certaines plantes ligneuses, et le renouvellement des racines contribue à

l'accumulation de tanin dans le sol (Peter Constabel et *al.*, 2014). Les teneurs en tanins présentent des variations significatives entre espèces fruitières et cultivars (R. Dong et *al.*, 2021). Cette variabilité est particulièrement marquée chez le kaki (*Diospyros kaki*), où coexistent des cultivars à forte et faible teneur en tanins condensés (TC). Les cultivars pauvres en T interrompent précocement leur biosynthèse au cours du développement, tandis que les cultivars riches poursuivent leur accumulation jusqu'à maturité, conduisant à la persistance d'une astringence prononcée (Zheng et *al.*, 2021). Après la mort cellulaire, ils s'accumulent dans les parois des cellules corticales (Dehghanian et *al.*, 2022).

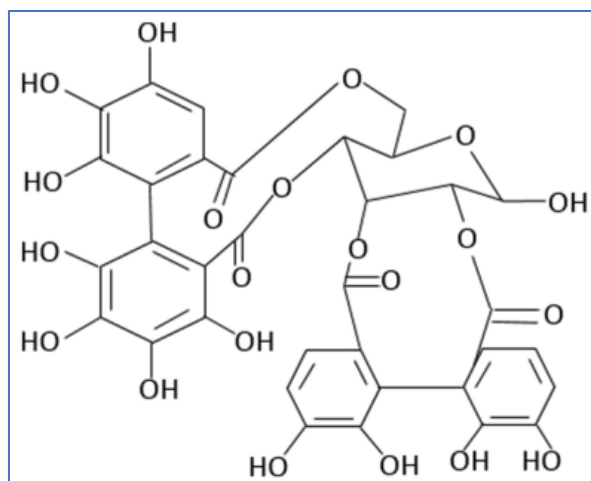
Ils existent trois principales classes de tannins sont les phlorotanins, les tannins condensés (TC) et les tannins hydrolysables (HT) (Dehghanian et *al.*, 2022), et structurellement, ils constituent le groupe de tannins le plus simple. Les phlorotanins simples sont constitués de - 2 unités de phloroglucinol (Fig.7a) liés entre eux par des liaisons C–O–C ou C–C, ce qui donne des oligomères comme le phlorotanin tétramérique (Fig.7b).



**Figure.7** Les structures de phloroglucinol (a) Phlorotanin tétramérique (b) (Das et *al.*, 2020)

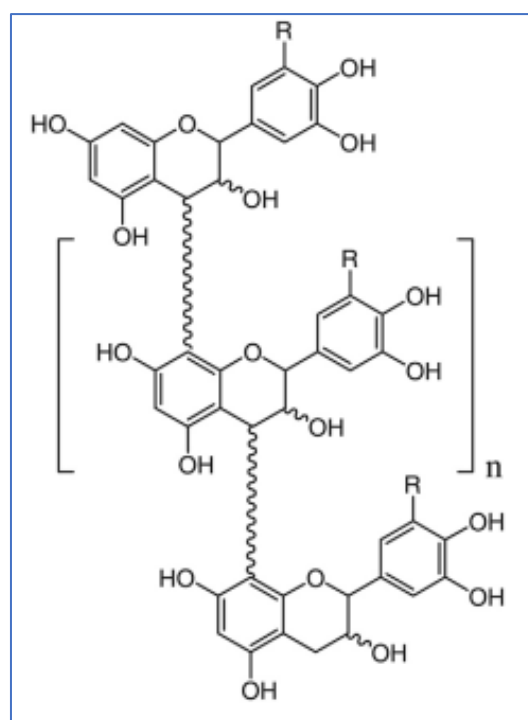
Les tanins hydrolysables sont des métabolites secondaires végétaux qui sont considérés comme des combinaisons phénoliques (Fig.8). Ils suscitent l'intérêt ces dernières années en raison de leur activité biologique (Das et *al.*, 2020).





**Figure.9** Structure chimique de tanins hydrolysables de la noix (Amarowicz et Janiak, 2018).

La production de tanins condensés se déplace du côté abaxial vers le côté adaxial de la feuille tout au long de la croissance et dans des cellules spécialisées appelées idioblastes dans l'épiderme (Peter Constabel et *al.*, 2014) (Fig.9). La biosynthèse des tanins condensés dans les feuilles est régulée par la qualité de la lumière, et dans la zone des racines en stressant les plantes en exerçant des situations de pénurie d'azote. Celles-ci contiennent des espèces végétales (Bharathidhasan, 2018), maturation des plantes (Lagrange, 2020), saison en développement (Kumar et *al.*, 2020), et la fertilité du sol (Roca-Fernández et *al.*, 2020).



**Figure.10** Structure de tanin condensé (Barbehenn et Constabel, 2011).

L'accumulation accrue de tanins est également causée par une exposition élevée à la lumière visible et une carence en nutriments (Najar et *al.*, 2014).

### **II.3 Rôles et activités biologiques des composés phénoliques**

Les métabolites secondaires ont été reconnus comme des médiateurs clés des interactions biotiques et abiotiques grâce aux développements de l'écologie chimique. Leur implication dans les processus de défense, de compétition interspécifique et de communication chimique a été démontrée, établissant ainsi leur importance fonctionnelle. Ces composés, dont la synthèse est souvent induite par des stress environnementaux, se sont révélés indispensables à l'adaptation et à la résilience des plantes, remettant en cause leur statut antérieur de simples résidus métaboliques.

Les métabolites secondaires des exsudats racinaires, jouent un rôle important dans interactions entre plantes-microbe (Van Dam et *al.*, 2016).

#### **II.3.1 Rôles des flavonoïdes**

Les flavonoïdes qui agissent comme : des molécules de signalisation, modulant divers physiologiques, dont le métabolisme de l'auxine (Tan et *al.*, 2019), des protecteurs contre les stress abiotiques, améliorant la tolérance à la sécheresse, à la chaleur et au gel en piégeant les espèces réactives de l'oxygène (Dias et *al.*, 2020), inhibant les enzymes qui les déclenchant, tels que la xanthine oxydase (Banjarnahor et Artanti, 2014). L'accumulation de flavonoïdes améliore la résistance des plantes : en réduisant la peroxydation lipidique, préservant l'intégrité membranaire, optimisant l'efficacité photosynthétique en diminuant le stress oxydatif et les pertes énergétiques (Sperdoui et *al.*, 2021).

Sur le plan écologique, ces molécules servent à la fois de signaux pour les interactions bénéfiques (comme la nodulation chez les légumineuses via l'induction des gènes Nod chez *Rhizobium* (Dong et Song, 2020 ; Mahmud et *al.*, 2020) et de barrières chimiques contre les agresseurs (Kumar et *al.*, 2020; Saini et *al.*, 2024). Sasse et *al.*, (2018), ont rapporté que les flavones peuvent moduler le taux de colonisation des racines par mycorhizes arbusculaires. Des études ont révélé la complexité de ces systèmes de défense, notamment la dualité fonctionnelle de certains composés. Par exemple, des isoflavones des racines de soja illustre cette ambivalence : une même molécule peut attirer simultanément un symbiote (*Bradyrhizobium japonicum*) et un pathogène (*Phytophthora sojae*) (Morris et *al.*, 1998).

Les flavonoïdes, régulent la compétition microbienne, favorisant la symbiose avec *Rhizobium* tout en inhibant d'autres microorganismes. Les saponines, composés allélopathiques

perturbant les membranes cellulaires des pathogènes comme *Phytophthora* spp. réduisant significativement l'incidence des pourritures racinaires (Hiremath et *al.*, 2024).

### II.3.2 Rôles des tanins

Les tanins jouent un rôle essentiel dans la défense des plantes contre divers stress biotiques et abiotiques. Les molécules de tanin réticulent la protéine, renforçant sa résistance aux attaques bactériennes et fongiques (Dehghanian et *al.*, 2022). Leur astringence contribue également à la défense des plantes en rendant les feuilles moins appétentes pour les herbivores (Bennick, 2002). Leur toxicité pour les insectes s'explique par leur capacité à se lier aux protéines salivaires et aux enzymes digestives, perturbant ainsi leur alimentation (Roy et *al.*, 2017). D'autre part, ils agissent comme un mécanisme de protection contre le stress abiotique, tels que la sécheresse, la chaleur et les rayons UV élevés (Dehghanian et *al.*, 2022).

Sur le plan biochimique, les tanins présentent des propriétés antioxydantes, piégeant les radicaux libres ou inactivant les ions pro-oxydants (Bruneton, 2016).

Au-delà de leur rôle dans la protection végétale, les tanins influencent les processus écologiques. Par exemple, dans les matières végétales en décomposition, ils inhibent l'action de dégradation microbienne (Benoit et Starkey, 1968). Ce mécanisme module les cycles biogéochimiques en contrôlant les taux de la libération d'azote et de l'accumulation de matière organique dans le sol (Bennick, 2002). Plus largement, ils affectent le cycle des nutriments en altérant la décomposition de la matière organique, la minéralisation, la disponibilité de l'azote et la formation d'humus (Kraus et *al.*, 2004).

### II.4 Composition phytochimiques et activités biologiques des extraits de *Q. suber*

De nombreuses études ont mis en évidence la richesse du chêne-liège en composés phénoliques, en particulier en métabolites secondaires de faible masse moléculaire. Parmi ceux-ci figurent des acides phénoliques (gallique, caféique, vanillique, férulique), des aldéhydes phénoliques, des dérivés ellagiques et des tanins hydrolysables (Custódio et *al.*, 2013 ; Fernandes et *al.*, 2009).

L'écorce de *Q. suber* se distingue par une forte teneur en tanins, notamment des ellagitannins (Touati et *al.*, 2015; Fernandes et *al.*, 2011), mais, aussi par la présence de catéchines et plusieurs acides phénoliques (Touati et *al.*, 2015; Conde et *al.*, 1998). L'extrait hydroalcoolique de cette écorce contient, entre autres, de l'acide gallique, de l'acide ellagique, de la vescalagine, de la castalagine et de la  $\beta$ -O-éthylvescalagine et présente une activité antioxydante significative (Aroso et *al.*, 2017). Par ailleurs, (Akroum, 2017), ont identifié, dans

un extrait acétonique d'écorce de *Q. suber*, des acides phénoliques ainsi que des proanthocyanidines, associés à une activité antifongique notable contre *Trichophyton verrucosum* et *Trichophyton mentagrophytes*. De plus, l'extrait aqueux de l'écorce a démontré une activité antibactérienne contre *Staphylococcus aureus* et *Escherichia coli* (Goncalves et al., 2016).

Les extraits de liège ont également révélé la présence de substances bioactives potentiellement valorisables dans des formulations pharmaceutiques et cosmétiques (Mislata et al., 2020 ; Şöhretoğlu et Renda, 2020 ; Carriço et al., 2019). La majorité des effets pharmacologiques observés sont principalement attribués à la forte teneur en tanins et flavonoïdes, bien que d'autres métabolites secondaires puissent également y contribuer dans une moindre mesure.

Les feuilles de *Q. suber* sont riches en composés phénoliques, qui comprennent des tanins hydrolysables, des dérivés de l'acide gallique, des dérivés de l'acide ellagique et d'autres polyphénols tels que l'acide tannique et les saponines (Burlacu et al., 2020 ; Subhashini et al., 2015).

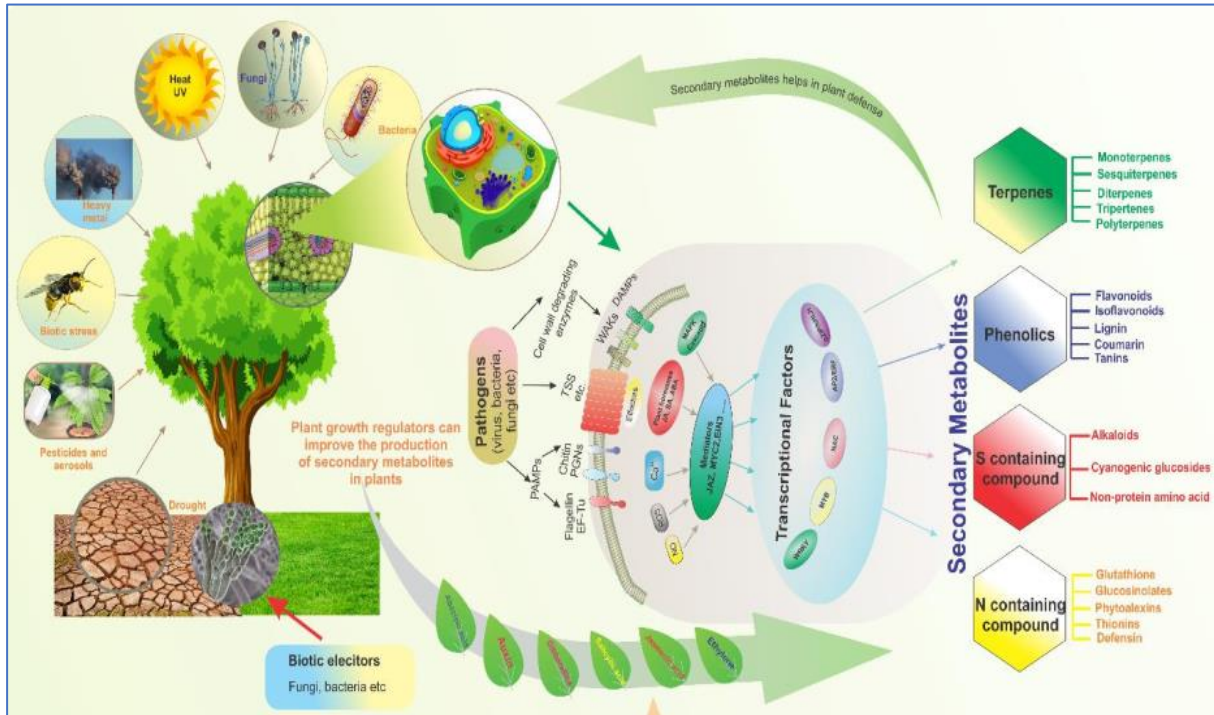
Les glandes de *Q. suber* présentent également une diversité remarquable en composés phénoliques. Cantos et al. (2003), ont caractérisé 32 composés phénoliques dans les extraits méthanoliques de glands, tous étant des dérivés de l'acide gallique.

## **II.5 Facteurs responsables du stress oxydatif et la production des métabolites secondaires de la plante**

Les plantes démontrent une extraordinaire capacité d'adaptation à leur environnement grâce à des mécanismes évolutifs complexes. Ces adaptations passent par des modifications physiologiques, morphologiques et transcriptionnelles qui affectent divers processus clés, depuis la photosynthèse jusqu'au développement racinaire (Elshafie et al., 2023; K. Sharma et al., 2019; Zandalinas et al., 2017). Les plantes doivent constamment arbitrer l'allocation de leurs ressources entre différentes fonctions physiologiques, notamment entre croissance et défense. Cet équilibre délicat s'exprime particulièrement dans la production de métabolites secondaires aux activités antioxydantes, qui améliorent significativement la résilience des plantes face aux stress environnementaux (Jan et al., 2021; K. Sharma et al., 2019) (Fig.10).

Parmi ces métabolites secondaires, les composés phénoliques présentent des fonctions particulièrement stratégiques. Leur capacité de chélation des métaux améliore la

biodisponibilité des nutriments minéraux essentiels, tout en participant activement à la modulation des propriétés physico-chimiques du sol (Perera et Tirimanne, 2021). Ces mécanismes synergiques leur confèrent un rôle pivot dans les processus d'adaptation végétale, notamment face aux stress abiotiques (Elshafie et *al.*, 2023 ; Bhattacharjee, 2019).



**Figure.11** Impact des stress biotiques et abiotiques sur les plantes et mécanismes de défense associés (Jan et *al.*, 2021).

## II.5.1 Facteurs abiotiques

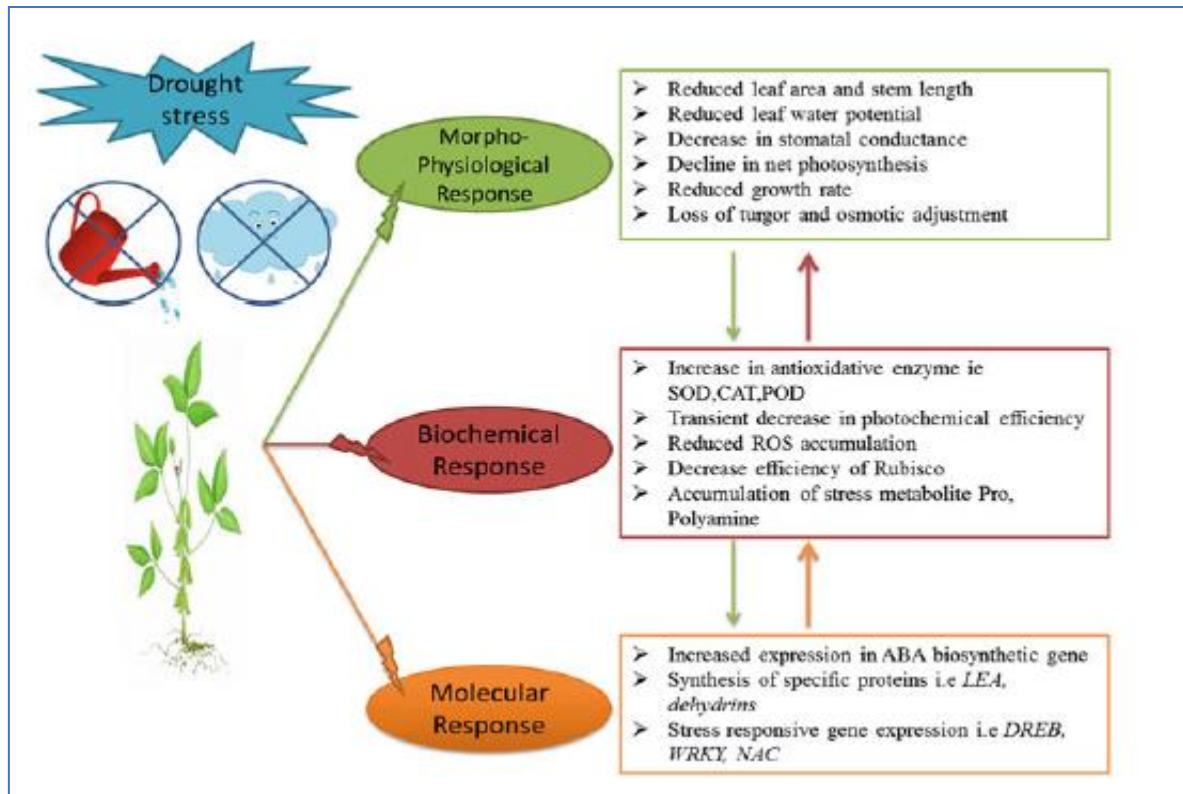
Les plantes durant leurs croissances subissent des contraintes des facteurs abiotiques, telles que la sécheresse, la chaleur, la salinité, la température (Suzuki et *al.*, 2014).

### II.5.1.1 Facteurs climatiques

Les stress environnementaux abiotiques (sécheresse, salinité, températures extrêmes, etc.) exercent une influence majeure sur le métabolisme végétal, modulant notamment la biosynthèse des métabolites secondaires (Goh et *al.*, 2016). Ces composés, dont les rôles clés dans les mécanismes d'acclimatation et de défense des plantes sont bien établis, voient leur production soit inhibée, soit au contraire fortement stimulée selon la nature et l'intensité du stress.

#### II.5.1.1.1 Sécheresse

La sécheresse est une forme physiologique de déficit hydrique où l'eau du sol disponible pour la plante est inadéquate, ce qui nuit au métabolisme de la plante (Kumar et *al.*, 2018) (Fig.11). Les changements de température affectent la croissance des plantes et les voies métaboliques impliquées dans la signalisation, la régulation physiologique et les réponses de défense (Pandey et *al.*, 2018). Les réponses thermiques se produisent rapidement et la plupart des réponses métaboliques liées à la température se produisent dans les 30 premières minutes d'exposition (Kaplan et *al.*, 2004). Les dommages aux membranes cellulaires à des températures extrêmes sont liés à une production plus élevée de ERS hautement toxiques, et en tant que telle, la peroxydation lipidique est souvent utilisée comme indicateur de dommages oxydatifs induits par le stress (Shohael et *al.*, 2006). Dans les feuilles de saule, la sécheresse provoque un stress oxydatif qui entraîne une augmentation des teneurs en flavonoïdes et en acides phénoliques (Larson, 2018). Chez *Scutellaria baicalensis* Georgi, le stress hydrique induit une régulation positive de plusieurs gènes impliqués dans la biosynthèse des flavonoïdes au niveau racinaire (Yuan et *al.*, 2012). Cependant, elle entraîne chez des réponses morphologiques (surface foliaire réduite, longueur de tige réduite, moulage des feuilles...etc), physiologiques (transpiration, efficacité de l'utilisation de l'eau...etc) et réponses biochimiques (accumulation de proline, polyamine, tréhalose...etc) sous stress de sécheresse, ce qui en fait un phénomène plus complexe à déchiffrer (Conesa et *al.*, 2016).



**Figure.12** Réponses des plantes au stress de la sécheresse (Kumar et *al.*, 2018)

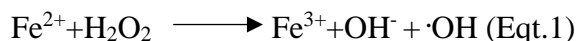
#### II.5.1.1.2 Froid

Le stress induit par les basses températures constitue un facteur abiotiques majeur affectant négativement le développement des plantes. Il altère l'intégrité de la membrane plasmique, réduit l'efficacité photosynthétique, et favorise l'accumulation excessive d'espèces réactives de l'oxygène (ERS), engendrant ainsi des déséquilibres physiologiques majeurs tels que le ralentissement, voire la stagnation, de la croissance et du développement des plantes (J.-S. Kim et *al.*, 2024; Kidokoro et *al.*, 2022). Ce stress thermique peut également provoquer une déshydratation du cytoplasme, la formation de cristaux de glace intracellulaires et, dans les cas extrêmes, entraîner la mort cellulaire, notamment chez les espèces végétales les plus sensibles au froid (Q. Wang et *al.*, 2024; L. Zhou et *al.*, 2025). Pour contrer ces effets, par exemple les plantes incorporation de composés phénoliques (lignine, subérine...) augmentant la résistance au gel (Akula et Ravishankar, 2011). Des études sur le chou frisé (*Brassica oleracea* L. var. *sabellica*), ont démontré que la diminution de température stimule la biosynthèse de flavonols spécifiques (quercétine, kaempférol et isorhamnétine) (Neugart et *al.*, 2012).

#### II.5.1.1.3 Pollution

Les toxiques environnementaux induisent la formation de ERS en inhibant le système de défense antioxydant, déclenchant ainsi des réactions de Fenton (équation.1), provoquant un

dysfonctionnement mitochondrial et générant des métabolites chimiques nocifs (Vicidomini et *al.*, 2024).



Cette réaction de Fenton génère des radicaux libres par des réactions en cascade impliquant  $\text{H}_2\text{O}_2$ , le dysfonctionnement mitochondrial, la perturbation du potentiel de membrane mitochondriale (MMP) et la production de métabolites nocifs à partir de composés organiques volatils contribuent également à l'augmentation des concentrations de ERS.

Lorsqu'un polluant pénètre dans une plante via les stomates, il provoque un stress oxydatif comme la plupart des stress abiotiques caractérisé par une production excessive d'espèces réactives de l'oxygène (ERO) (Calatayud et *al.*, 2013). Une exposition à une pollution fluorhydrique (HF) engendre une perturbation du métabolisme du calcium, tandis que celle des oxydes de soufre ( $\text{SO}_2$ ), un déséquilibre du statut redox cellulaire. Plusieurs études ont démontré que des expositions élevées à l'ozone stimulent l'accumulation de composés phénoliques, tels que les tannins, chez diverses espèces forestières et cultivées (Akula et Ravishankar, 2011). Dans cette lignée, des travaux sur le Millepertuis perforant (*Hypericum perforatum* L.) ont révélé qu'une exposition à l'ozone (110 ppb pendant 5 heures) induisait une augmentation significative des teneurs en phénols totaux et en flavonoïdes, notamment la quercétine, ainsi qu'une activation de l'activité peroxydase (Grulke et Heath, 2020). Ces observations confirment le rôle de l'ozone comme éliciteur de métabolites secondaires bioactifs.

#### II.5.1.1.4 Salinité

Le stress salin, l'un des principaux facteurs limitant la productivité végétale, induit des perturbations complexes au niveau physiologique et biochimique chez les plantes. Elle affecte les plantes à travers deux mécanismes principaux : un stress osmotique immédiat et un stress ionique à plus long terme (Mahajan et Tuteja, 2005). Ces contraintes entraînent des modifications profondes du métabolisme végétal, avec des réponses variant considérablement selon les espèces (Singh et Thakur, 2018). Il provoque également des déséquilibres nutritionnels, un stress hyperosmotique et une diminution de la photosynthèse, de la croissance et de l'absorption des nutriments par les plantes (Banerjee et Roychoudhury, 2017). Parallèlement, l'accumulation d'ions  $\text{Na}^+$  dans les tissus végétaux perturbe l'homéostasie ionique, particulièrement le ratio  $\text{K}^+/\text{Na}^+$  essentiel au fonctionnement cellulaire (Hossain et Dietz, 2016). Les réponses adaptatives des plantes face à ce stress : une régulation ionique par exclusion active de  $\text{Na}^+$  ou sa compartimentation vacuolaire (M. M. Chaves et *al.*, 2009). Une



protection antioxydante par augmentation des systèmes de détoxification des ERO (Abogadallah, 2010). Une modulation métabolique avec production accrue de composés osmoprotecteurs et de métabolites secondaires (Nouman et *al.*, 2018). Dans les feuilles de *Carthamus tinctorius* L., les flavonoïdes, qui sont un composant curatif important des feuilles de carthame, ont augmenté de manière significative sous différentes concentrations de NaCl (Gengmao et *al.*, 2015)

### **II.5.1.2 Facteurs édaphiques**

Le sol, en tant que réservoir de nutriments, est essentiel pour la croissance et le développement des plantes (Liberal et *al.*, 2023; Tavakoli et *al.*, 2022). Des recherches antérieures ont démontré que les propriétés des nutriments et des microbes du sol sont des facteurs importants qui influencent la biosynthèse des composés phénoliques et l'activité antioxydante des plantes (Y. Liu et *al.*, 2022). Les composés bioactifs des rhizomes d'Iris sont favorisés par la teneur en nutriments du sol, en particulier la matière organique du sol (Tavakoli et *al.*, 2022). Les microbes du sol sont essentiels pour la synthèse des composés bioactifs des plantes (Qiao et *al.*, 2023; Ahmed et Hijri, 2021). Des recherches antérieures ont démontré que les changements saisonniers affectaient de manière significative les propriétés du sol (Qiao et *al.*, 2023; Han et *al.*, 2021). L'accumulation de métabolites secondaires par les plantes dépend fortement de l'humidité du sol, des nutriments du sol et de la biomasse microbienne du sol, du carbone, de l'azote et des enzymes extracellulaires (Das et *al.*, 2020; Mykhailenko et *al.*, 2020).

Les facteurs édaphiques exercent une influence majeure sur la production des métabolites secondaires chez les plantes, notamment les composés phénoliques et les huiles essentielles. Les carences en N, P et K stimulent significativement la synthèse des composés phénoliques (Glynn et *al.*, 2007). Réoriente le métabolisme vers la production de flavonols (quercétine) (Olsen et *al.*, 2008). Il est connu que les plantes poussant sur des sols pauvres en nutriments accumulent plus de composés phénoliques que les plantes poussant sur des sols plus fertiles. Il a été suggéré que la restriction de l'azote et du phosphore pourrait avoir des effets différents, car les nutriments sont impliqués dans divers processus métaboliques cellulaires (Wright et *al.*, 2010).

### **II.5.2 Facteurs biotiques**

Les interactions biotiques influencent la croissance, la survie et la reproduction des plantes, et l'ampleur de ces effets dépend souvent de l'environnement abiotique (Toll, 2023). Les espèces végétales dépendent d'interactions mutualistes c'est pour assurer des fonctions

écologiquement cruciales, telles que la pollinisation, la dispersion des graines, ainsi que l'acquisition de ressources, notamment à travers des symbioses racinaires avec des bactéries fixatrices d'azote et des champignons mycorhiziens (McNichol et Russo, 2023). Les symbioses racinaires, notamment avec les bactéries fixatrices d'azote, mycorhizes, jouent un rôle fondamental en permettant aux plantes d'étendre leur niche écologique réalisée au-delà de leur niche fondamentale, en particulier dans des sols pauvres en nutriments (McNichol et Russo, 2023 ; Peay, 2016).

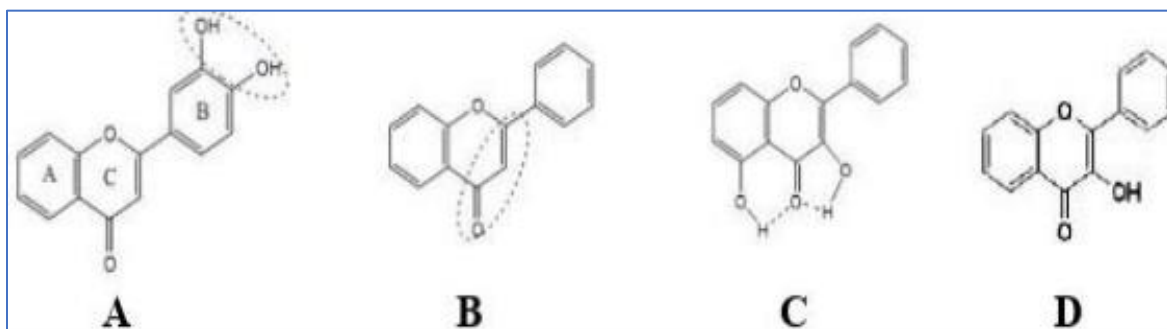
Parallèlement, les plantes doivent faire face à de nombreuses interactions antagonistes, telles que la compétition interspécifique ou les agressions d'ennemis naturels (pathogènes, herbivores, insectes ravageurs). Pour se défendre contre ces menaces, elles ont développé un arsenal sophistiqué de stratégies adaptatives, incluant des structures morphologiques défensives, des mécanismes moléculaires de détection et de signalisation, ainsi que des systèmes biochimiques complexes fondés sur la synthèse de métabolites secondaires spécialisés (War et *al.*, 2012). Ces stratégies de défense prennent tout leur sens dans la rhizosphère, zone d'interaction intense entre les racines et la communauté microbienne du sol, où les échanges biochimiques conditionnent la santé et la résilience des plantes (Nihorimbere et *al.*, 2011). Une zone invisible mais bouillonnante d'activité, où les racines des plantes communiquent, coopèrent et rivalisent avec des milliards de micro-organismes.

## **II.6 L'activité antioxydante des polyphénols**

Le nombre et la disposition des groupes hydroxyles (-OH) sur les cycles aromatiques sont essentiels. Un plus grand nombre de groupes hydroxyles, en particulier en position ortho ou para, améliore généralement la capacité antioxydante. Par exemple, des composés tels que l'acide gallique et la quercétine, qui contiennent plusieurs groupes hydroxyles, présentent une activité antioxydante élevée, tandis que les isomères ayant des positions différentes ou moins de groupes hydroxyles sont moins efficaces (Zeng et *al.*, 2023). Parmi les caractéristiques structurales associées à cette activité, on trouve :

- La présence d'une fonction ortho-dihydroxy sur l'anneau B, connue sous le nom de groupe catéchol (Sheng et *al.*, 2023) (Fig. 12.A).
- La présence d'une liaison double C2=C3 en conjugaison avec une fonction cétone en C4 du cycle C (Siva et *al.*, 2002) (Fig. 12.B).
- La présence de groupes hydroxyles en position 3 et 5 (Sheng et *al.*, 2023 ; Siva et *al.*, 2002) (Fig.12.C).

- La présence d'un groupement hydroxyle en position C3 sur le cycle C5 (Sheng et *al.*, 2023) (Fig. 12.D).

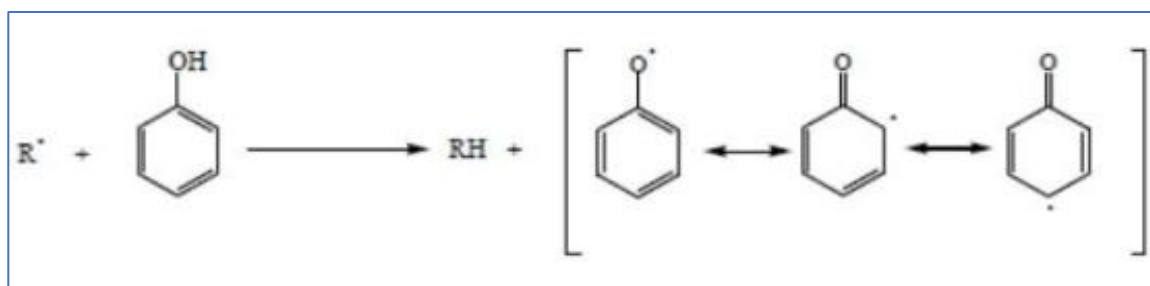


**Figure 13.** Différentes caractéristiques structurales associées à l'activité antioxydant.

## II.6.1 Les mécanismes d'action antioxydants des polyphénols

### II.6.1.1 Piégeage des ERO

Grâce à leur capacité à neutraliser les radicaux libres et les espèces réactives de l'oxygène (ERO), les composés phénoliques exercent une activité antioxydante qualifiée de radicalaire. Les antioxydants phénoliques exercent leur action en cédant un atome d'hydrogène ( $H\bullet$ ) au radical libre, le neutralisant efficacement. Le radical phénoxyyle formé est ensuite stabilisé par résonance, grâce à la structure conjuguée du noyau aromatique (Fig.13). Cette stabilisation empêche la propagation de la réaction en chaîne, notamment dans les processus de peroxydation lipidique (Boulebd et *al.*, 2023).



**Figure 14** Mécanisme d'action des antioxydants phénoliques.

### II.6.1.2 La chélation des ions métalliques

Les ions métalliques jouent un rôle essentiel en tant que cofacteurs enzymatiques, facilitant les réactions d'oxydoréduction, le transport d'électrons et divers processus métaboliques (Aulakh et *al.*, 2025). Toutefois, un excès de métaux tels que le fer ou le cuivre peut catalyser la formation d'espèces réactives de l'oxygène (ERO), provoquant un stress oxydatif, une peroxydation lipidique et des dommages cellulaires (Aulakh et *al.*, 2025).

Les composés phénoliques se lient aux ions métalliques tels que  $\text{Fe}^{2+}$  et  $\text{Cu}^{2+}$ , stabilisant leur charge électronique et réduisant leur capacité à catalyser la formation d'espèces réactives de l'oxygène (ERO). Cette chélation renforce les propriétés antioxydantes des composés phénoliques, rendant souvent les complexes métal-phénoliques plus efficaces que les composés libres pour neutraliser les radicaux et protéger les cellules contre le stress oxydatif (Fedenko et Brumaghim, 2022) (Eq. 2).

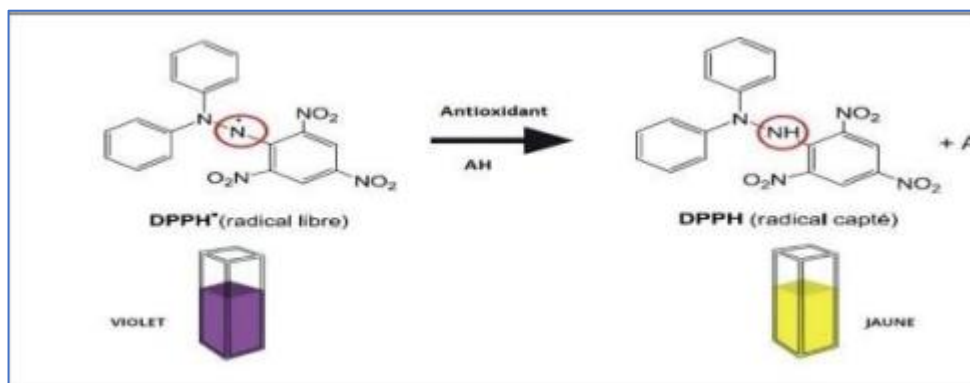


## II.7 Méthodes d'évaluation in vitro des capacités antioxydantes

L'analyse bibliographique met en évidence plusieurs techniques spectrophotométriques permettant d'évaluer l'activité antioxydante, reposant sur des réactions de coloration ou de décoloration d'un réactif dans le milieu réactionnel. Parmi les tests les plus couramment utilisés, nous présentons ceux retenus dans notre étude.

### II.7.1 Test du DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl)

Développé par Brand-Williams en 1995, ce test est largement utilisé pour estimer le pouvoir antioxydant d'un extrait. Il repose sur la capacité des antioxydants à réduire le radical libre DPPH. Initialement violet, le DPPH se décolore progressivement en jaune lorsqu'il capte un proton ( $\text{H}^+$ ) provenant d'un antioxydant (Fig. 14). L'intensité de cette décoloration, mesurée par spectrophotométrie, reflète le potentiel antioxydant de la substance ou de l'extrait étudié (Popovici et *al.*, 2010).



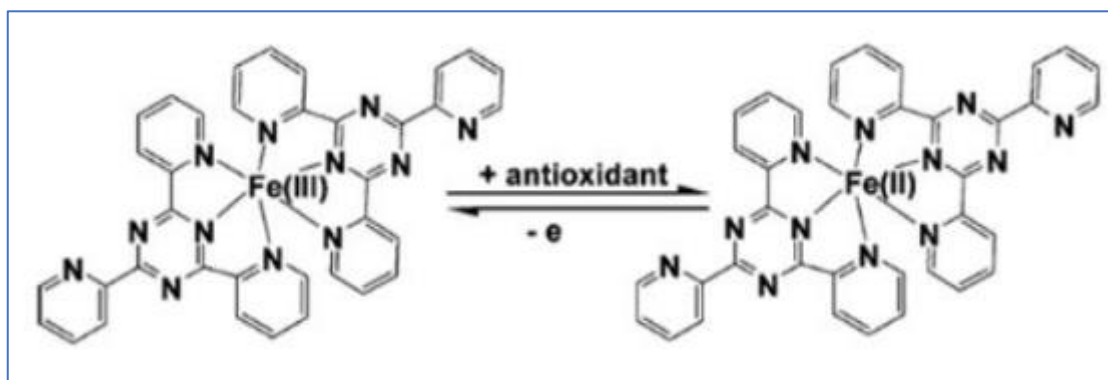
**Figure 15** réaction d'un antioxydant avec le radical DPPH (Talbi et *al.*, 2015).

### II.7.2 Test du phosphomolybdate ou de la capacité antioxydante totale (TAC)

Ce test repose sur la réduction du molybdène Mo(VI), présent sous forme d'ions molybdate ( $\text{MoO}_4^{2-}$ ), en molybdène Mo(V) ( $\text{MoO}_2^+$ ). En présence d'un extrait ou d'un composé antioxydant, cette réduction conduit à la formation d'un complexe verdâtre ( $\text{PMo}^4$ ) en milieu acide (Prieto et *al.*, 1999). L'intensité de cette coloration est ensuite mesurée par spectrophotométrie, ce qui permet d'estimer la capacité antioxydante totale de l'échantillon.

### II.7.3 Test de réduction du fer (FRAP)

Le FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) est une méthode couramment utilisée pour évaluer l'activité antioxydante d'un extrait (Benzie et *al.*, 1996). Elle repose sur la capacité des antioxydants à réduire le fer ferrique ( $\text{Fe}^{3+}$ ) en fer ferreux ( $\text{Fe}^{2+}$ ) (Fig.15). Cette réaction entraîne la formation d'un complexe coloré dont l'intensité est mesurée par spectrophotométrie à une longueur d'onde spécifique, reflétant ainsi le pouvoir réducteur de l'échantillon



**Figure 16** Mécanisme réactionnel intervenant lors du test FRAP entre le complexe ferricyanide ferrique Fe (III) et un antioxydant (AH) (Amarowicz et *al.*, 2004).

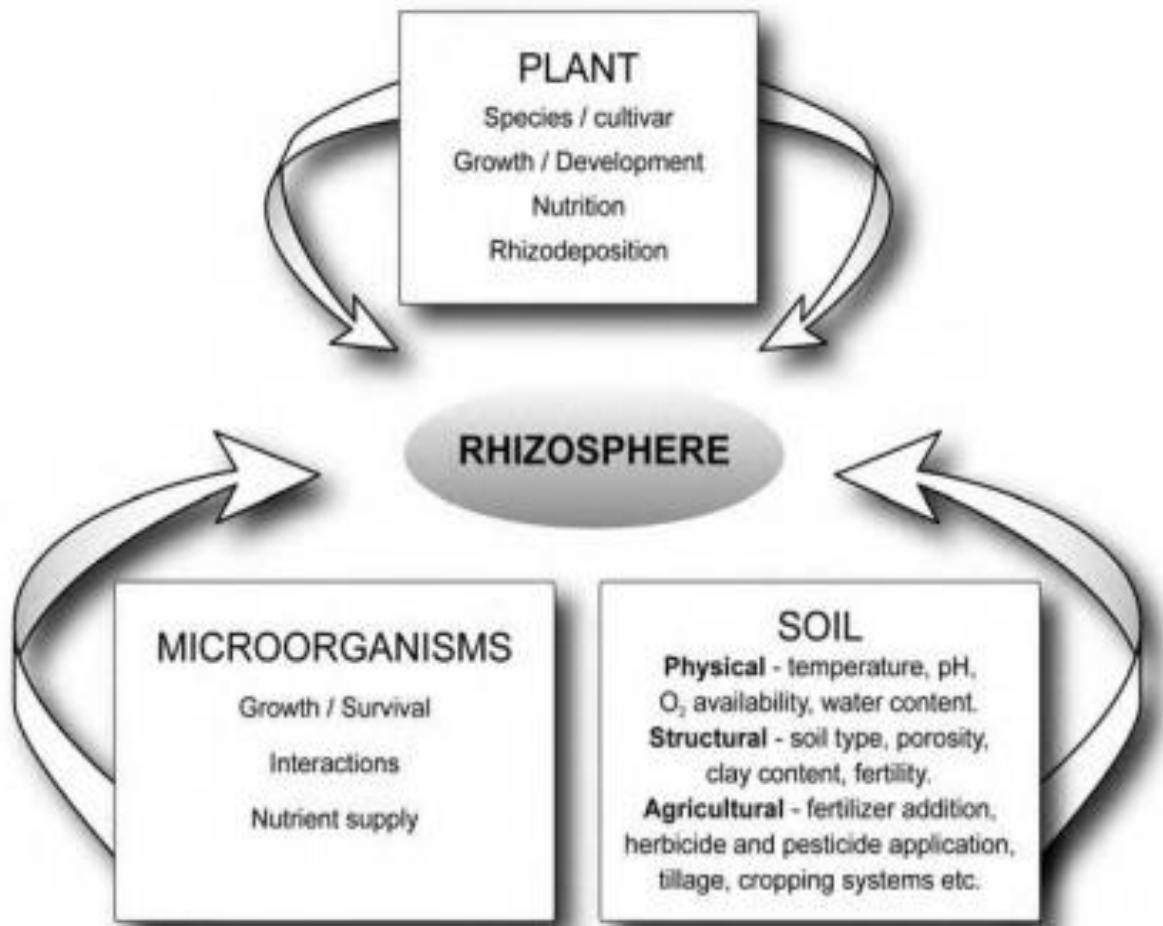
## III. Interface sol-racine (Rhizosphère)

Le terme « rhizosphère » a été introduit pour la première fois par Hiltner (1904), dans le contexte spécifique des interactions entre les bactéries et les racines des légumineuses (Gregory, 2006). Il a été défini comme suit : « Rhizo » dérivé du grec « Rhiza », signifie racine et « Sphère » vient du grec « Sfaira », signifie ballon ou globe (Hinsinger, 1998). La rhizosphère est définie comme la zone de sol, s'étendant sur quelques millimètres environnent les racines des plantes, où des processus biologiques et écologiques complexes sont produit (Hiremath et *al.*, 2024). La rhizosphère est divisée en trois zones distinctes : l'endorhizosphère, qui comprend les tissus racinaires internes, tels que l'endoderme et les couches corticales, le rhizoplant, qui

correspond à la surface des racines, incluant l'épiderme et le mucilage, et l'ectorhizosphère, qui désigne le sol adjacent aux racines (Gregory, 2006).

### **III.1 Rhizosphère comme zone dynamique des exsudats racinaires**

Cette interface, située à la jonction entre les racines et le sol, constitue un véritable carrefour d'échanges chimiques complexes, essentiels à la fertilité des sols à la résilience des plantes face aux stress environnementaux et au bon fonctionnement des écosystèmes. Un élément central de cette dynamique est la rhizodéposition, processus par lequel les racines sécrètent des exsudats riches en composés organiques. Ces substances permettent aux plantes de dialoguer activement avec le microbiote du sol, influençant la composition, l'abondance et l'activité des communautés microbiennes environnantes ( Pathan et *al.*, 2020 ; Pathan et *al.*, 2019). En participant à la mobilisation du carbone et de l'azote, ces exsudats modifient les propriétés physico-chimiques du sol et soutiennent les interactions biologiques à l'interface sol-plante (Gargallo-Garriga et *al.*, 2018; D. L. Jones et *al.*, 2009). L'ampleur de ces transformations varie selon plusieurs facteurs, notamment l'espèce végétale, l'intensité de l'activité racinaire, la fertilité du sol, ainsi que les conditions climatiques (Brimecombe et *al.*, 2007). La rhizosphère est influencée par la composition physico-chimique du sol et la dynamique des exsudats racinaires et la composition des microbiennes, qui varient en fonction des saisons et des conditions environnementales) (Brimecombe et *al.*, 2007) (Fig.16).



**Figure.17** Facteurs influençant sur la rhizosphère (Brimecombe et *al.*, 2007).

### III.1.1 Sol

Les interactions sol-plante constituent un pilier fondamental des agroécosystèmes, déterminant à la fois les rendements agricoles et la stabilité des écosystèmes. Ces échanges dynamiques reposent sur une relation symbiotique complexe où la plante, tout en modifiant activement son environnement rhizosphérique, dépend étroitement des propriétés physico-chimiques du sol pour son approvisionnement en nutriments. L'efficacité de ce dialogue biochimique conditionne directement les processus physiologiques végétaux, depuis l'absorption ionique jusqu'à l'assimilation métabolique des éléments minéraux.

Le sol est une interface dynamique entre la lithosphère (roche), l'atmosphère (air), l'hydrosphère (eau) et la biosphère (êtres vivants) (Usharani et *al.*, 2019). Il constitue une ressource naturelle fondamentale, jouant un rôle central dans le maintien de la vie sur Terre. Véritable interface entre la géosphère et la biosphère, il assure plusieurs fonctions écologiques vitales (Kalev et Toor, 2018). Il est également considéré comme un système triphasique car, étant poreux, il permet la présence de gaz et d'eau en contact direct avec les particules du sol

(minéraux ou matières organiques) (Nunes et *al.*, 2020 ; Mohamed et Paleologos, 2017). Les interactions des composants du sol sont responsables de sa capacité à s'autoréguler, ce qui est essentiel non seulement pour son propre équilibre dynamique mais aussi pour d'autres systèmes terrestres (Nunes et *al.*, 2020). Grâce à leurs propriétés uniques, par leurs caractéristiques exceptionnelles, remplissent des rôles cruciaux au niveau global. La littérature scientifique (ITPS et FAO, 2015; McBratney et *al.*, 2014 ; Costanza et *al.*, 1997), ont identifié trois fonctions majeures : régulation des écosystèmes, production de ressources, et services culturels et récréatifs. Il est responsable du cycle des nutriments, de la croissance des plantes, des échanges gazeux, du stockage du carbone et de l'élimination des déchets. Un sol en condition optimale contient environ 45% de matière solide, 5% de matière organique et 50% de pores, occupés à parts égales par l'eau et l'air.

La formation des sols dépend de quatre facteurs majeurs : le matériau parental (composition minérale initiale), le climat (altération par l'eau et la température), la topographie (distribution des matériaux) et le temps (évolution millénaire). Ces éléments interagissent pour créer des sols aux caractéristiques uniques, avec des processus d'altération et d'accumulation qui s'étendent sur des échelles temporelles géologiques (Kalev et Toor, 2018; Ravi Shankar et Dwivedi, 2017).

### **III.1.1.1 Propriétés physiques du sol**

#### **III.1.1.1.1 potentiel Hydrogène**

Le potentiel Hydrogène (pH) du sol est un indicateur clé, car il est directement corrélé à la disponibilité et à la solubilité des nutriments et influence également l'activité microbienne. Ainsi, l'évaluation du pH permet de prédire le potentiel de disponibilité des nutriments dans un système de production donné (D. M. G. Sousa et *al.*, 2007). La disponibilité des nutriments essentiels (azote, phosphore, potassium) est influencée par le pH et la présence de matière organique.

Les sols méditerranéens, typiques des zones de croissance du chêne-liège, sont modérément acides à légèrement acides, avec un pH généralement compris entre 4,7 et 6,5 et, plus rarement, entre 3,4 et 7,8 (Serrasolses et *al.*, 2009). Le pH est contrôlé par différents processus tampons capables de neutraliser l'acidité du sol dans un gradient d'acidité croissant (X. Wang et *al.*, 2015).

#### **III.1.1.1.2 Texture, structure et porosité du sol**

La texture du sol désigne les proportions relatives de particules de sable, de limon et d'argile, elle influence directement ses propriétés physiques et hydriques du sol. Elle constitue



un élément essentiel de l'étude pédologique Les particules de sable (0,05-2 mm), visibles à l'œil nu, créent des pores larges permettant un drainage rapide mais une faible rétention d'eau. Le limon (0,002-0,05 mm), plus fin et plus abondant, présente des pores plus étroits mais rend le sol vulnérable à l'érosion. Quant à l'argile (<0,002 mm), sa structure microscopique et sa grande surface spécifique lui confèrent une forte capacité de rétention d'eau, tout en induisant des propriétés particulières comme le retrait-gonflement, la plasticité et un ralentissement de la circulation hydrique. Cette combinaison de caractéristiques explique pourquoi la texture est un paramètre fondamental dans le comportement global des sols. La texture contrôle de nombreux processus pédologiques, notamment le développement de la structure, la séquestration du carbone, la rétention des nutriments, ainsi que l'infiltration et le stockage de l'eau (Bronick et Lal, 2005). Contrairement à d'autres propriétés édaphiques plus dynamiques, la texture présente une remarquable stabilité temporelle (Usharani et *al.*, 2019). Elle contrôle la distribution des pores de différentes tailles et formes, tout en déterminant la localisation des substances chimiques via les phénomènes d'adsorption à la surface des particules minérales.

La structure du sol est reconnue pour contrôler de nombreux processus. Elle des processus clés comme la rétention l'infiltration de l'eau, les échanges gazeux, la dynamique de la matière organique, des nutriments, la croissance racinaire et la sensibilité à l'érosion. La structure granulaire est considérée comme la plus adaptée à la croissance des plantes, permettant un meilleur équilibre entre macro et micropores, et par conséquent, entre la proportion air/eau (Usharani et *al.*, 2019).

La porosité, définie par l'ensemble des vides entre les particules solides, constitue un paramètre fondamental qui régit les propriétés hydriques, gazeuses et mécaniques des sols. La texture du sol influence directement l'organisation de son espace poreux et la répartition des éléments chimiques. Par conséquent, la porosité totale peut mieux représenter les effets de l'utilisation et de la gestion du sol sur les relations eau/air (Camara et *al.*, 2019). Elle améliore sa perméabilité non seulement à l'eau, mais aussi à l'air et aux racines (Tejada et *al.*, 2006).

L'aire de répartition actuelle du chêne-liège est presque entièrement limitée aux sols composés de roches siliceuses, notamment le grès siliceux, le granite, la granodiorite, le gneiss, le schiste, le schiste argileux, l'ardoise, le quartzite, le basalte et le sable (Serrasolses et *al.*, 2009). Mais on peut le trouve également sur décalcifié sols développés sur des roches carbonatées, telles que dolomie, grès dolomitiques, ou calcaire (Sánchez Palomares et *al.*, 2007). Le *Q. suber* préfère les sols, sont souvent sablonneux siliceux, avec une bonne aération et drainage, qui favorisant la croissance des racines (Pereira, 2011; Serrasolses et *al.*, 2009). La

structure du sol est modifiée par les racines et les microorganismes, créant des agrégats qui améliorent la stabilité et la rétention d'eau.

### **III.1.1.2 Propriétés chimiques du sol**

La rhizosphère est caractérisée par des gradients chimiques (oxygène, CO<sub>2</sub>, ions) créés par l'activité racinaire et microbienne. Ces gradients influencent la croissance des microorganismes et la disponibilité des nutriments.

#### **III.1.1.2.1 Matière organique**

La matière organique (M.O) joue un rôle clé dans une production alimentaire durable, notamment en améliorant l'efficacité de l'utilisation des nutriments et de l'eau, les propriétés physiques des sols et l'activité biologique (Biswas et Kole, 2018). Elle est également un attribut clé dans l'évaluation de la santé du sol, généralement en corrélation positive avec le rendement des cultures (Bennett et *al.*, 2010). Elle améliore l'aération en favorisant l'agrégation des particules du sol (Usharani et *al.*, 2019). La matière organique en décomposition fait l'objet d'une transformation microbienne conduisant à la production d'acides organiques. Il est observé que ces composés, associés au CO<sub>2</sub> libéré, induisent une solubilisation des minéraux du sol, avec pour conséquence la libération des éléments nutritifs majeurs (Ca<sup>2+</sup>, K<sup>+</sup>, etc.) (Biswas et Kole, 2018). Parallèlement, une chélation des micro-éléments métalliques (Fe, Zn, Cu, Mn) est réalisée par ces acides, aboutissant à la formation de complexes organo-minéraux stables (Biswas et Kole, 2018), conservant ces nutriments dans la zone racinaire des plantes.

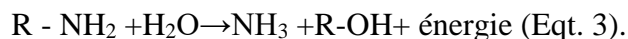
La rhizosphère de *Q. suber* est enrichie en matière organique provenant des exsudats racinaires et de la décomposition des racines fines. Les nutriments majeurs tels que le phosphore (P) et l'azote (N) sont souvent limitants dans ces sols, ce qui stimule la production d'exsudats pour leur mobilisation. Il peut pousser sur des sols pauvres et peu profonds, à faible teneur en matière organique (Pereira, 2011 ; Verdaguer et *al.*, 2000).

#### **III.1.1.2.2 Azote**

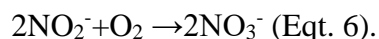
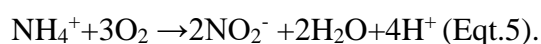
L'azote représente un élément fondamental pour le développement des plantes, intervenant dans la synthèse des protéines, des acides nucléiques, des enzymes et de la chlorophylle (Q. Wang et *al.*, 2024 ; A. Singh et *al.*, 2022). Ce macronutriment circule dans l'environnement sous deux formes principales : minérale (nitrates NO<sub>3</sub><sup>-</sup> et ammonium NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) directement assimilable par les racines, et la forme organique (acides aminés, urée) qui nécessite une minéralisation préalable (Cesco et *al.*, 2012; Xu et Penner, 2012). L'ammoniac

(NH<sub>3</sub>) est un gaz, favorisé par un pH élevé, tandis que l'ammonium, est un ion soluble, favorisé par un pH faible à modéré.

Cette dernière peut être divisé en être divisée en ammonification (équation 3), conversion de l'azote organique en ammoniac (NH<sub>3</sub>), et hydrolyse, qui est la conversion dans l'eau de l'ammoniac en ammonium (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) (Équation 4).



La nitrification est la conversion de l'ammonium en nitrate se déroule en deux étapes : la transformation de l'ammonium en nitrite (NO<sub>2</sub><sup>-</sup>) en oxydant des bactéries telles que Nitrosomonas (équation 5) et l'oxydation du nitrite en nitrate par Nitrobacter (équation 6)



Cependant, cette dynamique azotée optimale se trouve fréquemment compromise par divers stress environnementaux, le métabolisme de l'azote avant même l'apparition des premiers symptômes liés à la photosynthèse (Viancelli et Michelon, 2024).

Le chêne liège peut est une espèce qui peut pousser sur des sols à faible teneur en azote (Pereira, 2011 ; Verdaguer et *al.*, 2000).

### **III.1.1.2.3 Phosphore**

Le phosphore (P), élément nutritif essentiel au développement végétal, joue un rôle structural dans les membranes (phospholipides), énergétique (ATP, NADPH) et génétique (acides nucléiques) (Poirier et *al.*, 2022). La disponibilité du phosphore est souvent limitée en raison de sa forte tendance à se lier aux particules du sol, en particulier dans les sols à pH extrême (Jones et Darrah, 1994).

Chez le chêne-liège, l'acquisition de ce nutriment est optimisée par une stratégie d'acidification rhizosphérique : l'excrétion active de protons (H<sup>+</sup>) permet à la fois la réduction du fer ferrique (Fe<sup>3+</sup>) en formes solubles (Gogorcena et *al.*, 2001). Ce double mécanisme améliore significativement la biodisponibilité de ces éléments limitants, démontrant une adaptation remarquable aux contraintes édaphiques des écosystèmes méditerranéens.

### **III.1.1.2.4 Microéléments**

Parmi les microéléments, on cite le calcium (Ca) et le magnésium (Mg), absorbés par le système racinaire du chêne-liège, s'accumulent progressivement dans ses feuilles tout au long de leur vie (Passarinho et *al.*, 2006). Le calcium est essentiel pour la stabilité structurale des parois cellulaires et la signalisation physiologique.

Le magnésium (Mg) est essentiel à la photosynthèse des plantes, car il est un atome central de la chlorophylle et active des enzymes clés impliquées dans la fixation du carbone et le transfert d'énergie.

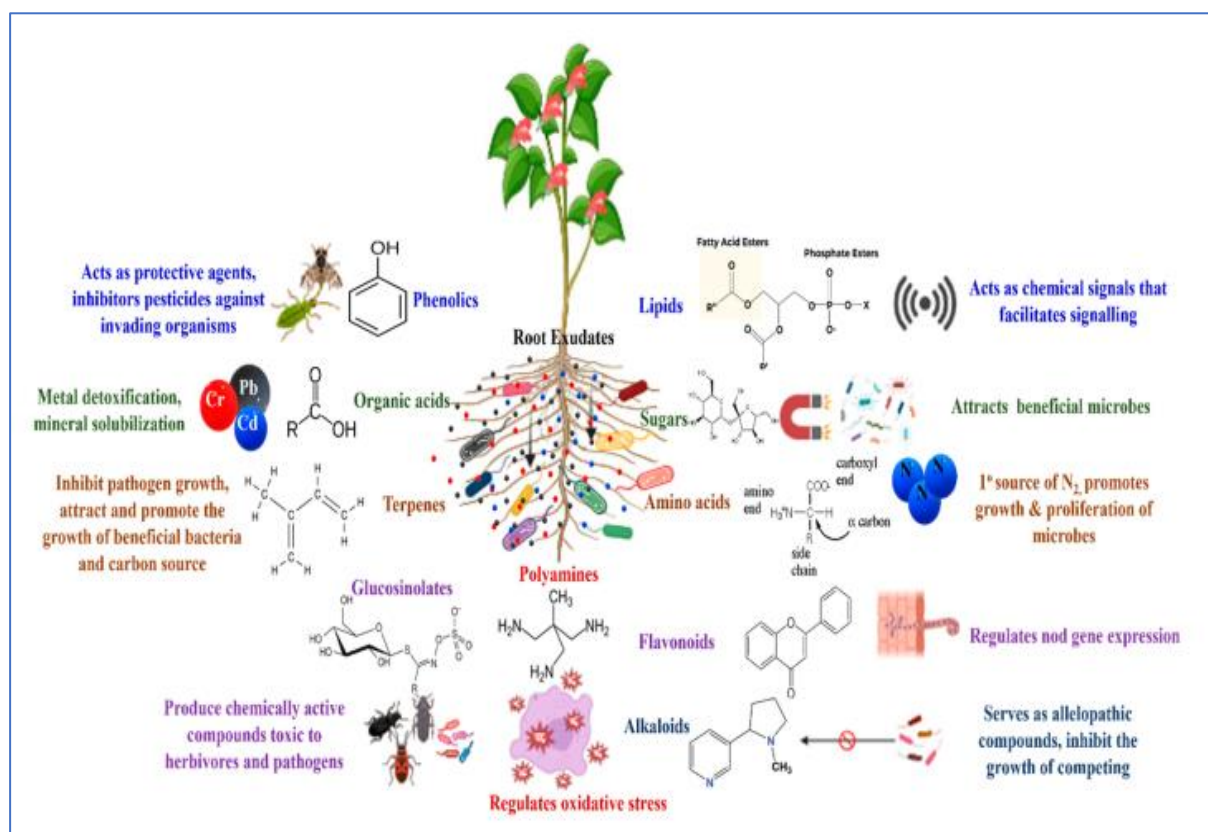
Le magnésium (Mg), élément central de la molécule de chlorophylle, est indispensable à la photosynthèse. Il active également des enzymes clés impliquées dans la fixation du carbone et le transfert d'énergie. En conditions de carence, la synthèse de la chlorophylle est inhibée, les teneurs en chlorophylle et en caroténoïdes sont réduites, et la chaîne de transport des électrons photosynthétiques est perturbée, ce qui entraîne une diminution de l'assimilation du CO<sub>2</sub> et une baisse significative de la productivité végétale, notamment dans les sols acides où la disponibilité en magnésium est limitée (Hauer-Jákli et Tränkner, 2019). Lorsque la litière tombe au sol, ces cations basiques s'y concentrent avant d'être restitués au sol minéral via la décomposition et la lixiviation (Madeira et Ribeiro, 1995). Parallèlement, la minéralisation de l'azote dans le sol consomme des protons (H<sup>+</sup>) pour produire de l'ammonium (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>), contribuant ainsi à réduire l'acidité (Serrasolses et *al.*, 2009). Cependant, dans la plupart des sols de chêne-liège, on observe une diminution progressive du pH, du calcium et de la saturation en bases avec la profondeur (Vacca, 2000). Ce phénomène s'explique principalement par : l'absorption des nutriments (notamment du Ca) et leur allocation dans la biomasse et le lessivage des cations basiques en profondeur (Jobbágy et Jackson, 2004)

Pendant la croissance, les racines absorbent l'ammonium et les cations basiques tout en libérant des protons (H<sup>+</sup>). Grâce à leur système racinaire profond, les chênes-lièges agissent comme des pompes biologiques, transférant les cations basiques des couches profondes vers la surface via la chute et la décomposition de la litière (Serrasolses et *al.*, 2009). Toutefois, ce découplage vertical entre minéralisation en surface et absorption en profondeur génère une acidification locale dans la rhizosphère (Ehrenfeld et *al.*, 2005). Cette acidité peut être neutralisée par les systèmes tampons du sol (ex. altération des minéraux), mais elle peut aussi entraîner une baisse durable du pH si la capacité de neutralisation du sol est insuffisante. Le chêne-liège peut contenir 10 fois plus de calcium (Ca) dans litière que celle des pins voisins.

### **III.1.2 Interaction plante-racine**

L'un des processus critiques de l'absorption des nutriments est la libération d'exsudats racinaires, composés organiques sécrétés par les racines des plantes dans la rhizosphère, la zone du sol immédiatement environnante (Fig.17). Les exsudats racinaires sont un mélange complexe de composés libérés par les racines des plantes dans le sol environnant, influençant considérablement les communautés microbiennes du sol, la disponibilité des nutriments et la

santé des plantes (W. Ma et *al.*, 2022) (Fig.17). La composition des exsudats racinaires varie selon les espèces végétales, les stades de développement et les conditions environnementales, ce qui en fait un facteur important dans les interactions entre les plantes, les microbes du sol et les agents pathogènes. Elles stimulent l'activité microbienne, augmentant ainsi la teneur en carbone et azote du sol (Shi, Pan, et al., 2022), ce qui améliore la nutrition végétale (de La Fuente Cantó et *al.*, 2020).



**Figure. 18** Constituents des exsudats racinaires et leurs fonctions dans la rhizosphère (Tharanath et *al.*, 2024).

Les exsudats racinaires peuvent être classés en quatre grandes catégories principales : les composés de faible poids moléculaire, les composés de poids moléculaire élevé, les métabolites secondaires et les composés organiques volatils (Hiremath et *al.*, 2024). Ces catégories sont définies en fonction de leurs propriétés chimiques et de leur rôle dans les interactions entre les racines et leur environnement.

### III.1.2.1 Composés de faible poids moléculaire

Ils sont reconnus comme l'un des composants les plus importants des exsudats racinaires, sont principalement constitués de sucres, d'acides aminés, d'acides organiques. Ils induisent une gamme de réponses dans l'architecture du système racinaire, de la formation des

racines latérales à l'épuisement du méristème racinaire, en fonction de la plante et de l'état nutritionnel du sol (Canarini et *al.*, 2019). Ils agissent comme chimio-attractif pour les bactéries bénéfiques, favorisant la colonisation des racines dans différents modèles végétaux (Feng et *al.*, 2018; Rekha et *al.*, 2018; N. Zhang et *al.*, 2015; Chaparro et *al.*, 2013;). Leur transport des cellules racinaires vers la rhizosphère est régulé par gradients de concentration (de La Fuente Cantó et *al.*, 2020).

#### **III.1.2.1.1 Sucres**

Ils sont reconnus comme une source de carbone et d'énergie pour les microorganismes du sol (Gunina et Kuzyakov, 2015; Huang et *al.*, 2014). Leur rôle crucial dans la réponse racinaire à la carence en phosphore (P) a été démontré (Carvalhais et *al.*, 2011; J. Liu et Vance, 2010). De plus, leur implication dans la structuration des communautés microbiennes, favorisant ainsi leur prolifération (Hiremath et *al.*, 2024).

#### **III.1.2.1.2 Acides aminés**

Tels que la glutamine et l'asparagine, sont utilisés pour fournir de l'azote aux microbes du sol et en signalant aux bactéries bénéfiques de coloniser les surfaces racinaires (Hiremath et *al.*, 2024). Ils jouent un rôle important dans la formation de l'architecture du système racinaire, il a été prouvé que l'acide aminé L-glutamate provoque les réponses les plus intenses lors de la recherche de nutriments *Arabidopsis thaliana* (Forde, 2014). Ils sont considérés comme l'un des principaux composants des exsudats racinaires, les acides aminés sont omniprésents dans l'environnement du sol à de faibles concentrations et pourraient donc représenter des déclencheurs importants des réponses des plantes aux changements de disponibilité de l'azote dans le l'interface plante-sol (Canarini et *al.*, 2019; Kiba et Krapp, 2016). Ils sont également perçus comme des signaux chimiques qui encouragent la colonisation des surfaces racinaires par des bactéries bénéfiques ( Hiremath et *al.*, 2024 ; Chaparro et *al.*, 2013).

#### **III.1.2.1.3 Acides organiques**

Notamment les acides citrique, malique et oxalique, sont identifiés comme des facteurs clés dans la solubilisation des nutriments du sol. Leur rôle dans le déplacement chimiotactique des bactéries du sol vers la rhizosphère a été mis en évidence (D. L. Jones et *al.*, 2003). Bien que, ces acides agissent comme agents chélateurs, améliorant la tolérance des plantes à la toxicité de l'aluminium dans les sols acides (Chen et Liao, 2016; T. Sharma et *al.*, 2016). Par exemple, la libération d'acide malique par les racines, a été démontrée comme augmentant la disponibilité du phosphore par chélation des phosphates liés au sol (Hiremath et *al.*, 2024; More et *al.*, 2020 ; Maruyama et *al.*, 2019; Mora-Macías et *al.*, 2017). Cet acide est également

impliqué dans la chimiotaxie des bactéries bénéfiques dans la rhizosphère (Rekha et *al.*, 2018). De même, une exsudation accrue d'acide citrique a été observée chez l'orge dans des conditions salines, facilitant la chélation des ions toxiques et favorisant la colonisation microbienne bénéfique (Hiremath et *al.*, 2024). Enfin, ces acides organiques sont impliqués dans la modification du potentiel d'oxydoréduction et du pH du sol, influençant ainsi les processus biologiques et chimiques dans la rhizosphère (De La Fuente Cantó et *al.*, 2020).

### **III.1.2.2 Composés à poids moléculaire élevé**

Tels que les polysaccharides, le mucilage et les protéines, jouent également un rôle essentiel dans l'exsudation des racines. Les polysaccharides, sécrétés sous forme de mucilage, contribuent à l'agrégation du sol, améliorant ainsi sa structure et sa capacité de rétention d'eau (Di Marsico et *al.*, 2018). Ce réseau de mucilage est également impliqué dans le renforcement du potentiel matriciel du sol autour des racines, aidant à maintenir l'humidité de la rhizosphère et à prévenir les variations soudaines du flux hydrique, en particulier autour des extrémité racinaires (Carminati et *al.*, 2016). Les protéines, comprennent des enzymes et des molécules de signalisation, jouant un rôle clé dans la facilitation des interactions entre les racines et les microorganismes du sol (Hiremath et *al.*, 2024). Parmi ces protéines, les lectines et autres protéines sécrétées par les racines sont identifiées comme favorisant l'adhérence microbienne aux surfaces racinaires, ce qui soutient l'établissement des relation symbiotiques bénéfiques (Hiremath et *al.*, 2024).

### **III.1.2.3 Composés organiques volatils (COV)**

Ils sont reconnus comme une catégorie unique d'exsudats racinaires en raison de leur capacité à se diffuser dans l'atmosphère du sol influençant à la fois les communautés microbiennes et les plantes voisines (Hiremath et *al.*, 2024). Notamment des terpénoïdes, des sulfures, des (thio)cyanides et des thiophènes (Vaughan et *al.*, 2013). Dans l'étude menée sur la tomate, il a été démontré que les terpènes et les aldéhydes libérés par les racines, inhibent la croissance de champignons pathogènes, tels que *Rhizoctonia solani* (Bais et *al.*, 2006). De plus, le sesquiterpène (E)- $\beta$ -caryophyllène est émis par les racines de *Zea mays* (maïs) dans des dégâts causés par les herbivores (Rasmann et *al.*, 2005). Ces composés agissent également comme signaux chimiques à longue distance, modulant le comportement des organismes du sol (Hiremath et *al.*, 2024). Il a été observé que ces signaux chimiques peuvent provoquer des réponses différentes selon les organismes cibles : un même exsudat peut dissuader un organisme tout en attirant un autre (Bais et *al.*, 2006).

#### III.1.2.4 Métabolites secondaires

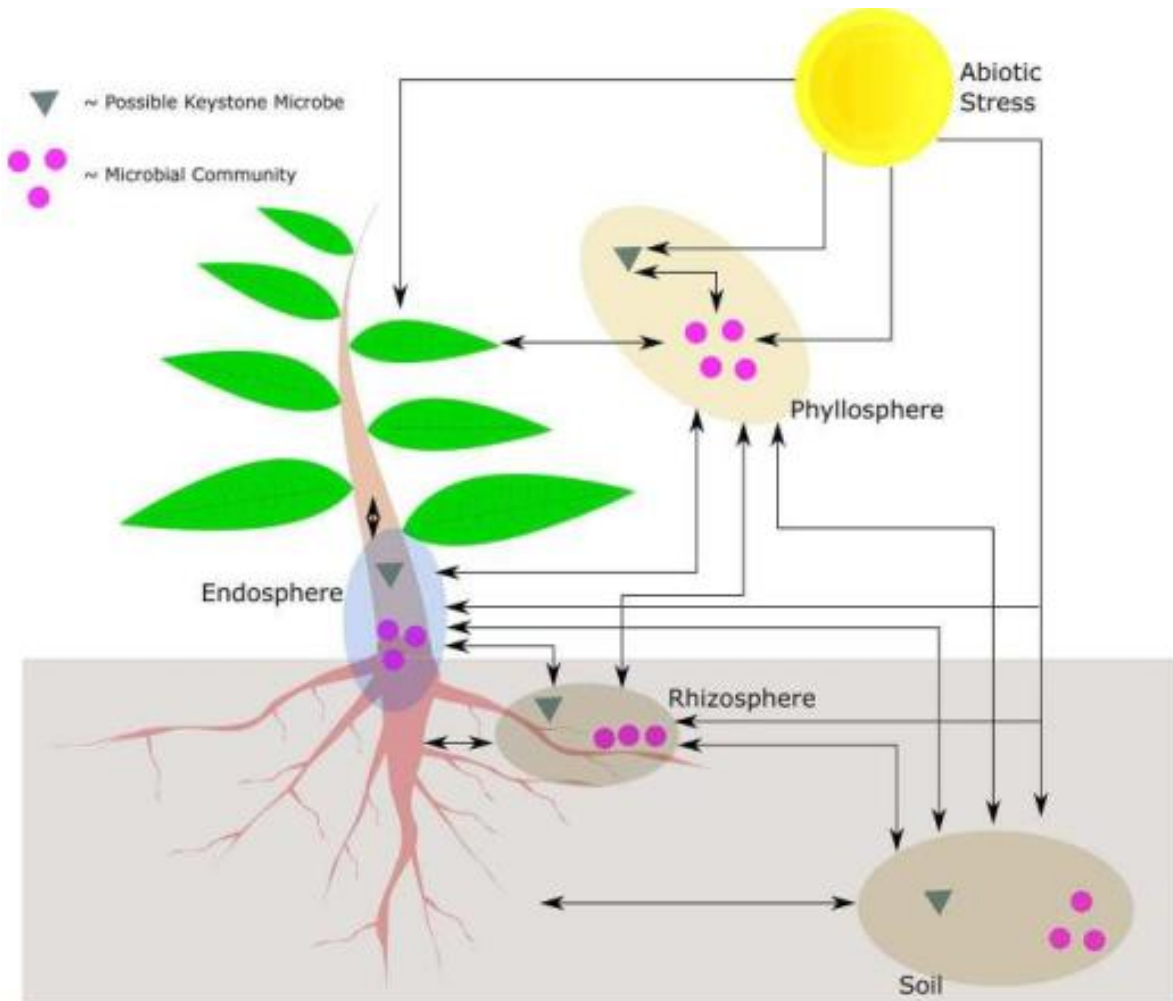
Elles englobent une large gamme de composés bioactifs, tels que les phénoliques, flavonoïdes et terpénoïdes, sont exsudés par les racines de la plante et jouant des fonctions écologiques importantes. Elles sont des métabolites multifonctionnels, généralement impliqués dans la défense des plantes et la communication avec l'environnement (Hartmann, 2007). Ils servent également de molécules de signalisation lors des interactions plantes-microbes et modulent la composition des communautés microbiennes associées à leurs hôtes (Hiremath et *al.*, 2024; Fakhri et *al.*, 2022; van Dam et Bouwmeester, 2016; G. Singh et Mukerji, 2006).

Les flavonoïdes, par exemple, régulent la compétition microbienne en favorisant la symbiose avec *Rhizobium* tout en inhibant d'autres microorganismes. Les saponines sont, quant à elles, des composés allélopathiques perturbant les membranes cellulaires des pathogènes comme *Phytophthora* spp. réduisant significativement l'incidence des pourritures racinaires (Hiremath et *al.*, 2024; Ramsdale, 2008). L'étude de l'impact des facteurs environnementaux sur les végétaux revêt une importance majeure. Elle éclaire les mécanismes d'adaptation des plantes aux stress abiotiques (sécheresse, salinité, températures extrêmes) et biotiques (pathogènes, compétition). Ce qui peuvent déclencher une réponse de stress généralisée, notamment stress oxydatif. Induisent un stress oxydatif en générant des ERO. Le métabolisme aérobie, des plantes repose sur de l'oxygène pour produire l'énergie nécessaire à leur croissance et développement. Cependant, la réduction de l'oxygène par les cytochromes de la chaîne respiratoire s'accompagne inévitablement d'une production des radicaux oxygénés. Lorsque cette réduction est incomplète, il en résulte la formation des molécules hautement réactives dérivées de l'oxygène (Parent et *al.*, 2008).

#### III.1.3 Microbiome du sol

D'un point de vue biotique et microbien, les plantes hébergent de nombreux organismes qui résident dans la phyllosphère, l'endosphère et la rhizosphère, influençant la façon dont une plante réagit à son environnement (P. Jones et *al.*, 2019) (Fig.18)





**Figure.19** Interactions possibles au sein du phytobiome entre la plante, le stress abiotique, les microbes clés et les communautés microbiennes (P. Jones et *al.*, 2019).

Les compartiments respectifs de l'holobionte sont illustrés ; seule la phyllosphère indique une interaction microbienne clé, bien que les autres compartiments puissent présenter le même type d'interactions. La phyllosphère peut également être épiphytiques ou endophyte. L'interaction croisée entre les différents compartiments peut se faire au niveau de la communauté ou par l'intermédiaire de microbes individuels (clés). De plus, la plante peut également interagir avec des communautés entières ou par l'intermédiaire de microbes individuels (Jones et *al.*, 2019).

Malgré l'abondance potentielle des ressources du sol, leur absorption par les plantes est souvent limitée par l'hétérogénéité de ce milieu. Les nutriments y sont distribués de façon disparate et peuvent être chimiquement indisponibles (Hinsinger et *al.*, 2009). Pour y remédier, les plantes développent des stratégies adaptatives, allant de la plasticité racinaire à des

associations mutualistes avec la microflore tellurique. Ces mécanismes leur confèrent une résilience face aux stress environnementaux, qu'ils soient biologiques ou physico-chimiques.

La rhizosphère constitue l'un des écosystèmes les plus complexes de la planète, représentant un véritable hotspot microbien des millions de cellules. Cet environnement dynamique résulte d'interactions complexes initiées par la libération d'exsudats racinaires (flavonoïdes, acides aminés) agissant comme signaux chimiques (Stefan et *al.*, 2018). La distribution microbienne le long des racines et la dynamique de croissance racinaire sont directement influencées par ces exsudats (Dupuy et Silk, 2016). Des études ont révélé une accumulation différentielle des communautés microbiennes selon les zones racinaires : une diversité bactérienne plus élevée au niveau des extrémités racinaires comparée à la zone d'élongation (Massalha et *al.*, 2017). Par exemple, dans la rhizosphère d'*Artemisia annua*, on observe une dominance de *Sphingomonas*, *Sphingobium* et de champignons saprotrophes en réponse à la sécrétion de composés organique (hydrates de carbone, acides aminés).

Les interactions plantes-microbes engendrent des modifications systémiques. Les communautés microbiennes rhizosphériques induisent des changements systémiques dans la composition des exsudats racinaires (Korenblum et *al.*, 2020), provoquant des réorganisations métaboliques et transcriptionnelles à l'échelle de la plante entière (Korenblum et *al.*, 2020). Ces microorganismes bénéfiques, qu'ils colonisent la rhizosphère ou les tissus racinaires, établissent avec la plante des relations variant continûment entre la symbiose et commensalisme. Enfin, la rhizosphère supporte une biodiversité exceptionnelle, comprenant non seulement des bactéries et champignons, mais aussi des nématodes, arthropodes herbivores et autres organismes du sol, formant ainsi un réseau trophique complexe autour du système racinaire (Rüger et *al.*, 2021) (Fig.19).

La figure.19, illustre les divers interactions souterrains de la plante et les microorganismes ; (A) les plantes exsudent des composés phénolique pour inhiber la germination ou la croissance d'autres plantes (allélopathie) ; (B) les larves d'insectes se nourrissant des racines induisent la production de substances volatiles, telles que des composés contenant du soufre ou le terpène (E)- $\beta$ -caryophyllène, attirant les nématodes entomopathogènes ; (C) l'exsudat racinaire des plantes affecte la colonisation par les bactéries de la rhizosphère et initie la colonisation et la formation de nodules racinaires par *Rhizobia* ; (D) les exsudats racinaires induisent l'éclosion de nématodes à kystes et attirent les nématodes juvéniles vers la racine ; (E) la calotte racinaire à l'extrémité des racines est le site d'exsudation le plus actif ; (F) les strigolactones dans la racine l'exsudat induit une ramification hyphale chez les champignons

mycorhiziens à arbuscules, un processus nécessaire à la colonisation ; et (G) la germination des plantes parasites est induite par les strigolactones dans l'exsudat racinaire de leur hôte.



**Figure.20** Communication chimique souterraine des plantes avec d'autres organismes (Van Dam et Bouwmeester, 2016).

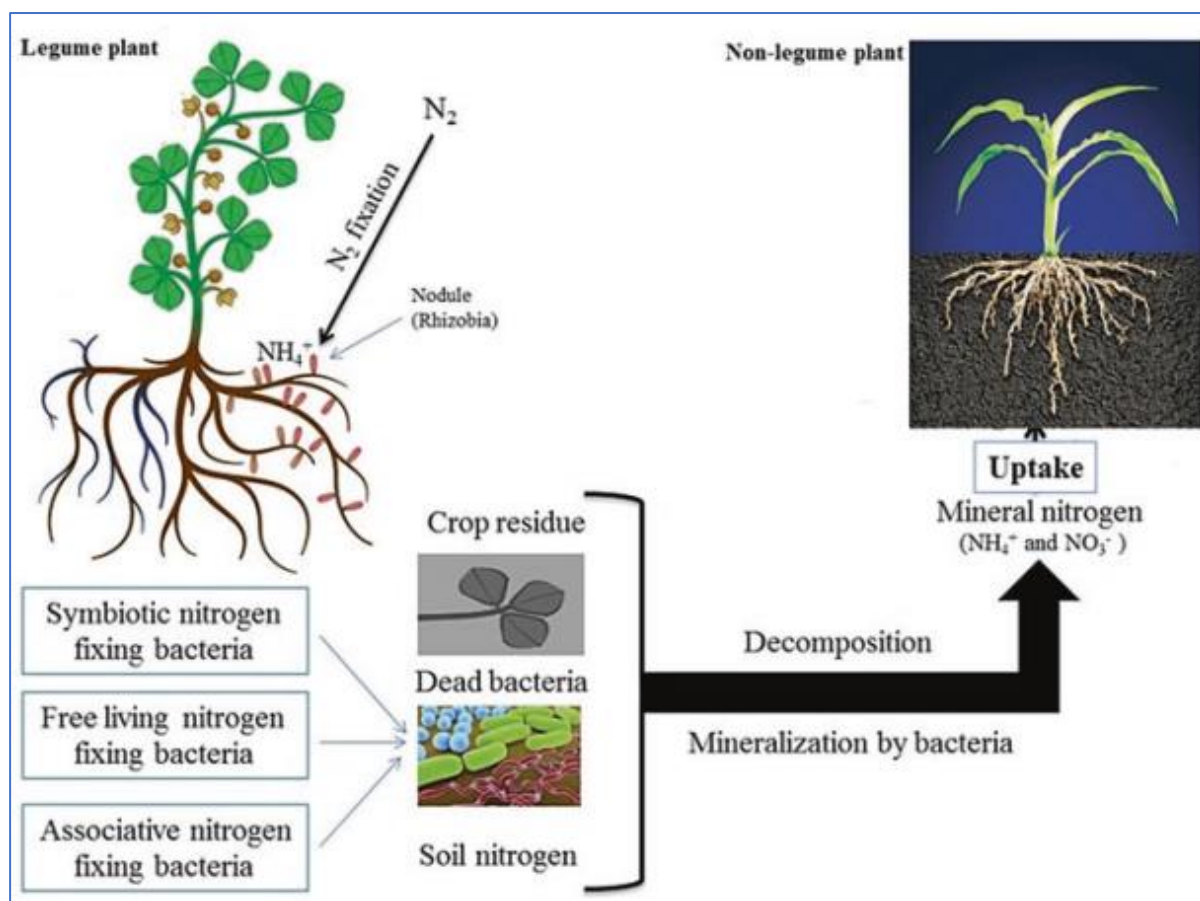
### III.1.3.1 Microbes bénéfiques

Le développement et la résilience des plantes dans les écosystèmes dépendent fondamentalement de leurs interactions microbiennes (Hassand et *al.*, 2024). Les micro-organismes bénéfiques favorisent la croissance des plantes en améliorant l'assimilation des nutriments, en renforçant leur tolérance aux stress abiotiques et en modulant leurs processus physiologiques (Tharanath et *al.*, 2024). Les interactions plantes-microbiomes sont orchestrées par un réseau de signaux moléculaires et de réponses physiologiques interdépendantes, ces mécanismes, à la fois écologiques et cellulaires, sous-tendent l'établissement de symbioses bénéfiques (Rodríguez-García et *al.*, 2019). Une relation étroite, a été mis en évidence entre les exsudats racinaires et la diversité microbienne (Eisenhauer et *al.*, 2017). Cependant, les

exsudats racinaires agissent comme des signaux chimioattractants, modulent le comportement des microbes du sol, favorisant l'établissement de relations mutualistes bénéfiques pour la plante (Hiremath et *al.*, 2024).

Les légumineuses établissent une interaction mutualiste avec des bactéries fixatrices d'azote, appelées rhizobia (Hiremath et *al.*, 2024), tels que *Rhizobium* et *Bradyrhizobium*, fixent l'azote atmosphérique en symbiose avec les légumineuses via des nodules racinaires, réduisant ainsi le besoin en fertilisants azotés (Tharanath et *al.*, 2024; Abd-Alla et *al.*, 2023). Tandis que les rhizobiums reçoivent en échange des composés carbonés (sucres, acides organiques) provenant de plante hôte. L'établissement de cette symbiose est déclenché par la libération de flavonoïdes chez les racines des légumineuses, ces molécules de signalisation contribuant à la régulation du nombre de nodules (W. Dong et Song, 2020). Chez d'autres espèces végétales, cette symbiose des espèces végétales est déclenchée par la libération des strigolactones par les racines, qui stimulent la germination des spores et la ramification des hyphes chez les Champignons mycorhiziens arbusculaires (CMA) (Hiremath et *al.*, 2024).

La figure. 20, explique les mécanismes de la disponibilité de l'azote chez les légumineuses, les bactéries fixatrices d'azote vivent dans des nodules racinaires où elles produisent du  $\text{NH}_3$ , directement absorbé par la plante. La majorité de l'azote fixé reste dans la légumineuse, avec peu de transfert vers les plantes voisines non légumineuses. Cependant, ces dernières peuvent bénéficier de l'azote libéré lors de la mort des bactéries, par l'association avec des bactéries libres ou via la décomposition de la matière organique végétale (racines, feuilles, fruits). La nitrification de l'ammonium en nitrate est assurée par l'activité microbienne : *Nitrosomonas* convertit l'ammonium en nitrite, rapidement transformé en nitrate par *Nitrobacter*, expliquant la faible concentration de nitrite dans le sol.



**Figure.21** Mécanismes augmentant la disponibilité de l'azote dans la rhizosphère pour les plantes légumineuses et non légumineuses.

Les plantes colonisées par ces champignons arbusculaire (MA) présentent également un transport accru de sucre vers les racines. Il été suggéré que cet afflux de sucres pourrait stimuler la formation de racines latérales, un phénomène typique des plantes associées à des CMA (Fusconi, 2014). Etesami, (2020), ont rapporté que la symbiose avec CMA joue un rôle dans l'absorption du phosphore, en facilitant l'accès aux ions phosphate, portant peu mobiles dans le sol. Grâce à leur réseaux étendu d'hyphes, ces champignons augmentant considérablement la surface d'exploitation du sol, améliorant l'absorption des nutriments jusqu'à 70 % par rapport aux plantes non mycorhiziennes. Cette association symbiotique favorise non seulement le phosphore et l'azote, mais aussi celle de micronutriments essentiels tels que le zinc et le cuivre (Bhantana et al., 2021).

De plus, les micro-organismes peuvent sécréter des enzymes extracellulaires qui décomposent la matière organique, libérant ainsi des nutriments dans le sol et améliorant sa structure (Frey, 2019). Ce processus, appelé minéralisation, libère dans le sol des nutriments tels que l'azote, le phosphore et le soufre, qui peuvent ensuite être assimilés par la plante et incorporés dans ses exsudats (Etesami, 2020). *Pseudomonas fluorescens* réagit à l'acide malique

exsudé par les racines d'*Arabidopsis*, déclenchant une chimiotaxie bactérienne et la formation de biofilms, ce qui favorise la croissance des plantes et à leur résistance systémique (Yu et al., 2021). En effet, son application sur le blé a permis d'augmenter significativement les rendements jusqu'à 20 %, grâce à une meilleure solubilisation du phosphore et la résistance aux maladies (Prasad et al., 2019). (Dobbelaere et al., 2001), ont attribué que l'inoculation du maïs avec *Azospirillum brasilense*, apporte une augmentation du rendement de 15 à 30 %, grâce à une amélioration de la fixation de l'azote et à une stimulation de la croissance racinaire.

En plus des microbes bénéfiques mentionnées précédemment, les bactéries PGPR (Plant Growth-Promoting Rhizobacteria) présentent des avantages significatifs pour stimuler la croissance végétale et renforcer la tolérance des plantes aux stress abiotiques et biotiques (Rosier et al., 2018). Les PGPR stimulent la croissance végétale via des mécanismes directs et indirects. Les premiers mécanismes incluent à la fixation de l'azote, la solubilisation du phosphore, la production de sidérophores (Hiremath et al., 2024 ; Backer et al., 2018), ils stimulent la synthèse de phytohormones clés (IAA, gibbérellines, cytokinines, ABA, acide jasmonique), favorisant la croissance racinaire et la réponse au stress. Les PGPR produisant de l'ACC désaminase réduisent la biosynthèse d'éthylène, limitant ainsi ses effets inhibiteurs sur la croissance (Backer et al., 2018). Les mécanismes indirects impliquent la production d'antibiotiques, d'enzymes lytiques et la compétition nutritionnelle, limitant ainsi la prolifération des pathogènes dans la rhizosphère. Ces actions combinées optimisent à la fois la nutrition, la croissance et la résistance des plantes (Parray et al., 2016).

Les micro-organismes bénéfiques, tels que les rhizobactéries promotrices de la croissance des plantes (PGPR) et les champignons mycorhiziens arbusculaires (CAM), contribuent à la tolérance des plantes face à divers stress abiotiques, notamment la sécheresse, la salinité et la toxicité des métaux lourds. Cette tolérance est renforcée par l'activation des enzymes antioxydantes, la régulation de l'équilibre hormonal et nutritionnel, ainsi que la réduction des dommages oxydatifs (Diagne et al., 2020).

### **III.1.3.2 Agents pathogènes**

Les exsudats racinaires, principale source de carbone organique dans la rhizosphère, modulent sélectivement les communautés microbiennes en créant un niche écologique favorable (Pascale et al., 2020). Ces composés influencent également les interactions plantes-pathogènes et plantes-herbivores. Les agents pathogènes microbiens altèrent la santé des plantes (Nadarajah et Abdul Rahman, 2021), tandis que, les herbivores du sol exploitent les



composés organiques volatils (COV) émis par les racines pour localiser leur hôte (van Dam et Bouwmeester, 2016).

Le CO<sub>2</sub>, issu de la respiration racinaire sert un indice clé pour ces organismes (Johnson et Rasmann, 2015). Parmi les consommateurs rhizosphériques, les nématodes représentent l'un des groupes les plus ubiquistes (van Dam et Bouwmeester, 2016). Face à ces pressions biotiques, les plantes développent des stratégies de défense complexes. Certaines accumulent des glycosides iridoïdes (aucubine et catapol), aux fonctions défensives dans leurs exsudats. D'autres, comme le maïs, sécrètent des benzoxazinoïdes, inhibant la croissance des *Fusarium* spores, (Cen et *al.*, 2024). *Arabidopsis thaliana*, produit quant à elle des composés antimicrobiens tels que la camalexine en réponse à l'attaque d'agents pathogènes de *Pythium* (Hiremath et *al.*, 2024).

Une étude menée sur des semis de deux ans de *Q. rubra* a révélé que l'herbivorie foliaire diminuait l'allocation de carbone vers les racines fines, tout en induisant une régulation active de l'exsudation racinaire (Frost et Hunter, 2008). Ce mécanisme permettrait de maintenir un taux constant de rhizodéposition de carbone, probablement afin de préserver l'approvisionnement en nutriments par les microbes associés.

De plus, le microbiome rhizosphérique participe activement à la défense végétale., capables certains microbes composés antimicrobiens (Ab Rahman et *al.*, 2018; R. Mendes et *al.*, 2013), tandis que d'autres induisent une résistance systémique (ISR) ou l'amorçage, via les voies de l'acide jasmonique et de l'éthylène (Pieterse et *al.*, 2014), favorise une colonisation racinaire sélective par des bactéries bénéfiques capables d'induire l'ISR sous stress pathogène (Berendsen et *al.*, 2018). Des champignons comme *Trichoderma spp.* et *Fusarium spp.*, synthétisent des métabolites secondaires antifongiques (trichothécènes) et antibactériens (pénicilline) contre les pathogènes des plantes (Zeilinger et *al.*, 2016), comme observé chez le maïs, *Trichoderma atroviride*, stimulent les défenses des plantes hôtes confronté à la chenille *Spodoptera frugiperda* (Contreras-Cornejo et *al.*, 2018). Ces interactions symbiotiques renforcent globalement l'immunité des plantes contre les agressions pathogènes.

En comparaison, une disponibilité réduite en azote peut avoir un impact négatif sur la production de biomasse végétale. Ce qui entraîne une augmentation de la centralisation des espèces réactives de l'oxygène et augmente la capacité antioxydante (Stefanelli et *al.*, 2010).

# **Matériels et Méthodes**

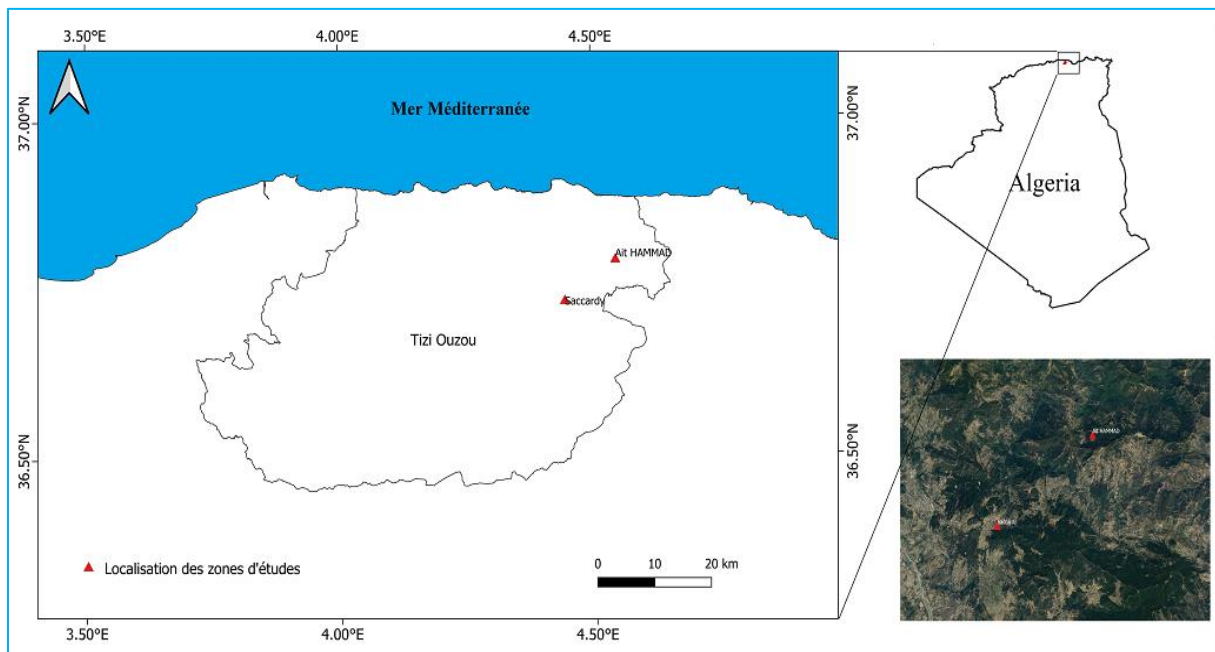


## I. Présentation des sites d'étude

### I.1 Les situations géographiques

Le premier site, SACCARDY (collinéenne), se situe dans le canton de Tizi Oufellah au sein de la forêt Beni-Ghobri, répartie sur trois communes : Azazga, Ifigha et Yakourene. Cette forêt s'étend sur 5721 hectares et est délimitée au Nord par les forêts domaniales de Tamgout et d'Azouza, à l'Est par la forêt d'Akfadou et à l'Ouest et au Sud par la vallée d'Oued Sibaou (Fig.8). Le deuxième site, AIT HAMMAD (côtière), est localisé dans le canton AIT HAMMAD au sein de la forêt domaniale d'Azouza de la commune Zekri, situé à 75 Km du chef-lieu de la wilaya de Tizi-Ouzou. Il est limité au Nord par la forêt Tigrin, au Sud par Beni Zekki, à l'Ouest par Azazga et à l'Est par la forêt Sidi Aissa (Fig. 21).

L'étude est réalisée au sein d'une jeune futaie régulière située sur une lithotoposéquence homogène. Ces deux peuplements se retrouvent dans l'étage de végétation thermo-méditerranéen, avec un régime saisonnier de type HPAE.



**Figure.22** Carte de localisation des zones d'études (QGIS 3.10.10).

Ces deux forêts domaniales relèvent administrativement de la circonscription forestière d'Azazga. Les coordonnées géographiques sont indiquées dans le tableau 1.

**Tableau.1** Les coordonnées des deux zones d'études

Nom de Station	Altitude (m)	Latitude	Longitude (°)	Pente (°)	Superficie (m)	Orientation
<b>Ait HAMMAD</b>	800	E 004° 32' 40,1"	N 36° 47' 24,8"	0	50X50	N- E
<b>SACCARDY</b>	680,02	E 004° 26' 38,9"	N 36° 43' 48,1"	15	50X50	N-0

## **I.2 Choix des sites d'étude**

La sélection des sites d'étude est réalisée en collaboration avec l'équipe de l'INRF et DGF d'Azazga, dans la wilaya de Tizi-Ouzou, en tenant compte du gradient de continental et la texture du sol. Les sites expérimentaux sont localisés au Nord de l'Algérie, plus précisément dans la partie Est de la wilaya de Tizi Ouzou. Le site SACCARDY et le site AIT HAMMAD, distant respectivement de 55km et 75km du chef-lieu de wilaya.

## **I.3 Description des sites d'étude**

### **I.3.1 Site AIT HAMMAD**

La population de ce site est exposée sur un versant Nord-Est et occupe approximativement 2500 m<sup>2</sup>. Plus humide, elle affiche une ambiance physionomique et floristique, l'aspect physionomique révèle une formation végétale complexe pluristrate. La strate arborescente est dominée par le chêne liège, qui dépassent 15m de hauteur (Fig. 22). Cette espèce constitue, par conséquent, le seul phanérophyte de la strate arborée dans cette station. Son recouvrement moyen est d'environ 70 %.



**Figure.23** Aspect physionomique du peuplement de chêne liège dans le site AIT HAMMAD (HOCEINI, 2019).

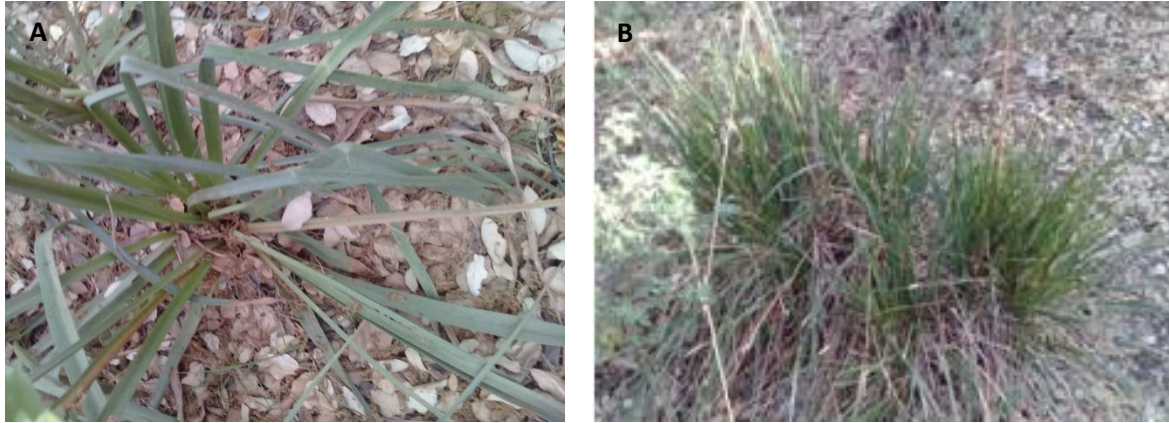
Parmi l'installation d'espèces arbustives à recouvrement dense, ne dépassassent pas 1m 50 de haut. L'espèce dominante de ce niveau végétal est *Cytisus triflorus* (cyste), la présence d'autres espèces sylvatiques de l'étage thermoméditerranéen telles que *Rubus ulmifolius* (ronce), *Ampelodesmos mauritanicus* (Diss), *Crataegus monogyna* (Aubépina monogyne) (Fig. 23).





**Figure.24** Les espèces composant le cortège floristique sylvatique de chêne liège (**A** : *Cytisus triflorus*, **B** : *Rubus ulmifolius*, **C** : *Crataegus monogyna*) (HOCEINI, 2019).

Présence de strate herbacé tels que *Asphodelus microcarpus* (géophyte), *Ampelodesmos mauritanicus* (diss), flores indicatrices des milieux très anthropisés par le surpâturage. Les types biologiques les plus fréquents au niveau du site sont pour la plupart des thérophytes et chaméphytes (Fig.24).



**Figure.25** Espèces témoins de l'état dégradé du site. **A** : *Asphodelus microcarpus* **B** : *Ampelodesmos mauritanicus*

L'exposition de la station sur le versant Nord-Est a favorisé l'installation de champignons tels que : *Armillaria tabescens*, *Armillaria mellea*, *Macroleprota procera* (Fig.25).



**Figure.26** Les champignons accompagnant le cortège floristique de chêne liège (A : *Armillaria tabescens*, B : *Armillaria mellea*, C : *Macroleprota procera*) (HOCEINI, 2019).



### I.3.2 Site SACCARDY

Ce site, situé sur l'adret d'un versant, présente une structure végétale globalement similaire à celle observée à Aït Hammad. Le chêne-liège constitue l'élément dominant de la strate ligneuse haute, avec une hauteur moyenne comprise entre 15 et 20 mètres (Fig. 26). Les mêmes espèces arbustives que sur le premier site y sont également présentes : *Cytisus triflorus*, *Rubus ulmifolius*, *Ampelodesmos mauritanicus*, *Crataegus monogyna*.



**Figure 27** Aspect physionomique du peuplement de chêne liège dans le site SACCARDY (HOCEINI, 2019).

### I.4 Climat

L'Algérie se situe dans une zone de transition climatique entre les influences tempérées et tropicales, caractérisée par un climat méditerranéen au nord et un climat désertique au sud. Comme le souligne l'Organisation Météorologique Mondiale (OMM, 2022), le nord du pays, notamment les régions côtières, connaît une augmentation des températures moyennes de 1 à 1,5°C depuis les dernières décennies, accompagnée d'une diminution des précipitations. La station étudiée dans cette région s'inscrit dans l'étage bioclimatique humide à subhumide, avec des variations tempérées, une classification qui reste pertinente mais doit désormais intégrer les impacts du changement climatique, tels que l'intensification des sécheresses et des événements extrêmes (Masson-Delmotte et *al.*, 2021). En termes d'étages de végétation, le chêne-liège, typique des régions méditerranéennes, se retrouve principalement dans les étages méso-

méditerranéen et thermo-méditerranéen, bien que ces écosystèmes soient aujourd'hui menacés par la dégradation des sols et la réduction des précipitations (Quezel et Médail, 2003 ; UNDP, 2023). Les données climatologiques actuelles, telles que celles présentées dans le tableau 2, montrent une tendance à l'aridification accrue, notamment dans les zones subhumides, nécessitant une révision des modèles bioclimatiques traditionnels pour refléter les nouvelles réalités climatiques.

**Tableau.2** Données climatologiques des stations d'étude

Nom de station	T° moyenne (°C)		Précipitation (mm)	
	Hiver (janvier)	Eté (juillet)	Hiver (janvier)	Eté (juillet)
AIT HAMMAD (Côtière)	8,37	25,32	67,98	14,66
SACCARDY (Collinéenne)	8,85	25,80	64,65	13,94

## I.5 Sol

Le chêne-liège est une espèce typiquement adaptée aux sols siliceux, capable de prospérer sur des sols pauvres et fortement acides, mais il évite strictement les substrats calcaires, ce qui en fait une espèce calcifuge (López de Heredia et al., 2017 ; Quezel et Médail, 2003). Dans l'étude Vessella et Schirone, (2022), confirment cette préférence édaphique et soulignent que le chêne-liège est particulièrement sensible aux modifications de son habitat, notamment sous l'effet du changement climatique. En effet, l'augmentation des températures et la diminution des précipitations dans les régions méditerranéennes, comme le nord de l'Algérie, menacent les écosystèmes où cette espèce est dominante (UNDP, 2023 ; OMM, 2022). De plus, des travaux récents, comme ceux de (Aronson, 2022), mettent en avant l'importance de préserver les forêts de chêne-liège pour leur rôle écologique et économique, tout en adaptant les stratégies de conservation face à la désertification et à la dégradation des sols. Ces défis nécessitent une gestion durable des peuplements de chêne-liège, en tenant compte de leur sensibilité aux conditions pédologiques et climatiques changeantes.

## II. Echantillonnage

L'étude porte sur les feuilles, les racines et le sol rhizosphérique de *Q. suber* au sein de jeunes futaies régulières situé sur une lithotoséquence homogène toute en suivant un dispositif aléatoire. L'échantillonnage a été effectué durant l'année 2019 sur deux saisons contrastées

(hiver et été). Les échantillons ont été prélevés en diagonale sur 10 sujets sélectionnés selon le protocole de (Bonneau, 1988).

L'échantillonnage du sol rhizosphérique a été réalisé aux quatre points cardinaux sous la canopée de chaque individu, avec un quadra de 625 cm<sup>3</sup> selon le protocole (Uterano et *al.*, 2000 ; Orgeas et *al.*, 2003). Le prélèvement des racines a été effectué sur deux niveaux de profondeur du sol rhizosphérique (SR) (0-15cm et 15-25cm) et notés N1 et N2 respectivement. D'autre part, Les feuilles ont été collectées au même temps que le sol et les racines, en suivant le protocole d'Oliveira et *al.* (1996) et de Feeny, 1970), qui consiste en un prélèvement au milieu et l'intérieur de la couronne des arbres, transportées dans des sachets en papier. L'ensemble (feuilles, racines et sols) a été étiqueté et séché à l'ombre au laboratoire (Fig.27).



**Figure 28** Echantillonnage du sol rhizosphérique de *Q. suber* et leur conditionnement. (HOCEINI, 2019).



Les feuilles et les racines ont été scellées dans des sachets en papier et le sol recueilli a été immédiatement placé dans des sacs en polyéthylène. Tous les échantillons ont été étiquetés et transportés au laboratoire pour une analyse ultérieure. Le matériel végétal a été séché à l'air libre et à l'abri de la lumière, puis réduit en poudre à l'aide d'un broyeur électrique puis stocké dans des récipients en verre. Le sol a été traité séparément, après un séchage à l'air libre, il a été tamisé à l'aide d'un tamis de 2 mm de diamètre (Fig. 28).



**Figure 29** Echantillonnage des feuilles et des racines *Q. suber* et leur conditionnement (HOCEINI, 2019).

### III. Analyses du sol rhizosphérique

#### III.1 Cartérisation des paramètres physiques et chimiques du sol rhizosphérique

Le sol tamisé a été soumis à une analyse physico-chimique en suivant les méthodes standardisées d'analyse des sols (*Soil Science Society of America*, 2020). La granulométrie a été déterminée selon la méthode de la pipette de Robinson, après dispersion avec de l'hexamétaphosphate de sodium, conformément aux recommandations de la norme ISO 11277 (ISO, 2020). Les argiles et les limons fins ont été échantillonnés en utilisant la méthode de Stock d'Aubert (Aubert, 1987), qui reste pertinente pour la caractérisation des sols. Le pH du

sol et la conductivité électrique (CE) des extraits saturés ont été mesurés à l'aide d'un pH-mètre numérique et d'un conductivimètre, avec des rapports sol/eau de 1/2,5 et 1/5, respectivement (modèle HI-9811, Hanna Instruments, USA), l'humidité du sol a été mesurée avec un hygromètre Hanna. Enfin, le phosphore assimilable (Pass) a été quantifié par la méthode spectrophotométrique d'Olsen (Olsen et *al.*, 1954), qui est toujours largement utilisée dans l'évaluation de la fertilité des sols. L'humidité du sol a été mesurée pendant l'été à l'aide d'une sonde hygrométrique (Hanna Instruments), ce qui a permis d'évaluer in situ la teneur en eau volumétrique. La matière organique est déterminée par la méthode perte au feu utilisant le four à moufle. L'azote a été mesuré méthode Kjeldahl.

### **III.2 Préparation des extraits**

Afin de quantifier la teneur en polyphénols totaux du sol, des extraits de ce dernier ont été préparés selon le protocole de Dallali et *al.* (2017) modifié. 2g de sol séché de chaque échantillon a été mélangé avec 20 ml de méthanol/eau (70:30 ; v:v) agité pendant 30min à 25°C puis centrifugé trois fois à 5000tr/min pendant 10 min, après évaporation l'extrait est récupéré et stocké à 4°C.

### **III.3 Dosage de la teneur en polyphénols totaux (PPT)**

La détermination de la concentration en PPT dans le sol rhizosphérique a été réalisée selon le protocole de Blum et *al.* (1991), 0,5 ml de l'extrait de sols sont mélangés à 4,5 ml d'eau distillé et 0,75 ml de Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (1,9 M) le tout est additionné de 0,25 ml de Folin-Ciocalteu. Le mélange est laissé au repos pendant 01h à l'obscurité et à température ambiante. L'absorption est ensuite mesurée à 750 nm (Box, 1983). L'acide gallique est utilisé comme référent pour la courbe d'étalonnage (Dewanto et *al.*, 2002).

## **IV. Analyses du matériel végétal**

### **IV.1 Préparation des extraits végétaux**

2,5 grammes de poudre (racines ; feuilles) sont dissous dans 25ml de méthanol (70%), agités pendant une demi-heure, puis macérés pendant 24 h. Une centrifugation à 5000 tr/min pendant 10 min a été opérée pour séparer le surnageant, ce processus a été répété trois fois. Après évaporation à l'air libre, l'extrait a été récupéré et conservé à 4°C (Bourgou et *al.*, 2016; Ouzid et *al.*, 2018).

## **IV.2 Caractérisation phytochimique**

### **IV.2.1 Teneur en polyphénols totaux**

La teneur en polyphénols totaux (PPT) dans les extraits végétaux a été déterminée par la méthode de dosage Folin-Ciocalteu et l'acide gallique utilisé comme étalon. 200µl de l'extrait végétal a été mélangé avec 1ml de réactif de Folin-Ciocalteu dilué 10 fois dans de l'eau distillée. Après 4 minutes, 800µl de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) à (75%) sont ajoutés. Le mélange est incubé pendant 2 heures à température ambiante et à l'obscurité, l'absorbance est mesurée à 765 nm (H.-B. Li et *al.*, 2007). Une gamme étalon (10-100µg/ml) est parallèlement préparée avec de l'acide gallique et les résultats obtenus sont exprimés en mg d'acide gallique par g de résidu sec (mg EAG/g RS).

### **IV.2.2 Teneur en tanins totaux**

Les tannins totaux ont été quantifiés en se basant sur le protocole de (Hagerman et Butler, 1980). Les tannins forment un complexe stable avec l'albumine de sérum bovine (BSA), formant un anneau clairement visible dont la surface est linéairement proportionnelle à la teneur en tannins dans les échantillons. 500 µl de chacun des extraits sont incubés au réfrigérateur à 4°C, pendant 24h avec 1ml de BSA. Le mélange est par la suite centrifugé pendant 15 min à 950 g ; le précipité récupéré est dissout dans 2 ml d'une solution de Sodium Dodecyl Sulfate (SDS) et de Triéthylamine (TEA) et 500 µl de  $\text{FeCl}_3$ . Le tout est incubé 15 min à l'obscurité et la lecture est faite à 510 nm. Une gamme étalon (400-2000 µg/ml) est préparée dans les mêmes conditions avec de l'acide tannique. Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide tannique par gramme de résidu sec (mg EAT/g RS).

### **IV.2.3 Teneur en flavonoïdes totaux**

Les flavonoïdes totaux sont dosé en ajoutant une solution de chlorure d'aluminium aux extraits, suivant la méthode Ibrahim et *al.* (2015). 0,5 ml de chaque extrait sont prélevés et additionnés de 1,5 ml de méthanol, 0,1 ml de  $\text{AlCl}_3$  à 10%, 0,1 ml de  $\text{CH}_3\text{COOK}$  (1M) et 2,8 ml d'eau distillée. Après une incubation de 30 min, la lecture est faite à 415 nm. La quercétine est utilisée pour la préparation d'une gamme étalon (10-100µg/ml). Les résultats sont exprimés en mg équivalent quercétine par gramme de résidu sec (mg EQ /g RS).

### IV.3 Propriétés antioxydantes

#### IV.3.1 Teste du DPPH (diphényl-picryl-hydrazyl)

L'évaluation de l'activité antioxydante des extraits de feuilles et racines de *Q. suber*, ainsi que de leur capacité à piéger le radical libre DPPH, a été réalisée selon la méthodologie proposée par Blois (1958) et actualisée par Smith et *al.* (2020).

La solution de DPPH de couleur violette prend une couleur jaune quand ce radical est piégé ou capté par un composé antiradicalaire. Des gammes de concentration ont été, de 10µg/ml à 450µg/ml pour les racines et de 50µg/ml à 500µg/ml pour les feuilles. Pour le contrôle, la vitamine C, une gamme de 10-220 µg/ml, a été préparée (Dupont, 2021). 1 ml de solution de DPPH (0,1 mM) a été ajouté à 50 µl des extraits à différentes concentrations. Le mélange a été agité vigoureusement et incubé 30 min à l'abri de la lumière à 25°C, contre un contrôle contenant 50 µl de méthanol et 1 ml du DPPH. L'absorbance est mesurée à 517 nm après 30 min d'incubation à l'obscurité pour les extraits, le contrôle et la vitamine C.

Le pourcentage d'inhibition du radical libre DPPH a été déterminé à l'aide de l'équation suivante :  $I\% = [(Ac - Ae) / Ac] \times 100$  (Martin et *al.*, 2022).

I% : C'est le pourcentage d'activité antioxydante.

Ac: Absorbance du contrôle, Ae : absorbance de l'extrait.

Une analyse cinétique est utilisée pour identifier les concentrations auxquelles le processus biologique est inhibé à 50 % (IC<sub>50</sub>). Les valeurs IC<sub>50</sub> sont exprimées en µg/ml et sont calculées sur la base de trois répétitions pour chaque concentration.

#### IV.3.2 Evaluation du pouvoir réducteur (FRAP)

La détermination du pouvoir réducteur des extraits pour le complexe Fe<sup>3+</sup> du fer ferrique à la forme ferreuse Fe<sup>2+</sup> est évaluée selon le protocole de (Fejes et Bla, 2000). Une gamme de concentrations de 10µg/ml à 250µg/ml pour les racines et 50µg/ml à 500µg/ml pour les feuilles. 500µl de tampon phosphate (0,2M, pH 6,6) a été ajouté à 500µl de l'extrait de chaque concentration puis 500µl de ferricyanure de potassium (1%). Le tout est agité puis incubé pendant 20 min à 50°C au bain marie. Après incubation, un volume de 500µl de TCA (acide trichloracétique à 10%) est ajouté au mélange puis centrifuger à 3000g pendant 10 min à froid. 1ml de surnageant est récupéré puis mélangé avec 1000µl d'eau distille et 200µl de FeCl<sub>3</sub> à (0,1%). Le mélange est incubé pendant 10min et la lecture de l'absorbance est faite à 700nm

contre un blanc préparé dans les mêmes conditions. L'acide ascorbique est considéré comme référent et préparé dans les mêmes conditions à des concentrations allant de 5 à 60 µg/ml.

#### **IV.3.3 Test de phosphomolybdate ou de la Capacité antioxydante totale (TAC)**

La capacité anti oxydante totale des extraits est évaluée avec le complexe phosphomolybdène selon le protocole de Prieto et *al.* (1999). Une série de concentrations, de 50 à 500 µg/ml, est préparée pour tous les extraits à l'exception des extraits foliaires de la saison hivernale avec des dilutions allant de 50 à 700 µg/ml, et pour la vitamine C allant de 50 à 500 µg/ml. 1ml du réactif molybdate (0.6M H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub>, 28 mM Na<sub>2</sub> HPO<sub>4</sub>, 4mM de molybdate d'ammonium a été ajouté à 100 µl de l'extrait pour chaque concentration puis incubé à 95°C pendant 90 min, après refroidissement l'absorbance a été mesurée à 695 nm contre un blanc contenant 100 µl de méthanol 70% et 1ml du réactif utilisé.

### **V. Analyses statistiques**

Les résultats obtenus ont été soumis à une analyse de variance (ANOVA) au seuil de 95% suivi du test de Tukey à l'aide du logiciel statistique R commander (version R.3.1). Une analyse en composantes principales (ACP) est faite par logiciel Statbox afin de cerner le comportement de *Q. suber* en fonction des différents paramètres édapho-climatiques et composition phytochimique des végétaux.

# **Résultats et Discussion**

## I. Résultats et discussion

### I.1 Au niveau du sol rhizosphérique

L'humidité du sol (H%) a été mesurée pour les deux profondeurs (N1 et N2). Dans la station côtière H% affiche 50,87 % pour N1 et 81,85 % pour N2 %, cependant dans la station collinéenne H% affiche 41,97 % pour N1 et 72,58 % pour N2.

#### I.1.1 Caractéristiques physiques

Les résultats de l'analyse physique des sols rhizosphériques, sont donnés dans le tableau 3. Ces résultats mettent en évidence des variations hautement significatives, inter-stations, entre saisons et entre profondeurs (Tab.3) ( $p=0,001$ ). Avec une texture sableux-limoneux pour l'ensemble des échantillons, avec un faible taux d'argile des sols étudiés. Les teneurs maximales des trois fractions granulométriques : limon, argile et sable, ont été respectivement de 54,11 %, 4,32 % et 76,21 % dans l'horizon superficiel du sol, observées en été pour la station côtière et en hiver pour la station collinéenne (Tab.3).

**Tableau 3** Paramètres physiques des sols rhizosphériques

	Station côtière				Station Collinéenne				
	Eté		Hiver		Eté		Hiver		
Niveau	N1E	N2E	N1H	N2H	N1E	N2E	N1H	N2H	p
L%	47,97±14,61 bc	44,51±4,73 bc	54,11± 18,4 c	47,09±12,81 bc	26,29± 4,5 a	23,21±0,83 a	34,2±0,34 ab	20,49±0,91 a	***
S%	51,91±4,62 ab	55,37±14,73 abc	45,76±18,41 a	52,77±12,8 ab	69,39±4,35 cd	73,66±0,83 d	62,65±0,36 bd	76,21± 0,88 d	***
A%	0,12±0,04 a	0,12 ±0,04 a	0,13± 0,05 a	0,14±0,05 a	4,32±0,46 c	3,12± 0,14 b	3,14±0,14 b	3,3 ± 0,09 b	***

N1E : Sol niveau 1 (0-15cm) estival, N2E : Sol niveau 2 (15-25cm) estival, N1H Sol niveau 1 (0-15cm) hivernal, N2H : Sol niveau 2 (15-25cm) hivernale (\* $p < 0.05$ , \*\* $p < 0.01$  et \*\*\* $p < 0.001$ ).

Le tableau 3 met en évidence des dynamiques complexes entre les différentes fractions granulométriques du sol. La station côtière se distingue par une forte teneur en limon, avec une valeur maximale de 54,11 % ± 18,4. En revanche, la station collinéenne présente des teneurs

plus élevées en sable et en argile, atteignant respectivement des valeurs maximales de 76,21 %  $\pm$  0,88 et 4,32 %  $\pm$  0,46 (Tab.3).

Dans la station côtière, une variation saisonnière a été observée dans la teneur en limon aux deux profondeurs, particulièrement marquée durant la saison hivernale. En revanche, la teneur en sable présente une augmentation notable en période estivale, tandis qu'aucune variation significative n'a été détectée pour la fraction argileuse au cours des saisons (Tab.3). À l'inverse, dans la station collinéenne, un effet saisonnier a été mis en évidence sur la teneur en limon, plus prononcé en hiver dans les horizons superficiels, tandis qu'il devient plus marqué en été dans les horizons profonds (Tab.3). Par ailleurs, la teneur en argile augmente principalement en été dans les sols superficiels, alors qu'aucune variation saisonnière significative n'a été observée dans les sols profonds.

Des différences hautement significatives ont été observées entre les fractions granulométriques du sol en fonction de la profondeur (Tab.3). La teneur en limon est plus élevée dans les horizons superficiels pour les deux stations. En revanche, le sable est davantage accumulé dans les horizons profonds, également pour les deux stations. Par ailleurs, la teneur en argile ne présente pas de variation significative avec la profondeur dans la station côtière ; toutefois, elle est plus élevée dans les horizons superficiels en été, tandis qu'aucune différence liée à la profondeur n'est observée en hiver.

### I.1.2 Caractéristiques chimiques

L'analyse des caractéristiques chimiques des sols rhizosphériques entre les deux stations étudiées (côtière et collinéenne) révèle des différences notables. Bien que le pH de l'eau ne varie pas significativement entre les deux stations ( $p = 0.298$ ), la conductivité électrique (CE), le rapport carbone/Azote (C/N) et la teneur en phosphore assimilable (Pass) montrent des différences inter-station hautement significatives ( $p = 0.001$ ) (Tab.4).

Dans la présente étude, l'analyse chimique a permis de qualifier les sols rhizosphériques de deux stations comme sol acide avec des valeurs moyennes pH-eau comprise entre 4,93 et 5,36 (Tab.4). En effet le substrat de *Q. suber* est reconnu par son acidité et est ainsi considéré comme calcifuge (Mechergui et al., 2023). Ces résultats sont corroborés par les travaux de (Kaci et al., 2018) sur des peuplements de chêne-liège en Algérie, des valeurs de pH comprises entre 4,45 et 6,60 ont été rapportées. En accord avec López de Heredia et al. (2017), il est établi que *Q. suber* se développe préférentiellement sur des sols acides, dont le pH est généralement situé entre 4,8 et 7,0.



**Tableau 4** Paramètres chimiques des sols rhizosphériques

	Station côtière				Station Collinéenne				
	Eté		Hiver		Eté		Hiver		
Niveau	N1E	N2E	N1H	N2H	N1E	N2E	N1H	N2H	p
pH-eau	5,27±0,43 a	4,93 ±0,41 a	5,36 ±0,31 a	5,25±0,14 a	5,13±0,38 a	5,15±0,47 <sup>a</sup>	5,31±0,41 a	5,17 0,41 a	0.298
CE (dS/m)	0,92±0,34 ab	0,33 ± 0,07 a	2,58 ± 0,78 e	0,7 ± 0,31 ab	1,32±0,52 cd	0,37±0,09 ab	1,74±0,41 d	0,41±0,12 ab	***
C/N	16,33±2.43 ab	15,22±6,02 a	33,88±15,89 bc	15,39±5,58 a	35,3±9,99 c	42,93±23,38 c	44,66±17,42 c	36,8±7,33 c	***
Pass (ppm)	0,173±0,14 b	0,166±0,167 b	0,04 ± ,033 a	0,044±0,035 a	0,014±0,004 a	0,011±0,005 a	0,006±0,002 a	0,009±0,002 a	***

N1E : Sol rhizosphérique niveau 1 (0-15cm) estival, N2E : Sol rhizosphérique niveau 2 (15-25cm) estival, N1H Sol rhizosphérique niveau 1 (0-15cm) hivernal, N2H : Sol rhizosphérique niveau 2 (15-25cm) hivernal (\* $p < 0.05$ , \*\* $p < 0.01$  et \*\*\* $p < 0.001$ ).

Par ailleurs, les valeurs moyennes de la conductivité électrique (CE) varient entre 0,33 et 2,58 dS/m (Tab.4). Selon l'échelle de salinité des sols établie par (Mathieu et Pieltain, 2003), il a été constaté que les sols des couches N1 (0–15 cm) de la station côtière en été, ainsi que celles de la station collinéenne en été et en hiver, sont classées comme légèrement salées (Tab.4). La conductivité électrique est particulièrement élevée dans la station côtière en hiver, atteignant 2,58 dS/m au niveau N1H, ce qui reflète une salinité plus marquée des sols côtiers comparativement à ceux de la station collinéenne, où les valeurs de CE demeurent globalement inférieures à 2 dS/m, ceci peut être l'évaporation ou la remontée capillaire. Par ailleurs, la dégradation de la matière organique dans le sol est principalement sur l'activité des micro-organismes hétérotrophes, véritables moteurs du cycle biogéochimique du carbone (Che et al., 2021). Le rapport carbone/azote (C/N) constitue un indicateur clé de la dynamique de minéralisation des amendements organiques (Batjes, 2014), reflétant l'équilibre entre les apports en matière organique et son taux de décomposition. Ce rapport est fortement influencé par divers facteurs abiotiques, tels que la température, l'humidité, la nature du sol et sa texture (Hassan, 2012). Dans cette étude, les valeurs du rapport C/N varient entre 15,22% à 44,66%, avec une plus grande variabilité observée dans la station côtière, où une valeur maximale de  $33,88 \pm 15,89$  a été enregistrée en hiver (Tab.4). En revanche, la station collinéenne présente des valeurs plus stables et globalement plus élevées, atteignant  $44,66 \pm 17,42$  (Tab.4), traduisant

une décomposition très lente de la matière organique. Cette inertie pourrait être attribuée à l'exposition nord-ouest de la station collinéenne, associée à des conditions climatiques plus rigoureuses (températures hivernales plus basses et humidité moindre), défavorables à l'activité microbienne. À l'inverse, l'exposition nord-est de la station côtière, couplée à des températures hivernales plus douces, semble favoriser une minéralisation plus active. Cette analyse met en lumière la complexité des interactions entre facteurs géographiques, climatiques et édaphiques dans la régulation des cycles biogéochimiques. Selon Biswas et Kole, (2018), la température et les précipitations comptent parmi les facteurs climatiques les plus importants qui contrôlent la décomposition de la matière organique (MO). Cependant, le ralentissement du processus de renouvellement (turnover) du phosphore assimilable, les teneurs les plus faibles sont observées dans la station collinéenne, notamment en hiver, avec une valeur minimale de  $0,006 \pm 0,002$  ppm. Des contrastes marqués ont été observés entre les sols superficiels hivernaux de la station collinéenne (N1H) et les sols superficiels estivaux de la station côtière (N1E), ainsi qu'entre les horizons profonds hivernaux (N2H) de la collinéenne et estivaux (N2E) de la côtière. Suggère une faible disponibilité en phosphore assimilable (Pass) dans les sols de la subéraie. Les analyses des sols rhizosphériques confirment des teneurs systématiquement faibles en Pa sur l'ensemble des sites étudiés, avec des concentrations moyennes variant de 0,006 à 0,173 ppm. L'analyse de variance (ANOVA) a mis en évidence des différences hautement significatives entre les stations ( $p = 0,0001$ ), entre la station collinéenne ( $0,006 \pm 0,002$  à  $0,014 \pm 0,004$  ppm) et la station côtière ( $0,04 \pm 0,035$  à  $0,173 \pm 0,14$  ppm) (Tab.4).

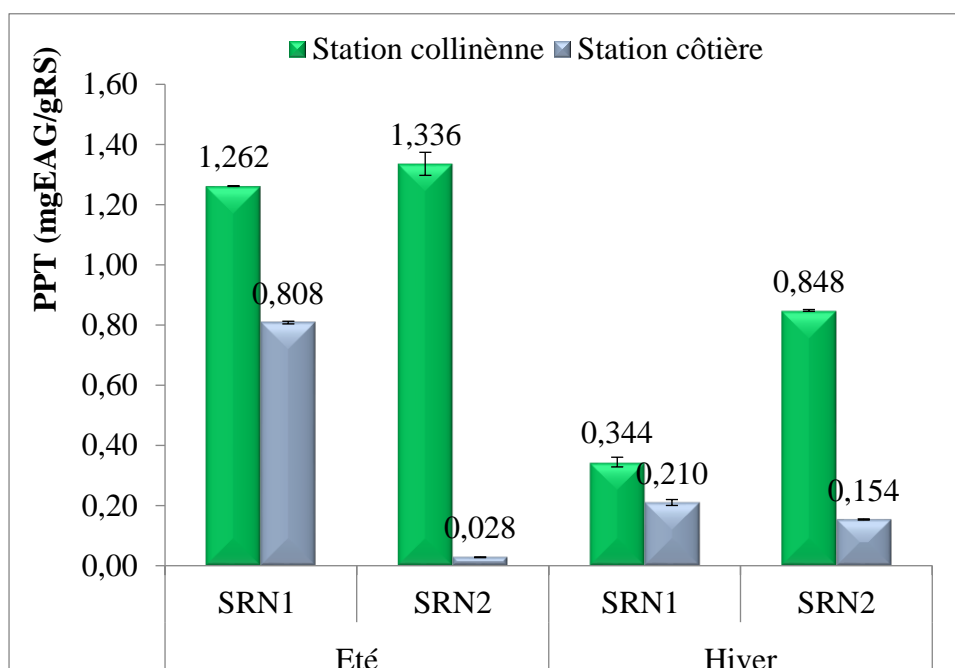
Sur le plan saisonnier, les résultats indiquent une influence significative de la saison sur plusieurs paramètres. La CE augmente notablement en hiver dans les deux stations, particulièrement dans la station côtière (passant de 0,92 à 2,58 dS/m pour le niveau N1). Cette élévation hivernale de la salinité pourrait être liée à un moindre lessivage ou à une remontée capillaire des sels. Le rapport C/N présente une augmentation marquée durant la saison hivernale, en particulier dans les horizons également superficiels, traduisant soit une accumulation relative de carbone organique, soit une réduction de la minéralisation de l'azote sous l'effet des basses températures. Cette élévation du rapport C/N reflète un ralentissement global de la décomposition de la matière organique, fortement conditionné par les variations saisonnières. En effet, le taux de décomposition est directement modulé par les fluctuations climatiques, notamment celles de la température et des précipitations, qui régulent l'activité microbienne et la disponibilité des substrats organiques (Berg et al., 2003). En revanche, le pH reste relativement stable entre les saisons, avec des variations non significatives. Concernant le

phosphore assimilable, une baisse saisonnière est observée en hiver dans les deux stations, suggérant une diminution de la disponibilité en Pass en conditions froides.

Enfin, l'analyse des variations en fonction de la profondeur montre des tendances intéressantes. Dans les deux stations, les niveaux superficiels (N1, 0–15 cm) présentent généralement une CE plus élevée que les niveaux profonds (15–25 cm, N2) pendant les deux saisons. Le rapport C/N est également plus élevé dans les horizons superficiels pendant les deux saisons pour la station côtière, dans les sols profonds en été et superficielle en hiver pour la station collinéenne, probablement en lien avec la présence accrue de matière organique peu décomposée. Quant au phosphore assimilable, il est globalement plus concentré en surface, en particulier en été, ce qui reflète son origine organique et sa mobilité réduite dans le profil du sol.

### I.1.3 Teneur en polyphénols des sols rhizosphériques étudiés

Dans la présente étude une variation saisonnière significative ( $p=0,01$ ) en contenu phénolique (PPT) a été observée dans les échantillons du sol rhizosphériques (Fig. 29).



**Figure 30** Teneurs en polyphénols totaux du sol rhizosphérique du *Q. suber* de deux profondeurs dans les deux stations côtière (AIT HAMMAD) et collinéenne (SACCARDY). (SRN1 : 0-15cm, N2 : 15-25cm).

La teneur en polyphénols totaux du sol rhizosphérique est plus importante en saison estivale par rapport à la saison hivernale, à l'exception dans les échantillons N2H de la station côtière. Cette variation a été confirmée dans les études menées par Preece et Peñuelas, (2016) indiquant que le taux d'exsudation des racines est en fonction de l'intensité de la sécheresse. Il a été démontré dans les travaux de Gargallo-Garriga et *al.* (2018) ; G. Singh et Mukerji, (2006), que divers facteurs abiotiques, notamment les propriétés physico-chimiques du sol telles que le pH, la température et la disponibilité des nutriments, influencent significativement la composition et la libération des exsudats racinaires. En outre la teneur en PPT est toujours plus surprenante dans la station collinéenne. Cette différence intra-population peut s'expliquer par la contribution des résidus végétaux aériens et des sécrétions racinaires aux composés phénoliques totaux (Badri et Vivanco, 2009 ; Kanerva et *al.*, 2008).

## **I.2 Détermination des polyphénols, flavonoïdes et tannins totaux**

La quantification des composés phénoliques a permis d'identifier trois grandes classes : les polyphénols totaux (PPT), les flavonoïdes totaux (FLAV) et les tannins totaux (TT). Les profils de concentration en polyphénols totaux (PPT) et en tanins totaux (TT) révèlent une dynamique parallèle influencée par la station, la profondeur d'échantillonnage et la saison.

### **I.2.1 Variation inter-stations**

L'analyse comparative entre les deux stations a mis en évidence des différences hautement significatives ( $p=0,001$ ) pour les trois classes de composés phénoliques étudiés (PPT, TT, FLAV) dans les différents organes végétaux (feuilles, racines N1 et N2), à l'exception des PPT dans les racines N1 durant l'été et des TT foliaires en hiver (Tab.5). Ces variations suggèrent que les conditions climatiques contrastées entre les sites, l'humidité et la salinité hivernales en zone côtière versus la sécheresse estivale en zone collinéenne, exercent une influence différenciée sur le métabolisme secondaire de *Q. suber*. Les travaux de Bueno et *al.* (2023), corroborent ces observations, démontrant que les fluctuations climatiques caractéristiques du bassin méditerranéen induisent un stress physiologique important chez les plantes, modulant ainsi leur métabolisme secondaire et, par conséquent, leur profil phénolique. Cette plasticité métabolique reflète l'adaptation des plantes aux contraintes environnementales locales, avec des réponses biochimiques différenciées selon les organes et les saisons, soulignant l'importance des facteurs abiotiques dans la régulation des voies de biosynthèse des composés phénoliques.

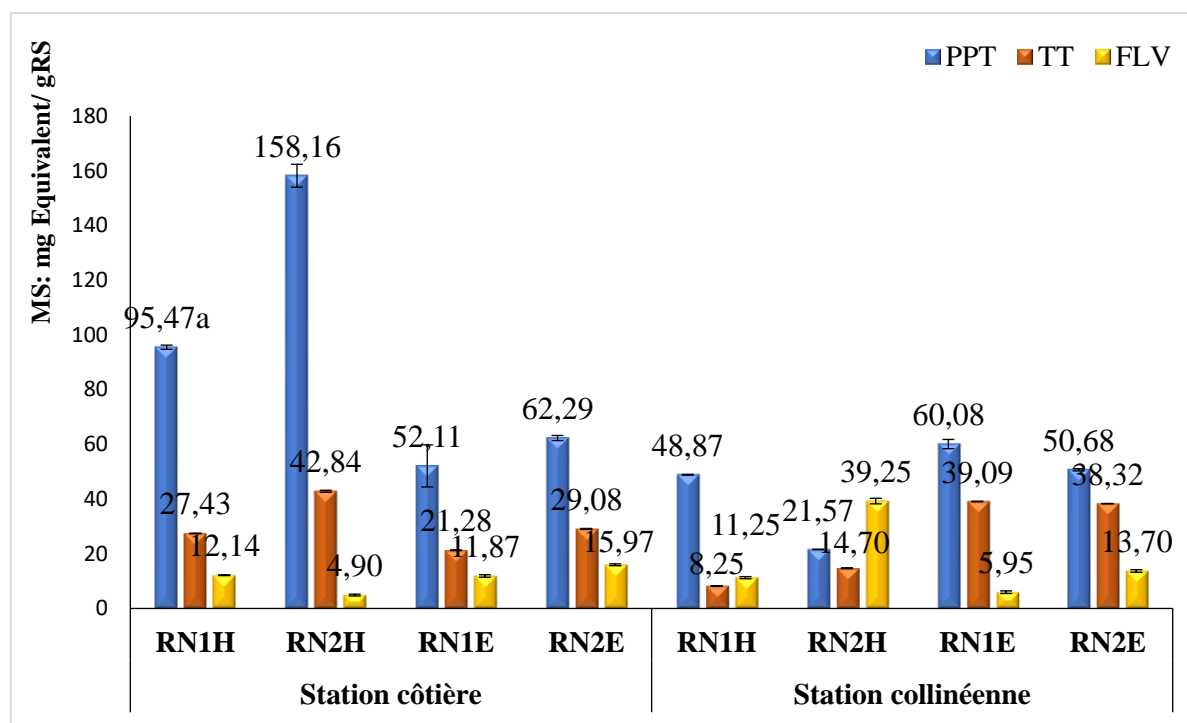
**Tableau 5** Teneurs des composés phénoliques (PPT, TT et FLAV)

		Composés phénoliques	Station côtière	Station collinéenne	p value inter-station
Racines N1	Été	PPT (mg EAG/ g RS)	52,11	60,08	0,154
		TT (mg EAT/ g RS)	21,28	39,09	0,000
		FLAV (mg EAQ/ g RS)	11,87	5,95	0,000
	Hiver	PPT (mg EAG/ g RS)	95,47	48,87	0,000
		TT (mg EAT/ g RS)	27,43	8,25	0,000
		FLAV (mg EAQ/ g RS)	12,14	11,25	0,036
Racine N2	Été	PPT (mg EAG/ g RS)	62,29	50,68	0,000
		TT (mg EAT/ g RS)	29,08	38,32	0,000
		FLAV (mg EAQ/ g RS)	15,97	13,70	0,005
	Hiver	PPT (mg EAG/ g RS)	158,16	21,57	0,000
		TT (mg EAT/ g RS)	42,84	14,70	0,000
		FLAV (mg EAQ/ g RS)	4,90	39,25	0,000
Feuille	Été	PPT (mg EAG/ g RS)	170,20	104,96	0,000
		TT (mg EAT/ g RS)	11,68	8,02	0,000
		FLAV (mg EAQ/ g RS)	6,40	18,13	0,000
	Hiver	PPT (mg EAG/ g RS)	107,21	47,13	0,000
		TT (mg EAT/ g RS)	14,15	14,34	0,200
		FLAV (mg EAQ/ g RS)	3,07	13,90	0,000

## I.2.2 Variation saisonnière

### I.2.2.1 Dans les racines

L'analyse statistique a mis en évidence des variations hautement significatives ( $p=0,001$ ) des teneurs en ces composés en fonction de la saison et de la profondeur de prélèvement (Fig. 30). Les concentrations les plus élevées en polyphénols totaux et en tannins totaux ont été observées dans la station côtière (AIT HAMMAD), à une profondeur de 15-25cm (RN2), tandis que la station collinéenne (SACCARDY) a enregistré les teneurs les plus importantes en flavonoïdes durant la saison hivernale.



**Figure 31** Teneurs en polyphénols totaux (PPT), flavonoïdes totaux (FLV) et tanins totaux (TT), des racines de *Q. suber* de deux site Côtière (AIT HAMMAD), Collinéenne (SACARDY), Algérie (N1 : profondeur de 0-15cm, N2 : profondeur 15-25cm,) pendant les deux saisons étudiées.

La concentration maximale en PPT (158,16 mg EAG/g RS) a été enregistrée dans les échantillons profonds (RN2) de la station côtière durant la saison hivernale, tandis que la valeur minimale (21,57 mg EAG/g RS) a été observée dans les mêmes couches (RN2) de la station collinéenne en hiver. De manière similaire, les teneurs en TT atteignent leur pic dans la station côtière en hiver, avec une valeur maximale de 42,84 mg EAT/g RS (RN2), contre une valeur minimale de 8,25 mg EAT/g RS observée dans la station collinéenne, également en hiver (Fig.30).

L'accumulation des polyphénols totale présente une divergence marquée entre les écosystèmes étudiés. La station côtière montre une accumulation préférentielle en polyphénols totaux durant l'hiver 158,16 mg EAG/g RS (RN2) et 95,47 mg EAG/g RS (RN1) contre 52,11 mg EAG/g RS et 60,08 mg EAG/g RS pour les échantillons RN1 et RN2 respectivement. À l'inverse, la station collinéenne, présente un pic estival avec 60,08 mg EAG/g RS (RN1) et 50,68 mg EAG/g RS (RN2) comparativement à la période hivernale 48,87 mg EAG/g RS pour les racines RN1 21,57 mg EAG/g RS pour les racines RN2 (Fig.30). Cette dichotomie saisonnière reflète probablement des mécanismes d'adaptation différentiels aux contraintes

environnementales. Cette variation a été rapportée par Tálos-Nebehaj et al. (2017), sur les différents arbres forestiers. Les conditions hivernales caractéristiques du littoral, semblent induire une biosynthèse accrue de polyphénols, tandis que le stress hydrique et thermique estival prédomine en zone collinéenne. Plusieurs études ont montré l'impact significatif du déficit hydrique sur l'accumulation des métabolites secondaires chez diverses espèces végétales. Les travaux d'Azhar et al. (2011), ont révélé une augmentation notable des composés phénoliques totaux chez *Trachyspermum ammi* soumis à des conditions de stress hydrique. Ces observations corroborent les résultats de Gargallo-Garriga et al. (2018) et Chmielewska et al. (2016), qui ont démontré une accumulation accrue de métabolites secondaires dans les feuilles et racines d'*Hordeum vulgare* (orge) sous l'effet de la sécheresse.

A titre comparatif, les teneurs en polyphénols totaux racinaire enregistrées en été, dans les deux sites d'étude, sont largement inférieures à celle rapportées par Meziti et al. (2019) au niveau des racines de *Quercus ilex* de 490,81 EAG/g RS, bien qu'en hiver, elles sont plus importantes à celles rapportées par A. Singh et Bisht, (2018) sur les racines de *Quercus oblongata* collectées en octobre (2015) en Inde.

Les teneurs en tanins totaux présentent une dynamique similaire à celle observée pour les polyphénols totaux, tant entre les stations qu'entre les saisons. En zone côtière, les concentrations maximales sont enregistrées durant la saison hivernale, atteignant  $42,84 \pm 0,36$  mg EAT/g RS dans les racines profondes (RN2) et  $27,43 \pm 0,10$  mg EAT/g RS dans les racines superficielles (RN1). En comparaison, les valeurs estivales sont légèrement inférieures, avec  $29,08 \pm 0,17$  mg EAT/g RS pour N2E et  $21,28 \pm 0,12$  mg EAT/g RS pour RN1E. En revanche, dans la station collinéenne, les concentrations les plus élevées en tanins totaux sont observées en été, atteignant  $39,09 \pm 0,10$  mg EAT/g RS pour RN1E et  $38,32 \pm 0,03$  mg EAT/g RS pour RN2E. À l'inverse, en hiver, les teneurs chutent significativement à  $14,71 \pm 0,17$  mg EAT/g RS pour RN2H et  $8,25 \pm 0,09$  mg EAT/g RS pour RN1H.

La synthèse des tanins dans les racines varie significativement selon la couche de prélèvement. Ils s'accumulent généralement dans les racines profonds (RN2) pour les deux sites étudiés (Fig.30). Les teneurs en tanins totaux mesurées durant la période estivale se distinguent par des concentrations remarquablement élevées, surpassant nettement celles rapportées par Solla et al. (2016) dans les racines de *Q. ilex* (19 mg EAT/g RS), collectées en Mai en Espagne. Ces résultats positionnent le chêne liège comme une espèce particulièrement riche en tanins racinaires en période estivale. Selon Endo et al. (2021), cette accumulation s'expliquerait par

un stockage préférentiel des tanins sous la couche épidermique subérisée des racines, où ils assurent une fonction de défense contre les stress abiotiques et biotiques du sol. Nos résultats hivernaux, confirment les travaux de Peter Constabel *et al.* (2014), qui ont souligné le rôle des tanins dans les racines ligneuses et leur contribution au pool tannique du sol lors du renouvellement racinaire.

Outre les polyphénols et les tanins totaux, les extraits de racines renferment aussi des flavonoïdes (Fig. 30). Cependant, leur concentration reste relativement faible comparée à celle des composés phénoliques totaux (PPT) et des tanins totaux (TT) durant les deux saisons pour les deux stations. Une variation significative ( $p=0,001$ ) en contenu en flavonoïdes a été observé entre stations et entre saisons. La teneur plus élevée a été enregistrée dans la station collinéenne au niveau des racines N2 durant l'hiver, alors que la valeur minimale a été observée dans les échantillons profonds N2 de la zone côtière (Fig.30).

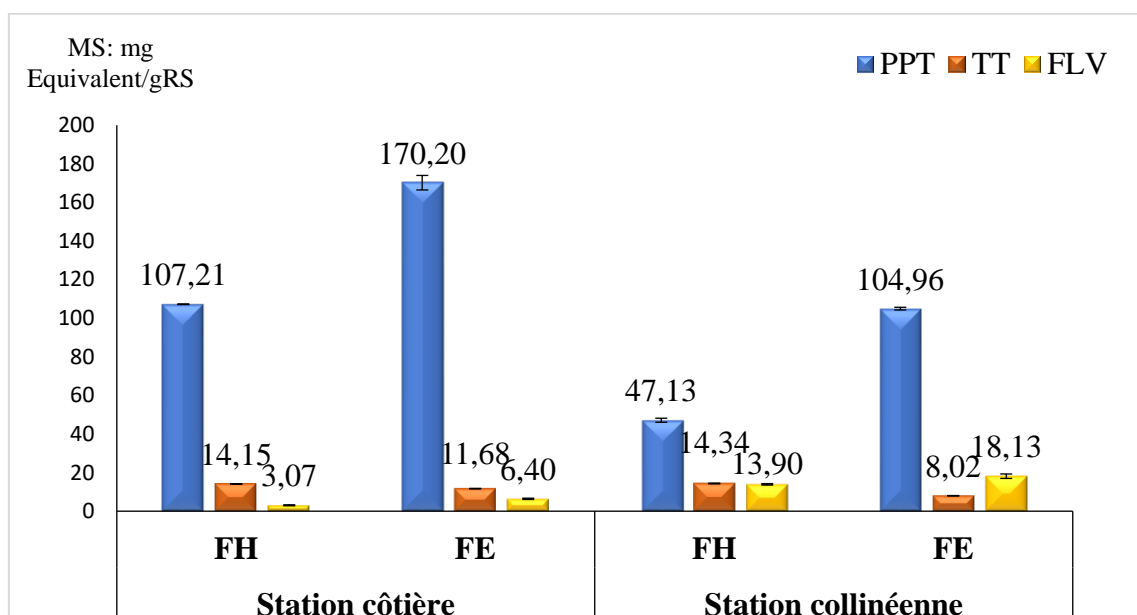
Dans l'écosystème littoral, la biosynthèse des flavonoïdes s'est trouvée significativement stimulée durant la saison estivale, contrairement à celle des polyphénols totaux (PPT) et des tanins totaux (TT), dont les teneurs maximales étaient hivernales. Les concentrations estivales atteignent  $15,97 \pm 0,4$  mg EAQ/g RS dans les racines profondes (RN2), soit près de trois fois celles enregistrées en hiver ( $4,9 \pm 0,4$  mg EAQ/g RS). De nombreuses études ont montré que les teneurs en flavonoïdes atteignent généralement leur maximum à la fin du printemps et au début de l'été, avant de diminuer en automne et en hiver. Par exemple, chez *Cyclocarya paliurus* et *Tetrastigma hemsleyanum*, les concentrations les plus élevées en flavonoïdes sont observées à cette période (D. Chen *et al.*, 2025 ; Shi, Yang, *et al.*, 2022). Les études menées par Yuan *et al.* (2012), il a été rapporté que l'accumulation des flavonoïdes est liée au stress hydrique causé par la sécheresse. A l'inverse, en milieu collinéen, les RN2 présentent des teneurs hivernales beaucoup plus élevées ( $39,25 \pm 1,25$  mg EAQ/g RS), près de trois fois supérieures à celles observées en été ( $13,7 \pm 0,58$  mg EAQ/g RS). Cette divergence inter-stationnelle suggère une adaptation métabolique différenciée, où les flavonoïdes joueraient un rôle majeur dans la réponse au froid en zone collinéenne, tandis que d'autres métabolites secondaires, notamment les tanins, prendraient le relais en milieu côtier durant l'hiver. Ces résultats s'inscrivent dans le cadre des stratégies de priorisation métabolique décrites par (Waterman et Mole, 1989), selon lesquelles les plantes ajustent leur production de métabolites secondaires en fonction des contraintes environnementales dominantes.



Les teneurs en flavonoïdes de la présente étude lors de la période estivales dépassent significativement celles rapportées par Meziti et *al.* (2019) pour l'écorce des racines de *Q. ilex* en algérien orientale (3,11 EAQ/g RS). D'après les données fournies par Mbinda et Musangi, (2019), une concentration de  $43,09 \pm 3,51$  mg EAQ/g RS) a été obtenue à partir des extraits racinaires de *Calotropis procera* collectés en hiver (décembre), ce qui indique que les racines du chêne liège durant cette saison ne se distinguent pas par une richesse en flavonoïdes.

#### I.2.2.1.1 Dans les feuilles

Une variation saisonnière hautement significative ( $p = 0,001$ ) des teneurs polyphénols totaux (PPT), a été observée dans les deux stations étudiées. Les (PPT) présentent des concentrations globalement plus élevées en saison estivale, avec des différences marquées entre les milieux côtiers et collinéenne. La teneur maximale en polyphénols totaux a été enregistrée (170,20 mg EAG/g RS) dans le site côtier durant la saison estivale, et la valeur minimale tandis atteignait 47,13 mg EAG/g RS en hiver dans station collinéenne. Cette différence suggère une influence marquée des conditions côtières sur l'accumulation des PPT (Fig.31).



**Figure 32** Teneurs en polyphénols totaux, flavonoïdes totaux et tanins totaux, des feuilles de *Q. suber* dans deux site Côtier et Collinéen, Algérie.

La saisonnalité exerce une influence significative sur la synthèse des polyphénols totaux dans les deux stations étudiées (Fig.31). En zone côtière, les concentrations maximales de PPT sont observées durant la saison estivale, atteignant 170,20 mg EAG/g RS, contre 107,21 mg EAG/g RS en hiver. Une tendance similaire est observée en milieu collinéen, où les teneurs

estivales s'élèvent à 104,96 mg EAG/g RS, alors qu'elles chutent à 47,13 mg EAG/g RS en période hivernale (Fig.31). Cette baisse hivernale, particulièrement marquée en zone collinéenne, suggère une modulation saisonnière de l'activité métabolique. Cette répartition saisonnière des métabolites secondaires s'explique vraisemblablement par les particularités du climat méditerranéen, marqué par une aridité estivale prononcée. Comme l'ont démontré (Gil-Pelegrín et *al.*, 2017), cette période de sécheresse prolongée, accompagnée de précipitations minimales voire absentes, constitue un facteur de stress majeur pour les végétaux. Le cas de l'Algérie illustre particulièrement bien cette contrainte environnementale, avec des étés pouvant persister jusqu'à cinq mois consécutifs (de mai à octobre) et parfois s'étendre sur plusieurs années successives (Quézel et Médail, 2003). Selon Ribeiro et *al.* (2020), la teneur en composés phénoliques de *Secondatia floribunda* varie selon la période de récolte, avec une activité antioxydante plus élevée durant la saison sèche comparée à la saison des pluies.

Les feuilles de *Q. suber*, prélevées dans les forêts d'Azouza et SACCARDY, montrent une sensibilité marquée aux conditions estivales, traduisant une altération significative du métabolisme secondaire sous l'effet du stress thermique. D'après I. Chaves et *al.* (2011), les températures extrêmes perturbent considérablement le métabolisme secondaire chez cette espèce. Cette vulnérabilité apparaît que si ces feuilles sont plus touchées que celles de *Q. cerris*, collectées en juillet à Sopron (Hongrie), présentaient une teneur en PPT de 65,89 mg EAG/g RS (Tálos-Nebehaj et *al.*, 2017). Cette variabilité interspécifique est attribuée à la fois à des différences génotypiques (Beniušytė et *al.*, 2023), et aux particularités des conditions climatiques propres à chaque région d'étude (Ruiz-Rodríguez et *al.*, 2011). En période froide, les feuilles de *Q. suber* dans notre étude révèlent des teneurs en PPT intermédiaires, se situant entre les valeurs maximales rapportées au Portugal par Custódio et *al.* (2015) (211,8 mg EAG/g RS) et les valeurs automnales bien plus faibles observée par (Lavado et *al.*, 2021) (10,6 mg EAG/g RS). Ces variations saisonnières substantielles soulignent l'influence déterminante des facteurs stationnels et climatiques sur la régulation du métabolisme secondaire, un phénomène déjà bien documenté chez d'autres espèces méditerranéennes telles que l'arbousier Ruiz-Rodríguez et *al.* (2011).

Les variations saisonnières des teneurs en composés tanins totaux (TT) mettent en évidence des stratégies adaptatives différenciées entre les deux stations (Fig.31). En zone côtière, la teneur élevée observée en hiver (14,15 mg EAT/g RS) reflète une réponse de protection face au stress thermique, tandis que la forte diminution enregistrée en été (8,02 mg EAT/g RS) traduit une sensibilité accrue aux conditions de sécheresse. En revanche, en zone

collinéenne, des niveaux hivernaux comparables (14,34 mg EAT/g RS) témoignent d'une réponse similaire au froid, mais le maintien relatif des TT en période estivale (11,68 mg EAT/g RS) suggère une meilleure résilience aux stress hydriques, typique des espèces végétales méditerranéennes adaptées aux conditions continentales. Les analyses comparatives révèlent des différences significatives dans l'accumulation des tanins totaux entre espèces de chênes. Ulusu et Dar c, (2023), ont trouvé des teneurs en tanins totaux de 0,4 mg EAT/g RS dans les feuilles de *Q. coccifera*, collectées à Adana (Turquie), ce qui suggère que les feuilles de *Q. suber* sont plus riches en tanins totaux pendant la saison hivernale.

Les teneurs en flavonoïdes sont relativement faibles par rapport à celles des polyphénols totaux (PPT) et des tanins totaux (TT) dans les sites. Les flavonoïdes (FLV) présentent une distribution opposée à celle des polyphénols totaux (PPT), avec des concentrations significativement plus importantes en station collinéenne, particulièrement durant la saison estivale 18,13 mg EAQ/g RS contre 6,40 mg EAQ/g RS en zone côtière (Fig.31). Cette différence pourrait refléter une induction accrue des FLV en réponse aux stress abiotiques continentaux (ex. rayonnement UV, sécheresse).

L'analyse de l'ANOVA a mis en évidence des variations saisonnières hautement significatives ( $p = 0,001$ ) dans les teneurs en flavonoïdes pour les deux stations étudiées (Fig.31). En zone littorale, les concentrations ont augmenté de 3,07 mg EAQ/g RS en hiver à 6,40 mg EAQ/g RS en été. En milieu collinéen, cette augmentation était encore plus marquée, passant de 13,90 mg EAQ/g RS en hiver à 18,13 mg EAQ/g RS en été (Fig.31). Cette divergence saisonnière suggère un rôle différentiel des FLV dans les mécanismes d'adaptation aux conditions environnementales (Zahedi et al., 2021). Dans la station collinéenne, l'accumulation estivale plus prononcée pourrait constituer une réponse aux stress abiotiques spécifiques, notamment le rayonnement UV intense et les épisodes de sécheresse. En revanche, en zone côtière, la modulation plus modérée des teneurs en FLV indiquerait une allocation préférentielle vers d'autres métabolites secondaires pour faire face aux stress locaux caractéristiques. Ces résultats, qui corroborent ceux rapportés par Nakabayashi et al. (2014), indiquent une accumulation de flavonoïdes chez *Arabidopsis thaliana* en réponse à un stress hydrique.

Les concentrations en flavonoïdes mesurées durant la période de sécheresse dépassent significativement les valeurs de 3,76 mg EAQ/gRS rapportées pour les feuilles semi-persistantes de *Q. cerris* par Tálos-Nebehaj et al. (2017) dans des conditions estivales à Sopron. En revanche, en saison hivernale, bien que ces composés jouent un rôle clé dans la protection

antioxydante contre les dommages photo-oxydatifs induits par le froid, leurs teneurs restent inférieures à celles trouvées par Frouja et *al.* (2022) en Tunisie, tout en étant comparables aux niveaux observés dans d'autres régions méditerranéennes, comme en Espagne (Lavado et al., 2021) et au Portugal (Custódio et al., 2015), où des concentrations atteignant 8.2 mg EAQ/gRS ont été enregistrées. Ces disparités géographiques et saisonnières confirment l'influence déterminante des facteurs environnementaux, tels que le climat et l'intensité lumineuse, sur l'accumulation des flavonoïdes, comme l'avaient déjà souligné Yarnes et *al.* (2006), dans leurs analyses comparatives. Ces résultats mettent en évidence la plasticité métabolique de *Q. suber*, dont les profils flavonoliques s'ajustent en fonction des contraintes abiotiques locales.

### I.2.3 Variation intra-organes

Le tableau 6 révèle des variations organo-spécifiques significatives ( $p < 0,05$ ) dans l'accumulation des composés phénoliques (PPT, TT, FLV) chez des plantes issues de deux stations écologiques distinctes, à l'exception le contenu phénolique totaux de la station côtière durant la saison hivernale.

**Tableau 6** Variation intra-organes des contenus en composés phénoliques (PPT, TT et FLAV) (N1 : la profondeur de 0-15cm, N2 la profondeur 15-25cm)

			Racines N1	Racines N2	Feuilles	p value entre organes
Station côtière	Hiver	PPT	95,47	158,16	107,21	$p = 0.2$
		TT	27,43	42,84	14,15	$p < 0.05$
		FLV	12,14	4,90	3,07	$p < 0.05$
	Été	PPT	52,11	62,29	170,20	$p < 0.05$
		TT	21,28	29,08	11,68	$p < 0.05$
		FLV	11,87	15,97	6,40	$p < 0.05$
Station collinéenne	Hiver	PPT	48,87	21,57	47,13	$p < 0.05$
		TT	8,25	14,70	14,34	$p < 0.05$
		FLV	11,25	39,25	13,90	$p < 0.05$
	Été	PPT	60,08	50,68	104,96	$p < 0.05$
		TT	39,09	38,32	8,02	$p < 0.05$
		FLV	5,95	13,70	18,13	$p < 0.05$

En station côtière, les racines (notamment N2) présentent des teneurs élevées en PPT (158,16 mg EAG/g RS) et TT (42,84 mg EAT/g RS) en hiver, tandis qu'en été, les feuilles deviennent le site majeur d'accumulation des PPT (170,20 mg EAG/g RS), suggérant une réponse adaptative au stress estival (Tab.6). Par ailleurs, une accumulation différentielle des flavonoïdes particulièrement marquée, on observe une dominance dans les racines N1 en hiver

(12,14 mg EAQ/g RS vs 4,90 mg EAQ/g RS pour N2 et 3,07 mg EAQ/g RS pour feuilles, qui s'inverse radicalement en été où les racines N2 deviennent le site principal d'accumulation des flavonoïdes (15,97 mg EAQ/g RS vs 11,87 mg EAQ/g RS pour les racines de N1) (Tab.6). Les flavonoïdes (FLV) suivent une dynamique contrastée, avec une accumulation racinaire prédominante en hiver. Selon Stefi et *al.* (2022), lorsque les racines sont soumises à un stress, les cellules corticales forment un tissu compact et semblent accumuler des composés phénoliques. Ces résultats corroborent celles des travaux rapportés par Christodoulakis et Psaras, (1988), sur les racines primaires de *Quercus coccifera*.

En station collinéenne, les profils sont moins marqués, mais on observe une tendance similaire avec une augmentation des PPT (104,96 mg EAG/g RS) et TT (18,13 mg EAT/g RS) foliaires en été (Tab.6). Les différences significatives entre organes ( $P < 0,05$ ) soulignent une spécialisation métabolique, où les racines agissent comme réservoirs en conditions hivernales, tandis que les feuilles prennent le relais en période estivale, probablement pour assurer une protection contre le stress abiotique. Les flavonoïdes (FLV) montrent les variations les plus frappantes, une accumulation hivernale massive dans les racines N2 (39,25 mg EAQ/g RS soit 3,5 fois plus que N1 et 2,8 fois plus que les feuilles) suivie d'une redistribution estivale vers les feuilles (18,13 mg EAQ/g RS vs 13,70 mg EAQ/g RS pour N2) (Tab.6).

Les résultats de la présente étude contrastent avec celle décrite par Kraus et *al.* (2004) qui ont signalé que la concentration de PPT dans les racines est toujours inférieure à celle des feuilles chez *Pinus contorta* ssp., et *Rhododendron groenlandicum*. En revanche elles ne concordent pas avec les conclusions des travaux Petridis et *al.* (2012) montrant que les concentrations de PTT dans les feuilles et les racines d'olivier étaient similaires.

### I.3 Activité antioxydante

*Q. suber* est une espèce reconnue pour sa forte capacité antioxydante, attribuée à ses composés phytochimiques, comme l'ont démontré plusieurs études menées dans différentes régions (Lavado et *al.*, 2021 ; Meziti et *al.*, 2019 ; Custodio et *al.*, 2015). L'activité antioxydante des extraits racinaires et foliaires a été évaluée à l'aide des méthodes spectrophotométriques, incluant des tests tels que la capacité de piégeage du radical libre DPPH, le pouvoir réducteur de fer (FRAP) et la capacité antioxydante totale (TAC). Les résultats de ces trois tests ont été exprimés en termes d'IC<sub>50</sub>, qui indique la concentration d'antioxydant nécessaire pour réduire 50 % de radicaux libres. Les valeurs d'IC<sub>50</sub> obtenues pour les extraits analysés suggèrent une faible activité antioxydante par rapport aux antioxydants de référence, comme la vitamine C.

Cette dernière affiche des valeurs d'IC<sub>50</sub> les plus faibles pour les trois tests (DPPH = 64,5 µg/mL ; FRAP = 153µg/mL ; TAC = 17,59 µg/mL), indiquant une capacité antioxydante nettement supérieure.

### I.3.1 Variation inter-stationnelle

Les résultats démontrent des variations significatives de l'activité antioxydante en fonction de l'origine géographique (Tab.7). Les extraits racinaires (superficiels et profonds) de la forêt collinéenne de SACCARDY présentent systématiquement une activité antioxydante (DPPH, FRAP et TAC) supérieure à ceux de la forêt d'Azouza (AIT HAMMAD), quelle que soit la saison. Tandis que les extraits foliaires de la station d'Azouza enregistrent une activité antioxydante plus importante par rapport au ceux de Beni-Ghobri pendant les deux saisons (Tab.7).

**Tableau 7** Variation inter-station de l'activité antioxydantes pour les trois tests (DPPH, FRAP, TAC) dans les extraits racinaires (N1 et N2) et foliaires de *Q. suber*

	Tests	Station côtière	Station Collinéenne	p value
Racines N1 Hiver	DPPH	215,06 ± 2,64	116,45 ± 5,08	0,001
	FRAP	92,07 ± 0,64	61,56 ± 2,17	0,001
	TAC	413,2 ± 2,28	274,45 ± 10,53	0,001
Racines N2 Hiver	DPPH	173,11 ± 12,44	100,07 ± 5,08	0,001
	FRAP	50,88 ± 0,44	38,55 ± 2,17	0,01
	TAC	306,15 ± 9,69	246,75 ± 10,53	0,001
Racines N1 Été	DPPH	146,87 ± 0,78	101,61 ± 2,03	0,001
	FRAP	46,82 ± 0,77	31,53 ± 0,1	0,01
	TAC	264,20 ± 1,62	221,73 ± 3,52	0,001
Racines N2 Été	DPPH	131,58 ± 3,22	110,83 ± 1,94	0,001
	FRAP	40,23 ± 0,26	41,74 ± 0,08	0,221
	TAC	239,95 ± 2,2	268,70 ± 0,91	0,001
Feuilles Hiver	DPPH	146,17 ± 1,87	278,76 ± 6,10	0,001
	FRAP	63,74 ± 0,74	82,66 ± 0,83	0,01
	TAC	258,05 ± 3,25	457,96 ± 3,12	0,001
Feuilles Été	DPPH	130,9 ± 1,48	179,37 ± 4,19	0,001
	FRAP	61,22 ± 0,42	78,41 ± 1,74	0,01
	TAC	196,86 ± 1,47	321,98 ± 1,24	0,001

Pendant la période hivernale, cette supériorité est particulièrement marquée, avec des valeurs d'IC<sub>50</sub> significativement plus basses pour SACCARDY (DPPH : 116,45 ± 5,08 µg/mL ; FRAP : 61,56 ± 2,17 µg/mL ; TAC : 274,45 ± 10,53 µg/mL) comparées à la forêt Azouza (AIT

HAMMAD), (DPPH contre  $215,06 \pm 2,64 \mu\text{g/mL}$  ; FRAP :  $92,07 \pm 0,64 \mu\text{g/mL}$  ; TAC :  $413,2 \pm 2,28 \mu\text{g/mL}$  (Tab.7). Cette tendance persiste en été, où la forêt de Beni-Ghobri montre des performances antioxydantes globalement meilleures qu'Azouza pour les racines superficielles (DPPH :  $101,61 \pm 2,03$  vs  $146,87 \pm 0,78 \mu\text{g/mL}$ ; FRAP :  $31,53 \pm 0,1$  vs  $46,87 \pm 0,78$  et TAC :  $221,73 \pm 3,52$  vs  $264,2 \pm 1,62 \mu\text{g/mL}$ ) (Tab.8).

L'analyse des racines profondes en saison estivale révèle des différences selon les tests : Beni-Ghobri excelle pour le DPPH ( $110,83$  vs  $131,58 \mu\text{g/mL}$ ) tandis qu'Azouza présente une meilleure activité TAC ( $239,95$  vs  $268,7 \mu\text{g/mL}$ ), sans différence notable pour le FRAP (Tab.9). Ces variations pourraient refléter des adaptations métaboliques différentes face aux stress environnementaux. Arya et *al.* (2015) ont mis en évidence une variabilité de l'activité antioxydante des extraits foliaires de *Rumex patientia*, en fonction des conditions environnementales liées à la région de collecte.

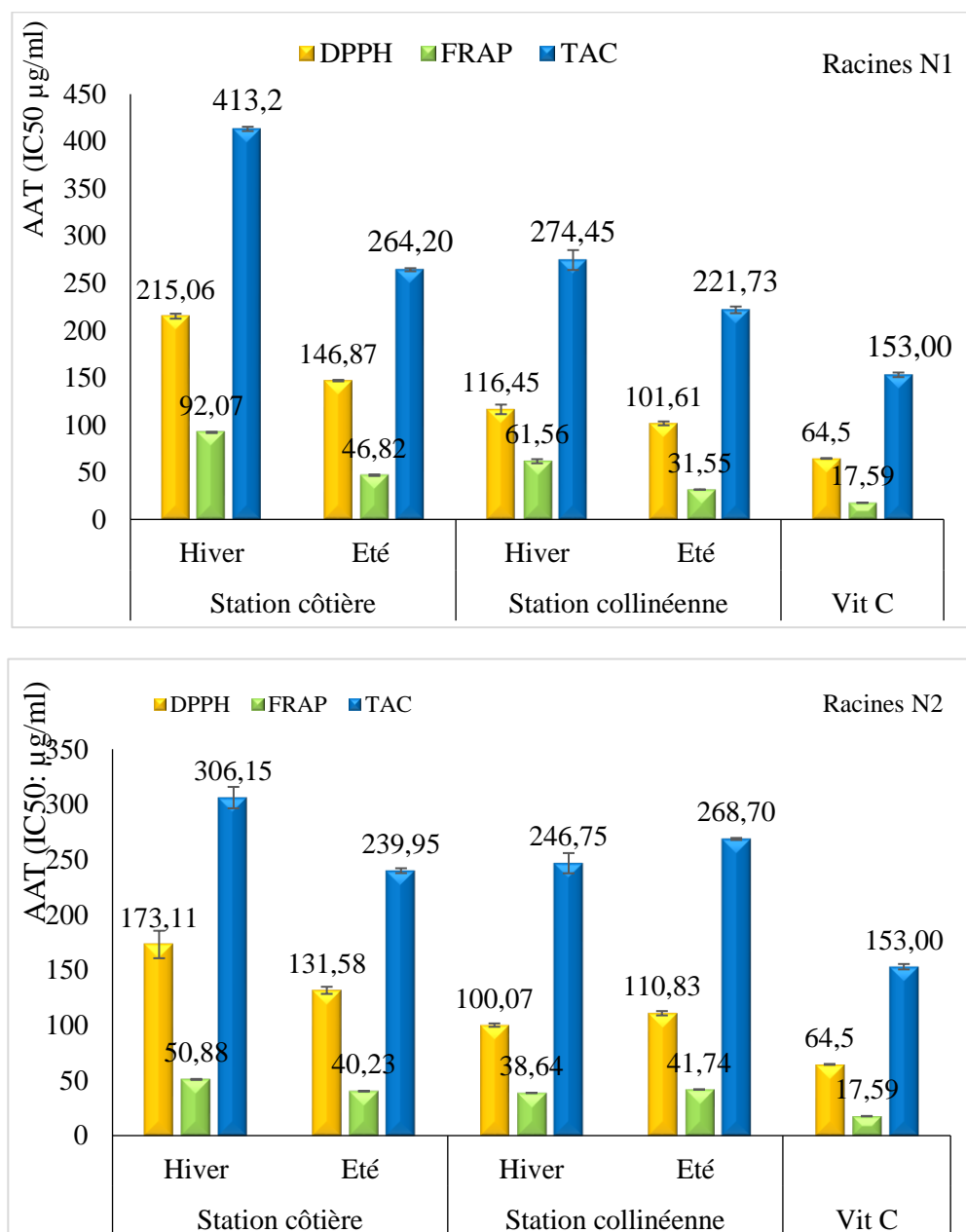
Concernant les extraits foliaires, un schéma saisonnier inverse a été observé : la station d'Azouza présente une activité antioxydante plus élevée comparativement à ceux de Beni-Ghobri pendant les deux saisons (Tab.10). Cette inversion saisonnière suggère une modulation différenciée des voies métaboliques en réponse aux contraintes environnementales, en accord avec les observations de Bueno et *al.* (2023) sur l'influence des fluctuations climatiques caractéristiques du climat méditerranéen.

### I.3.2 Variation saisonnière

Les résultats des tests DPPH, FRAP et TAC révèlent des différences saisonnières significatives avec  $p = 0,0001$  marquées dans le pouvoir antioxydant des extraits racinaires de RN1 et les RN2.

#### I.3.2.1 Dans les racines

Les données révèlent une distribution saisonnière différentielle de l'activité antioxydante (DPPH, FRAP et TAC) entre les systèmes racinaires superficiels et profonds. Les extraits issus des racines superficielles présentent systématiquement une activité antioxydante plus marquée pendant la période estivale ( $\text{IC}_{50}$  significativement plus faible) dans les deux stations écologiques étudiées. En revanche, les racines profondes montrent des profils saisonniers distincts, exhibant une activité antioxydante hivernale prédominante pour la station côtière, tandis que dans la station collinéenne une activité maximale durant la période estivale a été révélée (Fig.32).



**Figure.33** Les valeurs d'IC<sub>50</sub> pour les trois tests DPPH, FRAP et TAC et des racines de *Q. suber*, N1 : prélevées de la profondeur 0-15cm ; N2 : prélevées de la profondeur 15-25cm, pendant la saison hivernale et estivale, dans deux stations : côtière de la forêt de Zekri et collinéenne de la forêt Beni Ghobri, Algérie et de l'acide ascorbique.

L'analyse de la variance a révélé des différences significatives dans l'activité antiradicalaire contre le radical libre DPPH entre les saisons, avec un coefficient de significativité de  $p = 0,0001$ . Dans la zone littorale, les racines prélevées en période estivales, les RN1 et les RN2 inhibent 50 % du radical libre DPPH (IC<sub>50</sub>) à des concentrations respectives



de  $146,88 \pm 0,78 \mu\text{g/ml}$  et  $131,58 \pm 3,22 \mu\text{g/ml}$ , tandis qu'en hiver, les concentrations nécessaires pour inhiber 50 % du radical libre DPPH ( $\text{IC}_{50}$ ) sont de  $173,11 \pm 12,44 \mu\text{g/ml}$  pour les RN2 et  $215,06 \pm 2,64 \mu\text{g/ml}$  pour les RN1. A l'inverse, dans la forêt collinéenne les extraits racinaires estivaux (RN1 et RN2) affichent des valeurs d' $\text{IC}_{50}$  de  $101,61 \pm 2,03 \mu\text{g/ml}$  et  $110,83 \pm 1,94 \mu\text{g/ml}$  cours de la saison de sécheresse et  $116,45 \pm 5,08 \mu\text{g/ml}$  et  $100,07 \pm 1,52 \mu\text{g/ml}$  en hiver, soulignant une meilleure activité antioxydante (Fig.32).

Les valeurs d' $\text{IC}_{50}$  obtenues durant la saison estivale dans les deux forêts dépassent celles rapportées par Meziti et *al.* (2019) pour l'écorce racinaire de *Q. ilex* dans l'Est algérien ( $5,67 \pm 0,09 \mu\text{g/ml}$ ). Comme l'ont démontré Lavado et *al.* (2021), plusieurs facteurs peuvent expliquer ces différences, notamment la nature du solvant d'extraction et le patrimoine génétique de l'espèce (Tálos-Nebehaj et *al.*, 2017). Des travaux antérieurs sur *Q. suber* ont révélé l'implication des gènes RAV1 dans les mécanismes d'adaptation à la sécheresse (Magalhães et *al.*, 2016), ce qui pourrait influencer leur capacité antioxydante. Par ailleurs, des valeurs d' $\text{IC}_{50}$  encore plus basses ( $3,48 \mu\text{g/ml}$ ) ont été enregistrées par Singh et Bisht (2018) pour *Q. oblongata* en Inde. Malgré ces variations inter-études, nos résultats confirment que les racines de *Q. suber* conservent une activité antiradicalaire significative, y compris pendant la saison hivernale.

Les résultats obtenus mettent en évidence des différences hautement significatives ( $p = 0,0001$ ) de pouvoir réducteur du fer des extraits racinaires (RN1 et RN2), en fonction de la saison pour les deux sites d'étude. De manière générale, une activité antioxydante accrue (indiquée par des valeurs d' $\text{IC}_{50}$  plus faibles) a été observée durant la période estivale comparativement à l'hiver. Dans le site côtier, les racines profondes RN2 ont présenté un meilleur pouvoir réducteur en été ( $\text{IC}_{50} = 40,23 \pm 0,26 \mu\text{g/mL}$ ) qu'en hiver ( $50,88 \pm 0,44 \mu\text{g/mL}$ ). De même, les racines superficielles RN1 montrent une amélioration estivale ( $46,82 \pm 0,77 \mu\text{g/mL}$ ) par rapport à la saison froide ( $92,07 \pm 0,64 \mu\text{g/mL}$ ), traduisant une activation du métabolisme antioxydant face au stress hydrique estival. Dans la station collinéenne, cette tendance est encore plus marquée. Les racines RN1 affichent une activité estivale nettement plus élevée ( $\text{IC}_{50} = 31,55 \pm 0,10 \mu\text{g/mL}$ ) par rapport à l'hiver ( $61,56 \pm 2,17 \mu\text{g/mL}$ ), et les racines profondes RN2 suivent une dynamique inverse ( $38,64 \pm 2,17 \mu\text{g/mL}$  en hiver contre  $41,74 \pm 0,08 \mu\text{g/mL}$  en été) (Fig.32). Ces résultats suggèrent une stimulation saisonnière de la voie réductrice du fer sous l'effet des stress thermiques et hydriques estivaux.

A titre comparative, les valeurs d'IC<sub>50</sub> observées dans cette étude restent supérieures à celles rapportées par Meziti et *al.* (2019) pour les racines de *Q. ilex* (IC<sub>50</sub> = 8,55±1,52 µg/ml), indiquant que, malgré une réponse antioxydante notable, les racines de *Q. suber* se classent dans la catégorie des pouvoirs réducteurs modérés à faibles. Cette différence pourrait s'expliquer par des spécificités inter-espèces, des différences de sol, ou encore par des contraintes écophysiologiques propres aux écosystèmes étudiés.

Une saisonnalité marquée a été observée dans la capacité de réduction du molybdène (test TAC), traduisant une modulation de l'activité antioxydante en fonction des conditions environnementales. Dans la station d'Aït Hamad, cette capacité est nettement plus élevée durant la saison sèche, avec des valeurs d'IC<sub>50</sub> de 264,20 ± 1,62 µg/mL pour les racines superficielles (RN1) et 239,95 ± 2,2 µg/mL pour les racines profondes (RN2) (Fig.32). Ces valeurs contrastent fortement avec celles obtenues en hiver, qui atteignent 413,2 ± 2,28 µg/mL pour RN1 et 306,15 ± 9,69 µg/mL pour RN2, traduisant une baisse significative du pouvoir antioxydant global en saison froide. À l'inverse, dans la station de SACCARDY, la variation saisonnière est moins prononcée. Les IC<sub>50</sub> estivaux sont de 221,73 ± 3,52 µg/mL pour RN1 et 268,70 ± 0,91 µg/mL pour RN2, tandis que ceux enregistrés en hiver sont légèrement supérieurs, soit 274,45 ± 10,53 µg/mL et 246,75 ± 9,15 µg/mL respectivement (Fig.32). Ces écarts plus réduits suggèrent une meilleure régulation de l'activité antioxydante dans cette station, potentiellement en lien avec des conditions édaphiques et climatiques plus stables ou une adaptation physiologique des racines à un stress thermique moins sévère.

À titre de comparaison, Toori et *al.* (2013) ont rapporté une capacité de réduction du molybdène bien plus élevée dans l'écorce de *Q. robur*, avec des IC<sub>50</sub> de 5,13 ± 1 µg/mL, mesurée en septembre et novembre. En comparaison, les valeurs obtenues pour *Q. suber* dans les deux stations indiquent un faible pouvoir de réduction du molybdène, positionnant ainsi les racines de cette espèce dans une catégorie d'activité antioxydante modérée à faible selon ce test spécifique.

### I.3.2.2 Dans les feuilles

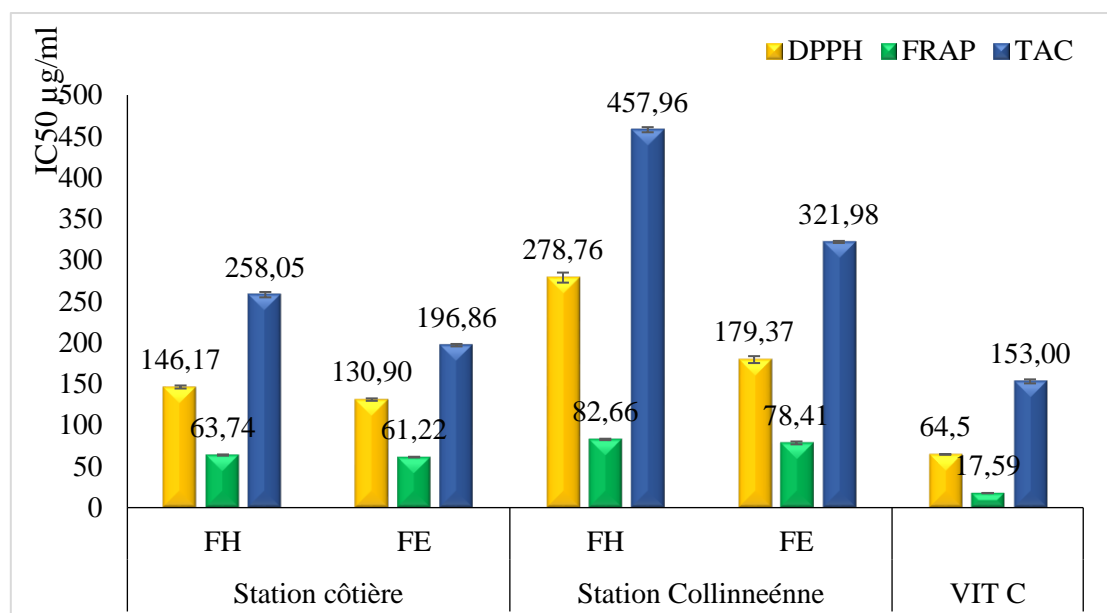
Les feuilles de chêne liège manifestent une activité antioxydante significative dans les trois tests évalués (DPPH, FRAP, TAC).

L'analyse de la variance (ANOVA) met en évidence des variations saisonnières hautement significatives de l'activité antiradicalaire vis-à-vis du radical libre DPPH ( $p = 0,0001$ ), indiquant une amplification notable du pouvoir antioxydant en période estivale.

Cette dynamique saisonnière est manifeste dans les deux stations d'étude, bien qu'avec des amplitudes distinctes (Fig.33).

Les feuilles de *Q. suber* présentent systématiquement, durant la saison sèche, une activité antiradicalaire plus élevée, comme en témoignent les valeurs d'IC<sub>50</sub> significativement plus faibles. Sur le site littoral, l'IC<sub>50</sub> passe de  $146,17 \pm 1,87 \mu\text{g/mL}$  en hiver à  $130,90 \pm 1,48 \mu\text{g/mL}$  en été. Ce contraste est encore plus marqué dans la station collinéenne, où l'IC<sub>50</sub> chute de  $278,76 \pm 6,10 \mu\text{g/mL}$  en hiver à  $179,37 \pm 4,19 \mu\text{g/mL}$  en été (Fig.33). Ces données traduisent une réactivité accrue au stress oxydatif estival, probablement liée à l'intensification de la biosynthèse de composés phénoliques sous des conditions abiotiques plus rigoureuses. Cette tendance est corrélée aux teneurs estivales plus élevées en polyphénols totaux (PPT) dans les feuilles, renforçant l'hypothèse d'un lien direct entre accumulation phénolique et capacité antioxydante. De tels résultats corroborent les observations d'Awika et al. (2003), qui ont démontré que les composés phénoliques jouent un rôle clé dans l'activité antioxydante des extraits foliaires, notamment chez *Sorghum bicolor*. De même, Tanase et al. (2022), ont mis en évidence la richesse des feuilles de chêne en composés phénoliques bioactifs.

Comparativement, les valeurs d'IC<sub>50</sub> rapportées par Tálos-Nebhaj et al. (2017) pour les feuilles de *Q. cerris* et *Q. petraea*, récoltées en juillet à Sopron (Hongrie), suggèrent que les feuilles estivales de *Q. suber* présentent un pouvoir antiradicalaire supérieur dans notre étude. Toutefois, les extraits hydro-méthanoliques et aqueux de feuilles hivernales de *Q. ilex* récoltées à Béja (Tunisie) affichent des IC<sub>50</sub> bien plus faibles ( $11,31$  et  $9,39 \mu\text{g/mL}$ ) ; (Hadidi et al., 2017), soit une activité antiradicalaire 2 à 4 fois plus élevée que celle observée pour *Q. suber* en hiver (Fig.33). Ces écarts soulignent la variabilité interspécifique et l'influence marquée des conditions pédoclimatiques sur l'efficacité antioxydante des tissus foliaires. Dans l'ensemble, les feuilles de *Q. suber* se situent dans une gamme d'activité modérée à intermédiaire, positionnant cette espèce comme un contributeur pertinent mais non exceptionnel à la dynamique antioxydante de la végétation méditerranéenne.



**Figure.34** Les valeurs d'IC<sub>50</sub> pour les trois tests DPPH, FRAP et TAC et des feuilles de *Q. suber* au cours de deux saisons étudiées (hiver et été) dans les deux stations : côtière de la forêt de Zekri et collinéenne de la forêt Beni Ghobri, Algérie et de l'acide ascorbique.

L'analyse du pouvoir réducteur du fer (test FRAP) dans les feuilles de *Q. suber* révèle une réponse différentielle selon les stations écologiques et les saisons (Fig.33). En milieu littoral, l'activité antioxydante reste remarquablement stable entre les saisons, avec des valeurs d'IC<sub>50</sub> très proches (été :  $61,22 \pm 0,42$  µg/mL ; hiver :  $63,74 \pm 0,74$  µg/mL), suggérant une adaptation aux conditions environnementales relativement constantes caractéristiques des chênaies étudiés de la zones côtières. En revanche, dans la station collinéenne, une activité réductrice légèrement supérieure a été enregistrée en été ( $78,41 \pm 1,74$  µg/mL) par rapport à l'hiver ( $82,66 \pm 0,83$  µg/mL), indiquant une influence modérée de la saison sèche sur la capacité antioxydante dans ce contexte écologique.

Ces résultats suggèrent que les feuilles de chêne-liège dans les deux stations présentent un pouvoir réducteur du fer relativement stable, mais avec une tendance à l'amélioration en saison estivale, probablement en réponse à un stress oxydatif accru. Ce comportement est corroboré par les travaux d'Almeida et al. (2008), qui ont rapporté une valeur d'IC<sub>50</sub> de  $153,8 \pm 26,3$  µg/mL pour les feuilles de *Q. robur* récoltées en août dans le nord du Portugal, soulignant que les feuilles de *Q. subers* étudiés ici affichent un pouvoir réducteur nettement supérieur.

Les différences observées entre espèces peuvent être attribuées à des facteurs phylogénétiques, influençant la biosynthèse et l'accumulation de métabolites secondaires

(Nikolaos et *al.*, 2018). Par ailleurs, bien que les valeurs hivernales d'IC<sub>50</sub> dans notre étude soient supérieures à celles rapportées par Lavado et al. (2021) pour des extraits éthanoliques de feuilles de *Q. suber* collectées en automne en Espagne (54,5 µg/mL).

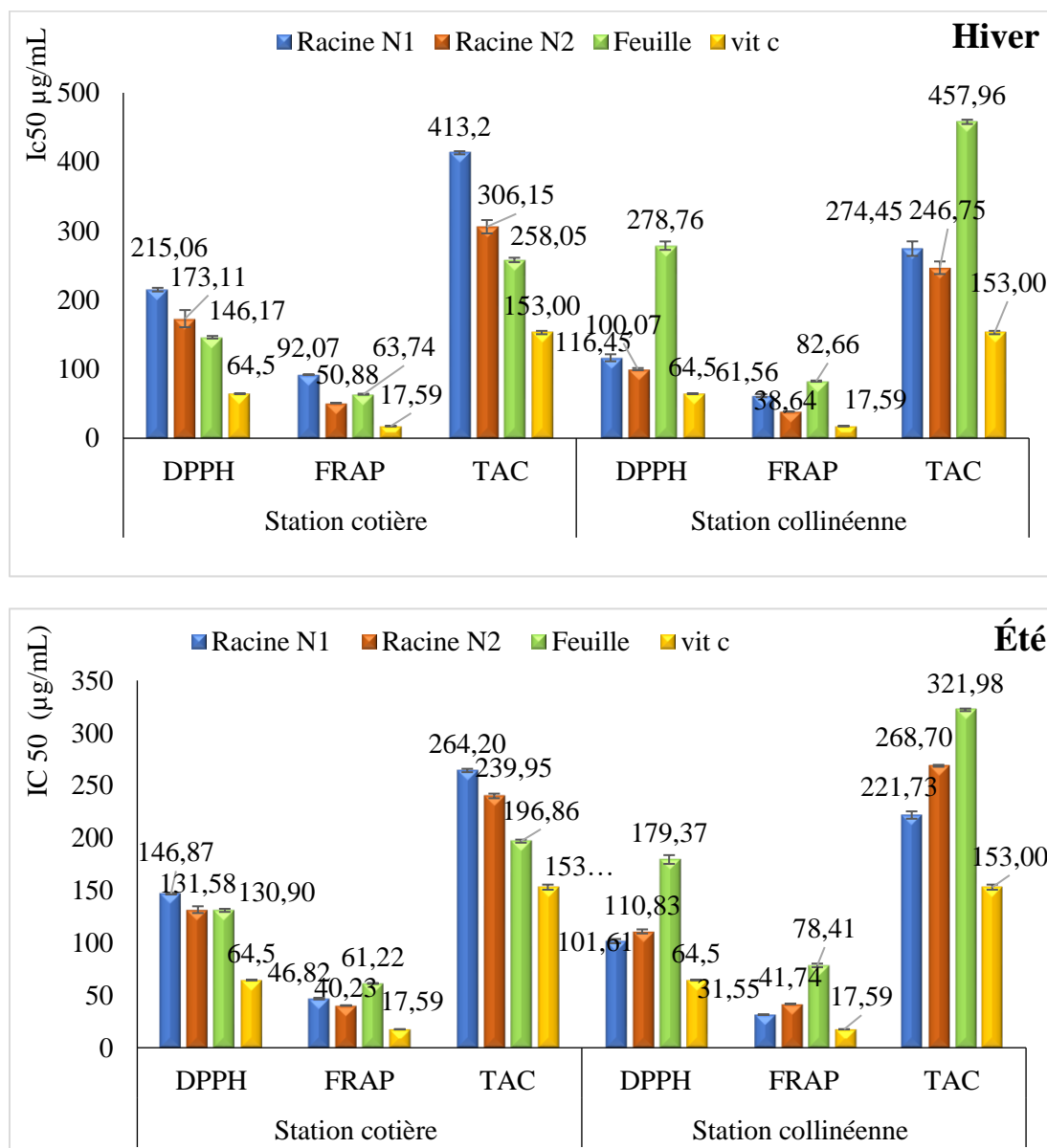
Une variation saisonnière significative de la capacité de réduction du molybdate a été observée dans les feuilles de *Quercus suber* L., issues des deux stations étudiées, avec une activité antioxydante plus marquée durant la saison estivale. À AIT HAMMAD, les feuilles ont présenté des valeurs d'IC<sub>50</sub> de  $196,86 \pm 1,47$  µg/mL en été, contre  $258,05 \pm 2,28$  µg/mL en hiver. De même, dans la station de SACCARDY, les valeurs d'IC<sub>50</sub> ont atteint  $321,98 \pm 1,24$  µg/mL en été, contre  $457,96 \pm 3,12$  µg/mL en saison hivernale, indiquant une diminution de l'activité réductrice en condition froide (Fig.33).

Les valeurs enregistrées dans cette étude restent nettement supérieures (c'est-à-dire une activité plus faible) à celles rapportées par Frouja et *al.* (2022), qui ont observé une valeur d'IC<sub>50</sub> de 13,82 µg/mL pour des extraits foliaires de *Q. suber* en Tunisie. En revanche, elles demeurent inférieures à celles rapportées par Setti et *al.* (2020) pour les glandes de *Q. ilex* collectées à Chlef (Algérie), où une valeur d'IC<sub>50</sub> de 418,26 µg/mL a été mesurée, traduisant une capacité de réduction du molybdate plus faible. Les feuilles de chêne-liège étudiées ici présentent une capacité modérée de réduction du molybdate, influencée de manière significative par la saison. Cette variabilité s'expliquerait par une modulation saisonnière du métabolisme secondaire, notamment des composés phénoliques, connus pour contribuer à cette activité antioxydante.

### I.3.3 Variation intra-organes

L'analyse comparative de l'activité antioxydante (DPPH, FRAP et TAC) entre les organes étudiés (feuilles, racines superficielles RN1 et racines profondes RN2) en fonction des saisons et des stations écologiques (Fig.34).

Dans la station côtière, les feuilles présentent systématiquement, la plus forte activité antiradicalaire (DPPH) ainsi qu'une capacité de réduction du molybdate (TAC), indépendamment de la saison, suivies par les extraits de racines profondes (RN2) puis de racines superficielles (RN1) (Fig.34). Concernant le pouvoir réducteur du fer (FRAP), un profil contrasté selon la saison a été observé : en été, les racines profondes (RN2) présentent l'activité la plus élevée, suivies des RN1 et les feuilles ; en hiver, cette hiérarchie est inversée, avec une activité plus marquée dans les RN2, suivies des feuilles, puis des RN1



**Figure.35** Comparaison de l'activité antioxydante (DPPH, FRAP et TAC) selon les organes étudiés dans les deux forêts étudiées, Azouza et Beni-Ghobri.

En revanche, dans la station collinéenne, les racines superficielles (RN1) affichent globalement les activités antioxydantes les plus élevées pour les trois tests (DPPH, FRAP et TAC), suivies par les RN2, puis par les feuilles au cours de la période de sécheresse (Fig.34). En hiver, cette hiérarchie évolue vers une prédominance des racines profondes (RN2), suivie par les racines de la couche superficielles puis les feuilles. Des résultats similaires ont été obtenus par Feduraev et *al.* (2019), mis en évidence une variabilité de l'activité antioxydante selon les organes analysés chez deux espèces de *Rumex crispus L.* et *Rumex obtusifolius*. Ces résultats mettent en évidence une spécialisation fonctionnelle des organes en réponse aux

différents stress oxydatifs, influencée à la fois par leur localisation anatomique et par les conditions édapho-climatiques propres à chaque station.

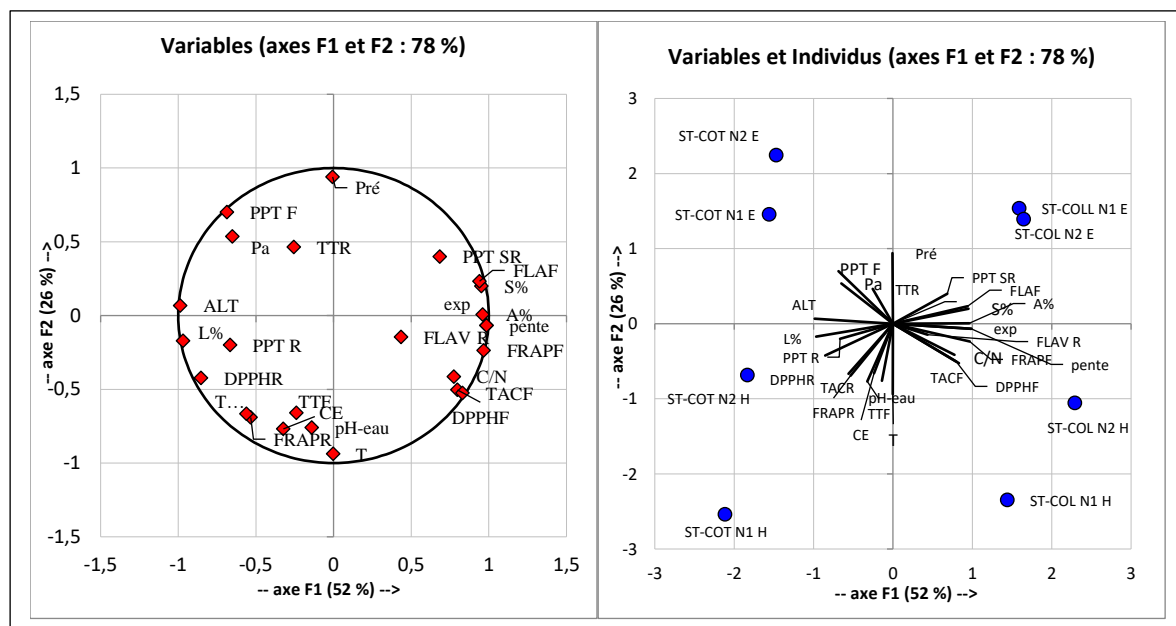
#### I.4 Effet des caractéristiques du sol sur les métabolites secondaires de *Q. suber*

L'analyse en composante principale dont le plan factoriel principal formé par les axes 1 et 2 donnant le maximum d'informations cumulées de 78% de la variance totale avec une contribution des axes F1 et F2, qui expliquent respectivement 52% et 26% de la variance totale. Ce plan factoriel sépare fortement par l'axe F1 les saisons de récolte tandis que l'axe F2 regroupe les variables selon la station (Fig.35). Les différences significatives entre les saisons et les profondeurs, révélées par l'analyse de la variance (ANOVA), nous ont conduit à une exploration plus approfondie des résultats grâce à l'application de l'Analyse en Composantes Principales (ACP) sur l'ensemble des données.

Le climat est un facteur majeur de stress environnemental, qui a des effets négatifs à la fois sur la morphologie et la physiologie des plantes. La région méditerranéenne, est l'une des régions la plus touchée par ce type de stress, caractérisée d'une part par des canicules plus longues et plus intenses exposant les espèces végétales à de fortes par voie de conséquence aux stress hydrique et thermique, et d'autre part par des hivers frais ou froid (Gil-Pelegrín et *al.*, 2017 ; Magalhães et *al.*, 2016). Les facteurs abiotiques tels que climatique (température et précipitation) et édaphiques, stimulent la synthèse des métabolites secondaires dans la plante (Akula et Ravishankar, 2011).

Les forêts de chêne liège subissent actuellement un impact important sur leur croissance et leur rendement en liège (Mendes et *al.*, 2019 ; Costa et Cherubini, 2022) en raison du changement climatique, de la baisse des précipitations, de l'augmentation des températures estivales et des sécheresses plus fréquentes et plus sévères (Cherubini et *al.*, 2021).

L'analyse en composantes principales (ACP) a été réalisée afin d'explorer les relations entre les variables édaphiques, climatiques, topographiques et la biosynthèse des métabolites secondaires ainsi que leur activité antioxydante dans les différents organes de *Q. suber*. L'ACP a permis de réduire la complexité des données multivariées en deux axes principaux expliquant ensemble une part importante de la variance totale (F1 = 52% ; F2 = 26 %) (Fig.35).



**Figure.36** Plan factoriel principal F1 x F2 de l'ACP : a) Les variables ; b) Les variables étudiées (métabolites secondaire, activités antioxydantes et les caractéristiques édaphiques) et les facteurs (saison et profondeur).

L'axe F1 oppose clairement deux groupes de variables selon la saison. Sur le versant positif, on observe une forte contribution des flavonoïdes foliaires (FLAVF), les polyphénols totaux foliaires (PPTF), les tanins totaux racinaires (TTR) ainsi que les polyphénols totaux du sol rhizosphérique (PPTSR), en association avec des facteurs édaphiques tels que la teneur en argile (A %), en sable (S %), la disponibilité du phosphore (P) et l'altitude (ALT). Ces paramètres semblent favoriser la biosynthèse de métabolites secondaires foliaires, notamment durant la saison estivale. Memet, (2014) ont démontré que l'altitude exerce une influence significative sur l'accumulation des métabolites secondaires, notamment les composés phénoliques et les huiles essentielles chez *Indocalamus latifolius*. A l'opposé, se regroupent le rapport C/N, le pH (eau), la teneur en limon (L %), la conductivité électrique (CE), la température (T), la pente et l'exposition. Ces paramètres sont positivement corrélés aux polyphénols totaux racinaires (PPTR), aux flavonoïdes racinaires (FLAVR) ainsi qu'à l'activité antioxydante racinaire (DPPHR, FRAPR, TACR), mais aussi aux tanins totaux des feuilles (TTF) et l'activité antioxydante des feuilles (DPPHF, FRAPF et TACF) en hiver (Fig.35). L'étude menée par Oloumi et Hassibi, (2011) a mis en évidence une corrélation positive entre les composés phénoliques des racines de *Glycyrrhiza glabra* et divers paramètres environnementaux, notamment les conditions climatiques.



L'axe F2 semble refléter principalement une différenciation spatiale des réponses biochimiques. Il met en évidence une distribution contrastée des variables selon leur origine géographique (collinéenne versus côtière) et la saison d'échantillonnage (été versus hiver) (Fig.35). Les variables associées à la station collinéennes se positionnent dans la partie droite du plan, en cohérence avec des niveaux élevés de flavonoïdes foliaires pendant la saison estivale et flavonoïdes racinaires en hiver, ainsi que l'activité antioxydante des feuilles hivernale (DPPHF, FRAPF et TACF). Selon He et *al.* (2023), la température constitue l'un des principaux facteurs environnementaux modulant la biosynthèse des métabolites secondaires chez les plantes, notamment les flavonoïdes et les terpénoïdes. À l'inverse, du côté positive de F2, la station côtière est localisée à l'opposé, reflétant une contribution accrue des teneurs en polyphénols foliaires estivaux (PPTF) et des polyphénols racinaires hivernaux (PPTR), et d'une activité antioxydante racinaire plus marquée en hiver. Cette structuration suggère que les facteurs géographiques et climatiques interagissent pour moduler la distribution des métabolites secondaires et des activités antioxydantes selon les organes et les saisons. En particulier, les stations collinéennes semblent favoriser la production de flavonoïdes et d'antioxydants foliaires, tandis que les stations côtières hivernales privilégient les composés racinaires phénoliques et les mécanismes antioxydants associés. Plusieurs études ont mis en évidence l'interaction entre le changement des conditions environnementales et la synthèse de composés phénoliques permettant aux plantes de faire face à ce stress (Pérez-Giron et *al.*, 2022).

Avec 52% de l'inertie expliquée, l'axe F1 souligne l'influence des paramètres édaphiques de chaque station sur la biochimie des arbres étudiées. La matrice de corrélation de Pearson, affiche des corrélations importantes entre les facteurs et les paramètres étudiés (Tab.8). Le taux de décomposition de la matière organique présente une corrélation positive avec la teneur en argile ( $R = 0,79$ ) (Tab.8). Cette relation est particulièrement observable dans la station collinéenne, caractérisée par une faible proportion d'argile et un rapport C/N important, traduisant une dynamique plus rapide de minéralisation. Ces résultats sont en accord avec ceux rapportés par Rakhsh et *al.*, (2020) , qui ont démontré que les sols à forte teneur en argile sont associés à une minéralisation plus lente du carbone organique, en raison de l'interaction physique entre les particules argileuses et la matière organique, limitant ainsi son accessibilité aux micro-organismes.

### Tableau 11 Matrice de corrélation de Pearson

[illegible]

De plus, Le rapport C/N, fortement lié à l'exposition et au relief ( $r = 0,84$ ), montre que les versants occidentaux à relief accentué ralentissent la décomposition de la matière organique, en lien avec une accumulation plus profonde de l'humus (Batjes et *al.*, 2014). Il corrélé positivement avec les flavonoïdes foliaires ( $R=0,73$ ,  $\alpha=0,05$ ) (Tab.8). Les flavonoïdes sont synthétisés pour protéger la membrane cellulaire et le mécanisme de photosynthèse, la dénaturation des protéines et l'inhibition de la croissance des plantes (de Sousa Araújo et *al.*, 2015). En revanche, une corrélation positive significative a été révélée entre le rapport C/N et l'activité antioxydante des feuilles (DPPH, FRAP et TAC) dans la station collinéenne pendant la saison hivernale avec les valeurs de coefficient de corrélation respectivement ( $R= 0,72$  ;  $0,86$  et  $0,79$ ). Cette station est caractérisée une activité antioxydante foliaire moins importante et un rapport C/N élevé comparativement à la station littorale.

La population de chêne liège des deux station étudiées (AIT HAMMAD et SACCARDY) apparaissent soumises à des conditions de stress abiotiques notables. Comme en témoigne la faible teneur en argile caractérisant les sols de la station collinéenne. Une corrélation étroite a été mise en évidence la fraction argileuse du sol entre et la teneur en flavonoïdes foliaires (FLAF) ( $R = 0,95$ ,  $\alpha=0,05$ ) (Tab.8), ainsi qu'avec les activités antioxydantes foliaires mesurées par les tests FRAPF ( $R = 0,94$ ), DPPHF ( $R = 0,71$ ,  $\alpha=0,05$ ) et TACF ( $R = 0,77$ ,  $\alpha=0,05$ ) dans la station collinéenne. L'argile constitue un facteur environnemental clé pour les espèces sclérophylles, jouant un rôle central dans la rétention, la mobilité et la complexation des éléments nutritifs du sol (Nait-kaci et *al.*, 2014). Par ailleurs, Z. Xu et *al.* (2020) ont mis en évidence une forte corrélation entre la composition des communautés microbiennes du sol et sa teneur en argile. Dans une étude portant sur les racines de *Juniperus procera*, AL-Ghamdi et Jais, (2013) ont observé que les faibles taux d'argile sont associés à un taux de mycorhization plus élevé, lui-même positivement corrélé à la teneur en flavonoïdes Ces derniers semblent jouer un rôle fonctionnel dans les interactions plantes-mycorrhizes (Vierheilig et *al.*, 2002). Ainsi, les propriétés physico-chimiques du sol, en particulier sa texture argileuse, peuvent moduler significativement l'accumulation de métabolites secondaires et l'activité antioxydante des extraits végétaux (Castells et Peñuelas, 2003). De plus, l'argile est positivement corrélée avec les polyphénols totaux du sol rhizosphérique (PPTSR) ( $R=0,72$ ,  $\alpha=0,05$ ) (Tab.8). Cette relation suggère un rôle clé que la fraction argileuse du sol dans la rétention et l'accumulation des composés phénoliques exsudés par les racines. Comme le démontrent Gargalo-Garriga et *al.* (2018) et Singh Mukerji (2006), les propriétés physico-chimiques du sol, incluant le pH, la température et la texture du sol, la

disponibilité des nutriments, influencent directement la diffusion et la stabilisation des exsudats racinaires, modulant ainsi la concentration en PPTSR. Plus précisément, la capacité d'adsorption élevée des argiles, couplée à leur surface spécifique importante, favorise la complexation des polyphénols, limitant leur dégradation microbienne et leur lessivage. La station collinéenne est caractérisée par une teneur en PPTSR et un taux d'argile plus important par rapport celle côtière. Ces mécanismes pourraient expliquer l'enrichissement en PPTSR dans les sols à forte dominance argileuse, soulignant l'interdépendance entre les caractéristiques édaphiques et la dynamique des métabolites secondaires dans la rhizosphère. Ces composés chimiques jouent un rôle important dans la défense et la protection contre les maladies transmises par le sol et les insectes se nourrissant des racines (Mandal *et al.*, 2010), leur groupe hydroxyle phénolique présente une affinité élevée pour les métaux lourds (J. Li *et al.*, 2016).

Une corrélation positive significative a été mise en évidence entre la température hivernale avec les tanins foliaires ( $R=0,85$ ,  $\alpha < 0,05$ ) (Tab.8), et les précipitations estivales et les polyphénols totaux des feuilles ( $R=0,72$ ,  $\alpha < 0,05$ ) dans station côtière (Tab.8). Le stress provoqué par le manque de précipitation et la sécheresse en été entraîné une production des espèces réactive d'oxygène (ERO) dans les thylakoïdes, ce qui réduire les concentrations tissulaires de chlorophylles et de caroténoïdes (Zahedi *et al.*, 2021). Les polyphénols peuvent jouer le rôle d'un filtre absorbant le rayonnement et limitant l'excitation de la chlorophylle lors des conditions défavorables à l'appareil photosynthétique (Rossi *et al.*, 2024). Dans les travaux réalisés par Zahedi *et al.* (2021), ont montré que les composés phénoliques des plantes agissent comme des photoprotecteurs, en limitant l'excitation des chlorophylles et en convertissant l'excès de lumière du solaire en fluorescence bleue, cela protège les tissus mésophylliens contre les dommages causés par une exposition à des niveaux élevés de lumière solaires, durant les périodes de stress hydrique. Selon plusieurs auteurs (Akula *et al.*, 2011 ; Chaves *et al.*, 2011), les mécanismes de défense peuvent entraîner un transfert des métabolites entre les tissus, visant à renforcer la protection des parties les plus exposées. Ce phénomène est fréquemment observé pendant les saisons sèches.

La matrice affiche des coefficients de corrélation  $R=0,88$  et  $R=0,72$ , respectivement entre les polyphénols totaux des feuilles (PPTF) et le phosphore assimilable, PPTF et l'altitude dans la station côtière (Tab.8). L'analyse du sol a révélé un déficit en phosphore assimilable, qui joue un rôle fondamental dans la croissance des plantes et de la biosynthèse des métabolites secondaires. Les plantes sont amenées à produire des polyphénols totaux en réponse à ce stress dans les sols pauvres en phosphore (P) (J. S. de Oliveira *et al.*, 2022 ; Glynn *et al.*, 2007). Il a

été rapporté que les plantes originaires d'une altitude plus présentent les teneurs les plus élevées en composés phénoliques dans leurs organes (Zargoosh et al., 2019 ).

La photochimie des feuilles subit une altération sous l'effet des températures glaciales nocturnes, entraînant une perturbation des processus enzymatiques impliqués dans la photosynthèse. La température constitue l'un des facteurs clés régulant la production de polyphénols et de composés à activité antioxydante, en modulant l'expression des gènes structurels impliqués dans la biosynthèse des polyphénols (Urban et al., 2007). Elle détermine la production accrue des composés phénoliques, qui exercent une activité antioxydante dans les tissus refroidis (Caretto et al., 2015). Des études antérieures ont rapporté que l'acclimatation de *Q. ilex* aux températures hivernales est liée à l'augmentation de la synthèse des antioxydants et des pigments de xanthophylles (Brüggemann et al., 2009).

En particulier, la conductivité électrique (CE) plus élevée (2,58 dS/m) dans les sols profonds (N2) de la station côtière, pourrait expliquer l'adaptation au stress salin via une production accrue de polyphénols totaux. Dans l'étude menée par Nouman et al. (2018), ont signalé une modulation métabolique avec production accrue de métabolites secondaires dans des conditions de stress salin.

Les flavonoïdes foliaires sont corrélés positivement avec l'activité antioxydante évaluée par le teste FRAP ( $R=0,95$ ) (Tab.8). Le résultat obtenu est en accorde avec ce de Aryal et al. (2019) ont rapporté une corrélation entre la teneur en FLAV et en PPT et les activités antioxydantes. Ainsi plus les feuilles présentent des concentrations élevées en flavonoïdes, plus leur capacité antioxydant notamment mesurée par le teste le FRAP, renforcée.

# Conclusion

## Conclusion

Cette thèse visait à évaluer l'influence des facteurs de édapho-climatiques sur la synthèse des métabolites secondaires chez *Quercus suber* L., une espèce sclérophylle emblématique des écosystèmes méditerranéens thermophiles. Les polyphénols, largement documentés pour leur rôle écologique, constituent des médiateurs clés de l'adaptation des plantes aux stress abiotiques (radiations UV, déficit hydrique, températures extrêmes) et biotiques (herbivorie, pathogènes) caractéristiques de ces milieux.

L'étude a porté sur l'analyse comparative des réponses biochimiques de populations soumises à des conditions environnementales contrastées, en intégrant des paramètres stationnels (exposition des versants, altitude), saisonniers et pédologiques (profondeur, texture, disponibilité en phosphore).

Les analyses ont mis en évidence une modulation différentielle des métabolites en fonction des gradients environnementaux : (i) une synthèse accrue de polyphénols totaux dans la zone littorale, associée à une faible teneur en phosphore assimilable et une restriction hydrique, et (ii) une production optimisée de flavonoïdes dans les sols argileux, favorisant l'activité antioxydante foliaire. Ces profils reflètent une plasticité métabolique adaptative, où la saisonnalité et les propriétés rhizosphériques (rétention d'eau, composition minérale) agissent comme des drivers majeurs. Une approche phytochimique à des tests d'activité antioxydante (méthodes DPPH, FRAP et TAC) a été appliquée sur des extraits foliaires et racinaires. Les résultats ont révélé des concentrations significatives en composés phénoliques (polyphénols totaux, flavonoïdes, tanins), et un potentiel antioxydant élevé, avec des variations inter-sites marquées.

En conclusion, ce travail démontre que *Q. suber* des peuplement étudiés, ajuste sa biosynthèse de métabolites secondaires selon des interactions complexes entre facteurs abiotiques, soulignant son rôle de modèle pour étudier les mécanismes de résilience en milieu méditerranéen anthropisé. Ces données ouvrent des perspectives pour la valorisation agroforestière ou pharmacologique de ses composés bioactifs.

# **Références bibliographiques**



## Références bibliographiques

- Ab Rahman, S. F. S., Singh, E., Pieterse, C. M. J., & Schenk, P. M. (2018). Emerging microbial biocontrol strategies for plant pathogens. *Plant Science*, 267, 102–111.
- Abd-Alla, M. H., Al-Amri, S. M., & El-Enany, A.-W. E. (2023). Enhancing rhizobium-legume symbiosis and reducing nitrogen fertilizer use are potential options for mitigating climate change. *Agriculture*, 13(11), 2092.
- Abogadallah, G. M. (2010). Insights into the significance of antioxidative defense under salt stress. *Plant Signaling & Behavior*, 5(4), 369–374.
- Ahmed, B., & Hijri, M. (2021). Potential impacts of soil microbiota manipulation on secondary metabolites production in cannabis. *Journal of Cannabis Research*, 3, 1–9.
- Akroum, S. (2017). Antifungal activity of acetone extracts from *Punica granatum* L., *Quercus suber* L. and *Vicia faba* L. *Journal de Mycologie Medicale*, 27(1), 83–89.
- Akula, R., & Ravishankar, G. A. (2011). Influence of abiotic stress signals on secondary metabolites in plants. *Plant Signaling & Behavior*, 6(11), 1720–1731.
- AL-Ghamdi, A. A. M., & Jais, H. M. (2013). Interaction between soil textural components, flavonoids in the roots and mycorrhizal colonization in *Juniperus procera* in Saudi Arabia. *Afr J Microbiol Res*, 7(12), 996–1001.
- Alaoui, A., & Laaribya, S. (2017). Etude ethnobotanique et floristique dans les communes rurales Sehoul et Sidi-Abderrazak (cas de la Maamora-Maroc Septentrional). *Revue Nature et Technologie*, 9(2), 15–24.
- Ali, N. Ben, & Lamarti, A. (2014). Macronutrients effect on secondary somatic embryogenesis of Moroccan cork oak (*Quercus suber* L.). *American Journal of Plant Sciences*, 5(13), 1851–1861.
- Almeida, I. F., Fernandes, E., Lima, J. L. F. C., Costa, P. C., & Bahia, M. F. (2008). Protective effect of *Castanea sativa* and *Quercus robur* leaf extracts against oxygen and nitrogen reactive species. *Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology*, 91(2–3), 87–95. <https://doi.org/10.1016/j.jphotobiol.2008.02.001>
- Aronson, J. (2022). Current state of knowledge of wind energy impacts on bats in South Africa. *Acta Chiropterologica*, 24(1), 221–238.
- Aronson, J., Pereira, J. S., & Pausas, J. G. (2012). *Cork oak woodlands on the edge: ecology, adaptive management, and restoration*. Island Press.
- Aroso, I. M., Araújo, A. R., Fernandes, J. P., Santos, T., Batista, M. T., Pires, R. A., Mano, J. F., & Reis, R. L. (2017). Hydroalcoholic extracts from the bark of *Quercus suber* L.(Cork): optimization of extraction conditions, chemical composition and antioxidant potential. *Wood Science and Technology*, 51, 855–872.
- Aryal, S., Baniya, M. K., Danekhu, K., Kunwar, P., Gurung, R., & Koirala, N. (2019). Total phenolic content, flavonoid content and antioxidant potential of wild vegetables from Western Nepal. *Plants*, 8(4), 96.
- Aulakh, S. K., Lemke, O., Szyrwił, L., Kamrad, S., Chen, Y., Hartl, J., ... & Ralser, M. (2025). The molecular landscape of cellular metal ion biology. *Cell Systems*, 16(7).
- Awika, J. M., Rooney, L. W., Wu, X., Prior, R. L., & Cisneros-Zevallos, L. (2003). Screening methods to measure antioxidant activity of sorghum (*Sorghum bicolor*) and sorghum products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(23), 6657–6662.
- Azhar, N., Hussain, B., Ashraf, M. Y., & Abbasi, K. Y. (2011). Water stress mediated changes in growth, physiology and secondary metabolites of desi ajwain (*Trachyspermum ammi* L.). *Pakistan Journal of Botany*, 43(9), 15–19.
- Azul, A. M., Sousa, J. P., Agerer, R., Martín, M. P., & Freitas, H. (2010). Land use practices and ectomycorrhizal fungal communities from oak woodlands dominated by *Quercus suber* L. considering drought scenarios. *Mycorrhiza*, 20, 73–88.
- Backer, R., Rokem, J. S., Ilangumaran, G., Lamont, J., Praslickova, D., Ricci, E., Subramanian, S., & Smith, D. L. (2018). Plant growth-promoting rhizobacteria: context, mechanisms of action, and roadmap to commercialization of biostimulants for sustainable agriculture. *Frontiers in Plant Science*, 9, 1473.
- Badri, D. V., & Vivanco, J. M. (2009). Regulation and function of root exudates. *Plant, Cell &*

- Environment*, 32(6), 666–681.
- Bais, H. P., Weir, T. L., Perry, L. G., Gilroy, S., & Vivanco, J. M. (2006). The role of root exudates in rhizosphere interactions with plants and other organisms. *Annu. Rev. Plant Biol.*, 57(1), 233–266.
- Banerjee, A., & Roychoudhury, A. (2017). Effect of salinity stress on growth and physiology of medicinal plants. *Medicinal Plants and Environmental Challenges*, 177–188.
- Banjarnahor, S. D. S., & Artanti, N. (2014). Antioxidant properties of flavonoids. *Medical Journal of Indonesia*, 23(4), 239–244.
- Barbehenn, R. V., & Constabel, C. P. (2011). *Phytochemistry Tannins in plant – herbivore interactions*. 72, 1551–1565. <https://doi.org/10.1016/j.phytochem.2011.01.040>
- Barron, E., Averyanova, A., Kva ek, Z., Momohara, A., Pigg, K. B., Popova, S., Postigo-Mijarra, J. M., Tiffney, B. H., Utescher, T., & Zhou, Z. K. (2017). The fossil history of *Quercus*. *Oaks Physiological Ecology. Exploring the Functional Diversity of Genus Quercus L.*, 39–105.
- Batjes, N. H. (2014). Total carbon and nitrogen in the soils of the world. *European Journal of Soil Science*, 47(2), 151–163. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2389.1996.tb01386.x>
- Bejarano, I., Godoy-Cancho, B., Franco, L., Martínez-Cañas, M. A., & Tormo, M. A. (2015). *Quercus Suber L. Cork Extracts Induce Apoptosis in Human Myeloid Leukaemia HL 60 Cells. Phytotherapy Research*, 29(8), 1180–1187.
- Beniušytė, E., Čėsniienė, I., Sirgedaitė-Šėžienė, V., & Vaitiek nait, D. ja. (2023). Genotype-dependent jasmonic acid effect on *Pinus sylvestris* L. growth and induced systemic resistance indicators. *Plants*, 12(2), 255.
- Bennett, L. T., Mele, P. M., Annett, S., & Kasel, S. (2010). Examining links between soil management, soil health, and public benefits in agricultural landscapes: an Australian perspective. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 139(1–2), 1–12.
- Bennick, A. (2002). Interaction of plant polyphenols with salivary proteins. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine*, 13(2), 184–196.
- Benoit, R. E., & Starkey, R. L. (1968). Enzyme inactivation as a factor in the inhibition of decomposition of organic matter by tannins. *Soil Science*, 105(4), 203–208.
- Berendsen, R. L., Vismans, G., Yu, K., Song, Y., de Jonge, R., Burgman, W. P., Burmølle, M., Herschend, J., Bakker, P. A. H. M., & Pieterse, C. M. J. (2018). Disease-induced assemblage of a plant-beneficial bacterial consortium. *The ISME Journal*, 12(6), 1496–1507.
- Berg, B., McClaugherty, C., Berg, B., & McClaugherty, C. (2003). Climatic environment. *Plant Litter: Decomposition, Humus Formation, Carbon Sequestration*, 137–162.
- Bernjak, B., & Kristl, J. (2020). A review of tannins in berries. *Agricultura Scientia*, 17(1–2), 27–36.
- Bhantana, P., Rana, M. S., Sun, X., Moussa, M. G., Saleem, M. H., Syaifudin, M., Shah, A., Poudel, A., Pun, A. B., & Bhat, M. A. (2021). Arbuscular mycorrhizal fungi and its major role in plant growth, zinc nutrition, phosphorous regulation and phytoremediation. *Symbiosis*, 84(1), 19–37.
- Bharathidhasan, A. (2018). Condensed tannin and hydrolysable tannin contents of commonly available forages for ruminants. *Range Management and Agroforestry*, 39(1), 134–137.
- Bhattacharjee, S. (2019). *Reactive oxygen species in plant biology*. Springer.
- Biswas, T., & Kole, S. C. (2018). Soil organic matter and microbial role in plant productivity and soil fertility. In *Advances in Soil Microbiology: Recent Trends and Future Prospects: Volume 2: Soil-Microbe-Plant Interaction* (pp. 219–238). Springer.
- Blum, K., Noble, E. P., Sheridan, P. J., Finley, O., Montgomery, A., Ritchie, T., Ozkaragoz, T., Fitch, R. J., Sadlack, F., & Sheffield, D. (1991). Association of the A1 allele of the D2 dopamine receptor gene with severe alcoholism. *Alcohol*, 8(5), 409–416.
- Bonneau, M. (1988). Le diagnostic foliaire. *Revue Forestière Française*, 40(Spécial), 19–28.
- Bouchra, N., Mohamed, O., Abdelaziz, S., Mona, F., & Younes, A. (2018). *Physiological responses of Quercus suber to the effect of water deficit in presence of ectomycorrhizal fungi*.
- Bouhraoua, R. T., Piazzetta, R., & Berriah, A. (2014). Les reboisements en chêne-liège en Algérie, entre contraintes écologiques et exigences techniques. *Forêt Méditerranéenne*, 35(2), 171–176.
- Boukherroub, S., & Boukbaker, Z. (2017). *Ecologie de l'avifaune nicheuse de la suberaie de Mizrana (Tizi-Ouzou, Algérie)*.
- Boulebd, H., Carmena-Bargueño, M., & Pérez-Sánchez, H. (2023). Exploring the antioxidant properties of caffeoylquinic and feruloylquinic acids: A computational study on hydroperoxyl radical scavenging and xanthine oxidase inhibition. *Antioxidants*, 12(9), 1669

- Bouras, M., Chadni, M., Barba, F. J., Grimi, N., Bals, O., & Vorobiev, E. (2015). Optimization of microwave-assisted extraction of polyphenols from *Quercus* bark. *Industrial Crops and Products*, 77, 590–601.
- Bourgou, S., Beji, R. S., Medini, F., & Ksouri, R. (2016). Effet du solvant et de la méthode d'extraction sur la teneur en composés phénoliques et les potentialités antioxydantes d'*Euphorbia helioscopia*. *Journal of New Sciences*, 28.
- Bouزيد, A., Bouزيد, K., & Benabdeli, K. (2022). Contribution the Failure Mode Analysis and Criticality Evaluation Method to the Rehabilitation of Cork Oak (*Quercus suber*) Forests in Forest Massif of Tlemcen (Algeria). *Jurnal Manajemen Hutan Tropika*, 28(2), 191.
- Box, J. D. (1983). Investigation of the Folin-Ciocalteu phenol reagent for the determination of polyphenolic substances in natural waters. *Water Research*, 17(5), 511–525.
- Brasier, C. M. (1996). *Phytophthora cinnamomi* and oak decline in southern Europe. Environmental constraints including climate change. *Annales Des Sciences Forestières*, 53(2–3), 347–358.
- Briat, J.-F., & Job, D. (2017). *Les sols et la vie souterraine: Des enjeux majeurs en agroécologie*. Quae.
- Brimecombe, M. J., De Leij, F., & Lynch, J. M. (2007). Rhizodeposition and microbial populations. *The Rhizosphere: Biochemistry and Organic Substances at the Soil-Plant Interface*, 73–109.
- Bronick, C. J., & Lal, R. (2005). Soil structure and management: a review. *Geoderma*, 124(1–2), 3–22.
- Brüggemann, W., Bergmann, M., Nierbauer, K.-U., Pflug, E., Schmidt, C., & Weber, D. (2009). Photosynthesis studies on European evergreen and deciduous oaks grown under Central European climate conditions: II. Photoinhibitory and light-independent violaxanthin deepoxidation and downregulation of photosystem II in evergreen, winter-acclimated Euro. *Trees*, 23, 1091–1100.
- Bruneton, J. (2016). *Pharmacognosie: Phytochimie-plantes médicinales*. Tec & Doc.
- Bueno, M., Oya, A., Carrasco, R., & Azorit, C. (2023). Secondary metabolites and nutrients in wild olive in response to mediterranean seasonality and browsing intensity. *Ann. For. Res*, 66(1), 749–772.
- Bugalho, M. N., Caldeira, M. C., Pereira, J. S., Aronson, J., & Pausas, J. G. (2011). Mediterranean cork oak savannas require human use to sustain biodiversity and ecosystem services. *Frontiers in Ecology and the Environment*, 9(5), 278–286.
- Burlacu, E., Nisca, A., & Tanase, C. (2020). A comprehensive review of phytochemistry and biological activities of *Quercus* species. *Forests*, 11(9), 904.
- Calatayud, P.-A., Garrec, J.-P., & Michel, N. (2013). Adaptation des plantes aux stress environnementaux. *Interactions Insectes-Plantes*, 229–245.
- Camara, M., Jamil, N. R., & Abdullah, A. F. Bin. (2019). Impact of land uses on water quality in Malaysia: a review. *Ecological Processes*, 8(1), 1–10.
- Canarini, A., Kaiser, C., Merchant, A., Richter, A., & Wanek, W. (2019). Root exudation of primary metabolites: mechanisms and their roles in plant responses to environmental stimuli. *Frontiers in Plant Science*, 10, 157.
- Cantos, E., Espín, J. C., López-Bote, C., de la Hoz, L., Ordóñez, J. A., & Tomás-Barberán, F. A. (2003). Phenolic compounds and fatty acids from acorns (*Quercus* spp.), the main dietary constituent of free-ranged Iberian pigs. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51(21), 6248–6255.
- Caretto, S., Linsalata, V., Colella, G., Mita, G., & Lattanzio, V. (2015). Carbon fluxes between primary metabolism and phenolic pathway in plant tissues under stress. *International Journal of Molecular Sciences*, 16(11), 26378–26394.
- Carminati, A., Zarebanadkouki, M., Kroener, E., Ahmed, M. A., & Holz, M. (2016). Biophysical rhizosphere processes affecting root water uptake. *Annals of Botany*, 118(4), 561–571.
- Carriço, C., Pinto, P., Graça, A., Gonçalves, L. M., Ribeiro, H. M., & Marto, J. (2019). Design and characterization of a new quercus suber-based pickering emulsion for topical application. *Pharmaceutics*, 11(3), 131.
- Carvalhais, L. C., Dennis, P. G., Fedoseyenko, D., Hajirezaei, M. R., Borriss, R., & Von Wirén, N. (2011). Root exudation of sugars, amino acids, and organic acids by maize as affected by nitrogen, phosphorus, potassium, and iron deficiency. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 174(1), 3–11.
- Castells, E., & Peñuelas, J. (2003). Is there a feedback between N availability in siliceous and calcareous soils and *Cistus albidus* leaf chemical composition? *Oecologia*, 136, 183–192.
- Catry, F. X., Moreira, F., Cardillo, E., & Pausas, J. G. (2012). Post-fire management of cork oak forests.

- Post-Fire Management and Restoration of Southern European Forests*, 195–222.
- Catry, F. X., Moreira, F., Duarte, I., & Acácio, V. (2009). Factors affecting post-fire crown regeneration in cork oak (*Quercus suber* L.) trees. *European Journal of Forest Research*, 128, 231–240.
- Cen, Z., Hu, B., Yang, S., Ma, G., Zheng, Y., & Dong, Y. (2024). Mechanism of benzoxazinoids affecting the growth and development of *Fusarium oxysporum* f. sp. *fabae*. *Plant Molecular Biology*, 114(3), 42.
- Cesco, S., Mimmo, T., Tonon, G., Tomasi, N., Pinton, R., Terzano, R., Neumann, G., Weisskopf, L., Renella, G., & Landi, L. (2012). Plant-borne flavonoids released into the rhizosphere: impact on soil bio-activities related to plant nutrition. A review. *Biology and Fertility of Soils*, 48, 123–149.
- Chalot, M., Javelle, A., Blaudez, D., Lambilliotte, R., Cooke, R., Sentenac, H., Wipf, D., & Botton, B. (2002). An update on nutrient transport processes in ectomycorrhizas. *Diversity and Integration in Mycorrhizas: Proceedings of the 3rd International Conference on Mycorrhizas (ICOM3) Adelaide, Australia, 8-13 July 2001*, 165–175.
- Chaparro, J. M., Badri, D. V., Bakker, M. G., Sugiyama, A., Manter, D. K., & Vivanco, J. M. (2013). Root exudation of phytochemicals in *Arabidopsis* follows specific patterns that are developmentally programmed and correlate with soil microbial functions. *PLoS One*, 8(2), e55731.
- Chaves, I., Passarinho, J. A. P., Capitão, C., Chaves, M. M., Fevereiro, P., & Ricardo, C. P. P. (2011). Temperature stress effects in *Quercus suber* leaf metabolism. *Journal of Plant Physiology*, 168(15), 1729–1734.
- Chaves, M. M., Flexas, J., & Pinheiro, C. (2009). Photosynthesis under drought and salt stress: regulation mechanisms from whole plant to cell. *Annals of Botany*, 103(4), 551–560.
- Che, J., Bai, Y., Li, X., Ye, J., Liao, H., Cui, P., Yu, Z., & Zhou, S. (2021). Linking microbial community structure with molecular composition of dissolved organic matter during an industrial-scale composting. *Journal of Hazardous Materials*, 405. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.124281>
- Chen, D., Xiao, Y., Zheng, X., Sun, H., Zhang, C., Zhu, J., & Xue, T. (2025). Seasonal dynamics and molecular regulation of flavonoid biosynthesis in *Cyclocarya paliurus* (Batal.) Iljinsk. *Frontiers in Plant Science*, 16, 1525226.
- Chen, Z. C., & Liao, H. (2016). Organic acid anions: An effective defensive weapon for plants against aluminum toxicity and phosphorus deficiency in acidic soils. *Journal of Genetics and Genomics*, 43(11), 631–638.
- Cherubini, P., Battipaglia, G., & Innes, J. L. (2021). Tree vitality and forest health: can tree-ring stable isotopes be used as indicators? *Current Forestry Reports*, 7, 69–80.
- Chira, K., Suh, J.-H., Saucier, C., & Teissèdre, P.-L. (2008). Les polyphénols du raisin. *Phytothérapie*, 6(2), 75–82.
- Chmielewska, K., Rodziewicz, P., Swarczewicz, B., Sawikowska, A., Krajewski, P., Marczak, ukasz, Ciesio ka, D., Kuczy ska, A., Miko ajczak, K., & Ogrodowicz, P. (2016). Analysis of drought-induced proteomic and metabolomic changes in barley (*Hordeum vulgare* L.) leaves and roots unravels some aspects of biochemical mechanisms involved in drought tolerance. *Frontiers in Plant Science*, 7, 1108.
- Choat, B., Jansen, S., Brodribb, T. J., Cochard, H., Delzon, S., Bhaskar, R., Bucci, S. J., Feild, T. S., Gleason, S. M., & Hacke, U. G. (2012). Global convergence in the vulnerability of forests to drought. *Nature*, 491(7426), 752–755.
- Chomel, M., Guittonny Larchevêque, M., Fernandez, C., Gallet, C., DesRochers, A., Paré, D., Jackson, B. G., & Baldy, V. (2016). Plant secondary metabolites: a key driver of litter decomposition and soil nutrient cycling. *Journal of Ecology*, 104(6), 1527–1541.
- Christodoulakis, N. S., & Psaras, G. K. (1988). A Contribution to the Root Study of the Evergreen Sclerophylls Anatomy of the Primary Root of *Quercus coccifera* L. *Flora*, 180(5–6), 445–453. [https://doi.org/10.1016/s0367-2530\(17\)30338-9](https://doi.org/10.1016/s0367-2530(17)30338-9)
- Conde, E., Cadahía, E., García-Vallejo, M. C., & Fernández de Simón, B. (1998). Polyphenolic composition of *Quercus suber* cork from different Spanish provenances. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(8), 3166–3171.
- Conesa, M. R., De La Rosa, J. M., Domingo, R., Banon, S., & Pérez-Pastor, A. (2016). Changes induced by water stress on water relations, stomatal behaviour and morphology of table grapes (cv. Crimson Seedless) grown in pots. *Scientia Horticulturae*, 202, 9–16.
- Contreras-Cornejo, H. A., Macías-Rodríguez, L., Del-Val, E., & Larsen, J. (2018). The root endophytic

- fungus *Trichoderma atroviride* induces foliar herbivory resistance in maize plants. *Applied Soil Ecology*, 124, 45–53.
- Correia, R. A., Bugalho, M. N., Franco, A. M. A., & Palmeirim, J. M. (2018). Contribution of spatially explicit models to climate change adaptation and mitigation plans for a priority forest habitat. *Mitigation and Adaptation Strategies for Global Change*, 23, 371–386.
- Costa, A., Cherubini, P., Graça, J., Spiecker, H., Barbosa, I., & Maguas, C. (2022). Beyond width and density: stable carbon and oxygen isotopes in cork-rings provide insights of physiological responses to water stress in *Quercus suber* L. *PeerJ*, 10, e14270.
- Costa, D., Tavares, R. M., Baptista, P., & Lino-Neto, T. (2018). *Diversity of fungal endophytic community in Quercus suber L. under different climate scenarios*.
- Costanza, R., d'Arge, R., De Groot, R., Farber, S., Grasso, M., Hannon, B., Limburg, K., Naeem, S., O'Neill, R. V., & Paruelo, J. (1997). The value of the world's ecosystem services and natural capital. *Nature*, 387(6630), 253–260.
- Custódio, L., Patarra, J., Alberício, F., da Rosa Neng, N., Nogueira, J. M. F., & Romano, A. (2015). Phenolic composition, antioxidant potential and in vitro inhibitory activity of leaves and acorns of *Quercus suber* on key enzymes relevant for hyperglycemia and Alzheimer's disease. *Industrial Crops and Products*, 64, 45–51.
- Custódio, L., Patarra, J., Alberício, F., da Rosa Neng, N., Nogueira, J. M. F., & Romano, A. (2015). Phenolic composition, antioxidant potential and in vitro inhibitory activity of leaves and acorns of *Quercus suber* on key enzymes relevant for hyperglycemia and Alzheimer's disease. *Industrial Crops and Products*, 64, 45–51.
- D'Amelia, V., Aversano, R., Chiaiese, P., & Carputo, D. (2018). The antioxidant properties of plant flavonoids: their exploitation by molecular plant breeding. *Phytochemistry Reviews*, 17, 611–625.
- Dallali, S., Rouz, S., Aichi, H., & Hassine, H. Ben. (2017). Phenolic content and allelopathic potential of leaves and rhizosphere soil aqueous extracts of white horehound (*Maribum vulgare* L.). *Journal of New Sciences*, 39.
- Das, A. K., Islam, M. N., Faruk, M. O., Ashaduzzaman, M., & Dungani, R. (2020). Review on tannins: Extraction processes, applications and possibilities. *South African Journal of Botany*, 135, 58–70.
- David, T. S., Pinto, C. A., Nadezhdina, N., Kurz-Besson, C., Henriques, M. O., Quilhó, T., Cermak, J., Chaves, M. M., Pereira, J., & David, J. S. (2013). Root functioning, tree water use and hydraulic redistribution in *Quercus suber* trees: A modeling approach based on root sap flow. *Forest Ecology and Management*, 307, 136–146.
- de La Fuente Cantó, C., Simonin, M., King, E., Moulin, L., Bennett, M. J., Castrillo, G., & Laplace, L. (2020). An extended root phenotype: the rhizosphere, its formation and impacts on plant fitness. *The Plant Journal*, 103(3), 951–964.
- de Sousa Araújo, T. A., da Silva Solon, L. G., da Silva, G. A., das Graças Almeida, M., da Costa, J. G. M., de Amorim, E. L. C., & Albuquerque, U. P. (2015). Does rainfall affect the antioxidant capacity and production of phenolic compounds of an important medicinal species? *Industrial Crops and Products*, 76, 550–556.
- Dehane, B., Bouhraoua, R. T., Adrados, J. G., & Belhoucine, L. (2011). Caractérisation de la qualité du liège selon l'état sanitaire des arbres par la méthode d'analyse d'image-Cas des forêts de M'Sila et de Zariaffet (Nord-Ouest Algérien)-. *Forêt méditerranéenne*, 32(1), 39-50.
- Dehane, B., Bouhraoua, R. T., & Gonzalez, J. R. (2012). Classification de la qualité du liège selon l'état sanitaire des arbres par la méthode de l'analyse d'images: cas des suberaies de M'Sila et de Zariaffet (Nord-Ouest d'Algérie). *IOBC-WPRS Bulletin*, 76, 27–34.
- Dehane, B., & Ghedar, M. (2017). Etude de la variabilité de croissance du liège dans le Nord Algérien. *Geo-Eco-Trop*, 41(1), 39–54.
- Dehghanian, Z., Habibi, K., Dehghanian, M., Aliyar, S., Lajayer, B. A., Astatkie, T., Minkina, T., & Keswani, C. (2022). Reinforcing the bulwark: unravelling the efficient applications of plant phenolics and tannins against environmental stresses. *Heliyon*, 8(3).
- Dewanto, V., Wu, X., Adom, K. K., & Liu, R. H. (2002). Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(10), 3010–3014.
- Di Marsico, A., Scrano, L., Labella, R., Lanzotti, V., Rossi, R., Cox, L., Perniola, M., & Amato, M. (2018). Mucilage from fruits/seeds of chia (*Salvia hispanica* L.) improves soil aggregate stability.

- Plant and Soil*, 425, 57–69.
- Diagne, N., Ndour, M., Djighaly, P. I., Ngom, D., Ngom, M. C. N., Ndong, G., Svistoonoff, S., & Cherif-Silini, H. (2020). Effect of Plant Growth Promoting Rhizobacteria (PGPR) and Arbuscular Mycorrhizal Fungi (AMF) on Salt Stress Tolerance of *Casuarina obesa* (Miq.). *Frontiers in Sustainable Food Systems*, 4(December), 1–8. <https://doi.org/10.3389/fsufs.2020.601004>
- Dias, M. C., Pinto, D. C. G. A., Freitas, H., Santos, C., & Silva, A. M. S. (2020). The antioxidant system in *Olea europaea* to enhanced UV-B radiation also depends on flavonoids and secoiridoids. *Phytochemistry*, 170, 112199.
- Dias, M. C., Pinto, D. C. G. A., & Silva, A. M. S. (2021). Plant flavonoids: Chemical characteristics and biological activity. *Molecules*, 26(17), 5377.
- Díaz-Fernández, P. M., Climent, J., & Gil, L. (2004). Biennial acorn maturation and its relationship with flowering phenology in Iberian populations of *Quercus suber*. *Trees*, 18(6), 615–621.
- Dobbelaere, S., Croonenborghs, A., Thys, A., Ptacek, D., Vanderleyden, J., Dutto, P., Labandera-Gonzalez, C., Caballero-Mellado, J., Aguirre, J. F., & Kapulnik, Y. (2001). Responses of agronomically important crops to inoculation with *Azospirillum*. *Functional Plant Biology*, 28(9), 871–879.
- Dong, R., Yu, Q., Liao, W., Liu, S., He, Z., Hu, X., Chen, Y., Xie, J., Nie, S., & Xie, M. (2021). Composition of bound polyphenols from carrot dietary fiber and its in vivo and in vitro antioxidant activity. *Food Chemistry*, 339, 127879.
- Dong, W., & Song, Y. (2020). The significance of flavonoids in the process of biological nitrogen fixation. *International Journal of Molecular Sciences*, 21(16), 5926.
- Duarte, A. P., & Bordado, J. C. (2015). Cork-a renewable raw material: forecast of industrial potential and development priorities. *Frontiers in Materials*, 2, 2.
- Dupuy, L. X., & Silk, W. K. (2016). Mechanisms of early microbial establishment on growing root surfaces. *Vadose Zone Journal*, 15(2), vzj2015-06.
- Ehrenfeld, J. G., Ravit, B., & Elgersma, K. (2005). Feedback in the plant-soil system. *Annu. Rev. Environ. Resour.*, 30(1), 75–115.
- Eisenhauer, N., Lanoue, A., Strecker, T., Scheu, S., Steinauer, K., Thakur, M. P., & Mommer, L. (2017). Root biomass and exudates link plant diversity with soil bacterial and fungal biomass. *Scientific Reports*, 7(1), 1–8.
- El Alami, S. L., Rkhaila, A., Aouji, M., & El Aboudi, A. (2024). Sustainable Cork Oak Restoration-Mycorrhizal Strategies and Companion Plant Dynamics. *Ecological Engineering & Environmental Technology*, 25.
- El Antry, S., & Piazzetta, R. (2014). Les techniques de régénération du chêne-liège au Maroc. *Forêt Méditerranéenne*, 35(2), 161–170.
- Elshafie, H. S., Camele, I., & Mohamed, A. A. (2023). A comprehensive review on the biological, agricultural and pharmaceutical properties of secondary metabolites based-plant origin. *International Journal of Molecular Sciences*, 24(4), 3266.
- Endo, I., Kobatake, M., Tanikawa, N., Nakaji, T., Ohashi, M., & Makita, N. (2021). Anatomical patterns of condensed tannin in fine roots of tree species from a cool-temperate forest. *Annals of Botany*, 128(1), 59–71.
- Etesami, H. (2020). Plant-microbe interactions in plants and stress tolerance. In *Plant life under changing environment* (pp. 355–396). Elsevier.
- Fakhri, S., Moradi, S. Z., Farzaei, M. H., & Bishayee, A. (2022). Modulation of dysregulated cancer metabolism by plant secondary metabolites: A mechanistic review. *Seminars in Cancer Biology*, 80, 276–305.
- Farguella, J., Úbeda, X., & Pacheco, E. (2022). Shrub removal effects on runoff and sediment transport in a mediterranean experimental catchment (Vernegà River, NE Spain). *Catena*, 210, 105882.
- Fedenko, V. S., Landi, M., & Shemet, S. A. (2022). Metallophenolomics: a novel integrated approach to study complexation of plant phenolics with metal/metalloid ions. *International Journal of Molecular Sciences*, 23(19), 11370.
- Feduraev, P., Chupakhina, G., Maslennikov, P., Tacenko, N., & Skrypnik, L. (2019). Variation in phenolic compounds content and antioxidant activity of different plant organs from *Rumex crispus* L. and *Rumex obtusifolius* L. at different growth stages. *Antioxidants*, 8(7). <https://doi.org/10.3390/antiox8070237>

- Feeny, P. (1970). Seasonal changes in oak leaf tannins and nutrients as a cause of spring feeding by winter moth caterpillars. *Ecology*, 51(4), 565–581.
- Fejes, S., & Bla, A. (2000). *I-s2.0-S0378874199001713-main*. 69, 259–265.
- Feng, H., Zhang, N., Du, W., Zhang, H., Liu, Y., Fu, R., Shao, J., Zhang, G., Shen, Q., & Zhang, R. (2018). Identification of chemotaxis compounds in root exudates and their sensing chemoreceptors in plant-growth-promoting rhizobacteria *Bacillus amyloliquefaciens* SQR9. *Molecular Plant-Microbe Interactions*, 31(10), 995–1005.
- Fernandes, A., Fernandes, I., Cruz, L., Mateus, N., Cabral, M., & de Freitas, V. (2009). Antioxidant and biological properties of bioactive phenolic compounds from *Quercus suber* L. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 57(23), 11154–11160.
- Fernandes, A., Sousa, A., Mateus, N., Cabral, M., & de Freitas, V. (2011). Analysis of phenolic compounds in cork from *Quercus suber* L. by HPLC-DAD/ESI-MS. *Food Chemistry*, 125(4), 1398–1405.
- Ferreira, J., Santos, S., & Pereira, H. (2020). *Research Article In Vitro Screening for Acetylcholinesterase Inhibition and Antioxidant Activity of Quercus suber Cork and Corkback Extracts*.
- Forde, B. G. (2014). Nitrogen signalling pathways shaping root system architecture: an update. *Current Opinion in Plant Biology*, 21, 30–36.
- Frey, S. D. (2019). Mycorrhizal fungi as mediators of soil organic matter dynamics. *Annual Review of Ecology, Evolution, and Systematics*, 50(1), 237–259.
- Frost, C. J., & Hunter, M. D. (2008). Insect herbivores and their frass affect *Quercus rubra* leaf quality and initial stages of subsequent litter decomposition. *Oikos*, 117(1), 13–22.
- Frouja, O., Hammami, M., Dakhlaoui, S., Wannes, W. A., Hessini, K., Msaada, K., & Ahmed, H. Ben. (2022). Intra and interspecific variability of *Quercus suber* and *Quercus canariensis*, an intrinsic water-use efficiency approach for differentiation. *Environmental Research Communications*, 4(10), 105002.
- Fusconi, A. (2014). Regulation of root morphogenesis in arbuscular mycorrhizae: what role do fungal exudates, phosphate, sugars and hormones play in lateral root formation? *Annals of Botany*, 113(1), 19–33.
- Gamboa-Gómez, C. I., Simental-Mendía, L. E., González-Laredo, R. F., Alcantar-Orozco, E. J., Monserrat-Juarez, V. H., Ramírez-España, J. C., Gallegos-Infante, J. A., Moreno-Jiménez, M. R., & Rocha-Guzmán, N. E. (2017). In vitro and in vivo assessment of anti-hyperglycemic and antioxidant effects of Oak leaves (*Quercus convallata* and *Quercus arizonica*) infusions and fermented beverages. *Food Research International*, 102, 690–699.
- García-Mozo, H., Hidalgo, P. J., Galán, C., Gómez-Casero, M. T., & Domínguez, E. (2001). Catkin frost damage in Mediterranean cork-oak (*Quercus suber* L.). *Israel Journal of Plant Sciences*, 49(1), 41–47.
- Gargallo-Garriga, A., Preece, C., Sardans, J., Oravec, M., Urban, O., & Peñuelas, J. (2018). Root exudate metabolomes change under drought and show limited capacity for recovery. *Scientific Reports*, 8(1), 12696.
- Gauquelin, T., Michon, G., Joffre, R., Duponnois, R., Genin, D., Fady, B., Bou Dagher-Kharrat, M., Derridj, A., Slimani, S., & Badri, W. (2018). Mediterranean forests, land use and climate change: a social-ecological perspective. *Regional Environmental Change*, 18, 623–636.
- Gengmao, Z., Yu, H., Xing, S., Shihui, L., Quanmei, S., & Changhai, W. (2015). Salinity stress increases secondary metabolites and enzyme activity in safflower. *Industrial Crops and Products*, 64, 175–181.
- Gentilesca, T., Camarero, J. J., Colangelo, M., Ripullone, F., Nole, A., & Nola, A. (2017). Drought-induced oak decline in the western Mediterranean region: an overview on current evidences, mechanisms and management options to improve forest resilience. *IForest*, 10(5), 796–806.
- Ghefar, M., & Dehane, B. (2018). Etude des paramètres réglant la production du liège dans la subéraie de M'Sila (Oran, Algérie). *Agriculture and Forestry Journal*, 2(1), 48–58.
- Gil-Pelegrín, E., Saz, M. Á., Cuadrat, J. M., Peguero-Pina, J. J., & Sancho-Knapik, D. (2017). Oaks under Mediterranean-type climates: functional response to summer aridity. *Oaks Physiological Ecology. Exploring the Functional Diversity of Genus Quercus L.*, 137–193.
- Glynn, C., Herms, D. A., Orians, C. M., Hansen, R. C., & Larsson, S. (2007). Testing the growth-

- differentiation balance hypothesis: dynamic responses of willows to nutrient availability. *New Phytologist*, 176(3), 623–634.
- Gogorcena, Y., Molias, N., Larbi, A., Abadía, J., & Abadía, A. (2001). Characterization of the responses of cork oak (*Quercus suber*) to iron deficiency. *Tree Physiology*, 21(18), 1335–1340.
- Goh, H. H., Khairudin, K., Sukiran, N. A., Normah, M. N., & Baharum, S. N. (2016). Metabolite profiling reveals temperature effects on the VOC s and flavonoids of different plant populations. *Plant Biology*, 18, 130–139.
- Goncalves, F., Correia, P., Silva, S. P., & Almeida-Aguiar, C. (2016). Evaluation of antimicrobial properties of cork. *FEMS Microbiology Letters*, 363(3), fnv231.
- Gregory, P. J. (2006). Roots, rhizosphere and soil: the route to a better understanding of soil science? *European Journal of Soil Science*, 57(1), 2–12.
- Grulke, N. E., & Heath, R. L. (2020). Ozone effects on plants in natural ecosystems. *Plant Biology*, 22, 12–37.
- Gunina, A., & Kuzyakov, Y. (2015). Sugars in soil and sweets for microorganisms: review of origin, content, composition and fate. *Soil Biology and Biochemistry*, 90, 87–100.
- Hadidi, L., Babou, L., Zaidi, F., Valentão, P., Andrade, P. B., & Grosso, C. (2017). *Quercus ilex* L.: How season, Plant Organ and Extraction Procedure Can Influence Chemistry and Bioactivities. *Chemistry and Biodiversity*, 14(1). <https://doi.org/10.1002/cbdv.201600187>
- Hagerman, A. E., & Butler, L. G. (1980). Determination of protein in tannin-protein precipitates. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 28(5), 944–947.
- Han, W., Wang, G., Liu, J., & Ni, J. (2021). Effects of vegetation type, season, and soil properties on soil microbial community in subtropical forests. *Applied Soil Ecology*, 158, 103813.
- Hartmann, T. (2007). From waste products to ecochemicals: fifty years research of plant secondary metabolism. *Phytochemistry*, 68(22–24), 2831–2846.
- Hasanuzzaman, M., Bhuyan, M. H. M. B., Zulfikar, F., Raza, A., Mohsin, S. M., Mahmud, J. Al, Fujita, M., & Fotopoulos, V. (2020). Reactive oxygen species and antioxidant defense in plants under abiotic stress: Revisiting the crucial role of a universal defense regulator. *Antioxidants*, 9(8), 681.
- Hassan, A. (2012). Effects of mineral nutrients on physiological and biochemical processes related to secondary metabolites production in medicinal herbs. *Med Arom Plant Sci Biotechnol*, 6(1), 105–110.
- Hassand, M. H., Omirbekova, A., Sarwari, A., Monib, A. W., & Niazi, P. (2024). Microbial-plant interactions and their role in mitigating of oil pollution: A review. *European Journal of Theoretical and Applied Sciences*, 2(2), 11–22.
- Hauer-Jákli, M., & Tränkner, M. (2019). Critical leaf magnesium thresholds and the impact of magnesium on plant growth and photo-oxidative defense: a systematic review and meta-analysis from 70 years of research. *Frontiers in Plant Science*, 10, 766.
- He, J., Yao, L., Pecoraro, L., Liu, C., Wang, J., Huang, L., & Gao, W. (2023). Cold stress regulates accumulation of flavonoids and terpenoids in plants by phytohormone, transcription process, functional enzyme, and epigenetics. *Critical Reviews in Biotechnology*, 43(5), 680–697.
- Henkrar, F., Meyad, C., Oikrim, M., Bouhaddou, N., & Khabar, L. (2023). Updating ecology and distribution of wild truffles in Morocco. *Forests*, 14(5), 952.
- Hinsinger, P. (1998). How do plant roots acquire mineral nutrients? Chemical processes involved in the rhizosphere. *Advances in Agronomy*, 64, 225–266.
- Hinsinger, P., Bengough, A. G., Vetterlein, D., & Young, I. M. (2009). *Rhizosphere: biophysics, biogeochemistry and ecological relevance*. Springer.
- Hiremath, S. S., Prasanna, N. L., Nigam, R., Kumar, S., & Elangovan, M. (2024). *A Review on Role of Root Exudates in Shaping Plant-Microbe-Pathogen Interactions*.
- Hossain, M. S., & Dietz, K.-J. (2016). Tuning of redox regulatory mechanisms, reactive oxygen species and redox homeostasis under salinity stress. *Frontiers in Plant Science*, 7, 548.
- Hounsorne, N., Hounsorne, B., Tomos, D., & Edwards Jones, G. (2008). Plant metabolites and nutritional quality of vegetables. *Journal of Food Science*, 73(4), R48–R65.
- Huang, X.-F., Chaparro, J. M., Reardon, K. F., Zhang, R., Shen, Q., & Vivanco, J. M. (2014). Rhizosphere interactions: root exudates, microbes, and microbial communities. *Botany*, 92(4), 267–275.
- Ibrahim, M. M., Sahli, A. A. A. L., Alaraidh, I. A., Al-Homaidan, A. A., Mostafa, E. M., & El-Gaaly,



- G. A. (2015). Assessment of antioxidant activities in roots of Miswak (*Salvadora persica*) plants grown at two different locations in Saudi Arabia. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 22(2), 168–175.
- ITPS, F. A. O. and. (2015). Status of the world's soil resources (SWSR)-Main report. *Food and Agriculture Organization of the United Nations and Intergovernmental Technical Panel on Soils*, 650.
- J, SilvaS, A., H, S., R, P., & J, N. (2023). *Quercus suber* L. Genetic Resources: Variability and Strategies for Its Conservation. *Forests*, 14(9), 1925.
- Jan, R., Asaf, S., Numan, M., Lubna, & Kim, K.-M. (2021). Plant secondary metabolite biosynthesis and transcriptional regulation in response to biotic and abiotic stress conditions. *Agronomy*, 11(5), 968.
- Jobbágy, E. G., & Jackson, R. B. (2004). The uplift of soil nutrients by plants: biogeochemical consequences across scales. *Ecology*, 85(9), 2380–2389.
- Johnson, S. N., & Rasmann, S. (2015). Root-feeding insects and their interactions with organisms in the rhizosphere. *Annual Review of Entomology*, 60(1), 517–535.
- Jones, D. L., & Darrah, P. R. (1994). Role of root derived organic acids in the mobilization of nutrients from the rhizosphere. *Plant and Soil*, 166, 247–257.
- Jones, D. L., Dennis, P. G., Owen, A. G., & Van Hees, P. A. W. (2003). Organic acid behavior in soils-misconceptions and knowledge gaps. *Plant and Soil*, 248, 31–41.
- Jones, D. L., Nguyen, C., & Finlay, R. D. (2009). *Carbon flow in the rhizosphere: carbon trading at the soil-root interface*. Springer.
- Jones, P., Garcia, B. J., Furches, A., Tuskan, G. A., & Jacobson, D. (2019). Plant host-associated mechanisms for microbial selection. *Frontiers in Plant Science*, 10(July), 1–14. <https://doi.org/10.3389/fpls.2019.00862>
- Kaci, M. B. N., Ahmed, S. O., Saad, L., Halimi, R., & ... (2018). Effect of fire recurrence on abundance and distribution of soil fauna under *Quercus suber* L. in Taksebt forest Zekri (Algeria). *Scholar.Archive.Org*, CI(Query date: 2025-05-10 20:32:23), 3290–3298. [https://scholar.archive.org/work/eicpdmv7bzd5habwmtcmdvdxse/access/wayback/http://www.jn-sciences.org/index.php?option=com\\_attachments&task=download&id=448](https://scholar.archive.org/work/eicpdmv7bzd5habwmtcmdvdxse/access/wayback/http://www.jn-sciences.org/index.php?option=com_attachments&task=download&id=448)
- Kalev, S. D., & Toor, G. S. (2018). The composition of soils and sediments. In *Green chemistry* (pp. 339–357). Elsevier.
- Kanerva, S., Kitunen, V., Loponen, J., & Smolander, A. (2008). Phenolic compounds and terpenes in soil organic horizon layers under silver birch, Norway spruce and Scots pine. *Biology and Fertility of Soils*, 44, 547–556.
- Kaplan, F., Kopka, J., Haskell, D. W., Zhao, W., Schiller, K. C., Gatzke, N., Sung, D. Y., & Guy, C. L. (2004). Exploring the temperature-stress metabolome of *Arabidopsis*. *Plant Physiology*, 136(4), 4159–4168.
- Khare, S., Singh, N. B., Singh, A., Hussain, I., Niharika, K. M., Yadav, V., Bano, C., Yadav, R. K., & Amist, N. (2020). Plant secondary metabolites synthesis and their regulations under biotic and abiotic constraints. *Journal of Plant Biology*, 63, 203–216.
- Kiba, T., & Krapp, A. (2016). Plant nitrogen acquisition under low availability: regulation of uptake and root architecture. *Plant and Cell Physiology*, 57(4), 707–714.
- Kidokoro, S., Shinozaki, K., & Yamaguchi-Shinozaki, K. (2022). Transcriptional regulatory network of plant cold-stress responses. *Trends in Plant Science*, 27(9), 922–935.
- Kim, H. N., Jin, H. Y., Kwak, M. J., Khaine, I., You, H. N., Lee, T. Y., Ahn, T. H., & Woo, S. Y. (2017). Why does *Quercus suber* species decline in Mediterranean areas? *Journal of Asia-Pacific Biodiversity*, 10(3), 337–341.
- Kim, J.-S., Kidokoro, S., Yamaguchi-Shinozaki, K., & Shinozaki, K. (2024). Regulatory networks in plant responses to drought and cold stress. *Plant Physiology*, 195(1), 170–189.
- Kodikara, K. A. S., Pathmasiri, R., Irfan, A., Loku Pullukuttige, J., Madarasinghe, S. K., Farid, D.-G., & Nico, K. (2020). Oxidative stress, leaf photosynthetic capacity and dry matter content in young mangrove plant *Rhizophora mucronata* Lam. under prolonged submergence and soil water stress. *Physiology and Molecular Biology of Plants*, 26, 1609–1622.
- Korenblum, E., Dong, Y., Szymanski, J., Panda, S., Jozwiak, A., Massalha, H., Meir, S., Rogachev, I., & Aharoni, A. (2020). Rhizosphere microbiome mediates systemic root metabolite exudation by

- root-to-root signaling. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 117(7), 3874–3883.
- Kraus, T. E. C., Zasoski, R. J., & Dahlgren, R. A. (2004). Fertility and pH effects on polyphenol and condensed tannin concentrations in foliage and roots. *Plant and Soil*, 262, 95–109.
- Kumar, S., Abedin, M. M., Singh, A. K., & Das, S. (2020). Role of phenolic compounds in plant-defensive mechanisms. *Plant Phenolics in Sustainable Agriculture: Volume 1*, 517–532.
- Kumar, S., Sachdeva, S., Bhat, K. V., & Vats, S. (2018). Plant responses to drought stress: physiological, biochemical and molecular basis. *Biotic and Abiotic Stress Tolerance in Plants*, 1–25.
- Laakili, A., Belkadi, B., Gaboun, F., Yatrib, C., Makhoulfi, M., ANTRY, S. E. L., Medraoui, L., Laamarti, A., & Filali-Maltouf, A. (2016). Analysis of dendrometric diversity among natural populations of cork oak (*Quercus suber* L.) from Morocco. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry*, 40(2), 127–135.
- Lagrange, S. P. (2020). *Influence of Forage Diversity and Condensed Tannins on Livestock Foraging Behavior, Production and Environmental Impacts*. Utah State University.
- Larson, R. (2018). *Reaction mechanisms in environmental organic chemistry*. Routledge.
- Lattanzio, V. (2021). Relationship of phenolic metabolism to growth in plant and cell cultures under stress. *Plant Cell and Tissue Differentiation and Secondary Metabolites: Fundamentals and Applications*, 837–868.
- Lavado, G., Ladero, L., & Cava, R. (2021). Cork oak (*Quercus suber* L.) leaf extracts potential use as natural antioxidants in cooked meat. *Industrial Crops and Products*, 160, 113086.
- Li, H.-B., Cheng, K.-W., Wong, C.-C., Fan, K.-W., Chen, F., & Jiang, Y. (2007). Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fractions of selected microalgae. *Food Chemistry*, 102(3), 771–776.
- Li, J., Liu, J., Lu, H., Jia, H., Yu, J., Hong, H., & Yan, C. (2016). Influence of the phenols on the biogeochemical behavior of cadmium in the mangrove sediment. *Chemosphere*, 144, 2206–2213.
- Li, Y., Kong, D., Fu, Y., Sussman, M. R., & Wu, H. (2020). The effect of developmental and environmental factors on secondary metabolites in medicinal plants. *Plant Physiology and Biochemistry*, 148, 80–89.
- Liberal, Â., Almeida, D., Fernandes, Â., Pereira, C., Ferreira, I. C. F. R., Vivar-Quintana, A. M., & Barros, L. (2023). Nutritional, chemical and antioxidant evaluation of Armuna lentil (*Lens culinaris* spp): Influence of season and soil. *Food Chemistry*, 411, 135491.
- Liu, J., & Vance, C. P. (2010). Crucial roles of sucrose and microRNA399 in systemic signaling of P deficiency: a tale of two team players? *Plant Signaling & Behavior*, 5(12), 1556–1560.
- Liu, W., Cui, X., Zhong, Y., Ma, R., Liu, B., & Xia, Y. (2023). Phenolic metabolites as therapeutic in inflammation and neoplasms: Molecular pathways explaining their efficacy. *Pharmacological Research*, 193, 106812.
- Liu, Y., Li, D., Gao, H., Li, Y., Chen, W., Jiao, S., & Wei, G. (2022). Regulation of soil micro-foodwebs to root secondary metabolites in cultivated and wild licorice plants. *Science of the Total Environment*, 828, 154302.
- López-Tirado, J., Vessella, F., Schirone, B., & Hidalgo, P. J. (2018). Trends in evergreen oak suitability from assembled species distribution models: assessing climate change in south-western Europe. *New Forests*, 49, 471–487.
- López de Heredia, U., Vázquez, F. M., & Soto, Á. (2017). The role of hybridization on the adaptive potential of Mediterranean sclerophyllous oaks: the case of the *Quercus ilex* x *Q. suber* complex. *Oaks Physiological Ecology. Exploring the Functional Diversity of Genus Quercus L.*, 239–260.
- Ma, P., Liu, J., Zhang, C., & Liang, Z. (2013). Regulation of water-soluble phenolic acid biosynthesis in *Salvia miltiorrhiza* Bunge. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 170, 1253–1262.
- Ma, W., Tang, S., Dengzeng, Z., Zhang, D., Zhang, T., & Ma, X. (2022). Root exudates contribute to belowground ecosystem hotspots: A review. *Frontiers in Microbiology*, 13, 937940.
- Machado, A., Pereira, H., & Teixeira, R. T. (2013). Anatomy and development of the endodermis and phellex of *Quercus suber* L. roots. *Microscopy and Microanalysis*, 19(3), 525–534.
- Madeira, M., & Ribeiro, C. (1995). Influence of leaf litter type on the chemical evolution of a soil parent material (sandstone). *Biogeochemistry*, 29, 43–58.
- Magalhães, A. P., Verde, N., Reis, F., Martins, I., Costa, D., Lino-Neto, T., Castro, P. H., Tavares, R. M., & Azevedo, H. (2016). RNA-Seq and gene network analysis uncover activation of an ABA-dependent signalosome during the cork oak root response to drought. *Frontiers in Plant Science*,

- 6, 1195.
- Maghnia, F. Z., Abbas, Y., Mahé, F., Kerdouh, B., Tournier, E., Ouadji, M., Tisseyre, P., Prin, Y., El Ghachtouli, N., & Bakkali Yakhlef, S. E. (2017). Habitat-and soil-related drivers of the root-associated fungal community of *Quercus suber* in the Northern Moroccan forest. *PLoS One*, 12(11), e0187758.
- Mahajan, S., & Tuteja, N. (2005). Cold, salinity and drought stresses: an overview. *Archives of Biochemistry and Biophysics*, 444(2), 139–158.
- Makhlouf, F. Z., Squeo, G., Barkat, M., Trani, A., & Caponio, F. (2018). Antioxidant activity, tocopherols and polyphenols of acorn oil obtained from *Quercus* species grown in Algeria. *Food Research International*, 114, 208–213.
- Mandal, S. M., Chakraborty, D., & Dey, S. (2010). Phenolic acids act as signaling molecules in plant-microbe symbioses. *Plant Signaling & Behavior*, 5(4), 359–368.
- Maruyama, H., Sasaki, T., Yamamoto, Y., & Wasaki, J. (2019). AtALMT3 is involved in malate efflux induced by phosphorus deficiency in *Arabidopsis thaliana* root hairs. *Plant and Cell Physiology*, 60(1), 107–115.
- Marwicka, J., & Zi ba, A. (2021). Antioxidants as a defence against reactive oxygen species. *Aesthetic Cosmetol. Med*, 10, 271–276.
- Massalha, H., Korenblum, E., Malitsky, S., Shapiro, O. H., & Aharoni, A. (2017). Live imaging of root-bacteria interactions in a microfluidics setup. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 114(17), 4549–4554.
- Masson-Delmotte, V.; Zhai, P.; Pirani, A.; Connors, S. L.; Péan, C.; Berger, S.; Caud, N.; Chen, Y.; Goldfarb, L.; Gomis, M. I.; Huang, M.; Leitzell, K.; Lonnoy, E.; Matthews, J. B. R.; Maycock, T. K.; Waterfield, T.; Yelekçi, O.; Yu, R.; Zhou, B. (2021). Climate change 2021: the physical science basis. *Contribution of Working Group I to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change*, 2(1), 2391.
- Mathieu, C., Pieltain, F. (2003). *Analyse chimique des sols: Méthodes choisies*. Tec & doc.
- Mbinda, W., & Musangi, C. (2019). Antioxidant activity, total phenolic and total flavonoid. *J Phytopharmacol*, 8(4), 161–166.
- McBratney, A., Field, D. J., & Koch, A. (2014). The dimensions of soil security. *Geoderma*, 213, 203–213.
- McNichol, B. H., & Russo, S. E. (2023). Plant species' capacity for range shifts at the habitat and geographic scales: a trade-off-based framework. *Plants*, 12(6), 1248.
- Mechergui, T., Pardos, M., Boussaidi, N., Jacobs, D. F., & Catry, F. X. (2023). Problems and solutions to cork oak (*Quercus suber* L.) regeneration: a review. *Instituto de Ciencias Forestales (ICIFOR)*.
- Memet, I. (2014). Determination of *Cyclotrichium niveum* essential oil and its components at different altitudes. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca*, 42(1), 128–131.
- Mendes, M. P., Cherubini, P., Plieninger, T., Ribeiro, L., & Costa, A. (2019). Climate effects on stem radial growth of *Quercus suber* L.: does tree size matter? *Forestry: An International Journal of Forest Research*, 92(1), 73–84.
- Mendes, R., Garbeva, P., & Raaijmakers, J. M. (2013). The rhizosphere microbiome: significance of plant beneficial, plant pathogenic, and human pathogenic microorganisms. *FEMS Microbiology Reviews*, 37(5), 634–663.
- Meziti, H., Bouriche, H., Kada, S., Demirtas, I., Kizil, M., Senator, A., & Garrido, G. (2019). Phytochemical analysis, and antioxidant, anti-hemolytic and genoprotective effects of *Quercus ilex* L. and *Pinus halepensis* Mill. methanolic extracts. *J. Pharm. Pharmacogn. Res*, 7, 260–272.
- Mislata, A. M., Puxeu, M., & Ferrer-Gallego, R. (2020). Aromatic potential and bioactivity of cork stoppers and cork by-products. *Foods*, 9(2), 133.
- Mohamed, A.-M. O., & Paleologos, E. K. (2017). *Fundamentals of geoenvironmental engineering: understanding soil, water, and pollutant interaction and transport*. Butterworth-Heinemann.
- Moiteiro, C., Marcelo Curto, M. J., Mohamed, N., Bailén, M., Martínez-Díaz, R., & González-Coloma, A. (2006). Biovalorization of friedelane triterpenes derived from cork processing industry byproducts. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54(10), 3566–3571.
- Molinas, M. L. (1991). The stomata of the cork oak, *Quercus suber*. An ultrastructural approach. *Nordic Journal of Botany*, 11(2), 205–212.
- Mora-Macías, J., Ojeda-Rivera, J. O., Gutiérrez-Alanís, D., Yong-Villalobos, L., Oropeza-Aburto, A.,

- Raya-González, J., Jiménez-Domínguez, G., Chávez-Calvillo, G., Rellán-Álvarez, R., & Herrera-Estrella, L. (2017). Malate-dependent Fe accumulation is a critical checkpoint in the root developmental response to low phosphate. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 114(17), E3563–E3572.
- More, S. S., Shinde, S. E., & Kasture, M. C. (2020). Root exudates a key factor for soil and plant: An overview. *Pharma Innov. J*, 8, 449–459.
- Morris, P. F., Bone, E., & Tyler, B. M. (1998). Chemotropic and contact responses of *Phytophthora sojae* hyphae to soybean isoflavonoids and artificial substrates. *Plant Physiology*, 117(4), 1171–1178.
- Myers, N., Mittermeier, R. A., Mittermeier, C. G., Da Fonseca, G. A. B., & Kent, J. (2000). Biodiversity hotspots for conservation priorities. *Nature*, 403(6772), 853–858.
- Mykhailenko, O., Gudžinskas, Z., Kovalyov, V., Desenko, V., Ivanauskas, L., Bezruk, I., & Georgiyants, V. (2020). Effect of ecological factors on the accumulation of phenolic compounds in *Iris* species from Latvia, Lithuania and Ukraine. *Phytochemical Analysis*, 31(5), 545–563.
- Nadarajah, K., & Abdul Rahman, N. S. N. (2021). Plant-microbe interaction: aboveground to belowground, from the good to the bad. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(19), 10388.
- Najar, A., Landhäusser, S. M., Whitehill, J. G. A., Bonello, P., & Erbilgin, N. (2014). Reserves accumulated in non-photosynthetic organs during the previous growing season drive plant defenses and growth in aspen in the subsequent growing season. *Journal of Chemical Ecology*, 40, 21–30.
- Nakabayashi, R., Yonekura Sakakibara, K., Urano, K., Suzuki, M., Yamada, Y., Nishizawa, T., Matsuda, F., Kojima, M., Sakakibara, H., & Shinozaki, K. (2014). Enhancement of oxidative and drought tolerance in *Arabidopsis* by overaccumulation of antioxidant flavonoids. *The Plant Journal*, 77(3), 367–379.
- Neugart, S., Kläring, H.-P., Zietz, M., Schreiner, M., Rohn, S., Kroh, L. W., & Krumbein, A. (2012). The effect of temperature and radiation on flavonol aglycones and flavonol glycosides of kale (*Brassica oleracea* var. *sabellica*). *Food Chemistry*, 133(4), 1456–1465.
- Nihorimbere, V., Ongena, M., Smargiassi, M., & Thonart, P. (2011). Beneficial effect of the rhizosphere microbial community for plant growth and health. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 15(2).
- Nikolaos, G., Alexandras, P., Evangelia, L., Vassiliki, T., & Maria-Nektaria, N. (2018). Effect of ripening stage on the total phenolics content, lycopene and antioxidant activity of tomato fruits grown to a geothermal greenhouse. *Analele Universitatii Din Craiova. Seria Biologie, Horticultura, Tehnologia Prelucrarii Produselor Agricole, Ingineria Mediului*, 23.
- Nouman, W., Qureshi, M. K., Shaheen, M., & Zubair, M. (2018). Variation in plant bioactive compounds and antioxidant activities under salt stress. *Biotic and Abiotic Stress Tolerance in Plants*, 77–101.
- Nunes, F. C., de Jesus Alves, L., de Carvalho, C. C. N., Gross, E., de Marchi Soares, T., & Prasad, M. N. V. (2020). Soil as a complex ecological system for meeting food and nutritional security. In *Climate change and soil interactions* (pp. 229–269). Elsevier.
- Ochoa-Hueso, R., Munzi, S., Alonso, Rocío, Arróniz-Crespo, M., Avila, A., Bermejo, V., Bobbink, R., Branquinho, C., Concostrina-Zubiri, L., & Cruz, C. (2017). Ecological impacts of atmospheric pollution and interactions with climate change in terrestrial ecosystems of the Mediterranean Basin: Current research and future directions. *Environmental Pollution*, 227, 194–206.
- Oliveira, G., & Costa, A. (2012). How resilient is *Quercus suber* L. to cork harvesting? A review and identification of knowledge gaps. *Forest Ecology and Management*, 270, 257–272.
- Oliveira, J. S. de, Ramos, N. P., Leão, J. J., Xavier, L. P., Andrade, E. H., Mello, A. H., Setzer, W. N., & Da Silva, J. K. R. (2022). Secondary metabolism and plant growth of *Piper divaricatum* (Piperaceae) inoculated with arbuscular mycorrhizal fungi and phosphorus supplementation. *Agronomy*, 12(3), 596.
- Oliveira, G., Correia, O., Martins-Loução, M. A., & Catarino, F. M. (1994). Phenological and growth patterns of the Mediterranean oak *Quercus suber* L. *Trees*, 9, 41–46.
- Oloumi, H., & Hassibi, N. (2011). Study the correlation between some climate parameters and the content of phenolic compounds in roots of *Glycyrrhiza glabra*. *Journal of Medicinal Plant*

- Research*, 5(25), 6011–6016.
- Olsen, K. M., Lea, U. S., Slimestad, R., Verheul, M., & Lillo, C. (2008). Differential expression of four Arabidopsis PAL genes; PAL1 and PAL2 have functional specialization in abiotic environmental-triggered flavonoid synthesis. *Journal of Plant Physiology*, 165(14), 1491–1499.
- Orgeas, J., Ourcival, J.-M., & Bonin, G. (2003). Seasonal and spatial patterns of foliar nutrients in cork oak (*Quercus suber* L.) growing on siliceous soils in Provence (France). *Plant Ecology*, 164(2), 201–211.
- Ouzid, Y., Smail-Saadoun, N., & Houali, K. (2018). Comparative study of in vitro antioxidant activity of foliar endophytic fungi and leaves extracts of *Peganum harmala* of Dayate Aiat (Laghout, Algeria). *Journal of Fundamental and Applied Sciences*, 10(1), 147–157.
- Pandey, S., Carrer, M., Castagneri, D., & Petit, G. (2018). Xylem anatomical responses to climate variability in Himalayan birch trees at one of the world's highest forest limit. *Perspectives in Plant Ecology, Evolution and Systematics*, 33, 34–41.
- Parent, C., Capelli, N., & Dat, J. (2008). Formes réactives de l'oxygène, stress et mort cellulaire chez les plantes. *Comptes Rendus - Biologies*, 331(4), 255–261. <https://doi.org/10.1016/j.crv.2008.02.001>
- Parry, J. A., Jan, S., Kamili, A. N., Qadri, R. A., Egamberdieva, D., & Ahmad, P. (2016). Current perspectives on plant growth-promoting rhizobacteria. *Journal of Plant Growth Regulation*, 35, 877–902.
- Pascale, A., Proietti, S., Pantelides, I. S., & Stringlis, I. A. (2020). Modulation of the root microbiome by plant molecules: the basis for targeted disease suppression and plant growth promotion. *Frontiers in Plant Science*, 10, 1741.
- Passarinho, J. A. P., Lamosa, P., Baeta, J. P., Santos, H., & Ricardo, C. P. P. (2006). Annual changes in the concentration of minerals and organic compounds of *Quercus suber* leaves. *Physiologia Plantarum*, 127(1), 100–110.
- Pathan, S. I., Ceccherini, M. T., Sunseri, F., & Lupini, A. (2019). Rhizosphere as hotspot for plant-soil-microbe interaction. In *Carbon and nitrogen cycling in soil* (pp. 17–43). Springer.
- Pausas, J. G. (2009). *Cork oak Regeneration: an approach based on species interactions at landscape scale*. Universitat d'Alacant.
- Pausas, J. G., Pereira, J. S., & Aronson, J. (2009). *The tree*.
- Peay, K. G. (2016). The mutualistic niche: mycorrhizal symbiosis and community dynamics. *Annual Review of Ecology, Evolution, and Systematics*, 47(1), 143–164.
- Pereira-Leal, J. B., Abreu, I. A., Alabaça, C. S., Almeida, M. H., Almeida, P., Almeida, T., Amorim, M. I., Araújo, S., Azevedo, H., & Badia, A. (2014). A comprehensive assessment of the transcriptome of cork oak (*Quercus suber*) through EST sequencing. *BMC Genomics*, 15, 1–14.
- Pereira, H. (2011). *Cork: biology, production and uses*. Elsevier.
- Perera, T. A., & Tirimanne, S. (2021). Role of microbial communities in sustainable rice cultivation. In *Role of microbial communities for sustainability* (pp. 189–223). Springer.
- Pérez-Girón, J. C., Díaz-Varela, E. R., & Álvarez-Álvarez, P. (2022). Climate-driven variations in productivity reveal adaptive strategies in Iberian cork oak agroforestry systems. *Forest Ecosystems*, 9, 100008.
- Peter Constabel, C., Yoshida, K., & Walker, V. (2014). Diverse ecological roles of plant tannins: plant defense and beyond. *Recent Advances in Polyphenol Research*, 115–142.
- Petridis, A., Therios, I., Samouris, G., & Tananaki, C. (2012). Salinity-induced changes in phenolic compounds in leaves and roots of four olive cultivars (*Olea europaea* L.) and their relationship to antioxidant activity. *Environmental and Experimental Botany*, 79, 37–43. <https://doi.org/10.1016/j.envexpbot.2012.01.007>
- Pieterse, C. M. J., Zamioudis, C., Berendsen, R. L., Weller, D. M., Van Wees, S. C. M., & Bakker, P. A. H. M. (2014). Induced systemic resistance by beneficial microbes. *Annual Review of Phytopathology*, 52(1), 347–375.
- Poirier, Y., Jaskolowski, A., & Clúa, J. (2022). Phosphate acquisition and metabolism in plants. *Current Biology*, 32(12), R623–R629.
- Prasad, M., Srinivasan, R., Chaudhary, M., Choudhary, M., & Jat, L. K. (2019). Plant growth promoting rhizobacteria (PGPR) for sustainable agriculture: perspectives and challenges. *PGPR Amelioration in Sustainable Agriculture*, 129–157.

- Preece, C., & Peñuelas, J. (2016). Rhizodeposition under drought and consequences for soil communities and ecosystem resilience. *Plant and Soil*, 409, 1–17.
- Prieto, P., Pineda, M., & Aguilar, M. (1999). Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a .... *Analytical Biochemistry*, 269, 337–341. <https://doi.org/10.1037/a0037168>
- Pugliese, C., & Sirtori, F. (2012). Quality of meat and meat products produced from southern European pig breeds. *Meat Science*, 90(3), 511–518.
- Puyo, J. (2013). *Grandeurs et vicissitudes de l' aménagement des suberaies algériennes durant la période coloniale française*. 129–142.
- Qaderi, M. M., Martel, A. B., & Strugnell, C. A. (2023). Environmental factors regulate plant secondary metabolites. *Plants*, 12(3), 447.
- Qiao, F., Lu, Y., Geng, G., Zhou, L., Chen, Z., Wang, L., Xie, H., & Qiu, Q.-S. (2023). Flavonoid synthesis in *Lamiophlomis rotata* from Qinghai-Tibet Plateau is influenced by soil properties, microbial community, and gene expression. *Journal of Plant Physiology*, 287, 154043.
- Quézel, P., & Médail, F. (2003). *Ecologie et biogéographie des forêts du bassin méditerranéen* (Vol. 572). Elsevier Paris.
- Radušien, J., Karpavičienė, B., & Stanius, Ž. (2012). Effect of external and internal factors on secondary metabolites accumulation in St. John's wort. *Botanica Lithuanica*, 18(2), 101–108.
- Rakhsh, F., Golchin, A., Al Agha, A. B., & Nelson, P. N. (2020). Mineralization of organic carbon and formation of microbial biomass in soil: Effects of clay content and composition and the mechanisms involved. *Soil Biology and Biochemistry*, 151, 108036.
- Ramsdale, M. (2008). Programmed cell death in pathogenic fungi. *Biochimica et Biophysica Acta - Molecular Cell Research*, 1783(7), 1369–1380. <https://doi.org/10.1016/j.bbamcr.2008.01.021>
- Rasmann, S., Köllner, T. G., Degenhardt, J., Hiltpold, I., Toepfer, S., Kuhlmann, U., Gershenson, J., & Turlings, T. C. J. (2005). Recruitment of entomopathogenic nematodes by insect-damaged maize roots. *Nature*, 434(7034), 732–737.
- Ravi Shankar, D., & Dwivedi, R. S. (2017). Introduction to Soils. *Remote Sensing of Soils*, 201–265.
- Rego, L., Mota, S., Torres, A., Pinto, C., Cravo, S., Silva, J. R., Páscoa, R. N. M. J., Almeida, A., Amaro, F., & Pinho, P. G. (2023). Quercus suber Bark as a Sustainable Source of Value-Added Compounds: Experimental Studies with Cork By-Products. *Forests*, 14(3), 543.
- Reis, F., Pereira, A. J., Tavares, R. M., Baptista, P., & Lino-Neto, T. (2021). Cork oak forests soil bacteria: potential for sustainable agroforest production. *Microorganisms*, 9(9), 1973.
- Rekha, K., Baskar, B., Srinath, S., & Usha, B. (2018). Plant-growth-promoting rhizobacteria *Bacillus subtilis* RR4 isolated from rice rhizosphere induces malic acid biosynthesis in rice roots. *Canadian Journal of Microbiology*, 64(1), 20–27.
- Ribeiro, D. A., Camilo, C. J., Nonato, C. de F. A., Rodrigues, F. F. G., Menezes, I. R. A., Ribeiro-Filho, J., Xiao, J., de Almeida Souza, M. M., & da Costa, J. G. M. (2020). Influence of seasonal variation on phenolic content and in vitro antioxidant activity of *Secondatia floribunda* A. DC.(Apocynaceae). *Food Chemistry*, 315, 126277.
- Rice-evans, C. A., Miller, N. J., Bolwell, P. G., Bramley, P. M., & Pridham, J. B. (1995). The relative antioxidant activities of plant-derived polyphenolic flavonoids. *Free radical research*, 22(4), 375–383.
- Rives, J., Fernandez-Rodriguez, I., Gabarrell, X., & Rieradevall, J. (2012). Environmental analysis of cork granulate production in Catalonia-Northern Spain. *Resources, Conservation and Recycling*, 58, 132–142.
- Robin, C., Capron, G., & Desprez Loustau, M. L. (2001). Root infection by *Phytophthora cinnamomi* in seedlings of three oak species. *Plant Pathology*, 50(6), 708–716.
- Roca-Fernández, A. I., Dillard, S. L., & Soder, K. J. (2020). Ruminant fermentation and enteric methane production of legumes containing condensed tannins fed in continuous culture. *Journal of Dairy Science*, 103(8), 7028–7038.
- Rodrigo Comino, J. (2022). *Desertification and degradation risks vs poverty: A Key Topic in Mediterranean Europe*.
- Rodríguez-García, C., Sánchez-Quesada, C., & Gaforio, J. J. (2019). Dietary flavonoids as cancer chemopreventive agents: An updated review of human studies. *Antioxidants*, 8(5), 137.
- Rodríguez Molina, M. C., Blanco Santos, A., Palo Núñez, E. J., Torres Vila, L. M., Torres -Álvarez, E.,

- & Suárez-De-La-Cámarara, M. A. (2005). Seasonal and spatial mortality patterns of holm oak seedlings in a reforested soil infected with *Phytophthora cinnamomi*. *Forest Pathology*, 35(6), 411–422.
- Rosier, A., Medeiros, F. H. V., & Bais, H. P. (2018). Defining plant growth promoting rhizobacteria molecular and biochemical networks in beneficial plant-microbe interactions. *Plant and Soil*, 428, 35–55.
- Rossi, F., Cavigli, L., Tuccio, L., Micheletti, F., & Agati, G. (2024). In situ plant peel spectral attenuation of chlorophyll fluorescence excitation as a tool in precision agriculture and photobiology studies. *Photonic Technologies in Plant and Agricultural Science*, 12879, 84–90.
- Roy, C., Singh, R. S., Yadav, A., Kumar, S., & Kumari, M. (2017). Secondary Metabolites: Evolutionary Perspective, In Vitro Production, and Technological Advances. *Plant Secondary Metabolites, Volume Two*, 27–52.
- Rüger, L., Feng, K., Dumack, K., Freudenthal, J., Chen, Y., Sun, R., Wilson, M., Yu, P., Sun, B., & Deng, Y. (2021). Assembly patterns of the rhizosphere microbiome along the longitudinal root axis of maize (*Zea mays* L.). *Frontiers in Microbiology*, 12, 614501.
- Ruiz-Galea, M., López-Vela, D., Jiménez, J., Alonso-Blázquez, N., Alegre, J., Celestino, C., & Toribio, M. (2018). Cork oak *Quercus suber* L. embryogenic liquid cultures. *Step Wise Protocols for Somatic Embryogenesis of Important Woody Plants: Volume I*, 243–254.
- Ruiz-Rodríguez, B.-M., Morales, P., Fernández-Ruiz, V., Sánchez-Mata, M.-C., Cámara, M., Díez-Marqués, C., Pardo-de-Santayana, M., Molina, M., & Tardío, J. (2011). Valorization of wild strawberry-tree fruits (*Arbutus unedo* L.) through nutritional assessment and natural production data. *Food Research International*, 44(5), 1244–1253.
- Saccardy, L. (1938). Le Chêne-Liége et le Liége en Algérie (Suite et fin). *Journal d'agriculture Traditionnelle et de Botanique Appliquée*, 18(204), 574–593.
- Sachdev, S., Ansari, S. A., Ansari, M. I., Fujita, M., & Hasanuzzaman, M. (2021). Abiotic stress and reactive oxygen species: Generation, signaling, and defense mechanisms. *Antioxidants*, 10(2), 277.
- Saini, N., Anmol, A., Kumar, S., Wani, A. W., Bakshi, M., & Dhiman, Z. (2024). Exploring phenolic compounds as natural stress alleviators in plants-a comprehensive review. *Physiological and Molecular Plant Pathology*, 102383.
- Šamec, D., Karalija, E., Šola, I., Vuj i Bok, V., & Salopek-Sondi, B. (2021). The role of polyphenols in abiotic stress response: The influence of molecular structure. *Plants*, 10(1), 118.
- Samota, M. K., Sasi, M., & Singh, A. (2017). Impact of seed priming on proline content and antioxidant enzymes to mitigate drought stress in rice genotype. *Int J Curr Microbiol App Sci*, 6(5), 2459–2466.
- Sánchez-Hernández, E., González-García, V., Casanova-Gascón, J., Barriuso-Vargas, J. J., Balduque-Gil, J., Lorenzo-Vidal, B., Martín-Gil, J., & Martín-Ramos, P. (2022). Valorization of *Quercus suber* L. bark as a source of phytochemicals with antimicrobial activity against apple tree diseases. *Plants*, 11(24), 3415.
- Sánchez Palomares, O., Gandullo, J. M., Jovellar Lacambra, L. C., Rubio Sánchez, A., & Sarmiento Maillo, L. A. (2007). *Las estaciones ecológicas de los alcornoques españoles*. INIA [España].
- Sasse, J., Martinoia, E., & Northen, T. (2018). Feed your friends: do plant exudates shape the root microbiome? *Trends in Plant Science*, 23(1), 25–41.
- Schirone, B., Spada, F., Simeone, M. C., & Vessella, F. (2015). *Quercus suber* distribution revisited. *Warm-Temperate Deciduous Forests around the Northern Hemisphere*, 181–212.
- Serrasolses, I., Pérez-Devesa, M., Vilagrosa, A., Pausas, J. G., Sauras, T., Cortina, J., & Vallejo, R. (2009). *Soil properties constraining cork oak distribution*.
- Setti, L., Passarini, F., De Gennaro, G., Barbieri, P., Perrone, M. G., Borelli, M., Palmisani, J., Di Gilio, A., Torboli, V., & Fontana, F. (2020). SARS-Cov-2RNA found on particulate matter of Bergamo in Northern Italy: first evidence. *Environmental Research*, 188, 109754.
- Sharma, K., Mahato, N., & Lee, Y. R. (2019). Extraction, characterization and biological activity of citrus flavonoids. *Reviews in Chemical Engineering*, 35(2), 265–284.
- Sharma, T., Dreyer, I., Kochian, L., & Piñeros, M. A. (2016). The ALMT family of organic acid transporters in plants and their involvement in detoxification and nutrient security. *Frontiers in Plant Science*, 7, 1488.
- Sheng, Y., Sun, Y., Tang, Y., Yu, Y., Wang, J., Zheng, F., ... & Sun, Y. (2023). Catechins: Protective

- mechanism of antioxidant stress in atherosclerosis. *Frontiers in Pharmacology*, 14, 1144878
- Shi, Y., Pan, Y., Xiang, L., Zhu, Z., Fu, W., Hao, G., Geng, Z., Chen, S., Li, Y., & Han, D. (2022). Assembly of rhizosphere microbial communities in *Artemisia annua*: recruitment of plant growth promoting microorganisms and inter kingdom interactions between bacteria and fungi. *Plant and Soil*, 1–13.
- Shi, Y., Yang, L., Yu, M., Li, Z., Ke, Z., Qian, X., Ruan, X., He, L., Wei, F., & Zhao, Y. (2022). Seasonal variation influences flavonoid biosynthesis path and content, and antioxidant activity of metabolites in *Tetrastigma hemsleyanum* Diels & Gilg. *PLoS One*, 17(4), e0265954.
- Shohael, A. M., Ali, M. B., Yu, K. W., Hahn, E. J., Islam, R., & Paek, K. Y. (2006). Effect of light on oxidative stress, secondary metabolites and induction of antioxidant enzymes in *Eleutherococcus senticosus* somatic embryos in bioreactor. *Process Biochemistry*, 41(5), 1179–1185.
- Silva, M. M., Santos, M. R., Caroco, G., Rocha, R., Justino, G., & Mira, L. (2002). Structure-antioxidant activity relationships of flavonoids: a re-examination. *Free Radical Research*, 36(11), 1219–1227.
- Silva, J., Araújo, S. de S., Sales, H., Pontes, R., & Nunes, J. (2023). *Quercus suber* L. Genetic Resources: Variability and Strategies for Its Conservation. *Forests*, 14(9), 1925.
- Silva, J. S., & Catry, F. (2006). Forest fires in cork oak (*Quercus suber* L.) stands in Portugal. *International Journal of Environmental Studies*, 63(3), 235–257.
- Silva, S. P., Sabino, M. A., Fernandes, E. M., Correlo, V. M., Boesel, L. F., & Reis, R. L. (2005). Cork: properties, capabilities and applications. *International Materials Reviews*, 50(6), 345–365.
- Singh, A., & Bisht, M. (2018). Evaluation of in-vitro antioxidant potential and in-vivo hepatoprotective activity of root extract of *Quercus oblongata* D. DON. *Journal of Drug Delivery and Therapeutics*, 8, 152–161.
- Singh, A., Hidangmayum, A., Tiwari, P., Singh, B. N., & Dwivedi, P. (2022). How the soil nitrogen nutrient promotes plant growth-a critical assessment. *New and Future Developments in Microbial Biotechnology and Bioengineering*, 99–118.
- Singh, G., & Mukerji, K. G. (2006). Root exudates as determinant of rhizospheric microbial biodiversity. In *Microbial activity in the rhizosphere* (pp. 39–53). Springer.
- Singh, J., & Thakur, J. K. (2018). Photosynthesis and abiotic stress in plants. *Biotic and Abiotic Stress Tolerance in Plants*, 27–46.
- Singla, R. K., Dubey, A. K., Garg, A., Sharma, R. K., Fiorino, M., Ameen, S. M., Haddad, M. A., & Al-Hiary, M. (2019). Natural polyphenols: Chemical classification, definition of classes, subcategories, and structures. In *Journal of AOAC International* (Vol. 102, Issue 5, pp. 1397–1400). Oxford University Press.
- Slama, A., Fkiri, S., Mezni, F., Stiti, B., Salcedo-Castro, J., Touhami, I., Khammassi, M., Khaldi, A., & Nasr, Z. (2023). Effect of mycorrhization on growth and physiology performance of *Quercus* species. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca*, 51(4), 13290.
- Smith, S. E., & Read, D. J. (2010). *Mycorrhizal symbiosis*. Academic press.
- Smither, R., Houston, J., & McIntire, S. (2016). *Organization development: Strategies for changing environments*. Routledge.
- Soheili, F., Heydari, M., Woodward, S., & Naji, H. R. (2023). Adaptive mechanism in *Quercus brantii* Lindl. leaves under climatic differentiation: morphological and anatomical traits. *Scientific Reports*, 13(1), 3580.
- Şöhretoğlu, D., & Renda, G. (2020). The polyphenolic profile of Oak (*Quercus*) species: A phytochemical and pharmacological overview. *Phytochemistry Reviews*, 19(6), 1379–1426.
- Solla, A., Milanovi, S., Gallardo, A., Bueno, A., Corcobado, T., Cáceres, Y., Morcuende, D., Quesada, A., Moreno, G., & Pulido, F. (2016). Genetic determination of tannins and herbivore resistance in *Quercus ilex*. *Tree Genetics & Genomes*, 12, 1–12.
- Sousa, D. M. G., Miranda, L. N., & Oliveira, S. A. (2007). Soil acidity and its correction. *Soil Fertility*, 206–274.
- Sousa, V., Ferreira, J. P. A., Miranda, I., Quilhó T, T., & Pereira, H. (2021). *Quercus rotundifolia* bark as a source of polar extracts: Structural and chemical characterization. *Forests*, 12(9), 1160.
- Sperdouli, I., Moustaka, J., Ouzounidou, G., & Moustakas, M. (2021). Leaf age-dependent photosystem II photochemistry and oxidative stress responses to drought stress in *Arabidopsis thaliana* are modulated by flavonoid accumulation. *Molecules*, 26(14), 4157.
- Stagos, D. (2019). Antioxidant activity of polyphenolic plant extracts. In *Antioxidants* (Vol. 9, Issue 1,



- p. 19). MDPI.
- Stefan, A., Van Cauwenberghe, J., Rosu, C. M., Stedel, C., Labrou, N. E., Fletmetakis, E., & Efrose, R. C. (2018). Genetic diversity and structure of *Rhizobium leguminosarum* populations associated with clover plants are influenced by local environmental variables. *Systematic and Applied Microbiology*, 41(3), 251–259.
- Stefanelli, D., Goodwin, I., & Jones, R. (2010). Minimal nitrogen and water use in horticulture: Effects on quality and content of selected nutrients. *Food Research International*, 43(7), 1833–1843.
- Stefi, A. L., Nikou, T., Papadopoulou, S., Kalaboka, M., Vassilacopoulou, D., Halabalaki, M., & Christodoulakis, N. S. (2022). The response of the laboratory cultivated *Quercus coccifera* plants to an artificial water stress. *Plant Stress*, 4(March). <https://doi.org/10.1016/j.stress.2022.100077>
- Subhashini, S., Maleeka-Begum, S. F., & Rajesh, G. (2015). Phytochemical screening and tlc analysis of different *Quercus* species. *Int. J. Pharm. Sci*, 5, 1220–1226.
- Suz, L. M., Barsoum, N., Benham, S., Dietrich, H. P., Fetzer, K. D., Fischer, R., García, P., Gehrman, J., Kristöfel, F., & Manninger, M. (2014). Environmental drivers of ectomycorrhizal communities in Europe's temperate oak forests. *Molecular Ecology*, 23(22), 5628–5644.
- Suzuki, N., Rivero, R. M., Shulaev, V., Blumwald, E., & Mittler, R. (2014). Abiotic and biotic stress combinations. *New Phytologist*, 203(1), 32–43.
- Taib, M., Rezzak, Y., Bouyazza, L., & Lyoussi, B. (2020). Medicinal uses, phytochemistry, and pharmacological activities of *Quercus* species. *Evidence Based Complementary and Alternative Medicine*, 2020(1), 1920683.
- Tálos-Nebehaj, E., Hofmann, T., & Albert, L. (2017). Seasonal changes of natural antioxidant content in the leaves of Hungarian forest trees. *Industrial Crops and Products*, 98, 53–59.
- Tan, H., Man, C., Xie, Y., Yan, J., Chu, J., & Huang, J. (2019). A crucial role of GA-regulated flavonol biosynthesis in root growth of *Arabidopsis*. *Molecular Plant*, 12(4), 521–537.
- Tanase, C., Nicolescu, A., Nisca, A., tef nescu, R., Babot, M., Mare, A. D., Ciurea, C. N., & Man, A. (2022). Biological activity of bark extracts from northern red oak (*Quercus rubra* L.): an antioxidant, antimicrobial and enzymatic inhibitory evaluation. *Plants*, 11(18), 2357.
- Tavakoli, M., Esfahani, M. T., Soltani, S., Karamian, R., & Aliarabi, H. (2022). Effects of ecological factors on phenolic compounds in *Salvia multicaulis* Vahl (Lamiaceae). *Biochemical Systematics and Ecology*, 104, 104484.
- Teixeira, R. T. (2022). Cork development: What lies within. *Plants*, 11(20), 2671.
- Tejada, M., Garcia, C., Gonzalez, J. L., & Hernandez, M. T. (2006). Organic amendment based on fresh and composted beet vinasse: influence on soil properties and wheat yield. *Soil Science Society of America Journal*, 70(3), 900–908.
- Tharanath, A. C., Upendra, R. S., & Rajendra, K. (2024). Soil Symphony: A Comprehensive Overview of Plant-Microbe Interactions in Agricultural Systems. *Applied Microbiology*, 4(4), 1549–1567.
- Thyoff, E. C., Burney, O. T., Mickelbart, M. V., & Jacobs, D. F. (2019). Unraveling shade tolerance and plasticity of semi-evergreen oaks: insights from maritime forest live oak restoration. *Frontiers in Plant Science*, 10, 1526.
- Tiwari, S., Tiwari, S., Singh, M., Singh, A., & Prasad, S. M. (2017). Generation mechanisms of reactive oxygen species in the plant cell: an overview. *Reactive Oxygen Species in Plants: Boon Or Bane Revisiting the Role of ROS*, 1–22.
- Toll, K. (2023). An evolutionary framework for understanding habitat partitioning in plants. *American Journal of Botany*, 110(1), e16119.
- Toori, M. A., Mirzaei, M., Mirzaei, N., Lamrood, P., & Mirzaei, A. (2013). Antioxidant and hepatoprotective effects of the internal layer of oak fruit (Jaft). *Academicjournals.OrgMA Toori, M Mirzaei, N Mirzaei, P Lamrood, A MirzaeiJournal of Medicinal Plants Research, 2013•academicjournals.Org*, 7(1), 24–28. <https://doi.org/10.5897/JMPR11-1016>
- Toribio, M., Celestino, C., & Molinas, M. (2005). Cork oak, *Quercus suber* L. *Forestry Sciences*, 77, 445.
- Touati, R., Santos, S. A. O., Rocha, S. M., Belhamel, K., & Silvestre, A. J. D. (2015). The potential of cork from *Quercus suber* L. grown in Algeria as a source of bioactive lipophilic and phenolic compounds. *Industrial Crops and Products*, 76, 936–945.
- Trivedi, P., Leach, J. E., Tringe, S. G., Sa, T., & Singh, B. K. (2020). Plant-microbiome interactions: from community assembly to plant health. *Nature Reviews Microbiology*, 18(11), 607–621.

- Trumbore, S., Brando, P., & Hartmann, H. (2015). Forest health and global change. *Science*, 349(6250), 814–818.
- Ullah, A., Munir, S., Badshah, S. L., Khan, N., Ghani, L., Poulson, B. G., Emwas, A.-H., & Jaremko, M. (2020). Important flavonoids and their role as a therapeutic agent. *Molecules*, 25(22), 5243.
- Ulusu, F., & Dar c, C. (2023). The influence of tannins purified from Eastern Mediterranean Region plants (*Pinus brutia* Ten. and *Quercus coccifera* L.) on carbon mineralization: Antimicrobial and antimutagenic evaluation. *Anatolian Journal of Botany*, 7(1), 60–69.
- Urban, L., Berti, L., Bourgaud, F., Gautier, H., Léchaudel, M., Joas, J., & Sallanon, H. (2007). The effect of environmental factors on biosynthesis of carotenoids and polyphenolics in fruits and vegetables: A review and prospects. *II International Symposium on Human Health Effects of Fruits and Vegetables: FAVHEALTH 2007* 841, 339–344.
- Usharani, K. V., Roopashree, K. M., & Naik, D. (2019). Role of soil physical, chemical and biological properties for soil health improvement and sustainable agriculture. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, 8(5), 1256–1267.
- Vacca, A. (2000). Effect of land use on forest floor and soil of a *Quercus suber* L. forest in Gallura (Sardinia, Italy). *Land Degradation & Development*, 11(2), 167–180.
- Van Acker, S. A., Tromp, M. N., Griffioen, D. H., Van Bennekom, W. P., Van Der Vijgh, W. J., & Bast, A. (1996). Structural aspects of antioxidant activity of flavonoids. *Free radical biology and medicine*, 20(3), 331–342.
- van Dam, N. M., & Bouwmeester, H. J. (2016). Metabolomics in the rhizosphere: tapping into belowground chemical communication. *Trends in Plant Science*, 21(3), 256–265.
- Vaughan, M. M., Wang, Q., Webster, F. X., Kiemle, D., Hong, Y. J., Tantillo, D. J., Coates, R. M., Wray, A. T., Askew, W., & O'Donnell, C. (2013). Formation of the unusual semivolatile diterpene rhizathalene by the Arabidopsis class I terpene synthase TPS08 in the root stele is involved in defense against belowground herbivory. *The Plant Cell*, 25(3), 1108–1125.
- Verdaguer, D., Casero, P. J., & Molinas, M. (2000). Lateral root development in a woody plant, *Quercus suber* L.(cork oak). *Canadian Journal of Botany*, 78(9), 1125–1135.
- Vessella, F., López-Tirado, J., Simeone, M. C., Schirone, B., & Hidalgo, P. J. (2017). A tree species range in the face of climate change: cork oak as a study case for the Mediterranean biome. *European Journal of Forest Research*, 136, 555–569.
- Vessella, F., & Schirone, B. (2022). Forest conservation and restoration using the emberger index: cork Oak as study case. *Forests*, 13(2), 252.
- Viancelli, A., & Michelon, W. (2024). Climate change and nitrogen dynamics: Challenges and strategies for a sustainable future. *Nitrogen*, 5(3), 688–701.
- Vicidomini, C., Palumbo, R., Moccia, M., & Roviello, G. N. (2024). Oxidative Processes and Xenobiotic Metabolism in Plants: Mechanisms of Defense and Potential Therapeutic Implications. *Journal of Xenobiotics*, 14(4), 1541–1569.
- Vierheilig, H., Bago, B., Lerat, S., & Piché, Y. (2002). Shoot produced, light dependent factors are partially involved in the expression of the arbuscular mycorrhizal (AM) status of AM host and non host plants. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science*, 165(1), 21–25.
- Vinha, A. F., Barreira, J. C. M., Costa, A. S. G., & Oliveira, M. B. P. P. (2016). A new age for *Quercus* spp. fruits: review on nutritional and phytochemical composition and related biological activities of acorns. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 15(6), 947–981.
- Vong, A. T., Chong, H. W., & Lim, V. (2018). Preliminary study of the potential extracts from selected plants to improve surface cleaning. *Plants*, 7(1), 17.
- Wang, Q., Li, S., Li, J., & Huang, D. (2024). The utilization and roles of nitrogen in plants. *Forests*, 15(7), 1191.
- Wang, X., Tang, C., Mahony, S., Baldock, J. A., & Butterly, C. R. (2015). Factors affecting the measurement of soil pH buffer capacity: approaches to optimize the methods. *European Journal of Soil Science*, 66(1), 53–64.
- War, A. R., Paulraj, M. G., Ahmad, T., Buhroo, A. A., Hussain, B., Ignacimuthu, S., & Sharma, H. C. (2012). Mechanisms of plant defense against insect herbivores. *Plant Signaling & Behavior*, 7(10), 1306–1320.
- Waterman, P. G., & Mole, S. (1989). *Soil nutrients and plant secondary compounds*.
- Wright, D. M., Jordan, G. J., Lee, W. G., Duncan, R. P., Forsyth, D. M., & Coomes, D. A. (2010). Do

- leaves of plants on phosphorus impoverished soils contain high concentrations of phenolic defence compounds? *Functional Ecology*, 24(1), 52–61.
- Xu, L., & Penner, J. E. (2012). Global simulations of nitrate and ammonium aerosols and their radiative effects. *Atmospheric Chemistry and Physics*, 12(20), 9479–9504.
- Xu, Z., Zhang, T., Wang, S., & Wang, Z. (2020). Soil pH and C/N ratio determines spatial variations in soil microbial communities and enzymatic activities of the agricultural ecosystems in Northeast China: Jilin Province case. *Applied Soil Ecology*, 155, 103629.
- Yarnes, C. T., Boecklen, W. J., Tuominen, K., & Salminen, J.-P. (2006). Defining phytochemical phenotypes: size and shape analysis of phenolic compounds in oaks (Fagaceae, *Quercus*) of the Chihuahuan Desert. *Botany*, 84(8), 1233–1248.
- Yu, K., Stringlis, I. A., van Bentum, S., de Jonge, R., Snoek, B. L., Pieterse, C. M. J., Bakker, P. A. H. M., & Berendsen, R. L. (2021). Transcriptome signatures in *Pseudomonas simiae* WCS417 shed light on role of root-secreted coumarins in *Arabidopsis*-mutualist communication. *Microorganisms*, 9(3), 575.
- Yuan, Y., Liu, Y., Wu, C., Chen, S., Wang, Z., Yang, Z., Qin, S., & Huang, L. (2012). *Water deficit affected flavonoid accumulation by regulating hormone metabolism in Scutellaria baicalensis Georgi roots.*
- Zagoskina, N. V., Zubova, M. Y., Nechaeva, T. L., Kazantseva, V. V., Goncharuk, E. A., Katanskaya, V. M., Baranova, E. N., & Aksenova, M. A. (2023). Polyphenols in plants: Structure, biosynthesis, abiotic stress regulation, and practical applications. *International Journal of Molecular Sciences*, 24(18), 13874.
- Zahedi, S. M., Karimi, M., & Venditti, A. (2021). Plants adapted to arid areas: specialized metabolites. *Natural Product Research*, 35(19), 3314–3331.
- Zandalinas, S. I., Sales, C., Beltrán, J., Gómez-Cadenas, A., & Arbona, V. (2017). Activation of secondary metabolism in citrus plants is associated to sensitivity to combined drought and high temperatures. *Frontiers in Plant Science*, 7, 1954.
- Zargoosh, Z., Ghavam, M., Bacchetta, G., & Tavili, A. (2019). Effects of ecological factors on the antioxidant potential and total phenol content of *Scrophularia striata* Boiss. *Scientific Reports*, 9(1), 16021.
- Zeilinger, S., Gruber, S., Bansal, R., & Mukherjee, P. K. (2016). Secondary metabolism in *Trichoderma*-chemistry meets genomics. *Fungal Biology Reviews*, 30(2), 74–90.
- Zhang, N., Yang, D., Wang, D., Miao, Y., Shao, J., Zhou, X., Xu, Z., Li, Q., Feng, H., & Li, S. (2015). Whole transcriptomic analysis of the plant-beneficial rhizobacterium *Bacillus amyloliquefaciens* SQR9 during enhanced biofilm formation regulated by maize root exudates. *BMC Genomics*, 16, 1–20.
- Zhang, P., Huang, H., Liu, W., & Zhang, C. (2017). Physiological mechanisms of a wetland plant (*Echinodorus osiris* Rataj) to cadmium detoxification. *Environmental Science and Pollution Research*, 24, 21859–21866.
- Zheng, Q., Chen, W., Luo, M., Xu, L., Zhang, Q., & Luo, Z. (2021). Comparative transcriptome analysis reveals regulatory network and regulators associated with proanthocyanidin accumulation in persimmon. *BMC Plant Biology*, 21, 1–16.
- Zeng, Y., Zhou, W., Yu, J., Zhao, L., Wang, K., Hu, Z., & Liu, X. (2023). By-products of fruit and vegetables: Antioxidant properties of extractable and non-extractable phenolic compounds. *Antioxidants*, 12(2), 418.
- Zhou, L., Ullah, F., Zou, J., & Zeng, X. (2025). Molecular and Physiological Responses of Plants that Enhance Cold Tolerance. *International Journal of Molecular Sciences*, 26(3), 1157.
- Zhou, Y., Jiang, Z., Lu, H., Xu, Z., Tong, R., Shi, J., & Jia, G. (2019). Recent advances of natural polyphenols activators for Keap1 Nrf2 signaling pathway. *Chemistry & Biodiversity*, 16(11), e1900400.

# **Annexes**

## Article

# Seasonal and Edaphic Modulation Influences the Phenolic Contents and Antioxidant Activity in Cork Oak (*Quercus suber* L.): Evidence from the Algerian Mediterranean Forest

Melia Hoceini-Bentaha <sup>1</sup>, Saliha Kadi-Bennane <sup>2</sup> , Mohand Ouidir Boussoum <sup>3</sup>, El-Hafid Nabti <sup>4</sup> , Nassima Kadir <sup>5</sup>, Nadjet Mestar-Guechaoui <sup>6</sup>, Nasir A. Ibrahim <sup>7,\*</sup> , Mohammed Saad Aleissa <sup>7</sup>, Nosiba S. Basher <sup>7</sup> , Malika Boudiaf <sup>2</sup>, Lamia Trabelsi <sup>8</sup> and Karim Houali <sup>6</sup> 

- <sup>1</sup> Laboratory of Agro-Biotechnology and Nutrition in Semi-Arid Areas, Department of Nature and Life Sciences, Faculty of Natural and Life Sciences, Ibn Khaldoun University, Tiaret 14000, Algeria; melia.hoceini@univ-tiaret.dz
  - <sup>2</sup> Department of Agronomic Sciences, Faculty of Biological Sciences and Agronomical Sciences, Mouloud Mammeri University, Tizi-Ouzou 15000, Algeria; kadilynda@yahoo.fr (S.K.-B.)
  - <sup>3</sup> Laboratory of Biodiversity, Health, and Valorization of Biological Resources, Department of Natural and Life Sciences, Faculty of Natural and Life Sciences, Ibn Khaldoun University, Tiaret 14000, Algeria; idir\_boussoum@yahoo.fr
  - <sup>4</sup> Laboratoire de Maitrise Des Energies Renouvelables, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, Université de Bejaia, Bejaia 06000, Algeria; el-hafid.nabti@univ-bejaia.dz
  - <sup>5</sup> Department of Biology, Faculty of Natural and Life Sciences, Saad Dahlab University—Blida 1, Ouled Yaich 9000, Algeria; kadirnassima@yahoo.fr
  - <sup>6</sup> Laboratory of Applied Biochemistry and Biotechnology (LABAB), Faculty of Biological Sciences and Agronomical Sciences, Mouloud Mammeri University, Tizi-Ouzou 15000, Algeria; n.mestar@yahoo.com (N.M.-G.); karim.houali@ummto.dz (K.H.)
  - <sup>7</sup> Biology Department, College of Science, Imam Mohammad Ibn Saud Islamic University (IMSIU), Riyadh 11623, Saudi Arabia; msaleissa@imamu.edu.sa (M.S.A.); nsbasher@imamu.edu.sa (N.S.B.)
  - <sup>8</sup> Marine Biodiversity Laboratory, National Institute of Marine Sciences and Technology (INSTM), University of Carthage, Tunis 1054, Tunisia; lamia.trabelsi@instm.rnrt.tn
- \* Correspondence: naabdalheim@imamu.edu.sa



Received: 24 April 2025

Revised: 21 May 2025

Accepted: 27 May 2025

Published: 28 May 2025

**Citation:** Hoceini-Bentaha, M.; Kadi-Bennane, S.; Boussoum, M.O.; Nabti, E.-H.; Kadir, N.; Mestar-Guechaoui, N.; Ibrahim, N.A.; Aleissa, M.S.; Basher, N.S.; Boudiaf, M.; et al. Seasonal and Edaphic Modulation Influences the Phenolic Contents and Antioxidant Activity in Cork Oak (*Quercus suber* L.): Evidence from the Algerian Mediterranean Forest. *Forests* **2025**, *16*, 906. <https://doi.org/10.3390/f16060906>

**Copyright:** © 2025 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

**Abstract:** The cork oak (*Quercus suber* L.), an emblematic species of Mediterranean biodiversity, is the focus of this study, which aimed to characterize the relationships between abiotic factors and variations in its secondary metabolites. Rhizospheric soil samples (collected at two depths: 0–15 cm and 15–25 cm), roots, and leaves were gathered in Azouza forest (Kabylia, Algeria) during the winter and summer seasons of 2019. Analyses were conducted on total polyphenol (TPP), flavonoid (FLAV), and tannin (TT) contents, and their antioxidant activities were assessed using DPPH, FRAP, and TAC assays. The results reveal seasonal and soil-depth variability, with the highest concentrations observed in leaves (170.2 mg GAE/g DW for TPP, 14.15 mg TAE/g DW for TT, and 6.4 mg QE/g DW for FLAV). Antioxidant activity was also more pronounced in leaves, with IC<sub>50</sub> values of 130.90 µg/mL (DPPH) and 61.22 µg/mL (FRAP). Roots from the deeper layer (15–25 cm) exhibited higher phenolic compound levels and greater antioxidant activity compared to those from the superficial layer (0–15 cm). Principal component analysis showed that 93% of the variance was explained by seasonal factors and sampling depth, confirming their key role in secondary metabolite synthesis and biological activity. The cork oak’s biochemical adaptability to environmental changes reveals climate adaptation strategies, highlighting soil–plant influences on its metabolic responses in Mediterranean ecosystems.

**Keywords:** *Quercus suber* L.; secondary metabolites; antioxidant activity; soil–plant interactions; Mediterranean forest

## 1. Introduction

The Mediterranean region is recognized as one of the world's 36 biodiversity hotspots [1]. However, intensifying climate change in recent decades has posed significant threats to the tree species native to this region [2]. These species have developed various adaptive mechanisms, including the production of secondary metabolites, which play a crucial role in their response to environmental stress [3]. The accumulation of phenolic compounds in plant tissues represents an adaptive strategy that enhances ecological resilience [4]. Secondary metabolites are economically important as they serve various functions, including use as medicines, flavors, fragrances, dyes, pigments, pesticides, and food additives. The commercial significance of these compounds is of great interest to both the pharmaceutical and food industries [5].

Studying the plant metabolome provides an excellent biochemical profiling tool for understanding how plants respond to changing environmental conditions [6]. In the context of ecosystem dynamics, long-lived trees produce a diverse array of secondary metabolites through different biosynthetic pathways [7]. These metabolites serve multiple functions, and different plant species may exhibit distinct natural product profiles that reflect phenotypic plasticity in response to environmental pressures [8]. Furthermore, plant growth and development are largely mediated by the endogenous levels of these secondary metabolites, which accumulate in response to various signaling molecules. Environmental factors significantly influence the synthesis and subsequent accumulation of secondary metabolites, and any change in these factors can lead to perturbations in the biosynthesis of plant secondary metabolites [9].

The cork oak (*Quercus suber* L.), a member of the Fagaceae family, is one of the most important forest species in the Mediterranean Basin. Native to the western Mediterranean region, it is primarily found in southwestern Europe and northwestern Africa [10]. Cork production grants it significant biological, ecological, and socioeconomic value, while also contributing substantially to soil conservation and carbon sequestration [11]. Although *Q. suber* is a long-lived species that regularly undergoes bark harvesting, cork—its most highly valued forest product—also serves as an important carbon sink, consuming minimal water [12]. This sclerophyllous evergreen tree species is well-adapted to endure numerous stresses that frequently occur concurrently in the Mediterranean region [13]. The plasticity of *Q. suber* has been identified as a trait that enhances its tolerance to drought, cold, and shade [14].

However, the severe decline in cork oak forests observed in recent decades has led to detrimental consequences at multiple ecosystem scales. Although cork oak woodlands have decreased by nearly half, they still represent about one-third of the total forested area [15]. This decline is attributed to inadequate forest management practices and the growing impacts of climate change. Cork oak faces numerous biotic (diseases, pests) and abiotic (thermal fluctuations, water stress) pressures [16]. Environmental factors significantly affect plant growth and the biosynthesis of secondary metabolites. Numerous studies have highlighted the remarkable richness of phenolic compounds in cork oak, particularly in low-molecular-weight secondary metabolites [17–19]. Plant growth and productivity are negatively affected by temperature extremes, salinity, and drought stress [9].

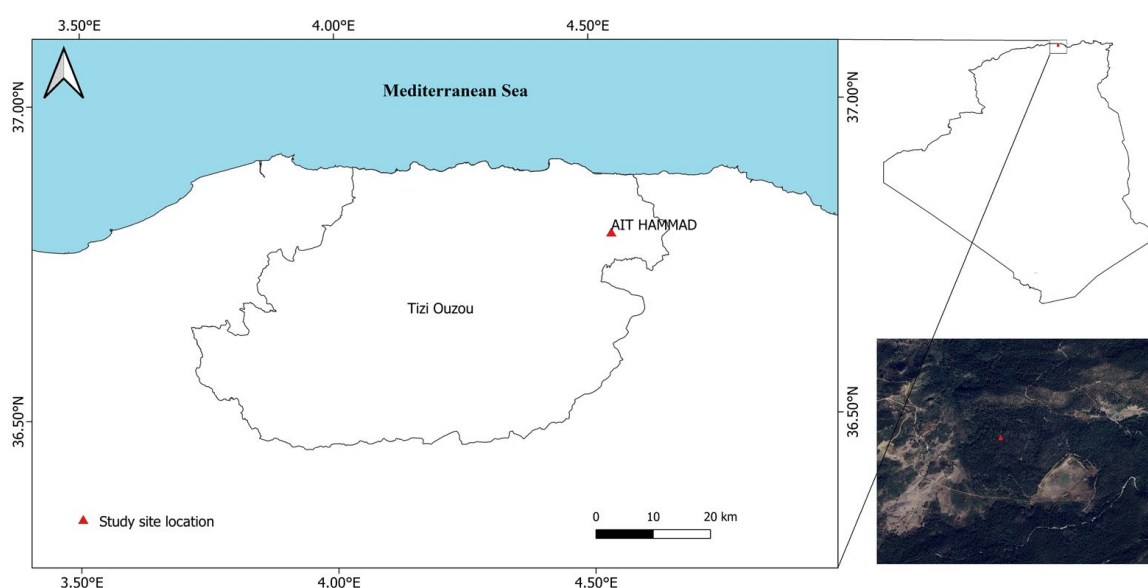
Recent studies have emphasized the urgent need to establish conservation and sustainable management strategies to preserve these ecosystems, particularly in light of climate projections predicting worsening environmental conditions [20–22]. Algeria contributes approximately 5% of global cork production, with around 220,000 hectares of cork oak forests [23]. However, an alarming degradation of cork oak stands has been observed in recent years [24].

This study aimed to assess the phenolic composition of cork oak in relation to various abiotic factors, including drought, cold, and soil physicochemical properties. We analyzed seasonal variations in phenolic compounds in leaves, roots, and rhizospheric soil during summer and winter. Additionally, we evaluated the antioxidant potential of plant extracts under hydric and thermal stress conditions. Correlations between biochemical parameters and environmental factors were established using principal component analysis (PCA).

## 2. Materials and Methods

### 2.1. Study Site

The study was conducted on samples collected from Ait Hammad station, located in northern Algeria within the Azouza State Forest (Zekri municipality), approximately 75 km from the provincial capital of Tizi-Ouzou. The site is bounded by Tigrin Forest in the North, Beni Zekki in the South, Azazga in the West, and Sidi Aissa in the East (Figure 1).



**Figure 1.** Location map of the study area (QGIS 3.10.10).

The geographical coordinates and climatic data are presented in Tables 1 and 2.

**Table 1.** Geographical coordinates of the study site.

Station Name	Altitude (m)	Latitude	Longitude	Slope (°)	Orientation
Ait Hammad	800	N36°47'24.8"	E004°32'40.1"	0	NE

**Table 2.** Climatic data of the study site.

Station Name	Mean Temperature (°C)		Precipitation (mm)	
	Winter (January)	Summer (July)	Winter (January)	Summer (July)
Ait Hammad	8.37	25.32	67.98	14.66

### 2.2. Sampling

The sampling procedure targeted 10 even-aged high forest trees at the study site. Leaves were sampled from the mid- and inner-canopy positions of the trees, covering all four cardinal directions. Root systems and associated rhizospheric soil (RS) samples were obtained at two distinct depth intervals: 0–15 cm (D1) and 15–25 cm (D2). Soil collection



followed a standardized protocol using a 625 cm<sup>3</sup> quadrat, with sampling conducted at four cardinal points beneath each tree's canopy [25].

All plant specimens (leaves and roots) were preserved in paper sampling bags, while soil samples were immediately sealed in polyethylene bags to maintain integrity. Each sample was properly labeled before transport to the laboratory for subsequent analysis.

The plant material was air-dried, ground to powder using an electric mill, and subsequently stored in glass containers. The soil was processed separately: following air-drying, it was sieved through a 2 mm mesh screen.

### 2.3. Soil Analysis

#### 2.3.1. Physicochemical Characterization of Rhizospheric Soil

Soil samples underwent standardized physicochemical analysis [26]. The particle size distribution was determined using the Robinson pipette method following sodium hexametaphosphate dispersion, in accordance with ISO 11277:2020 [27,28]. Clay and fine silt fractions were isolated using the Aubert settling method [29], a validated technique for soil characterization [30]. The soil pH and electrical conductivity (EC) of saturated extracts were measured using digital pH and conductivity meters (HI-9811, Hanna Instruments, Woonsocket, RI, USA) at soil/water ratios of 1:2.5 and 1:5, respectively. Available phosphorus (P) was quantified via Olsen's spectrophotometric method [31]. Carbon content was determined using the loss on ignition (LOI) method [32]. The Kjeldahl method quantifies total nitrogen by converting organic and inorganic nitrogen into ammonium sulfate through acid digestion. The resulting ammonium is then released as ammonia via alkaline distillation and captured in a receiving solution. Finally, the amount of ammonia is determined by titration, allowing for the calculation of the total nitrogen content in the sample [33]. Soil moisture was measured using a hygrometric probe (Hanna Instruments), allowing for an in situ assessment of the volumetric water content.

#### 2.3.2. Total Polyphenol Content (TPC) Determination

Total soil polyphenol content was determined using a modified Dallali protocol [34]. Briefly, 2 g of dried soil was mixed with 20 mL methanol/water (70:30 *v/v*), shaken for 30 min at 25 °C, then centrifuged (5000× *g*, 10 min, 3×). The evaporated extract was stored at 4 °C.

TPC was measured following the protocol of Blum et al. (1991) [35]; 0.5 mL soil extract was mixed with 4.5 mL distilled water, 0.75 mL 1.9 M Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, and 0.25 mL Folin–Ciocalteu reagent (Sigma, Darmstadt, Germany). After 1 h of dark incubation at room temperature, absorbance was measured at 750 nm [36]. Gallic acid served as calibration standard [37].

### 2.4. Plant Material Analysis

#### 2.4.1. Plant Extract Preparation

Powdered plant material (roots/leaves, 2.5 g) was extracted with 25 mL 70% methanol, shaken (30 min), then macerated (24 h). After triple centrifugation (5000× *g*, 10 min), the supernatant was evaporated and stored at 4 °C [38,39].

#### 2.4.2. Quantitative Analyses

##### Total Polyphenol Content

TPC was determined using Folin–Ciocalteu assay with a gallic acid standard. A 200 µL extract was mixed with 1 mL diluted Folin–Ciocalteu reagent, followed by 800 µL 75% Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> after 4 min. After 2 h of dark incubation, absorbance was measured at 765 nm [40,41]. The results are expressed as mg gallic acid equivalents per g dry weight (mg GAE/g DW).



### Total Tannin Content

Tannins were quantified via protein precipitation [42]. A 500 µL extract was incubated (4 °C, 24 h) with 1 mL bovine serum albumin (BSA) and then centrifuged (950× g, 15 min). The precipitate was dissolved in 2 mL SDS-TEA solution with 500 µL FeCl<sub>3</sub>, incubated (15 min dark), and read at 510 nm [43]. Tannic acid standard curve (400–2000 µg/mL) was used, with results expressed as mg tannic acid equivalents/g DW (mg TAE/g DW).

### Total Flavonoid Content

Flavonoids were measured following Fattahi et al. (2014) [44]. A 0.5 mL extract was mixed with 1.5 mL methanol, 0.1 mL 10% AlCl<sub>3</sub>, 0.1 mL 1M CH<sub>3</sub>COOK, and 2.8 mL water. After 30 min of incubation, absorbance was read at 415 nm using quercetin standard (10–100 µg/mL). The results are expressed as mg quercetin equivalents/g DW (mg QE/g DW).

## 2.5. Antioxidant Properties

### 2.5.1. DPPH Radical Scavenging Assay

DPPH scavenging was measured following Smith et al. (2020) [45]. Extract concentrations (10–450 µg/mL) were mixed with 1 mL 0.1 mM DPPH, incubated (30 min dark), and read at 517 nm. Vitamin C (10–140 µg/mL) served as a control. Inhibition percentage was calculated:  $I\% = [(Ac - Ae)/Ac] \times 100$  [46]. IC<sub>50</sub> values (µg/mL) represent concentrations scavenging 50% DPPH radicals.

### 2.5.2. Ferric Reducing Antioxidant Power (FRAP)

FRAP was assessed via Fe<sup>3+</sup> reduction; extract dilutions (5–100 µL/mL) were mixed with phosphate buffer and potassium ferricyanide, incubated (50 °C, 20 min), and then reacted with FeCl<sub>3</sub> [47]. Absorbance was read at 700 nm against an ascorbic acid standard (5–60 µg/mL).

### 2.5.3. Total Antioxidant Capacity (TAC)

TAC was determined using phosphomolybdenum assay; extract concentrations (50–500 µg/mL; winter leaves 50–700 µg/mL) were mixed with molybdate reagent, incubated (95 °C, 90 min), and read at 695 nm [48]. Vitamin C (50–300 µg/mL) served as a reference.

## 2.6. Statistical Analysis

Data were analyzed by one-way ANOVA ( $p < 0.05$ ) with Tukey's post hoc test using R Commander (v3.1). Principal component analysis (PCA) was performed with Statbox AGRI software to evaluate *Q. suber* responses to edapho-climatic parameters and phytochemical composition.

## 3. Results

### 3.1. Rhizospheric Soil Analysis

Table 3 presents the physicochemical characteristics of the soil. Soil moisture (SM) was measured when the soil profile was opened in summer, for both depths (D1 and D2). SMD1% = 50.87%, SMD2% = 81.85%.

An analysis of the physical parameters of the rhizospheric soil at the two studied depths revealed a sandy-loamy texture with a low clay content. The chemical properties indicated acidic soil, with pH values ranging between 4.93 and 5.36. A significant variation in pH ( $p = 0.043$ ) was observed between the D1 (0–15 cm) and D2 (15–25 cm) horizons, with higher values in the D2 horizon during winter.

**Table 3.** Physicochemical analysis results of rhizospheric soil samples.

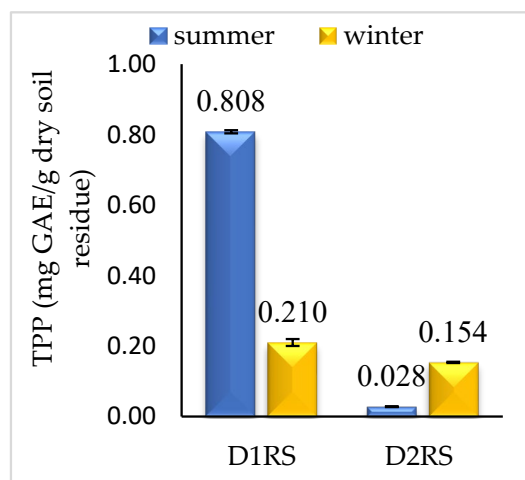
	Summer		Winter		<i>p</i> Value Soil Depth
Soil depth	D1	D2	D1	D2	
pH-water	5.27 ± 0.43 <sup>ab</sup>	4.93 ± 0.41 <sup>a</sup>	5.36 ± 0.31 <sup>b</sup>	5.25 ± 0.14 <sup>ab</sup>	0.043 *
EC (ds/m)	0.92 ± 0.34 <sup>b</sup>	0.33 ± 0.07 <sup>a</sup>	2.58 ± 0.78 <sup>c</sup>	0.7 ± 0.31 <sup>ab</sup>	0.000 ***
C %	7.02 ± 1.83	2.59 ± 0.5	12.87 ± 2.49	3.39 ± 0.93	0.000 ***
N %	0.43 ± 0.5	0.17 ± 0.09	0.38 ± 0.12	0.22 ± 0.11	0.000 ***
C/N	16.33 ± 2.43 <sup>a</sup>	15.22 ± 6.02 <sup>a</sup>	33.88 ± 15.89 <sup>b</sup>	15.39 ± 5.58 <sup>a</sup>	0.000 ***
P (g/Kg)	1.73 × 10 <sup>−4</sup> ± 0.14 <sup>b</sup>	1.66 × 10 <sup>−4</sup> ± 0.167 <sup>b</sup>	0.4 × 10 <sup>−4</sup> ± 0.033 <sup>a</sup>	0.44 × 10 <sup>−4</sup> ± 0.035 <sup>a</sup>	0.009 **
Si %	47.97 ± 14.61 <sup>a</sup>	44.51 ± 14.73 <sup>a</sup>	54.11 ± 18.4 <sup>a</sup>	47.09 ± 12.81 <sup>a</sup>	0.553
S %	51.91 ± 4.62 <sup>a</sup>	55.37 ± 14.73 <sup>a</sup>	45.76 ± 18.41 <sup>a</sup>	52.77 ± 12.85 <sup>a</sup>	0.553
CL %	0.12 ± 0.04 <sup>a</sup>	0.12 ± 0.04 <sup>a</sup>	0.13 ± 0.05 <sup>a</sup>	0.14 ± 0.05 <sup>a</sup>	0.734

D1: rhizospheric soil at 0–15 cm depth/D2: rhizospheric soil at 15–25 cm depth/pH-H<sub>2</sub>O: hydrogen potential of water/EC: Electrical Conductivity/C: organic carbon, N: total nitrogen, C/N: Carbon/Nitrogen/P: Phosphorus/Clay: CL/Sand: S/Silt: SI/. \* statistically significant; \*\* very statistically significant; \*\*\* highly statistically significant; <sup>a–c</sup> are the three different static groups obtained after analysis.

Electrical conductivity (EC) showed a significant variation ( $p = 0.0001$ ) between horizons, with mean values of 0.92 and 2.58 dS/m for D1 and D2, respectively. Carbon and total nitrogen contents exhibited highly significant variation between soil depths across both seasons ( $p < 0.0001$ ). Mean carbon concentrations ranged from 2.59% to 12.87%, while total nitrogen levels varied from 0.17% to 0.53%.

The carbon-to-nitrogen ratio (C/N) exhibited significant differences ( $p = 0.0001$ ) between horizons in summer, as well as between D1 and D2 in winter. The high C/N ratio ( $33.88 \pm 15.89$ ) in the D1 horizon during winter suggests slow organic matter decomposition. The cork oak forest soil had a low available phosphorus content with significant seasonal differences ( $p = 0.0001$ ):  $1.73 \times 10^{-4} \pm 0.14$  g/Kg in summer compared to only  $0.44 \times 10^{-4} \pm 0.035$  g/Kg in winter.

The total polyphenol content in the rhizospheric soil was negatively influenced by the winter season and depth. Significant differences ( $p = 0.00001$ ) were observed between rhizospheric soil at a 0–15 cm depth (D1RS) in summer (0.808 mg GAE/g) and D1RS in winter (0.210 mg GAE/g) compared to rhizospheric soil at a 15–25 cm depth (D2RS) in summer (0.028 mg GAE/g) and D2RS in winter (0.154 mg GAE/g soil) (Figure 2).



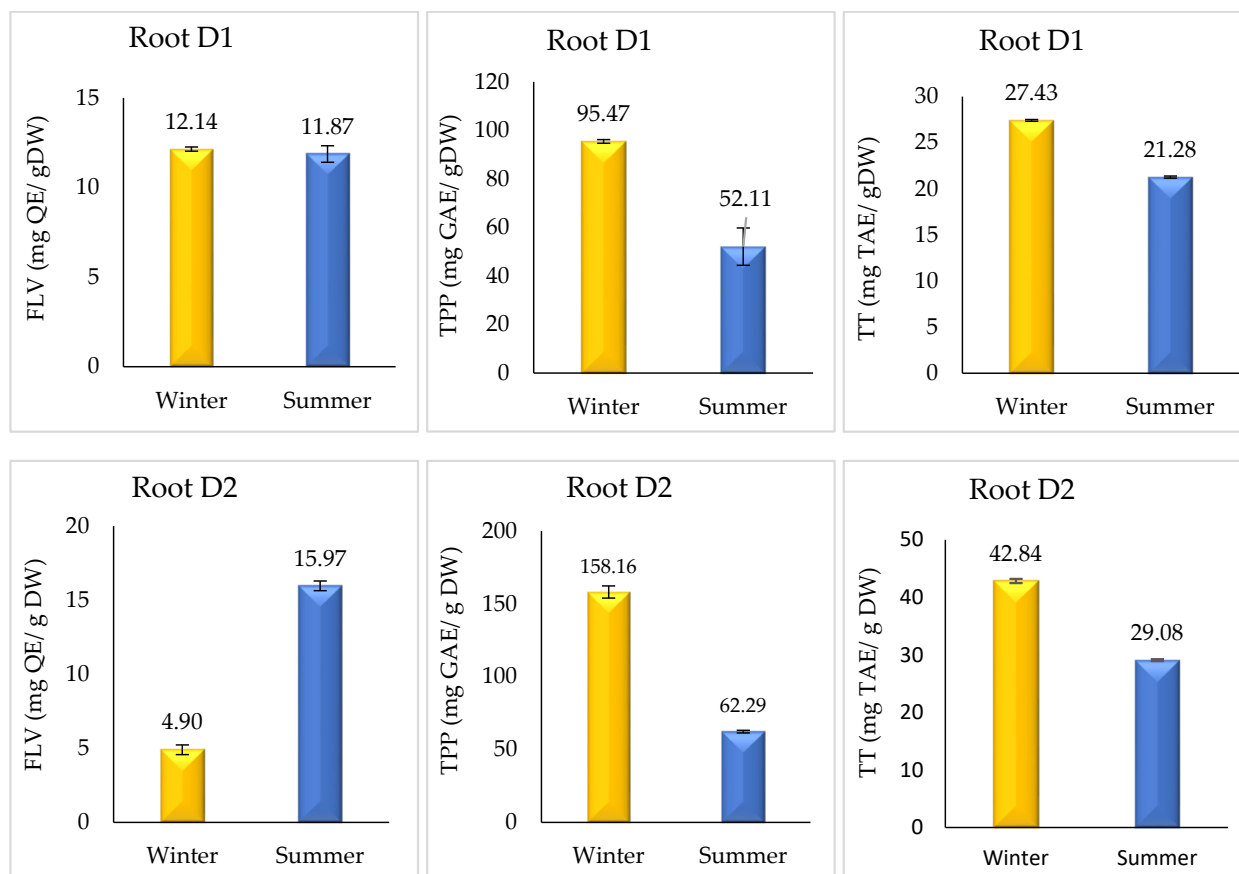
**Figure 2.** Total polyphenol content in the rhizospheric soil of cork oak (*Q. suber*) (D1RS: rhizospheric soil at 0–15 cm depth; D2RS: rhizospheric soil at 15–25 cm depth).

### 3.2. Plant Material Analysis

#### 3.2.1. Chemical Composition

##### Roots

The quantification of secondary metabolites revealed the presence of three main classes of compounds in the roots: polyphenols, flavonoids, and tannins. Significant variations ( $p = 0.001$ ) were observed in total polyphenols, total tannins, and flavonoid contents, modulated by season and depth. However, no significant differences were found in polyphenol and flavonoid concentrations between Root D1 and Root D2 roots in summer, nor between Root D1 in winter and Root D2 in summer (Figure 3).



**Figure 3.** Total polyphenol, flavonoid, and tannin contents in roots of *Q. suber* (D1: root of 0–15 cm depth/D2: root of 15–25 cm depth/FLV: flavonoid/TPP: total polyphenol/TT: tannin).

A phytochemical analysis revealed distinct seasonal patterns in secondary metabolite accumulation within root systems. Total polyphenol and tannin concentrations were consistently elevated during the winter months at both soil depths examined (D1 and D2) (Figure 3). However, flavonoid accumulation exhibited a contrasting pattern at the D2 depth level, with significantly higher concentrations observed during summer compared to winter (Figure 3).

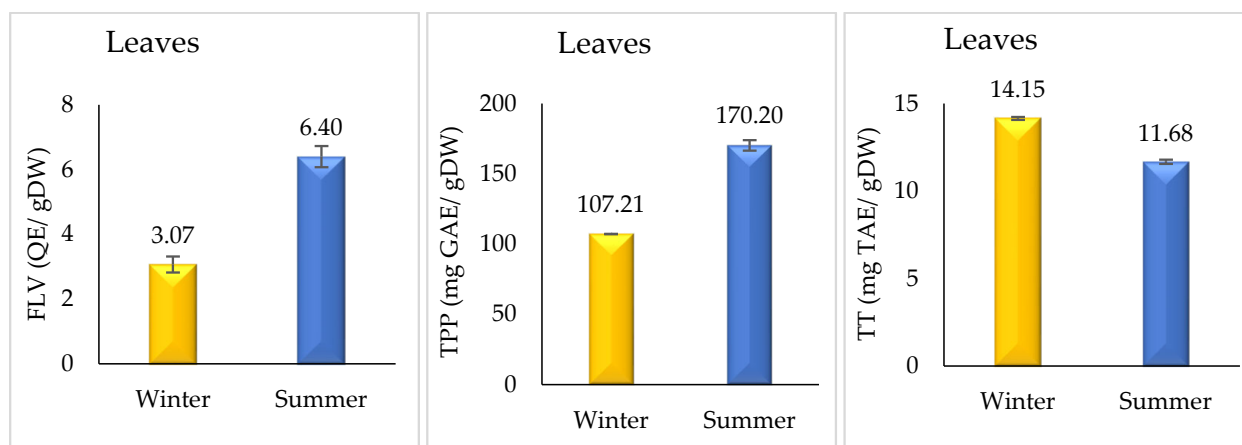
Roots collected at 15–25 cm depth (RD2) showed significantly higher ( $p = 0.0001$ ) concentrations of total polyphenols, total tannins, and flavonoids compared to those from 0–15 cm (RD1). However, flavonoid content was greater in RD1 samples than in RD2 during winter.

Total polyphenol concentrations in RD2 roots exhibited a strong seasonal variation:  $158.16 \pm 4.2$  mg GAE/g DW in summer versus  $62.29 \pm 0.94$  mg GAE/g DW in winter, representing a 60.6% decrease; RD1 roots showed  $95.47 \pm 0.78$  mg GAE/g DW in summer and  $52.11 \pm 7.69$  mg GAE/g DW in winter (45.4% reduction), suggesting a significant

environmental influence on their biosynthesis (Figure 3). Cork oak roots contained tannins ranging significantly from  $21.28 \pm 0.12$  to  $42.84 \pm 0.36$  mg TAE/g DW (Figure 3), with particularly high winter concentrations:  $27.43 \pm 0.1$  mg TAE/g DW for RD1 and  $42.84 \pm 0.36$  mg TAE/g DW for RD2. Flavonoids were also detected in the root extracts; although their concentrations were modest relative to TPP and tannins, they displayed significant seasonal fluctuations. RD2 roots displayed notable summer increases ( $15.97 \pm 0.4$  mg QE/g DW), threefold higher than winter levels ( $4.9 \pm 0.4$  mg QE/g DW,  $p = 0.0001$ ), while RD1 maintained relatively stable concentrations ( $\sim 12$  mg QE/g DW) regardless of season (Figure 3).

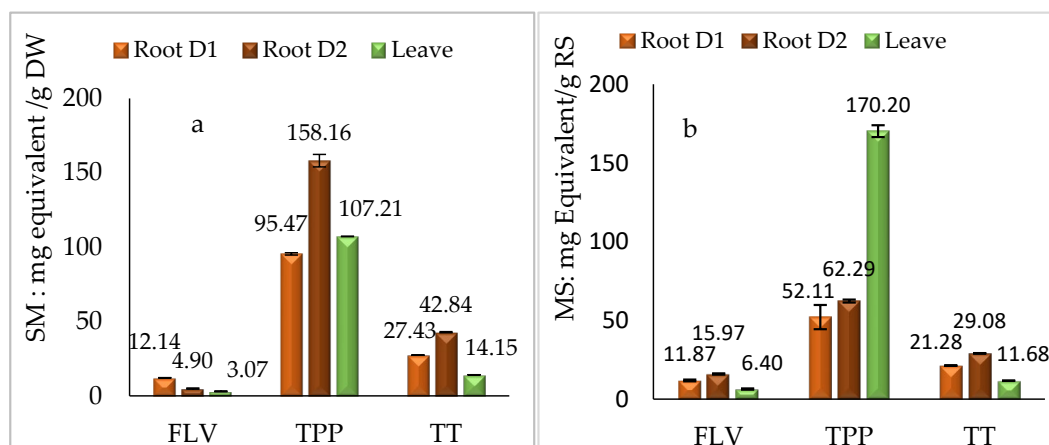
#### Leaves

The quantitative analysis reveals highly significant seasonal fluctuations ( $p < 0.001$ , ANOVA) in foliar secondary metabolite accumulation in *Q. suber* (Figure 4). Notably, we observed a distinct seasonal partitioning of phenolic compounds: flavonoid (FLV) and total polyphenol (TPP) concentrations were significantly elevated during summer (FLV:  $3.07 \pm 0.5$  mg QE/g DW, +52.46%; TPP:  $170.21 \pm 8.1$  mg GAE/g DW, +37%;  $p < 0.001$ , Tukey's), contrasting with a marked winter accumulation of condensed tannins (TT:  $14.15 \pm 1.2$  mg TAE/g DW, +17.45% versus summer levels;  $p < 0.001$ ) (Figure 4).



**Figure 4.** Flavonoid, total polyphenol, and tannin contents in leaves of *Q. suber*.

In each season, a significant difference between roots D1, D2, and Leave ( $p < 0.05$ ) was observed, except for TPP in summer, where the difference was only significant between roots (D1 and D2) with Leave ( $p < 0.05$ ) (Figure 5). The results show a highly significant differential distribution ( $p < 0.001$ , Tukey test) of phenolic compounds between aerial and underground tissues. An analysis revealed that roots at the D2 stage had significantly higher concentrations of total polyphenols (TPP:  $158.16 \pm 4.9$  mg GAE/g DW) and condensed tannins (TT:  $42.84 \pm 0.36$  mg TAE/g DW) compared to D1 roots (TPP:  $95.47 \pm 0.78$  mg GAE/g DW; TT:  $27.43 \pm 0.1$  mg TAE/g DW) and foliar tissues (TPP:  $107.21 \pm 0.13$  mg TAE/g DW; TT:  $14.15 \pm 0.09$  mg TAE/g DW). Notably, we observed an inverse accumulation pattern for flavonoids, which were preferentially concentrated in D1 roots ( $12.14 \pm 0.14$  mg QE/g DW), showing a significant 45.7% reduction in D2 root ( $4.9 \pm 0.4$  mg QE/g DW) (Figure 5).



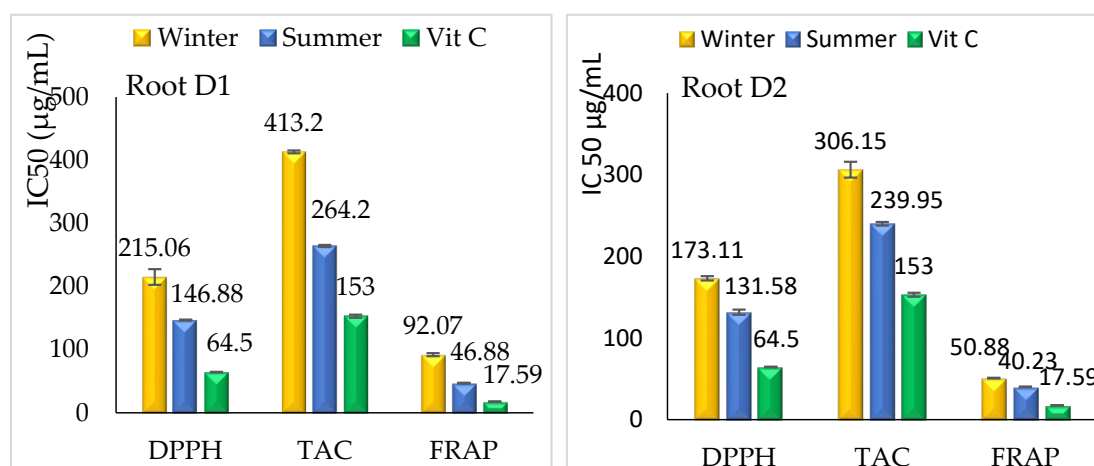
**Figure 5.** Distribution of flavonoid (FLV), total polyphenol (TPP), and tannin (TT) contents for leaves and root tissues of *Q. suber*. (a): winter season, (b): summer season.

### 3.2.2. Antioxidant Activity

A comparative analysis of seasonal antioxidant activity in *Q. suber* tissues revealed a significantly ( $p = 0.001$ ) elevated free radical scavenging capacity during summer months relative to winter periods ( $p < 0.001$ ). Both foliar and root tissues exhibited consistent seasonal patterns across all three assay systems. However, all three phytochemical assays (polyphenols, flavonoids, and tannins) revealed pronounced seasonal variations in antioxidant capacity. Quantitative evaluation using half-maximal inhibitory concentration (IC<sub>50</sub>) measurements demonstrated moderate antioxidant efficacy when compared to standard references such as vitamin C. These findings confirm the presence of bioactive compounds throughout the plant while highlighting their dynamic nature across seasons.

#### Roots

During both seasons, deep root extracts (RD2) exhibited superior antioxidant activity compared to surface roots (RD1) (Figure 6).



**Figure 6.** IC<sub>50</sub> values from three antioxidant assays (DPPH, FRAP, TAC) for *Q. suber* roots (D1: 0–15 cm depth, D2: 15–25 cm depth), compared with ascorbic acid as a reference standard.

The DPPH (2,2-diphenyl 1-picrylhydrazyle) assay revealed significant ( $p = 0.0001$ ) depth- and season-dependent variations in radical scavenging capacity. Summer extracts exhibited higher antioxidant potency, with IC<sub>50</sub> values of  $131.58 \pm 3.22$  µg/mL (Root D2) and  $146.88 \pm 0.77$  µg/mL (Root D1), whereas winter extracts showed a marked reduction

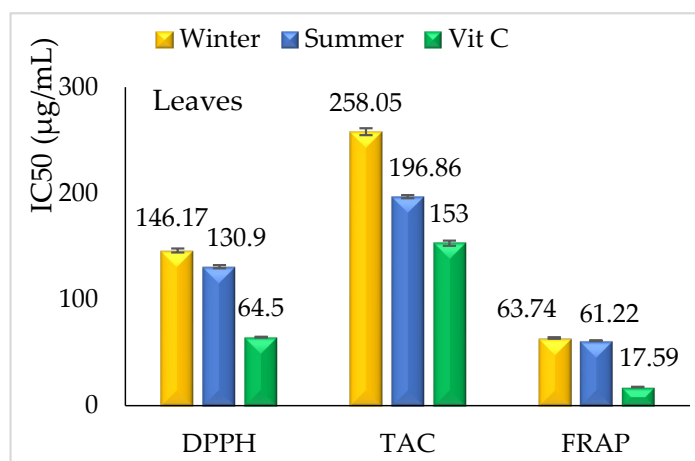
in activity, requiring significantly higher concentrations ( $173.11 \pm 2.64 \mu\text{g/mL}$  for Root D2 and  $215.06 \pm 12.44 \mu\text{g/mL}$  for Root D1,  $p < 0.0001$ ), indicating a pronounced seasonal decline in free radical scavenging capacity (Figure 6).

The FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) assay showed significant ( $p = 0.0001$ ) differences between Root D2 and Root D1 extracts. Summer samples displayed IC<sub>50</sub> values of  $40.23 \pm 0.26 \mu\text{g/mL}$  (Root D1) and  $46 \pm 0.75 \mu\text{g/mL}$  (Root D2), whereas winter samples exhibited a reversal in antioxidant efficacy, with IC<sub>50</sub> values increasing to  $92.07 \pm 2.41 \mu\text{g/mL}$  (Root D1) and  $50.88 \pm 0.44 \mu\text{g/mL}$  (Root D1) in winter (Figure 6).

TAC (Total Antioxidant Capacity) analysis revealed highly significant ( $p < 0.0001$ ) seasonal and depth-dependent variations. During summer, the IC<sub>50</sub> values for molybdenum reduction were  $266.88 \mu\text{g/mL}$  in RD1 and  $239.95 \mu\text{g/mL}$  in RD2, whereas in winter, these values increased to  $413.20 \mu\text{g/mL}$  (RD1) and  $306.15 \mu\text{g/mL}$  (RD2), indicating a seasonal decline in antioxidant capacity (Figure 6).

### Leaves

*Q. suber* leaf extracts exhibited seasonally variable antioxidant activity, with summer IC<sub>50</sub>  $130.90 \pm 1.48 \mu\text{g/mL}$  versus winter  $146.17 \pm 1.87 \mu\text{g/mL}$  (Figure 7), indicating a mild winter efficacy reduction.



**Figure 7.** IC<sub>50</sub> values from three antioxidant assays (DPPH, FRAP, TAC) for *Q. suber* leaves compared with ascorbic acid.

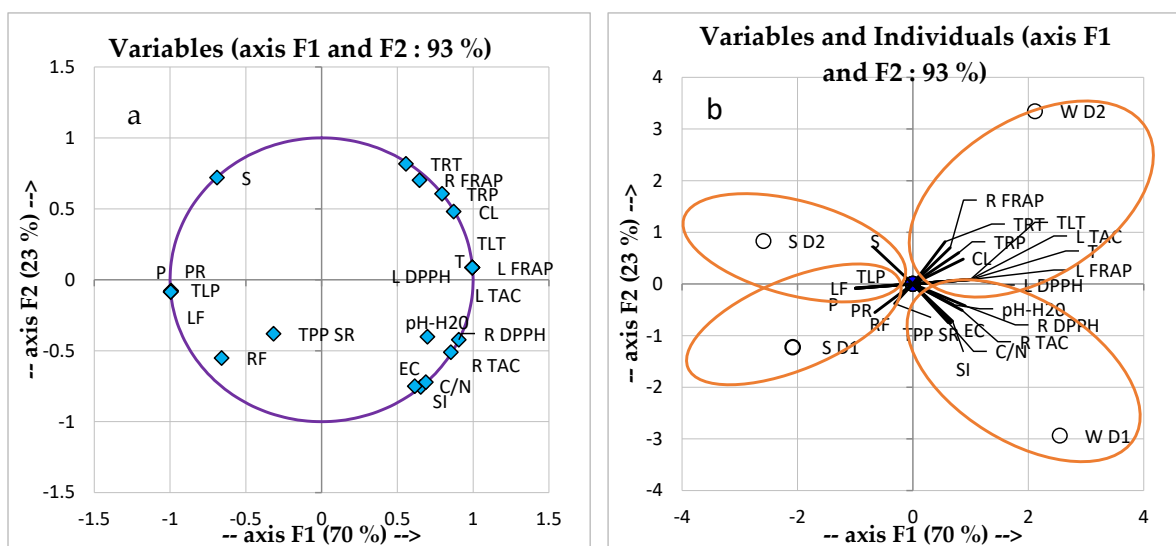
The antioxidant analysis of variance revealed significant seasonal variations ( $p = 0.0001$ ) across all assays. The DPPH radical-scavenging activity showed markedly lower IC<sub>50</sub> values during summer  $130.90 \pm 1.48 \mu\text{g/mL}$  versus  $146.17 \pm 1.87 \mu\text{g/mL}$  in winter, indicating a stronger antioxidant potential in warmer months. This variability showed a positive correlation with total polyphenol content, which was higher in summer months.

The FRAP assay revealed significantly greater activity in summer (IC<sub>50</sub> =  $61.22 \pm 0.42 \mu\text{g/mL}$ ) than in winter ( $63.74 \pm 0.74 \mu\text{g/mL}$ ;  $p = 0.0001$ ).

The winter antioxidant activity (IC<sub>50</sub> =  $258.05 \pm 3.25 \mu\text{g/mL}$ ) while in summer exhibited significantly greater potency (IC<sub>50</sub> =  $196.86 \pm 1.47 \mu\text{g/mL}$ ), as demonstrated by TAC assay.

### 3.3. Statistical Analysis

The principal component analysis (PCA) reveals a clear structuring of the data along two main axes (F1: 70%; F2: 23%), collectively explaining 93% of the total variance (Figure 8).



**Figure 8.** Principal component analysis (PCA) results displayed on the F1  $\times$  F2 plane: (a) projection of all measured variables, including secondary metabolites, antioxidant activities, and edaphic characteristics; (b) analysis of studied variables with consideration of influencing factors such as season and soil depth. This figure illustrates the distribution and relationships of various parameters, highlighting their contributions to the observed variance in the dataset. The axes represent the principal components, with F1 accounting for 70% of the total variance and F2 accounting for 23%, together explaining 93% of the variability in the measured parameters.

**F1 Axis Interpretation:** The F1 axis strongly discriminates between harvest seasons, reflecting the predominant impact of seasonal climatic stresses. **F2 Axis Interpretation:** Simultaneously, the F2 axis organizes variables according to soil depth, highlighting the interaction between climatic and edaphic factors on the one hand and their combined role in modulating metabolic profiles on the other hand.

Therefore, the high explained variance (93%) demonstrates the predominant importance of seasonal variations and the role of pedological characteristics in regulating the metabolic pathways of *Q. suber*. This analysis establishes PCA as a relevant tool for deciphering the complex relationships between environmental variables, and the physiological responses in *Q. suber*.

The investigation of *Q. suber* in Azouza forest reveals a significant soil-mediated control of secondary metabolism. The profiles of secondary metabolism and antioxidant activity in both leaves and roots appear to be modulated by a complex interplay of edaphic and climatic factors. Principal component analysis (PCA) revealed a well-structured distribution of the data, with two principal axes explaining 93% of the total variance (F1: 70%; F2: 23%) (Figure 8).

Seasonal differentiation was clearly observed along the F1 axis, delineating two distinct clusters. The winter profile was characterized by elevated levels of total root polyphenols (TRP), total root tannins (TRT), and root FRAP activity (RFRAP), which were positively correlated with clay content (CL) ( $R = 0.90\text{--}0.99$ ). Additionally, root total antioxidant capacity (RTAC) and root DPPH activity (RDPPH) were positively associated with other soil parameters, including silt content (SI), C/N ratio, and electrical conductivity (EC). Furthermore, a significant positive correlation was observed between low winter temperatures and increased antioxidant activity (DPPH, FRAP, TAC) in both leaf and root tissues, which coincided with an enhanced accumulation of root polyphenols (TRP) and tannins (TLT, TRT). In contrast, the summer cluster was defined by environmental conditions associated with water stress. Under these conditions, strong positive correlations ( $R = 1$ ) were observed between reduced precipitation and phosphorus deficiency, and the enhanced biosynthesis



of leaf polyphenols and flavonoids. Root flavonoid levels also increased, although the correlation was more moderate ( $R = 0.65$ ).

## 4. Discussion

### 4.1. Soil Analysis

A pedological analysis of the forest soils revealed acidic conditions across both sampled depths (D1, D2), consistent with the preferred edaphic range for *Q. suber*, a well-adapted calcifuge species [49]. These findings align with previous reports from Algerian cork oak forests where pH ranged from 4.45 to 6.60 [50].

According to the classification by Mathieu and Pielain (2003) [32], the D1 (0–15 cm) and D2 (15–25 cm) soil layers at the Erudite site are categorized as slightly saline during summer and winter, respectively. This salinity is attributed to a higher influx of saline water compared to drainage capacity, leading to salt accumulation in the soil profile, as also noted by Kalev and Toor (2018) [51]. Humus decomposition patterns showed distinct stratification with surface layers (D1) exhibiting higher C/N ratios characteristic of Mor-type humus and slower organic matter mineralization, while subsurface layers (D2) demonstrated significantly lower C/N ratios ( $p < 0.05$ ), indicating more advanced humification, consistent with patterns reported by Berg et al. (2014) [52]. This pattern likely results from seasonal fluctuations in temperature and precipitation. The decrease in the C/N ratio with depth suggests more advanced humus degradation and stabilization in deeper layers [53]. The turnover process is effectively slowed down, indicating that the cork oak soil studied has a low assimilable phosphorus content. This low availability can be attributed to the soil's acidity, which limits the mobility of phosphate ions (optimal at a pH of 6.5–7) [54].

The analysis demonstrates a significant decrease in soil phenolic content with depth ( $p < 0.001$ ), consistent with previous findings in grassland ecosystems where total polyphenol (TPP) concentrations declined between 10–20 cm and 20–30 cm soil layers [55]. This vertical gradient, which is likely due to the limited leaching of phenolic compounds into deeper layers, further demonstrated that the release of secondary metabolites into the soil intensifies during drought periods [56,57]. TPP levels are also influenced by the input of above- and belowground plant residues [58,59], as well as by soil physicochemical properties such as pH, temperature, texture, and nutrient availability, which affect root exudation rates [60,61].

### 4.2. Chemical Composition and Antioxidant Activities of Vegetal Material

The quantification of total polyphenol in *Q. suber* roots revealed lower summer concentrations compared to values reported for *Quercus ilex* root by Meziti et al. (2019) [62] (490.81 mg GAE/g DW). Meanwhile, winter levels reflect intermediate adaptation between Portuguese (211.8 mg GAE/g DW) and other Mediterranean populations (10.6 mg GAE/g DW) as reported by Singh and Bisht (2018) [60] in *Quercus oblongata* from India, possibly reflecting distinct metabolic adaptations to seasonal stresses.

Notably, condensed tannin concentrations surpass the value reported for *Q. ilex* root by Solla et al. (2016) [63] (19 mg TAE/g DW in May, Madrid, Spain), corroborating Endo et al.'s (2021) [64] findings regarding *Q. suber*'s unique metabolic specialization. The preferential accumulation of tannins in root hypodermal layers immediately beneath the suberized exodermis supports their hypothesized dual function: physical–chemical barrier against pathogen ingress and reactive oxygen species scavenging during soil hypoxia events [51]. According to Tattini et al. (2006) [65], tannins are synthesized in very high concentrations in Mediterranean species. The contribution of root turnover to soil tannin enrichment



further underscores their ecological importance in biogeochemical cycles and plant–soil interactions [66].

The quantification of summer flavonoid content in *Q. suber* revealed significantly higher concentrations than those reported for *Q. ilex* root by Meziti et al. (2019) [62] (3.11 mg QE/g DW), yet substantially lower than winter values documented in *Calotropis procera* by Mbinda and Musangi, 2021 [67] (43.09 mg QE/g DW). This differential accumulation, particularly pronounced in summer, corroborates observations on flavonoid induction by water stress, suggesting their protective role against drought [68].

The foliar polyphenol content of *Q. suber* from Azouzza forest exhibited significant climatic sensitivity, surpassing those reported for *Q. cerris* in Hungary (65.89 mg GAE/g DW) [69]. This divergence between the two species may be the result of specific genotypic adaptations and regional climatic gradients [70]. Winter leaf polyphenols (107.21 mg GAE/g DW) fell between extreme values reported by Custódio et al. (2015) [17] in Portugal (211.8 mg GAE/g DW) and by Lavado et al. (2021) [71] in autumn (10.6 mg GAE/g DW). These variations confirm the determining role of abiotic factors (temperature, water availability) in modulating secondary metabolism in *Q. suber* from Azouza forest, as observed in other Mediterranean taxa [70].

The tannin concentrations observed in this study were significantly lower than those reported for Iranian oak species (*Q. persica*: 73 mg TAE/g DW; *Q. infectoria*: 109 mg TAE/g DW; *Q. libani*: 100 mg TAE/g DW) [72] yet substantially exceeded values for *Q. coccifera* in Turkey (0.4 mg TAE/g DW), confirming interspecific heterogeneity in tannin profiles and geographical influences on their biosynthesis [73].

The accumulation of flavonoids observed in summer exceeded the values reported for *Q. cerris* in Hungary (3.76 mg QE/g DW) by Tálos-Nebehaj et al. (2017) [69], while their winter persistence suggests a role in protection against cold-related photo-oxidative damage. However, observed levels remained below those documented for *Q. suber* in other Mediterranean regions, highlighting the impact of local climatic gradients on their production [17,71,74]. These results corroborate conclusions about flavonoid sensitivity to environmental conditions and harvest timing, reflecting their plasticity as physiological markers of seasonal stresses [75].

The observed antioxidant activity aligns with previous Mediterranean studies that reported *Q. suber*'s phytochemical content [17,62,71] while demonstrating significant seasonal variability that reflects that the species from Azouzza forest have an adaptive response to abiotic stressors, particularly photosynthetically active radiation temperature extremes, and drought intensity. The moderate efficacy compared to vitamin C indicates that while the individuals studied (*Q. suber*) contained valuable antioxidants, their potency may be context-dependent on environmental conditions.

The study revealed that *Q. suber* roots exhibit seasonally modulated antioxidant activity, with summer DPPH inhibition (IC<sub>50</sub>) significantly surpassing values reported for *Q. ilex* root bark by bark Meziti et al. (2019) [62] ( $5.67 \pm 0.09$  µg/mL). This interspecific variation likely stems from three key factors. Genetic divergence in phenylpropanoid pathway regulation, particularly RAV1 gene expression patterns identified by Magalhães et al. (2016) [76] as drought-responsive in *Q. suber*, or methodological differences in solvent extraction efficiency and ecological adaptation gradients across Mediterranean biomes [69,71]. Compared to *Q. oblongata* roots (IC<sub>50</sub> 3.48 µg/mL) reported by Singh and Bisht (2018) [60], *Q. suber* roots maintain notable DPPH scavenging capacity even in winter. These contrast with [49] findings for *Q. ilex* roots (IC<sub>50</sub>  $8.55 \pm 1.52$  µg/mL).

The FRAP assay results contrast with those reported by Meziti et al. (2019) [62] for *Quercus ilex* roots, which exhibited a significantly lower IC<sub>50</sub> value of  $8.55 \pm 1.52$  µg/mL.

The molybdenum reduction capacity of root extracts from both soil depths was lower than that reported by Toori et al. (2014) [77] for *Q. robur* bark, which exhibited an  $IC_{50}$  value of  $5.13 \pm 1 \mu\text{g/mL}$ .

Cork oak leaves from the Ait Hammad site exhibited notable free radical scavenging capacity. Comparative analysis showed that the  $IC_{50}$  values recorded in summer were lower than those reported for *Q. cerris* and *Q. petraea* [69]. In contrast, the winter radical scavenging activity exceeded that reported for Mediterranean *Q. suber* ( $IC_{50} = 54.5 \mu\text{g/mL}$ ) [71], as well as for *Q. ilex* ( $IC_{50} = 9.39\text{--}11.31 \mu\text{g/mL}$ ) [78].

The notably high radical-scavenging capacity observed in our study suggests that leaves from this population may exhibit a distinctive phenolic profile, potentially involving synergistic or antagonistic interactions among bioactive compounds. This variability showed positive correlation with total polyphenol content, which was higher during summer months, confirming the predominant role of phenolic compounds in antioxidant activity—consistent with findings in *Sorghum bicolor* [79].

The iron-reducing capacity of cork oak leaves from the Ait Hammad site during summer was higher than that reported for *Q. robur* leaf extracts from Portuguese populations ( $IC_{50} = 153.8 \pm 26.3 \mu\text{g/mL}$ ), suggesting a comparatively stronger antioxidant potential in this population [80]. However, in winter, the  $IC_{50}$  value exceeded that reported by Lavado et al. (2021) [71] for ethanolic extracts of *Q. suber* leaves in Spain ( $IC_{50} = 54.5 \mu\text{g/mL}$ ). Such differences can be expected between phylogenetically distant species, as evolutionary divergence influences the synthesis of secondary metabolites [81].

TAC analysis revealed striking contrasts with previously reported values, such as  $13.82 \mu\text{g/mL}$  for *Q. suber* leaves [74] and  $418.26 \mu\text{g/mL}$  for *Q. ilex* acorns [82]. These findings highlight a pronounced seasonal modulation of antioxidant metabolism, alongside notable geographic variability in phenolic expression. The data also suggest that *Q. suber* populations from Azouzza forest exhibit distinct metabolic responses to prevailing climatic conditions.

#### 4.3. Correlation Studies

The differential accumulation of phenolic compounds and antioxidant activity between the season and the roots of two deep cork oaks from Azouza forest may reflect the behavior of these trees with respect to the abiotic stress studied (drought, cold, and soil properties).

These findings reveal a pronounced seasonal modulation of antioxidant metabolism in *Q. suber* with geographic variability in phenolic expression and distinct species-specific responses to climatic conditions. The significant metabolic diversity observed suggests this species employs markedly different antioxidant strategies across tissues and seasons. A comparative analysis of leaf versus root tissues demonstrates organ-specific adaptation mechanisms, reflecting differential ecological roles in stress response. The antioxidant system of *Q. suber* emerges as an integrated stress-adaptation framework, where soil–climate interactions dynamically regulate phenolic biosynthesis pathways. The notable metabolic diversity in *Q. suber* is reflected in its distinctly different antioxidant profiles, as well as in its tissue-specific responses. Comparisons between leaf and root tissues reveal organ-dependent adaptation strategies.

Mediterranean summers characterized by intense heat waves inducing simultaneous water and thermal stress, contrasting cool to cold winter conditions [76,83]. These results corroborate the known mechanisms of secondary metabolite induction by abiotic stress [84] and confirm the significant differences detected by ANOVA, seasonal and edaphic dynamics of phenolic compounds in individuals from the AIT HAMMAD site, and adaptive strategies in Mediterranean environments consistent with the observations of [71], confirming the adaptive mechanisms described by [85].

Edaphic parameters appear to have an effect on the vertical stratification of secondary metabolites. Deeper horizons are characterized by greater hydric and thermal stability [86]. These findings align with the work of [87] on phenolic pathway modulation by nutrient availability at different depths and [88] on antioxidant strategy optimization along soil profiles.

The clay fraction of the soil appears to influence metabolite biosynthesis through a dual mechanism. First, it exerts a direct stress effect by limiting water availability and restricting nutrient diffusion in clay-rich substrates [89]. Second, it indirectly modulates plant metabolic responses by altering the composition and functionality of the rhizosphere microbial community, likely through the formation of organo-mineral complexes that affect the bioavailability of key elements [90,91]. Interestingly, soils with a lower clay content tend to promote mycorrhizal associations, which, in turn, can stimulate the production of flavonoids involved in root signaling and symbiotic interactions [92,93]. These complex interactions between the mineral matrix, microbiota, and plant metabolism [94] underscore the key role of pedogenesis in shaping adaptive strategies of Mediterranean plants.

The limited phosphorus availability in the soil and water stress surrounding the studied oak trees appear to influence their adaptive responses, notably through the enhanced accumulation of flavonoids in the leaves and roots. This response is likely multifaceted. On the one hand, flavonoids may serve a photoprotective function, mitigating the adverse effects of reduced photosynthetic efficiency under nutrient stress [95]. On the other hand, the root-specific exudation of flavonoids (e.g., daidzein) and isoflavonoids may promote beneficial mycorrhizal associations and contribute to the mobilization of otherwise unavailable phosphorus and iron forms [96,97]. In line with this, previous studies have shown that the plant defense system against abiotic stress—such as water deficit—is closely linked to the bioactivity of phenolic compounds in leaves. These processes are particularly active in summer, where combined water stress and mineral deficiency enhance phenolic biosynthesis. Observations in *Medicago truncatula* [98] and *Cucumis melo* [99] confirm flavonoids as chemical mediators in the rhizosphere, preferentially accumulating in root caps and exudation zones. This metabolic strategy, though carbon-costly, optimizes nutrient acquisition in phosphorus-poor Mediterranean soils [100].

Summer drought and reduced precipitation intensify water stress, leading to elevated production of reactive oxygen species (ROS) within the thylakoid membranes, which contributes to the degradation of photosynthetic pigments [101]. In response, polyphenolic compounds contribute to photoprotection and oxidative stress mitigation through several complementary mechanisms. They act as optical screens, limiting excess light absorption by chlorophyll molecules, dissipate surplus light energy via blue fluorescence emission, and neutralize ROS, thereby preserving cellular integrity [101,102]. These protective mechanisms are accompanied by a redistribution of secondary metabolites toward exposed aerial organs, where they play a critical role in plant defense under drought conditions, primarily through their antioxidant activity [84].

The weaker correlation observed in roots ( $R = 0.68$ ) suggests a preferential allocation of carbon resources to aerial organs under conditions of acute summer water stress, while maintaining a basal level of flavonoid production to sustain rhizospheric interactions [103]. This pattern indicates that the accumulation of flavonoids in the leaves of the studied oaks may represent a convergent adaptive response to both phosphorus limitation and drought stress, highlighting the multifunctional role of secondary metabolites in plant stress physiology.

The plant response to low temperatures involves a coordinated set of physiological mechanisms. The cold-induced disruption of photosynthetic processes leads to an increase in reactive oxygen species (ROS) production [104]. This is accompanied by the activation

of phenolic biosynthetic pathways, particularly through the induction of phenylalanine ammonia-lyase (PAL), a key enzyme in the phenylpropanoid pathway [105]. In parallel, low temperatures promote structural remodeling of chloroplast membranes, enhancing the accumulation of accessory pigments such as xanthophylls and the synthesis of secondary metabolites [106]. In Mediterranean woody species such as *Q. ilex*, this response is further characterized by a reorganization of carbon allocation toward the production of defensive compounds [107]. Additionally, winter-induced soil anaerobiosis appears to potentiate root-based adaptive responses. Together, these complex metabolic adjustments underscore the pivotal role of polyphenols in acclimation to seasonal thermal stress [108].

A correlation analysis revealed complex interactions between phenolic compound pools and their associated biological functions. Root polyphenols (TRP) exhibit strong synergistic relationships with tannins, likely reflecting their role in defense against soil-borne pathogens and in mitigating oxidative stress in the rhizosphere [109]. The observed negative correlation between total leaf phenolics (TLP) and TRP suggests a strategic partitioning of carbon resources, whereby plants allocate phenolic precursors between aerial and belowground organs according to physiological demands, as previously reported in *Q. robur* [110]. This trade-off highlights the essential role of phenolics in leaf oxidative stress protection [111].

The underlying structure–activity relationships are driven by two key factors: the ability of phenolic hydroxyl groups to chelate redox-active metals (e.g.,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Mo}^{6+}$ ) and scavenge free radicals, and tissue-specific specialization, with leaves prioritizing photoprotection while roots enhance chemical defenses in the rhizosphere [112].

## 5. Conclusions

This research highlights the seasonal and edaphic dynamics of phenolic compounds and antioxidant activity in *Quercus suber* from Azouza forest in the Algerian Mediterranean region. The findings demonstrate significant metabolic adaptations to abiotic stresses, marked by a differential accumulation of polyphenols, tannins, and flavonoids across seasons and soil depths. Seasonal variation accounted for 70% of the observed phytochemical variability, emphasizing the interplay between climatic and soil factors.

These results underscore the necessity of integrating climatic and soil parameters into sustainable management strategies for cork oak forests. Additionally, the study paves the way for exploring cork oak bioactive compounds in pharmaceutical and agri-food applications. Future research should focus on the molecular mechanisms behind these adaptations and the role of plant–microbiota interactions in secondary metabolite production. Overall, this work enhances our understanding of Mediterranean ecosystems and highlights the urgent need to protect these habitats amid increasing environmental pressures.

**Author Contributions:** Writing—original draft, M.H.-B.; conceptualization, M.H.-B., S.K.-B. and M.O.B.; methodology, M.H.-B., S.K.-B. and M.O.B.; data curation N.M.-G., N.A.I., N.S.B., M.B. and K.H.; formal analysis, E.-H.N. and N.K.; validation, M.S.A., M.H.-B., E.-H.N. and K.H.; investigation, N.M.-G.; visualization, M.H.-B., S.K.-B., L.T. and K.H.; supervision and validation, E.-H.N., M.B., L.T. and K.H. All authors have read and agreed to the published version of the manuscript.

**Funding:** This work was supported and funded by the Deanship of Scientific Research at Imam Mohammad Ibn Saud Islamic University (IMSIU) (grant number, IMSIU-DDRSP2502).

**Institutional Review Board Statement:** The experimental protocol was approved by the ethics committee of our university (N°Ethi/UMMTO/26-MAR-2024).

**Informed Consent Statement:** Not applicable.

**Data Availability Statement:** The datasets used during and/or analyzed during the current study are available from the corresponding author upon reasonable request.

**Acknowledgments:** We deeply regret the loss of our dear colleague and friend, Malika Boudiaf, whose inspiration and dedication laid the foundations for this research. Her passion, wisdom, and contributions were invaluable, and her absence leaves a deep void in our hearts and in our work. Although she is no longer with us, her legacy lives on through the knowledge she helped create and the lives she touched. We will always be grateful for her guidance and commitment. Rest in peace, Malika. We will always remember you.

**Conflicts of Interest:** The authors declare no conflicts of interest.

## Abbreviations

pH-H<sub>2</sub>O: hydrogen potential of water/EC: Electrical Conductivity/C/N: Carbon/Nitrogen/P: Phosphorus/Clay: CL/Sand: S/Silt: SI/TPP SR: Total Polyphenols in Rhizospheric Soil/Total Root Polyphenols: TRP/Total Leaf Polyphenols: TLP/Total Leaf Tannins: TLT/Leaf Flavonoids: LF/Total Root Tannins: TRT/Root Flavonoids: RF/Leaf FRAP: L FRAP/Leaf DPPH: L DPPH/Leaf TAC: L TAC/Root FRAP: R FRAP/Root DPPH: R DPPH/Root TAC: R TAC/Temperature: T/Precipitation: PR.

## References

- Albassatneh, M.; Escudero, M.; Monnet, A.; Arroyo, J.; Bacchetta, G.; Bagnoli, F.; Dimopoulos, P.; Hampe, A.; Leriche, A.; Médail, F.; et al. Spatial patterns of genus-level phylogenetic endemism in the tree flora of Mediterranean Europe. *Divers. Distrib.* **2021**, *27*, 913–928. [\[CrossRef\]](#)
- Moreno, M.; Simioni, G.; Cailleret, M.; Ruffault, J.; Badel, É.; Carrière, S.; Davi, H.; Gavinet, J.; Huc, R.; Limousin, J.; et al. Consistently lower sap velocity and growth over nine years of rainfall exclusion in a Mediterranean mixed pine-oak forest. *Agric. For. Meteorol.* **2021**, *308*, 108472. [\[CrossRef\]](#)
- Almeida, T.; Pinto, G.; Correia, B.; Gonçalves, S.; Meijón, M.; Escandón, M. In-depth analysis of the *Quercus suber* metabolome under drought stress and recovery reveals potential key metabolic players. *Plant Sci.* **2020**, *299*, 110606. [\[CrossRef\]](#)
- Li, T.; Tiiva, P.; Rinnan, Å.; Julkunen-Tiitto, R.; Michelsen, A.; Rinnan, R. Long-term effects of elevated CO<sub>2</sub>, nighttime warming and drought on plant secondary metabolites in a temperate heath ecosystem. *Ann. Bot.* **2020**, *125*, 1065–1075. [\[CrossRef\]](#)
- Hussain, M.S.; Fareed, S.; Ansari, S.; Rahman, M.A.; Ahmad, I.Z.; Saeed, M. Current approaches toward production of secondary plant metabolites. *J. Pharm. Bioallied Sci.* **2012**, *4*, 10–20. [\[CrossRef\]](#)
- Wink, M. Modes of action of herbal medicines and plant secondary metabolites. *Medicines* **2015**, *2*, 251–286. [\[CrossRef\]](#)
- Beran, F.; Köllner, T.G.; Gershenzon, J.; Tholl, D. Chemical convergence between plants and insects: Biosynthetic origins and functions of common secondary metabolites. *New Phytol.* **2018**, *223*, 52–67. [\[CrossRef\]](#)
- Yang, L.; Wen, K.S.; Ruan, X.; Zhao, Y.X.; Wei, F.; Wang, Q. Response of plant secondary metabolites to environmental factors. *Molecules* **2018**, *23*, 762. [\[CrossRef\]](#)
- Ashraf, M.A.; Iqbal, M.; Rasheed, R.; Hussain, I.; Riaz, M.; Arif, M.S. Environmental Stress and Secondary Metabolites in Plants: Chapter 8—An Overview. In *Plant Metabolites and Regulation Under Environmental Stress*; Academic Press: Cambridge, MA, USA, 2018.
- Touhami, I.; Chirino, E.; Aouinti, H.; Khorchani, E.; Elaieb, M.; Khaldi, A.; Nasr, Z. Decline and dieback of cork oak (*Quercus suber* L.) forests in the Mediterranean basin: A case study of Kroumirie, Northwest Tunisia. *J. For. Res.* **2020**, *31*, 1461–1477. [\[CrossRef\]](#)
- Von Essen, M.; Rosário, I.; Santos-Reis, M.; Nicholas, K. Valuing and mapping cork and carbon across land use scenarios in a Portuguese montado landscape. *PLoS ONE* **2019**, *14*, e0212174. [\[CrossRef\]](#)
- Zhao, M.; Running, S.W. Drought-induced reduction in global terrestrial net primary production from 2000 through 2009. *Science* **2010**, *329*, 940–943. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
- Natali, L.; Vangelisti, A.; Guidi, L.; Remorini, D.; Cotrozzi, L.; Lorenzini, G.; Nali, C.; Pellegrini, C.; Trivellini, C.; Vernieri, P.; et al. How *Quercus ilex* L. saplings face combined salt and ozone stress: A transcriptome analysis. *BMC Genom.* **2018**, *19*, 87. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
- Thyroff, E.; Burney, O.; Mickelbart, M.; Jacobs, D. Unraveling shade tolerance and plasticity of semi-evergreen oaks: Insights from maritime forest live oak restoration. *Front. Plant Sci.* **2019**, *10*, 1526. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
- Puyo, J.Y. Grandeurs et vicissitudes de l'aménagement des suberaies algériennes durant la période coloniale française (1830–1962). *Forêt Méditerranéenne* **2013**, *34*, 129–142.



16. Gentilesca, T.; Camarero, J.J.; Colangelo, M.; Nolā, A.; Ripullone, F.; Nole, A. Drought-induced oak decline in the western Mediterranean region: An overview on current evidences, mechanisms and management options to improve forest resilience. *iForest* **2017**, *10*, 796–806. [\[CrossRef\]](#)
17. Custódio, A.L.; Madeira, J.F.A. GLODS: Global and Local Optimization using Direct Search. *J. Glob. Optim.* **2015**, *62*, 1–28. [\[CrossRef\]](#)
18. Santos, S.A.; Pinto, P.C.; Silvestre, A.J.; Neto, C.P. Chemical composition and antioxidant activity of phenolic extracts of cork from *Quercus suber* L. *Ind. Crops Prod.* **2010**, *31*, 521–526. [\[CrossRef\]](#)
19. Touati, R.; Santos, S.A.; Rocha, S.M.; Belhamel, K.; Silvestre, A.J. The potential of cork from *Quercus suber* L. grown in Algeria as a source of bioactive lipophilic and phenolic compounds. *Ind. Crops Prod.* **2015**, *76*, 936–945. [\[CrossRef\]](#)
20. Aronson, J. Current state of knowledge of wind energy impacts on bats in South Africa. *Acta Chiropterologica* **2022**, *24*, 221–238. [\[CrossRef\]](#)
21. IPCC. *Climate Change 2021: The Physical Science Basis. Contribution of Working Group I to the Sixth Assessment Report of the Intergovernmental Panel on Climate Change*; Masson-Delmotte, V., Zhai, P., Pirani, A., Connors, S.L., Péan, C., Berger, S., Caud, N., Chen, Y., Goldfarb, L., Gomis, M.I., et al., Eds.; Cambridge University Press: Cambridge, UK, 2021.
22. UNDP. *United Nations Development Programme Annual Report 2023*; UNDP: New York, NY, USA, 2023.
23. Ghedar, M.; Dehane, B. Etude des paramètres réglant la production du liège dans la subéraie de M'Sila (Oran, Algérie). *Agric. For. J.* **2018**, *2*, 48–58.
24. Bouzid, A.; Bouzid, K.; Benabdeli, K. Contribution the Failure Mode Analysis and Criticality Evaluation Method to the Rehabilitation of Cork Oak (*Quercus suber*) Forests in Forest Massif of Tlemcen (Algeria). *J. Manaj. Hutan Trop.* **2022**, *28*, 191. [\[CrossRef\]](#)
25. Orgeas, J.; Ourcival, J.M.; Bonin, G. Seasonal and spatial patterns of foliar nutrients in cork oak (*Quercus suber* L.) growing on siliceous soils in Provence (France). *Plant Ecol.* **2003**, *164*, 201–211. [\[CrossRef\]](#)
26. Soil Science Society of America. *Soil Analysis: A Comprehensive Guide*; SSSA: Madison, WI, USA, 2020.
27. Gee, G.; Bauder, J.W. Particule-size analysis. In *Methods of Soil Analysis, Part 1: Physical and Mineralogical Methods*; Klute, A., Ed.; American Society of Agronomy: Madison, WI, USA, 1986; pp. 383–411.
28. ISO 11277:2020; Soil Quality—Determination of Particle Size Distribution in Mineral Soil Material—Method by Sieving and Sedimentation. ISO: Geneva, Switzerland, 2020.
29. Aubert, M.; Yéne' Atangana, Q. Self-potential method in hydrogeological exploration of volcanic areas. *Ground Water* **1996**, *34*, 1010–1016. [\[CrossRef\]](#)
30. Deng, J.; Camenen, B.; Legoût, C.; Nord, G. Estimation of fine sediment stocks in gravel bed rivers including the sand fraction. *Sedimentology* **2023**, *71*, 152–172. [\[CrossRef\]](#)
31. Olsen, S.R.; Cole, C.V.; Watanabe, F.S. *Estimation of Available Phosphorus in Soils by Extraction with Sodium Bicarbonate*; USDA Circular No. 939; US Government Printing Office: Washington, DC, USA, 1954.
32. Mathieu, C.; Pieltain, F.; Jeanroy, E. *Analyse Chimique des Sols: Méthodes Choisies*; Tec & Doc: Paris, France, 2003; pp. 33–48.
33. Bremner, J.M. Determination of nitrogen in soil by the Kjeldahl method. *J. Agric. Sci.* **1960**, *55*, 11–33. [\[CrossRef\]](#)
34. Dallali, S.; Rouz, S.; Aichi, H.; Hassine, H.B. Phenolic content and allelopathic potential of leaves and rhizosphere soil aqueous extracts of white horehound (*Marrubium vulgare* L.). *J. New Sci.* **2017**, *39*, 2106–2120.
35. Blum, K.; Noble, E.P.; Sheridan, P.J.; Finley, O.; Montgomery, A.; Ritchie, T.; Ozkaragoz, T.; Fitch, R.J.; Sadlack, F.; Sheffield, D. Association of the A1 allele of the D2 dopamine receptor gene with severe alcoholism. *Alcohol* **1991**, *8*, 409–416. [\[CrossRef\]](#)
36. Box, J.D. Investigation of the Folin-Ciocalteu phenol reagent for the determination of polyphenolic substances in natural waters. *Water Res.* **1983**, *17*, 511–525. [\[CrossRef\]](#)
37. Miftode, A.M.; Stefanache, A.; Şpac, A.F.; Miftode, R.S.; Miron, A.; Dorneanu, V. In vitro measurement of total antioxidant capacity of *Crataegus macracantha* Lodd leaves. *Rev. Med.-Chir. Soc. Med. Nat. Iaşi* **2016**, *120*, 2.
38. Bourgou, S.; Beji, R.S.; Medini, F.; Ksouri, R. Effet du solvant et de la méthode d'extraction sur la teneur en composés phénoliques et les potentialités antioxydantes d'*Euphorbia helioscopia*. *J. New Sci.* **2016**, *28*, 1649–1655.
39. Ouzid, Y.; Smail-Saadoun, N.; Houali, K. Comparative study of in vitro antioxidant activity of foliar endophytic fungi and leaves extracts of *Peganum harmala* of Dayateaiat (Laghouat, Algeria). *J. Fundam. Appl. Sci.* **2018**, *10*, 147–157. [\[CrossRef\]](#)
40. Li, H.B.; Cheng, K.W.; Wong, C.C.; Fan, K.W.; Chen, F.; Jiang, Y. Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fractions of selected microalgae. *Food Chem.* **2007**, *102*, 771–776. [\[CrossRef\]](#)
41. Górnaś, P.; Rudzińska, M. Seeds recovered from industry by-products of nine fruit species with a high potential utility as a source of unconventional oil for food and non-food purposes. *Food Chem.* **2016**, *213*, 133–142.
42. Naczka, M.; Oickle, D.; Pink, D.; Shahidi, F. Protein precipitating capacity of crude canola tannins: Effect of pH, tannin, and protein concentrations. *J. Agric. Food Chem.* **1996**, *44*, 2144–2148. [\[CrossRef\]](#)
43. Hagerman, A.E.; Butler, L.G. Determination of protein in tannin-protein precipitates. *J. Agric. Food Chem.* **1980**, *28*, 944–947. [\[CrossRef\]](#)

44. Fattahi, S.; Zabihi, E.; Abedian, Z.; Pourbagher, R.; Motevalizadeh Ardekani, A.; Mostafazadeh, A.; Akhavan-Niaki, H. Total phenolic and flavonoid contents of aqueous extract of stinging nettle and in vitro antiproliferative effect on Hela and BT-474 cell lines. *Int. J. Mol. Cell. Med.* **2014**, *3*, 102–107.
45. Smith, J.; Johnson, L.; Wang, R. Updated methods for measuring DPPH radical scavenging activity. *J. Food Sci.* **2020**, *85*, 1234–1240.
46. Dupont, A. Vitamin C as a control in antioxidant assays. *Food Chem.* **2021**, *345*, 128–135.
47. Fejes, S.; Blázovics, A.; Lugasi, A.; Lemberkovics, É.; Petri, G.; Kéry, Á. In vitro antioxidant activity of *Anthriscus cerefolium* L. (Hoffm.) extracts. *J. Ethnopharmacol.* **2000**, *69*, 259–265. [\[CrossRef\]](#)
48. Prieto, P.; Pineda, M.; Aguilar, M. Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a phosphomolybdenum complex: Specific application to the determination of vitamin E. *Anal. Biochem.* **1999**, *269*, 337–341. [\[CrossRef\]](#)
49. Mechergui, T.; Pardos, M.; Boussaidi, N.; Jacobs, D.F.; Catry, F.X. Problems and solutions to cork oak (*Quercus suber* L.) regeneration: A review. *Inst. Cienc. For. (ICIFOR)* **2023**, *16*, 10–22. [\[CrossRef\]](#)
50. Kaci, M.B.N.; Ahmed, S.O.; Saad, L.; Halimi, R.; Khelfaoui, L.; Issaoun, D. Effect of fire recurrence on abundance and distribution of soil fauna under *Quercus suber* L. in Taksebt forest Zekri (Algeria). *J. New Sci.* **2018**, *1*, 3290–3298.
51. Kalev, S.D.; Toor, G.S. The composition of soils and sediments. In *Green Chemistry*; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands, 2018; pp. 339–357.
52. Berg, B.; McClaugherty, C. *Plant Litter: Decomposition, Humus Formation, Carbon Sequestration*; Springer: Berlin, Germany, 2003.
53. Batjes, N.H. Total carbon and nitrogen in the soils of the world. *Eur. J. Soil Sci.* **2014**, *65*, 10–21. [\[CrossRef\]](#)
54. Penn, C.J.; Camberato, J.J. A critical review on soil chemical processes that control how soil pH affects phosphorus availability to plants. *Agriculture* **2019**, *9*, 120. [\[CrossRef\]](#)
55. Zeng, J.; Chen, H.; Bai, Y.; Dong, F.; Peng, C.; Yan, F.; Yang, G. Water table drawdown increases plant biodiversity and soil polyphenol in the Zoige Plateau. *Ecol. Indic.* **2021**, *121*, 107118. [\[CrossRef\]](#)
56. Kainulainen, P.; Holopainen, J.K. Concentrations of secondary compounds in Scots pine needles at different stages of decomposition. *Soil Biol. Biochem.* **2002**, *34*, 37–42. [\[CrossRef\]](#)
57. Ehlers, B.K.; Berg, M.P.; Staudt, M.; Holmstrup, M.; Glasius, M.; Ellers, J.; Peñuelas, J. Plant secondary compounds in soil and their role in belowground species interactions. *Trends Ecol. Evol.* **2020**, *35*, 716–730. [\[CrossRef\]](#)
58. Preston, C.; Bhatti, J.; Flanagan, L.; Norris, C. Stocks, chemistry and sensitivity to climate change of dead organic matter along the Canadian boreal forest transect case study. *Clim. Change* **2006**, *74*, 223–251. [\[CrossRef\]](#)
59. Kanerva, S.; Kitunen, V.; Loponen, J.; Smolander, A. Phenolic compounds and terpenes in soil organic horizon layers under silver birch, Norway spruce and Scots pine. *Biol. Fertil. Soils* **2008**, *44*, 547–556. [\[CrossRef\]](#)
60. Singh, A.; Bisht, M. Evaluation of in-vitro antioxidant potential and in-vivo hepatoprotective activity of root extract of *Quercus oblongata* D. DON. *J. Drug Deliv. Ther.* **2018**, *8*, 152–161. [\[CrossRef\]](#)
61. Gargallo-Garriga, A.; Preece, C.; Sardans, J.; Oravec, M.; Urban, O.; Peñuelas, J. Root exudate metabolomes change under drought and show limited capacity for recovery. *Sci. Rep.* **2018**, *8*, 12696. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
62. Meziti, H.; Bouriche, H.; Kada, S.; Demirtas, I.; Kizil, M.; Senator, A.; Garrido, G. Phytochemical analysis, and antioxidant, anti-hemolytic and genoprotective effects of *Quercus ilex* L. and *Pinus halepensis* Mill. methanolic extracts. *J. Pharm. Pharmacogn. Res.* **2019**, *7*, 260–272. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
63. Solla, A.; Milanović, S.; Gallardo, A.; Bueno, A.; Corcobado, T.; Cáceres, Y.; Pulido, F. Genetic determination of tannins and herbivore resistance in *Quercus ilex*. *Tree Genet. Genomes* **2016**, *12*, 117. [\[CrossRef\]](#)
64. Endo, I.; Kobatake, M.; Tanikawa, N.; Nakaji, T.; Ohashi, M.; Makita, N. Anatomical patterns of condensed tannin in fine roots of tree species from a cool-temperate forest. *Ann. Bot.* **2021**, *128*, 59–71. [\[CrossRef\]](#)
65. Tattini, M.; Remorini, D.; Pinelli, P.; Agati, G.; Saracini, E.; Traversi, M.L.; Massai, R. Morpho-anatomical, physiological and biochemical adjustments in response to root zone salinity stress and high solar radiation in two Mediterranean evergreen shrubs, *Myrtus communis* and *Pistacia lentiscus*. *New Phytol.* **2006**, *170*, 779–794. [\[CrossRef\]](#)
66. Peter Constabel, C.; Yoshida, K.; Walker, V. Diverse ecological roles of plant tannins: Plant defense and beyond. *Recent Adv. Polyphen. Res.* **2014**, *4*, 115–142.
67. Yuan, Y.; Liu, Y.; Wu, C.; Chen, S.; Wang, Z.; Yang, Z.; Huang, L. Water deficit affected flavonoid accumulation by regulating hormone metabolism in *Scutellaria baicalensis* Georgi roots. *PLoS ONE* **2012**, *7*, e42907. [\[CrossRef\]](#)
68. Mbinda, W.; Musangi, C. Antioxidant activity, total phenolic and total flavonoid. *J. Phytopharm.* **2019**, *8*, 161–166. [\[CrossRef\]](#)
69. Tálos-Nebehaj, E.; Hofmann, T.; Albert, L. Seasonal changes of natural antioxidant content in the leaves of Hungarian forest trees. *Ind. Crops Prod.* **2017**, *98*, 53–59. [\[CrossRef\]](#)
70. Ruiz-Rodríguez, B.M.; Morales, P.; Fernández-Ruiz, V.; Sánchez-Mata, M.C.; Cámara, M.; Díez-Marqués, C.; Tardío, J. Valorization of wild strawberry-tree fruits (*Arbutus unedo* L.) through nutritional assessment and natural production data. *Food Res. Int.* **2011**, *44*, 1244–1253. [\[CrossRef\]](#)
71. Lavado, G.; Ladero, L.; Cava, R. Cork oak (*Quercus suber* L.) leaf extracts potential use as natural antioxidants in cooked meat. *Ind. Crops Prod.* **2021**, *160*, 113086. [\[CrossRef\]](#)

72. Elahi, M.Y.; Rouzbehan, Y. Characterization of *Quercus persica*, *Quercus infectoria* and *Quercus libani* as ruminant feeds. *Anim. Feed Sci. Technol.* **2008**, *140*, 78–89. [\[CrossRef\]](#)
73. Ulusu, F.; Darıcı, C. The influence of tannins purified from Eastern Mediterranean Region plants (*Pinus brutia* Ten. and *Quercus coccifera* L.) on carbon mineralization: Antimicrobial and antimutagenic evaluation. *Anatol. J. Bot.* **2023**, *7*, 60–69. [\[CrossRef\]](#)
74. Frouja, O.; Hammami, M.; Dakhlaoui, S.; Wannes, W.A.; Hessini, K.; Msaada, K.; Ahmed, H.B. Intra and interspecific variability of *Quercus suber* and *Quercus canariensis*, an intrinsic water-use efficiency approach for differentiation. *Environ. Res. Commun.* **2022**, *4*, 105002. [\[CrossRef\]](#)
75. Yarnes, C.T.; Boecklen, W.J.; Tuominen, K.; Salminen, J.P. Defining phytochemical phenotypes: Size and shape analysis of phenolic compounds in oaks (Fagaceae, *Quercus*) of the Chihuahuan Desert. *Botany* **2006**, *84*, 1233–1248. [\[CrossRef\]](#)
76. Magalhães, A.P.; Verde, N.; Reis, F.; Martins, I.; Costa, D.; Lino-Neto, T.; Azevedo, H. RNA-Seq and gene network analysis uncover activation of an ABA-dependent signalosome during the cork oak root response to drought. *Front. Plant Sci.* **2016**, *7*, 1195. [\[CrossRef\]](#)
77. Toori, M.A.; Mirzaei, M.; Mirzaei, N.; Lamrood, P.; Mirzaei, A. Antioxidant and hepatoprotective effects of the internal layer of oak fruit (Jaft). *J. Med. Plants Res.* **2013**, *7*, 24–28.
78. Hadidi, L.; Babou, L.; Zaidi, F.; Valentao, P.; Andrade, P.B.; Grosso, C. *Quercus ilex* L.: How season, plant organ and extraction procedure can influence chemistry and bioactivities. *Chem. Biodivers.* **2017**, *14*, e1600187. [\[CrossRef\]](#)
79. Awika, J.M.; Rooney, L.W.; Wu, X.; Prior, R.L.; Cisneros-Zevallos, L. Screening methods to measure antioxidant activity of sorghum (*Sorghum bicolor*) and sorghum products. *J. Agric. Food Chem.* **2003**, *51*, 6657–6662. [\[CrossRef\]](#)
80. Almeida, I.F.; Amaral, M.H.; Costa, P.C.; Bahia, M.F.; Valentao, P.; Andrade, P.B.; Pereira, T.M. Oak leaf extract as topical antioxidant: Free radical scavenging and iron chelating activities and in vivo skin irritation potential. *Biofactors* **2008**, *33*, 267–279. [\[CrossRef\]](#)
81. Nikolaos, G.; Alexandras, P.; Evangelia, L.; Vassiliki, T.; Maria-Nektaria, N. Effect of ripening stage on the total phenolics content, lycopene and antioxidant activity of tomato fruits grown to a geothermal greenhouse. *Biol. Hort. Food Prod. Process. Technol. Environ. Eng.* **2018**, *23*, 115–120.
82. Setti, L.; Passarini, F.; De Gennaro, G.; Barbieri, P.; Perrone, M.G.; Borelli, M.; Miani, A. SARS-CoV-2 RNA found on particulate matter of Bergamo in Northern Italy: First evidence. *Environ. Res.* **2020**, *188*, 109754. [\[CrossRef\]](#) [\[PubMed\]](#)
83. Gil-Pelegrín, E.; Peguero-Pina, J.J.; Sancho-Knapik, D. Oaks and people: A long journey together. In *Oaks Physiological Ecology: Exploring the Functional Diversity of Genus Quercus L.*; Springer: Cham, Switzerland, 2017; pp. 1–11.
84. Akula, R.; Ravishankar, G.A. Influence of abiotic stress signals on secondary metabolites in plants. *Plant Signal. Behav.* **2011**, *6*, 1720–1731. [\[CrossRef\]](#)
85. Pérez-Girón, J.C.; Díaz-Varela, E.R.; Álvarez-Álvarez, P. Climate-driven variations in productivity reveal adaptive strategies in Iberian cork oak agroforestry systems. *For. Ecosyst.* **2022**, *9*, 100008. [\[CrossRef\]](#)
86. Das, S.; Barman, S.; Teron, R.; Bhattacharya, S.S.; Kim, K.H. Secondary metabolites and anti-microbial/anti-oxidant profiles in *Ocimum* spp.: Role of soil physico-chemical characteristics as eliciting factors. *Environ. Res.* **2020**, *188*, 109749. [\[CrossRef\]](#)
87. Duarte, A.R.; Santos, S.C.; Seraphin, J.C.; Ferri, P.H. Influence of spatial, edaphic and genetic factors on phenols and essential oils of *Myrciaria cauliflora* fruits. *J. Braz. Chem. Soc.* **2012**, *23*, 737–746. [\[CrossRef\]](#)
88. Chludil, H.D.; Corbino, G.B.; Leicach, S.R. Soil quality effects on *Chenopodium album* flavonoid content and antioxidant potential. *J. Agric. Food Chem.* **2008**, *56*, 5050–5056. [\[CrossRef\]](#)
89. Nait-Kaci, M.B.; Hedde, M.; Bourbia, S.M.; Derridj, A. Hierarchization of factors driving soil macrofauna in North Algeria groves. *BASE Biotechnol. Agron. Soc. Environ.* **2014**, *18*, 11–18.
90. Xu, Z.; Zhang, T.; Wang, S.; Wang, Z. Soil pH and C/N ratio determines spatial variations in soil microbial communities and enzymatic activities of the agricultural ecosystems in Northeast China: Jilin Province case. *Appl. Soil Ecol.* **2020**, *155*, 103629. [\[CrossRef\]](#)
91. Roca-Fernández, A.I.; Dillard, S.L.; Soder, K.J. Ruminant fermentation and enteric methane production of legumes containing condensed tannins fed in continuous culture. *J. Dairy Sci.* **2020**, *103*, 7028–7038. [\[CrossRef\]](#)
92. AL-Ghamdi, A.A.; Jais, H.M. Interaction between soil textural components, flavonoids in the roots and mycorrhizal colonization in *Juniperus procera* in Saudi Arabia. *Afr. J. Microbiol. Res.* **2013**, *7*, 996–1001.
93. Vierheilig, H.; Bago, B.; Lerat, S.; Piché, Y. Shoot-produced, light-dependent factors are partially involved in the expression of the arbuscular mycorrhizal (AM) status of AM host and non-host plants. *J. Plant Nutr. Soil Sci.* **2002**, *165*, 21–25.
94. Castells, E.; Peñuelas, J. Is there a feedback between N availability in siliceous and calcareous soils and *Cistus albidus* leaf chemical composition? *Oecologia* **2003**, *136*, 183–192. [\[CrossRef\]](#)
95. Oliveira, J.S.D.; Ramos, N.P.; Júnior, J.L.; Xavier, L.P.; Andrade, E.H.; Mello, A.H.; Da Silva, J.K.R. Secondary metabolism and plant growth of *Piper divaricatum* (Piperaceae) inoculated with arbuscular mycorrhizal fungi and phosphorus supplementation. *Agronomy* **2022**, *12*, 596. [\[CrossRef\]](#)



96. Akiyama, K.; Matsuoka, H.; Hayashi, H. Isolation and identification of a phosphate deficiency-induced C-glycosylflavonoid that stimulates arbuscular mycorrhiza formation in melon roots. *Mol. Plant-Microbe Interact.* **2002**, *15*, 334–340. [\[CrossRef\]](#)
97. Tomasi, N.; Weisskopf, L.; Renella, G.; Landi, L.; Pinton, R.; Varanini, Z.; Cesco, S. Flavonoids of white lupin roots participate in phosphorus mobilization from soil. *Soil Biol. Biochem.* **2008**, *40*, 1971–1974. [\[CrossRef\]](#)
98. Watson, B.S.; Bedair, M.F.; Urbanczyk-Wochniak, E.; Huhman, D.V.; Yang, D.S.; Allen, S.N.; Sumner, L.W. Integrated metabolomics and transcriptomics reveal enhanced specialized metabolism in *Medicago truncatula* root border cells. *Plant Physiol.* **2015**, *167*, 1699–1716. [\[CrossRef\]](#)
99. Malusà, E.; Russo, M.A.; Mozzetti, C.; Belligno, A. Modification of secondary metabolism and flavonoid biosynthesis under phosphate deficiency in bean roots. *J. Plant Nutr.* **2006**, *29*, 245–258. [\[CrossRef\]](#)
100. Hawes, M.C.; Brigham, L.A.; Wen, F.; Woo, H.H.; Zhu, Y. Function of root border cells in plant health: Pioneers in the rhizosphere. *Annu. Rev. Phytopathol.* **1998**, *36*, 311–327.
101. Zahedi, S.M.; Karimi, M.; Venditti, A. Plants adapted to arid areas: Specialized metabolites. *Nat. Prod. Res.* **2021**, *35*, 3314–3331.
102. Bettaieb, I.; Zakhama, N.; Wannes, W.A.; Kchouk, M.E.; Marzouk, B. Water deficit effects on *Salvia officinalis* fatty acids and essential oils composition. *Sci. Hortic.* **2009**, *120*, 271–275. [\[CrossRef\]](#)
103. Gobbo-Neto, L.; Lopes, N.P. Plantas medicinais: Fatores de influência no conteúdo de metabólitos secundários. *Química Nova* **2007**, *30*, 374–381. [\[CrossRef\]](#)
104. Urban, L.; Berti, L.; Bourgaud, F.; Gautier, H.; Léchaudel, M.; Joas, J.; Sallanon, H. The effect of environmental factors on biosynthesis of carotenoids and polyphenolics in fruits and vegetables: A review and prospects. In *II International Symposium on Human Health Effects of Fruits and Vegetables: FAVHEALTH 2007*; ISHS: Leuven, Belgium, 2007; pp. 339–344.
105. Caretto, S.; Linsalata, V.; Colella, G.; Mita, G.; Lattanzio, V. Carbon fluxes between primary metabolism and phenolic pathway in plant tissues under stress. *Int. J. Mol. Sci.* **2015**, *16*, 26378–26394. [\[CrossRef\]](#)
106. Brüggemann, W.; Bergmann, M.; Nierbauer, K.U.; Pflug, E.; Schmidt, C.; Weber, D. Photosynthesis studies on European evergreen and deciduous oaks grown under Central European climate conditions: II. Photoinhibitory and light-independent violaxanthin deepoxidation and downregulation of photosystem II in evergreen, winter-acclimated European *Quercus* taxa. *Trees* **2009**, *23*, 1091–1100.
107. Korn, M.; Peterek, S.; Mock, H.P.; Heyer, A.G.; Hinch, D.K. Heterosis in the freezing tolerance, and sugar and flavonoid contents of crosses between *Arabidopsis thaliana* accessions of widely varying freezing tolerance. *Plant Cell Environ.* **2008**, *31*, 813–827. [\[CrossRef\]](#)
108. Insam, H.; Seewald, M.S. Volatile organic compounds (VOCs) in soils. *Biol. Fertil. Soils* **2010**, *46*, 199–213. [\[CrossRef\]](#)
109. Zhang, Y.; Li, Y.; Ren, X.; Zhang, X.; Wu, Z.; Liu, L. The positive correlation of antioxidant activity and prebiotic effect about oat phenolic compounds. *Food Chem.* **2023**, *402*, 134231. [\[CrossRef\]](#)
110. Masante, T.; Cafà, S.; Di Iorio, A. Total polyphenol content and antioxidant activity of leaves and fine roots as indicators of drought resistance in the native *Quercus robur* and alien *Quercus rubra*. *Forests* **2024**, *15*, 1531. [\[CrossRef\]](#)
111. Rebaya, A.; Belghith, S.I.; Baghdikian, B.; Leddet, V.M.; Mabrouki, F.; Olivier, E.; Ayadi, M.T. Total phenolic, total flavonoid, tannin content, and antioxidant capacity of *Halimium halimifolium* (Cistaceae). *J. Appl. Pharm. Sci.* **2015**, *5*, 052–057.
112. Chen, X.X.; Wu, X.B.; Chai, W.M.; Feng, H.L.; Shi, Y.; Zhou, H.T.; Chen, Q.X. Optimization of extraction of phenolics from leaves of *Ficus virens*. *J. Zhejiang Univ. Sci. B* **2013**, *14*, 903–915. [\[CrossRef\]](#)

**Disclaimer/Publisher’s Note:** The statements, opinions and data contained in all publications are solely those of the individual author(s) and contributor(s) and not of MDPI and/or the editor(s). MDPI and/or the editor(s) disclaim responsibility for any injury to people or property resulting from any ideas, methods, instructions or products referred to in the content.

1985



جامعة محمد بوضياف - المسيلة  
Université Mohamed Boudiaf - M'sila

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed Boudiaf de M'sila

Faculté des Sciences

Département des Sciences de la Nature et de la Vie

Laboratoire de la biodiversité et techniques biotechnologiques de la valorisation

des ressources végétales (BTB-VRV)

## International Seminar on Biodiversity, Valorization and Conservation of Urban and Forest Ecosystems: (In support of sustainable development)

28-29.04.2021

# ATTESTATION DE PARTICIPATION

Le comité scientifique du Séminaire atteste que :

Melle/Mme/Mr : HOCEINI M.

A présenté une Communication affichée

Intitulée : **Effet saisonnier sur les teneurs en polyphénols totaux des extraits foliaires de *Quercus suber* L. : cas de la futaie d'Ait HAMAD Tizi Ouzou**

Co-auteurs : BOUDIAF NAIT KACI M., MESTAR N., SARNI C

Le Président du Séminaire  
**Dr. Rabah BOUNAR**

Univ. M. B. M'Sila  
Faculté des Sciences / SNV  
28-29.04.2021

عميد كلية العلوم  
بن ساسي الطيب



1985



جامعة محمد بوضياف - المسيلة  
Université Mohamed Boudiaf - M'sila



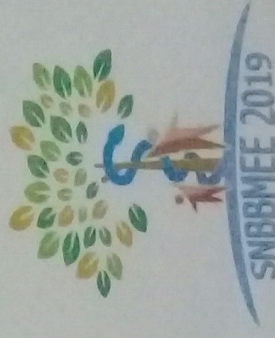


Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université 20 Aout 1955 Skikda

Faculté des Sciences

Département des Sciences de la Nature et de la Vie



# ATTESTATION DE PARTICIPATION

Séminaire National de Biodiversité, Biologie Médicale et Ecotoxicologie Environnementale  
Skikda 1e 30\_31 octobre 2019

Le Président du Séminaire National de Biodiversité, Biologie Médicale et Ecotoxicologie Environnementale, atteste que:

Mme.: **HOCEINI MELIA**

A présentée une communication **Affichée** intitulée

**ACTIVITE BIO-INSECTICIDE DE L'EXTRAIT AQUEUX DES FEUILLES DE QUERCUS SUBER L. SUR LES LARVES D'UN PARASITE DES**

**CHENAIES : CAS D'ANDRICUS GROSSULARIAE G.**

Co-auteurs: MESTAR N., MESSAOUDENE HADDAR L., AIT LOUNIS M., BEN YOUNES C., SARNI C. & BOUDIAF NAIT KACI M.

Université 20 Aout-1955-Skikda-  
Faculté des Sciences de la Vie  
Département des Sciences de la Vie  
**Président du SNBBMEE**  
Séminaire National de Biodiversité, Biologie Médicale  
Et Ecotoxicologie Environnementale  
SNBBMEE-2019  
Dr. LATIF MESSAOUDENE