République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ YAHIA FARÈS DE MÉDÉA
Département de Génie des Procédés et Environnement

Mémoire de Master

Licencié en Génie des Procédés et Environnement : Université de Médéa, Algérie

En vue de l'obtention de diplôme de Master en Génie des Procèdes

Option : Génie chimique

Thème

Etude expérimentale de l'effet antibactérien, antifongique et antioxydant de l'huile extraite des graines de figue barbarie

La soutenance aura lieu le : .. / 06 / 2023 à .....H..... à la salle .....

Présenté par :
Mr : MAZIGHI Yasser

Proposé et dirigé par :
Pr. BENKORTBI Othmane
Dr. MAZIGHI Houssam

2022/2023

Remerciements

Je remercie tout d'abord, Dieu, tout puissant de m'avoir guidé dans la réalisation de ce modeste travail dans de bonnes conditions.

Je tiens en outre à remercier mes chers parents qui m'ont guidé depuis mon enfance vers le chemin du savoir.

Des mentions de profonde reconnaissance vont à mon promoteur ***Pr. BENKORTBI Othmane*** *qui a accepté de m'encadrer, guider et m'avoir fait bénéficier de sa rigueur méthodologique.*

J'exprime une profonde gratitude à mon Co-promoteur ***Dr. MAZIGHI Houssam*** *a fourni le meilleur de lui-même pour l'élaboration de ce modeste travail.*

Je voudrais également remercier pour leur collaboration, tout le personnel du antibiotical SAIDAL de la ville Médéa

Je souhaiterais remercier tous les enseignants qui ont participé à ma formation durant mon cursus scolaire et universitaire.

Enfin, je remercie tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail de master

A mes très ***chers parents***

Je vous dois ce que je suis aujourd'hui grâce à votre amour, à votre patience, à vos innombrables sacrifices et pour tout l'enseignement que vous m'avez transmis.

Que ce modeste travail, soit pour vous une petit compensation et reconnaissance envers ce que vous avais fait d'incroyable pour moi.

A ma chère sœur ***HABIBA*** *Merci pour tout ce que vous m'avez aidé*

A mes neveux ***Walid, Houssam, Mossaab***

A mes cher frères ***Walid, Houssam, Mossaab***

Mes cousins ***Bassma , Abla , Sara***

A toute la famille ***MAZIGHI et BENREKIA***

Une spéciale dédicace à ***BENKORTBI Manel et HAIOULA Narimane BELLATRACH Ikram, ,MEKATEL Samer ,KEHLI Imene ,AMMI Imad , ABIDAT Karim , AGGOUN Farah , ABDELI Wafa MOKRANE Dahmane, SAIDI Rayane , HETTABE SABRINA , HADIDI Maroua***

A toute l'ingénieurs ***Zineb, Khaoula, Lamia , Fouzia , Meriem , Aicha , Rachida***

A tous qui ont contribué dans ma formation depuis mon enfance.

Tous qui connaissent Manel de près ou de loin.

Yasser Mazighi

دراسة تجريبية للنشاط المضاد للبكتيريا ومضادات الأكسدة لمستخلص زيت بذور التين الشوكي

الملخص: التين الشوكي هو نبات عصاري ينتمي إلى عائلة الصبار وتحديدًا إلى جنس Opuntia. إنها فاكهة منعشة ومغذية للغاية بحبوبها وزيتها. تهدف الدراسة إلى تقييم الفعالية المضادة للبكتيريا والفطريات، بالإضافة إلى النشاط المضاد للأكسدة والالتهابات لزيت بذور تين الشوكي المستخلص من المنطقة المدية بحربيل.

تم استخراج العينة باستخدام المذيب (الهكسان) الذي تم اختياره لجودته، وتم إزالة الزيت بالكامل من بذور تين الشوكي. ثم تم تخزينها في درجات حرارة منخفضة تقل عن 4 درجات مئوية حتى الاستخدام في التجربة.

استخدمت طريقة الانتشار على أجار (طريقة البئر) لتحديد قطر مناطق التثبيط، وأظهرت النتائج أن أربع سلالات بكتيرية ومزيج بكتيري وسلالة فطرية واحدة،، كانت حساسة للزيت المستخلص. وهذا يدل على أن مستخلص الزيت لديه فعالية كبيرة كمضاد للميكروبات ومضاد للفطريات. كما يمكن استخدامه للتخفيف من الالتهابات الجلدية مثل الحروق الشمسية والتهاب البشرة. في النهاية، يعتبر زيت تين الشوكي من أقوى مضادات الأكسدة المعروفة.

الكلمات المفتاحية: . الكلمات الأساسية: Opuntia ficus indica، الزيت، النشاط المضاد للبكتيريا، النشاط المضاد للفطريات، النشاط المضاد للالتهابات، النشاط المضاد للأكسدة.

Experimental study of the antibacterial and antioxidant activity of prickly pear seed oil extract

Abstract: The prickly pear is a succulent plant that belongs to the cactus family, specifically to the genus Opuntia. It is a very nutritious and refreshing fruit with its grains and oil. The study aimed to evaluate the antibacterial and antifungal activity, in addition to the antioxidant and anti-inflammatory activity of prickly pear seed oil extracted from the Harbeel tidal zone.

The sample was extracted using the solvent (hexane) chosen for its quality, and the oil was completely removed from the prickly pear seeds. Then they were stored at cryogenic temperatures below 4 °C until use in the experiment.

The method of diffusion on agar (the well method) was used to determine the diameter of the inhibition zones, and the results showed that four bacterial strains, a bacterial mixture, and one fungal strain, were sensitive to the extracted oil. This indicates that the oil extract has great antimicrobial and antifungal efficacy. It can also be used to relieve skin infections such as sunburn and dermatitis. Finally, prickly pear oil is one of the most powerful antioxidants known.

Key words: *Opuntia ficus indica, oil, antibacterial activity, antifungal activity, anti-inflammatory activity, antioxidant activity.*

Etude expérimentale de l’activité antibactérienne et antioxydante de l’extrait d’huile de graines de figue de barbarie

Résumé : La figue de barbarie est une plante succulente qui appartient à la famille des cactus, plus précisément au genre Opuntia. C'est un fruit très nutritif et rafraîchissant avec ses grains et son huile. L'étude visait à évaluer l'activité antibactérienne et antifongique, en plus de l'activité antioxydante et anti-inflammatoire de l'huile de pépins de figue de barbarie extraite de la zone de médea de Harbil.

L'échantillon a été extrait à l'aide du solvant (hexane) choisi pour sa qualité, et l'huile a été complètement éliminée des pépins de figue de barbarie. Ensuite, ils ont été stockés à des températures cryogéniques inférieures à 4 ° C jusqu'à leur utilisation dans l'expérience.

La méthode de diffusion sur gélose (la méthode du puits) a été utilisée pour déterminer le diamètre des zones d'inhibition, et les résultats ont montré que quatre souches bactériennes, un mélange bactérien et une souche

fongique étaient sensibles à l'huile extraite. Cela indique que l'extrait d'huile a une grande efficacité antimicrobienne et antifongique. Il peut également être utilisé pour soulager les infections cutanées telles que les coups de soleil et les dermatites. Enfin, l'huile de figue de barbarie est l'un des antioxydants les plus puissants connus.

Mots Clés : Opuntia ficus indica, huile, activité antibactérienne, activité antifongique, activité anti-inflammatoire, activité antioxydante.

Table des Matières

Table des matières

Abréviations

Nomenclature et symbole

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction générale ….....1

Références bibliographiques..... 3

Chapitre I : GENERALITES SUR LA FIGUE DE BARBARIE

I.1. Introduction 4

I.2. Définition ……..…..... ..4

I.3. Classification ……...4

I.4. Espèces et variétés de figue de Barbarie ……..... ..5

I.4.1. Opuntia argentina.....5

I.4.2. Opuntia ficus-indica..... 5

I.4.3. Opuntia ficus-indicavar. inermis..... 5

I.4.4. Opuntia microdasys..... 6

I.4.5 Opuntia imbricata..... 6

I.4.6. Opuntia robusta..... 7

I.5. Description botanique…...……...…7

I.6. La plantation de la figue de barbarie.....9

I.7. Figue de barbarie dans le monde.....9

I.7.1. En Afrique.....10

I.7.2. En Algérie..... 10

I.8. Distribution géographique de la figue de barbarie dans le monde.....11

I.9.Domaine d'utilisation de figure de barbarie..... ...12

I.9.1. Domaine agro-industriel..... 12

I.9.2. Domaine médicinal..... 12

I.9.3 Domaine de l'énergie..... 12

I.10. Différentes formes d'utilisation de figue de Barbarie.....12

I.10.1. Huile de pépins de figue de barbarie.....12

I.10.2. Farine de figue de barbarie..... 13
I.10.3. Confiture de figue de barbarie 13
I.10.4. La pulpe de figue..... 13
I.10.5. Poudre de Nopal..... 14
I.10.6. Vinaigre d'opuntia..... 14
I.11. Composition de la figue de barbarie 15
Références bibliographiques.....17

Chapitre II : LES HUILES ESSENTIELLES

II.1. Introduction.....19
II.2 Généralités sur les plantes médicinales……...……20
II.3. Procédés d'obtention des huiles essentielles……..20
II.3.1 Décoction……..……..... 20
II.3.2 Macération…….……...….....21
II.3.3 Infusion……..……..……22
II.3.4 Distillation.……..22
II.3.4.1. Distillation discontinue……..……22
II.3.4.2. Distillation continue.....23
II.3.4.3. Distillation sous vide.....23
II.3.5.Hydrodistillation…….....23
II.3.5.1. Distillation mixte.....23
II.3.5.2. Distillation à la vapeur d'eau saturée.....24
II.3.6 Extraction des huiles essentielles à l'aide de solvants volatiles.....24
II.3.7 Extraction par CO2 liquide supercritique. 24
II.3.8. Extraction par micro-ondes.....25
II.3.9 Extraction par Soxhlet.....26
II.4 Propriétés des huiles essentielles……..….....27
II.4.1. Propriétés organoleptiques…….....27
II.4.2 Propriétés biologiques des huiles essentielles…….....28
II.4.3 Propriétés antioxydantes.....28
II.4.4 Propriétés physiques..... 28
II.5. Composition chimique des huiles essentielles..... 28
II.5.1. TerpénoÏdes.....29
II.5.2. Monoterpènes.....30
II.5.3.Sesquiterpènes.....31
II.5.4 Les composés aromatiques…..……..…32
II.6. Facteurs influençant la composition des huiles essentielles..... 33

II.6.1 Influence des facteurs intrinsèques.....33
II.6.2 Influence des facteurs extrinsèques.....33
II.7 Principales utilisations des huiles essentielles.....34
II.7.1 En pharmacie.....34
II.7.2En cosmétologie.....35
II.7.3 En industrie agro-alimentaire.....35
Références bibliographiques……..……36

Chapitre III : METHODES D'ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES ET MICROBIOLOGIQUES

III.1 Introduction……..……....39
III.2 Les méthodes d'analyses physico-chimiques…….....39
III.2.1. La spectrophotométrie UV-Visible.....39
III.2.2. Les méthodes Spectroscopie.....40
III.2.3. Spectroscopie infrarouge (IR).....40
III.3. La chromatographie.....40
III.3.1. La chromatographie liquide à haute performance (HPLC).....41
III.3.2.Chromatographie en phase gazeuse (GC).....41
III.3.3.Chromatographie en phase liquide (CL)…..…… …… ..……...…42
III.4. La calorimétrie.....42
III.5. Les indices.....42
III.6. Les méthodes activités biologie.....44
III.6.1.Étude de l'activité antibactérienne des extraits de P. lentiscus.....44
III.6.1.1. Souches bactériennes.....45
III.6.1.2. Repiquage des souches bactériennes.....45
III.6.1.3. Préparation de l'inoculum bactérien.....45
III.6.1.4. Détermination de l'effet antibactérien (aromatogramme).....46
III.7. Antifongique.....48
III.7.1. les catégories d'antifongiques.....48
III.8. Antioxydants.....49
III.8.1. Types des antioxydants.....49
III.8.2. Antioxydants non enzymatiques.....49
III.8.3. Antioxydants exogènes.....50
Références bibliographiques……..……51

Chapitre VI : MATERIEL ET METHODES

IV.1. Matériel…….55
IV.1.1. Matériel végétale……..55
IV.1.1.1. Les graines de figue de barbarie.....55
IV.1.1.2 Description morphologique.....58
IV.1.2. Reactifs chimiques et appareillage.....59
IV.1.3. Méthodes.....63
IV.1.3.1. Taux d'humidité.....63
IV.1.3.2. L'extraction.....64
IV.1.3.2.1. Preparation des extraits.....64
IV.1.3.3.Caractérisation de l'huile extraite…..……..…66
IV.1.3.3.1. Tests organoleptiques.....66
IV.1.3.3.2. Détermination de la densité relative.....67
IV.1.3.3.3. Détermination du pH.....68
IV.1.3.3.4. Détermination de la viscosité.....68
IV.1.3.3.5. Détermination des indices.....69
IV.2. Activité biologique.....76
IV.2.1. Activité antioxydante.....76
IV.3. Activité antimicrobienne.....78
IV.4. Détermination de la concentration minimale inhibitrice par la méthode dilution en milieu liquide.....80
Références bibliographiques……..……81

Chapitre V : RÉSULTATS ET DISCUSSION

V.1.Taux humidité.....82
V.2. Analyse quantitative.....83
V.2.1. Les tests organoleptiques.....83
V.2.2. Rendement…..……...…83
V.2.3. Paramètres physiques.....84
V.2.4. Paramètres chimiques.....85
V.3. L'activité antioxydante.....89
V.3.1 Evaluation de l'activité antioxydante diphenyle-picrylhydrazyl (DPPH).....89
V.4.Partie biologique 91
V.4.1.Evaluation de l'activité biologique.....91

V.4.1.1.Activité antimicrobienne 91
V.4.2. Les observations effectuées sur l'effet de cette l'huile..... 91
V.4.2.1 .Résultats de l'activité antibactérienne..... 93
V.4.2.2. Résultats de l'activité antifongique..... 95
V.4.3. Les observations effectuées concentration minimale inhibitrice par la méthode dilution en milieu liquide..... 96
Références bibliographiques……..……98
Conclusion générale……...101

Abréviations

% : Pourcentage

°C: Degré Celsius

ATB : Antibiotique

ATP : Adénosine triphosphate

CCM: Chromatographie sur Couche Mince

CMI: Concentration Minimale Inhibitrice

CPG: Chromatographie en Phase Gazeuse

DMSO: Diméthylsulfoxyde

DO : Densité Optique

g : Gramme

H.E: Huile essentielle

IPP : Inhibiteurs de la Pompe à Proton

MH : Milieu de Mueller Hinton

mm : Millimètre

PDA : Potato Dextrose Agar

pH : Potentiel Hydrogène

ppm : partie par million

RMN : Résonance Magnétique Nucléaire

ROS : Reactive Oxygen Spicies

SARM: Staphylococcus Aureus Resistant à la Methicilline

TI% : Taux d'Inhibition

TSB : Tryptone Bouillon soja

UFC : Unité Formant Colonie

V/V : Volume/Volume

µg : Microgramme**.**

µl: Microlitre

Nomenclatures et Symboles

A : Aire inter faciale, (cm^2)

A_i : Pourcentage de la surface des gouttelettes de la classe i, (%)

a : Constante caractéristique de l'alcool et du type de surfactif,

a_i : Surface des gouttelettes de la classe i , (cm^2)

A_N : Surface de l'ensemble des gouttelettes analysées , (cm^2)

b : Constante caractéristique du sel éventuellement ajouté.

D : Densité , (g/cm^3)

D_1 : Densité de la gouttelette , (g/cm^3)

D_2 : Densité de la phase continue , (g/cm^3)

d_{10} : Longueur , (cm)

d_{32} : Diamètre de Sauter , (cm)

F : Force de cisaillement, (Pas. s)

f_i : Fréquence en nombre des gouttelettes dans chaque catégorie de taille

g : Accélération locale due à la gravité, (cm/s^2)

H : Hydrophile

H/E : Emulsion huile dans eau

HLB: Balance hydrophile-lipophile

HLD: Difference hydrophile lipophile

IA : Indice d'acide

IE : Indice d'ester

IS : Indice de saponification

L : Lipophile

m : Masse, (g)

N : Nombre total de gouttelettes

n_i : Nombre de gouttelettes de la classe i

pH : potentiel d'Hydrogène

R : Rapport de Winsor, (cm)

r : Rayon de la gouttelette, (cm)

S_{tot} : Surface totale, (cm^2)

T : Température, (K)

V : Vitesse du crémage ou de sédimentation, (cm/s)

V_i : Pourcentage en volume des gouttes de la classe i, (%)

V_C : Volume de la phase continue, (cm^3)

V_D : Volume de la phase dispersée, (cm^3)

V_N : Volume total de toutes les gouttelettes, (cm^3)

V_{tot} : Volume totale, (cm^3)

v_i : Volume des gouttelettes dans la classe granulométrique i, (cm^3)

ΔP : Surpression de Laplace, (atm)

Φ : concentration de l'émulsion, (g/cm^3)

η : viscosité de la phase continue, (Poiseuil)

γ: la tension interfaciale, (mN/cm)

Liste des Tableaux

Numéro	Titre du tableau	Page
Chapitre I		
Tableau I.1	Composition de la figue de barbarie	15
Chapitre III		
Tableau III.1	Référence et origine des souches bactériennes utilisées	45
Chapitre V		
Tableau V.1	les tests organoleptiques de l'huile de figue de barbarie	83
Tableau V.2	le rendement chaque essai de l'huile de figue de barbarie	83
Tableau V.3	paramètres physiques des graines figue de barbarie	83
Tableau V.4	Propriétés chimiques de l'huile des graines de figues de barbarie	86
Tableau V.5	valeurs standards de quelques huiles	88
Tableau V.6	Les valeurs d'absorbance des essais, les valeurs d'inhibitions et les concentrations références	89
Tableau V.7	diamètres des zones d'inhibitions sous l'effet de l'extrait des graines de figue de barbarie sur des bactéries	92
Tableau V.8	Diamètres de zone d'inhibition sous l'effet de l'extrait des graines de figue de barbarie sur Candida albicans	95
Tableau V.9	observation de CMI de l'huile extraite figue de barbarie	97

Liste des Figures

Figure	Titre de la figure	Page
Chapitre I		
Figure I.1	Opuntia argentin	5
Figure I.2	Opuntia ficusindica	5
Figure I.3	Opuntia ficus-indicavar. Inermis	6
Figure I.4	Opuntia microdasys	6
Figure I.5.	Opuntia imbricata	7
Figure I.6	Opuntia Robusta	7
Figure I.7	Figuier de barbarie : a) plante, b) cladodes, c) fleurs, d) fruit	8
Figure I.8	Distribution géographique du figuier de Barbarie dans le monde	11
Figure I.9	Huile de pépins de figue de barbarie	13
Chapitre II		
Figure II.1	Montage d'extraction par macération	21
Figure II.2	Distillation	22
Figure II.3	Montage d'extraction par hydrodistillation	23
Figure II.4	Montage d'extraction par distillation à la vapeur d'eau saturée	24
Figure II.5	Montage d'extraction par solvant	25
Figure II.6	Montage d'extraction par dioxyde de carbone CO2 liquide	26
Figure II.7	Montage d'extraction par micro-ondes	26
Figure II.8	Montage d'extraction par par soxhlet	27
Figure II.9	Structure chimique d'isoprène (C5H8)	29
Figure II.10	Exemples de structures de monoterpène sacycliques et cycliques rencontrées dans les huiles essentielles	31
Figure II.11	Exemples de structures de sesquiterpènes rencontrées dans les huiles essentielles	32
Figure II.12	Structures des composés aromatiques rencontrées dans les huiles essentielles	33
Chapitre III		
Figure III.1	Structure du glutathion	50
Figure III.2	les étapes d'obtention des graines de figue de barbarie	50
Figure III.3	Structure de la vitamine C	51
Chapitre VI		
Figure VI.1	Le site de la récolte (Ouled Messaoud, Oued Harbil, Médéa)	55
Figure VI.2	Distillation	56
Figure VI.3	Diagramme de la préparation de la matière première	57

Figure VI.4	a. Les fruits de figue de barbarie ; b. les graines après séchage; c. la poudre Des graines broyées	58
Figure VI.5	Coupe transversale de la graine de la figue de barbarie	58
Figure VI.6	L'appareil Soxhlet	59
Figure VI.7	Evaporateur rotatif de type Büchiet pompe à vide STUART	60
Figure VI.8	Balance analytique KERN	61
Figure VI .9	Plaque chauffante STUART	61
Figure VI.10	Broyeur VIKING CHEF	62
Figure VI.11	Bain-marie MEMMERT	62
Figure VI.12	Etuve ventilée type MEMMERT	63
Figure VI.13	Montage extraction l'huile de figue de barbarie	64
Figure VI .14	a. l'huile extraite du figue de barbarie ; b. solvant évaporé (hexane)	65
Figure VI.15	Structure chimique des gouts	66
Figure VI.16	pH-mètre OHAUS	68
Figure VI.17	l'appariel pH-mètre viscosimètre	69
Figure VI.18	L'oxydation des radicaux DPPH.	77
Chapitre V		
Figure V.1	Teneur en Humidité	82
Figure V.2	Le % d'inhibition de DPPH en fonction des dilutions de l'huile figue de barbarie (1^{er} essai)	90
Figure V.3	Le % d'inhibition de DPPH en fonction des dilutions de l'huile figue de barbarie (2^{eme} essai)	90
Figure V.4	linéarisation de l'histogramme d'inhibition de 1^{er} essai	90
Figure V.5	linéarisation de l'histogramme d'inhibition de 2eme essai	91
Figure V.6	montre le Diamètre des zones d'inhibitions des bactéries pour des grains de figue de barbarie (mm).	93
Figure V.7	zones inhibitrices des grains de figue de barbarie sur Candida albicans	96

INTRODUCTION GENERALE

Les substances naturelles bioactives abondent dans les plantes médicinales, offrant ainsi une ressource inépuisable. Les propriétés variées associées aux plantes sont attribuées à leur vaste réserve de molécules chimiques complexes, que l'homme exploite dans divers domaines tels que l'alimentation, les produits cosmétiques, la médecine et la pharmacie. Ces molécules sont stockées dans des huiles présentes dans différentes parties de la plante, telles que les fruits, les feuilles, la pulpe, les racines et les graines [1].

L'Opuntia ficus-indica, également connu sous le nom commun de figuier de barbarie, est une plante originaire des régions arides et semi-arides du Mexique. Elle a été introduite en Afrique du Nord aux alentours du 16ème siècle. Le fruit de cette plante est appelé figue de barbarie et il présente des caractéristiques rafraîchissantes et nutritives. En effet, il est abondant en vitamine C et renferme de l'albumine, du sucre non cristallisé et du mucilage, une substance végétale visqueuse capable de se solidifier en gelée en présence d'alcool [2].

En Algérie, environ 80% de son territoire est caractérisé par un climat aride à semi-aride, ce qui constitue un avantage pour le développement de la culture du figuier de barbarie, compte tenu de ses ressources phylogénétiques et de ses terrains propices. Les plantations d'Opuntia couvrent une superficie de 52 000 hectares en Algérie, où l'on trouve plus de quarante variétés au total, dont six sont réputées pour leurs fruits comestibles. La figue de barbarie algérienne se distingue non seulement par son goût succulent et sucré, mais aussi par sa quantité de graines relativement élevée par rapport à celles du Maroc ou de la Tunisie. Certains la considèrent parmi les meilleures du bassin méditerranéen, rivalisant avec celles de Sicile (Cherif E., 2016). [3].

En dépit de sa disponibilité abondante en Algérie, la figue de barbarie suscite peu d'intérêt et n'est pas valorisée, sa consommation étant limitée à la saison. Les graines, quant à elles, sont encore moins considérées, étant généralement considérées comme des déchets et donc rejetées. Pourtant, dans d'autres pays tels que le Mexique, l'Argentine, l'Espagne et même dans les pays voisins tels que le Maroc et la Tunisie, leur importance ne cesse de croître. Dans ces pays, la culture du cactus est menée de manière intensive et moderne, avec des programmes de recherche et de développement visant la production de fruits, de fourrage et même à des fins industrielles [4].

Les objectifs assignés à notre travail sont :

- Extraction d'huile à partir des graines de figue de barbarie
- Étude des propriétés et des indicateurs de l'huile extraite de la figue de barbarie.
- Évaluation des activités biologiques
- Évaluation de l'activité antioxydante

Dans ce document, trois grandes parties ont été mis au point.

La première partie est consacrée à une recherche bibliographique 3 chapitres , dans chapitre 1 étudier les généralités sur la figue de barbarie : classification , espèces et variétés botanique de la figue de barbarie , la distribution géographique de la figue de barbarie dans le monde, après nous passons à chapitre 2 et qui parle de es huiles essentielles : les Procédés d'obtention des huiles essentielles et les méthodes extraction et propriétés biologiques e physiques des huiles essentielles , enfin chapitre 3 rechercher dans les méthodes analyses .

La deuxième partie décrit les essais expérimentaux réalisés pour atteindre notre objectif, à savoir l'étude physico-chimique et la caractérisation chimique des acides gras de l'huile extraite des graines de figuier de barbarie et les activités biologiques et activité antioxydante.

La conclusion générale fait le point sur les résultats obtenus et ouvre la voie sur les perspectives d'avenir pour une poursuite des études sur cette espèce. Enfin, le mémoire se termine par une bibliographie sur laquelle s'appuie notre travail

Références bibliographiques :

[1] Mouden M., Boujnah M., Salmaoui S., Zantar S., Douira A., Effect of two Extraction Methods and Harvest Period and Performance there Statement of Fatty Oils of Figs Pear Seed, Int. J. Pure App. Biosci, 2016, 4 (1): 1-8. Une ressource territoriale à valoriser : cas du figuier de barbarie; 2015 ;

[2] Bouzoubaâ Z., Essoukrati Y., Tahrouch S., Hatimi A., Gharby S., Harhar H., (2014). Etude physico-chimique de deux variétés de figuier de barbarie ('Achefri' et 'Amouslem') du Sud marocain. Les Technologies De Laboratoire, 8(34) ,137-138 .

[3] Cherif E., Figue de barbarie : Un cactus source de richesse, L'essentielle de l'agroalimentaire et de l'agriculture N°100, Agro ligne, 2016, p.68

[4] Araba A., Elaich A., Sarti B., Belbahri L, Boubekraoui A., Ait Hammou A., Zemmouri A., Sbaa H., Valorisation du figuier de barbarie en élevage, Bull. Mens.Inf.et de liaison du PNTTA, 2000, 68 : 1-4.

GENERALITES SUR LA FIGUE DE BARBARIE

I.1. Introduction :

La figue de barbarie est une plante dont l'origine sont les régions arides et semi-arides d'Amérique Tropicale (sud des Etats-Unis et Mexique), mieux connue sous le nom de nopal dans son pays d'origine. Avant de prendre de l'importance dans plusieurs régions, chez les Indiens d'Amérique, le nopal appartient depuis toujours aux plantes médicinales les plus utilisées. Pour les populations précolombiennes, c'est une plante sacrée, au même titre que l'Agave, le Chocolat, le Maïs [1].

I.2. Définition :

La figue de Barbarie appartenant plus précisément au genre Opuntia. Il est cultivé dans les climats arides, comme dans les régions méditerranéennes et d'Amérique centrale, Les régions semi-arides du Mexique renferment la plus grande diversité de cactus dans le monde, Le genre Opuntia contient environ 300 espèces et beaucoup d'entre elles produisent des tiges et des fruits bien tendres et comestibles [2]. Il occupe une partie importante dans l'alimentation humaine et il est également utilisé comme fourrage pour le bétail. C'est une plante intéressante en raison des conditions environnementales dans lesquelles elle se développe et sa résistance aux conditions climatiques extrêmes [3].

I.3. Classification :

Règne : plantes.

Ordre : caryophyllées.

Sous-classe : Caryophyllidae.

Famille : Cactaceae.

Groupe : Opuntiaeae

Genre : Opuntia.

Sous-genre : Platyopuntia

Espèces : Opuntia ficus-indica [5].

I.4. Espèces et variétés de figue de Barbarie :

I.4.1. Opuntia argentina :

Cactus arborescent vert vif. Segments plats, oblongs de12 cm de long. Fleurs jaunes jusqu'à15 m de hauteur pour 3 m d'étalement [6].



Figure I.1: Opuntia argentin [7].

I.4.2. Opuntia ficus-indica :

Figue de Barbarie à larges segments (40 cm de long pour 25 cm de large).Fleurs jaunes de hauteur 5 m pour autant d'étalement [7].



FigureII-2 : Opuntia ficusindica [8].

I.4.3. Opuntia ficus-indicavar. inermis :

Figue de Barbarie sans aiguillons. Segments lisses vert/bleuté [7].



FigureI-3 : Opuntia ficus-indicavar. Inermis [9].

I.4.4. Opuntia microdasys :

Cactus buissonnant dont les segments aplatis et ovales portent des glochides blancs, jaune ou bruns selon la variété. Fleurs jaune vif teintés de rouge. Hauteur 40 cm pour autant d'étalement [7].



FigureI.4 : Opuntia microdasys [10]

I.4.5 Opuntia imbricata :

Segments cylindriques de10 à 40 cm de long vert franc à vert bleuté. Fleurs rouges. Jusqu'à 3m de hauteur pour1,5 m d'étalement [7].



Figure I.5: Opuntia imbricata [11].

I.4.6. Opuntia robusta:

Grands segments vert/bleuté portant des aiguillons blanches, bruns ou jaunes. Fleurs jaunes en juin.[7].



Figure I.6: Opuntia Robusta [12].

I.5. Description botanique

La figue de Barbarie est une plante arborescente, caractérisée par des tiges en forme de raquettes plates charnues et ovales pouvant atteindre 3 à 4 mètres de haut. Les raquettes, appelées cladodes, mesurent 30 à 40 centimètres de long, sur 15 à 25 cm de large et 1,5 à 3 cm d'épaisseur. Le figuier de Barbarie donne des fleurs et des fruits en abondance. Les fleurs apparaissent sur le dessus des raquettes, larges de 4 à 10 cm et de couleur jaune, orange ou rouge [2].

- **Les cladodes (raquettes)** : une organisation en articles aplatis, de forme elliptique ou ovoïdale de couleur vert-mat, ayant une longueur

de 30 à 50 cm, une largeur de 15 à 30 cm et une épaisseur de 1.5 à 3 cm. Les cladodes assurent la fonction chlorophyllienne et sont recouvertes d'une cuticule cireuse qui limite la transpiration et les protège contre les prédateurs, Ils sont couverts de petites aréoles, d'épines et de glochides blancs [13].

- **Les fruits** : Les fleurs donnent naissance aux fruits ; une grosse baie (100 à 150g), ovale ou allongée et charnue, avec une pulpe juteuse, en générale contenant de nombreuses graines (polysémique). La couleur et la forme du fruit sont variables selon les variétés : jaune, rouge, blanche. Les composés rouges sont les bétacyanines et les jaunes sont les bétaxanthines [13].
- **Les fleurs** : Les fleurs, marginales sur le sommet des cladodes, sont hermaphrodites, larges de4 à10 cm de couleur jaune et deviennent rougeâtres à l'approche de la sénescence de la plante. Un cladode fertile peut porter jusqu'à une trentaine de fleurs [13].
- **Les graines** : sont dures, indigestes, mais riches en vitamines. On en obtient, après préparation, une huile très recherchée et une farine nourrissante [13].

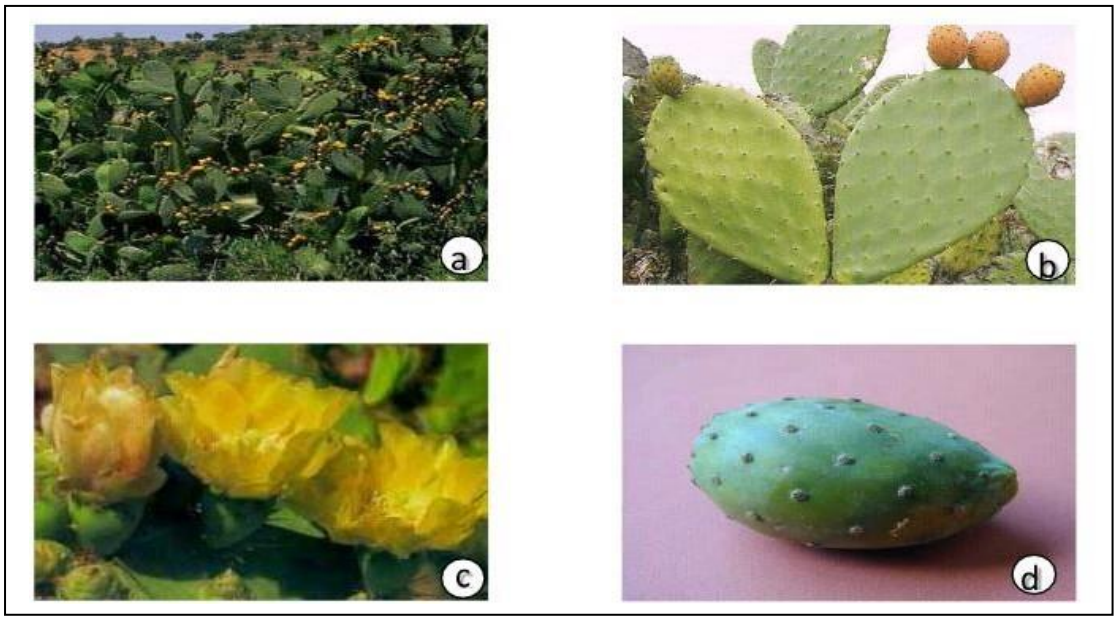


Figure I.7: Figuier de barbarie : a) plante, b) cladodes, c) fleurs, d) fruit [14].

I.6. La plantation de la figue de barbarie

La plantation de la figue de barbarie a été considérablement étendue dans la région du sud de l'Afrique (1772), l'Inde (1780), la Philippine (1695), la Chine (1700) et l'Indochine (1790). La période de plantation du cactus varie avec la latitude et les conditions environnementales. Deux époques sont considérées :

L'automne : de septembre à novembre pour les régions à hivers doux et de septembre à octobre dans les régions à hivers frais.

Le printemps : pendant les mois de février, mars et avril dans les zones à hivers doux et pendant le mois d'avril et mai dans les régions à hivers frais [15].

La plantation se fait soit par des raquettes simples ou doubles (raquette terminale fixée sur une raquette subterminale). L'avantage de la plantation des raquettes doubles est l'entrée plus rapide en production de ces raquettes par rapport aux raquettes simples. La multiplication du figuier de barbarie par bouturage est le mode le plus simple et le plus courant. La saison de récolte des figues de barbarie varie selon le lieu de production. Afin d'avoir l'optimum de la qualité du fruit, les fruits colorées nécessitent d'être récoltées quand elles atteignent au moins50% de leur couleur finale [4].

Les plantations constituent aussi un habitat pour la faune domestique ou sauvage. C'est une source mellifère importante pour l'apiculture durant la période de floraison.

Les cladodes chauffés au feu sont utilisés dans le traitement des inflammations, et dans le traitement des diabètes (hypoglycémie) non dépendants de l'insuline. Le mucilage isolé des raquettes permet de réduire le cholestérol total dans le sang [15].

I.7. Figue de barbarie dans le monde

Les Opuntias font maintenant partie de l'environnement naturel et des systèmes agricoles et Opuntia ficus-indica (L.) est l'espèce ayant la plus grande importance économique dans le monde. Ils sont cultivés en Amérique, en Afrique, en Asie, en Europe et en Océanie. On peut les retrouver du Canada à la Patagonie en Argentine, du niveau de la mer jusqu'à 5100 m d'altitude au Pérou. Quand ils ont été découverts pour la première fois par les explorateurs Européens, les opuntias étaient distribués de

la Mésoamérique à Cuba et à d'autres îles caribéennes. Ils sont devenus invasifs dans les zones ayant une saison des pluies caractérisée par des températures élevées, par exemple en Afrique du Sud et en Australie. Dans les climats méditerranéens, l'invasion naturelle est limitée par l'humidité et les températures froides d'hiver qui contrastent avec les conditions chaudes et sèches des étés. Les usages traditionnels et populaires du figuier de Barbarie dans un grand nombre de pays ainsi que ses multiples fonctions ont attiré l'attention des agriculteurs, des éleveurs et de la communauté scientifique [16].

I.7.1. EN AFRIQUE

L'introduction du cactus en Afrique du Nord a été favorisée par l'expansion Espagnole durant le seizième et dix-septième siècle et aussi par le retour des Maures vers leur terre natale quand ils ont finalement été expulsés d'Espagne en 1610. Ils emmenèrent avec eux « l'arbre à figue Indien » avec ses fruits succulents et le plantèrent autour de leurs villages.

Au 19 $^{-ème}$ siècle, le comte Adrien De Gasparin, un personnage considérable, s'intéressa lui aussi au figuier de Barbarie, et par ses analyses originales de l'économie rurale et par son enthousiasme employé à la diffusion des techniques nouvelles, il contribua beaucoup à l'application des sciences exactes à l'agriculture. Considérant le figuier de barbarie comme la providence des pays pauvres au sol aride, il voulut développer sa culture en Afrique du Nord et y créer des nopaléraies, notamment en Algérie [16].

I.7.2. EN Algérie :

En Algérie, les plantations de la figue de barbarie sont réparties dans les hauts plateaux, à Batna, Biskra et Bordj-Bou-Arreridj, Constantine, sur les hauts plateaux Algérois à 550 mètres, et environs 750 mètres à M'sila, Laghouat et même à1100 mètres Ain-Sefra.

Du centre à l'ouest l'Opuntia occupent une superficie dépassent les 25.000 hectares par exemple, on le trouve sur les hauteurs de Chréa, Bouarfa (wilaya de Blida), dans les wilayas de Boumerdès, Tipaza, Tissemsilt, Chlef, Relizane, Mostaganem, Ain-Temouchent, Oran, Mascara, Sidi-bel Abbès, Tlemcen, dont la meilleure cueillette des figues de barbarie est celle qui se réalise sur les hauteurs des

montagnes, spécialement en milieu rocailleux, A l'exception des montagnes et des zones sahariennes. La culture algérienne du cactus est largement représentée dans le pays autour des villages, en haies limitant les parcelles de 14 cultures ou de vergers. La culture de cactus se trouve parfaitement intégrée dans le système d'exploitation traditionnel. L'Algérie déploie ces dernières années un effort important pour encourager la culture de la figue de Barbarie, pour son importance socioéconomique et écologique [17].

I.8. Distribution géographique de la figue de barbarie dans le monde

La répartition géographique de la figue de barbarie est illustrée dans la carte suivante ; La couleur verte désigne le pays d'origine du figuier de barbarie (Mexique), la couleur noire désigne les aires de distribution : Brésil, Chili, Etats Unies, Inde, Italie, Espagne, Erythrée, Portugal, Algérie, Tunisie, Libye, Maroc, Afrique du Sud, Ethiopie, Soudan, Tanzanie, Kenya, Uganda [5].

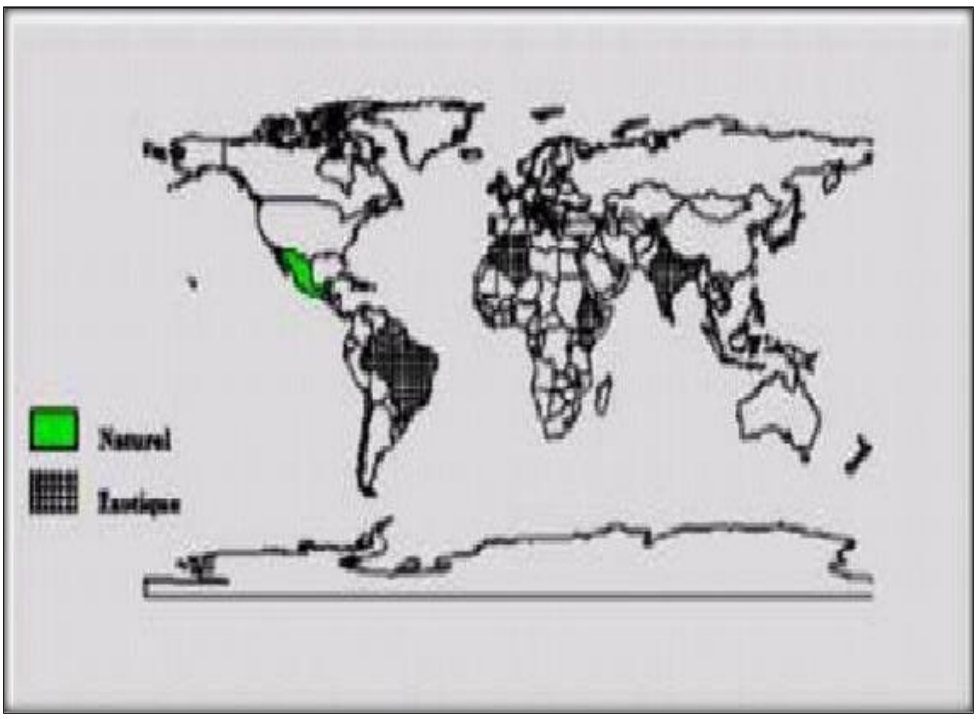


Figure I.8: Distribution géographique du figuier de Barbarie dans le monde [5]

.

I.9. Domaine d'utilisation de figure de barbarie

I.9.1. Domaine agro-industriel

Dans le domaine agro-industriel, les fruits du figuier de barbarie sont transformés en confiture, en jus, en miel, en boisson alcoolisée. Les jeunes raquettes du figuier de barbarie sont consommées comme un légume et l'ingrédient principal de nombreuses spécialités en Amérique et conservées en petits morceaux dans des boites de conserve sous le nom de « nopalitos ». D'ailleurs, il existe au Mexique et aux États-Unis des usines modernes de mise en boite des « nopalitos » [1].

I.9.2. Domaine médicinal

Le figuier de barbarie fait partie depuis longtemps aux plantes médicinales les plus utilisées. La recherche médicale moderne redécouvre ses propriétés. Elle étudie les molécules actives la composant et lui permettent de lutter efficacement contre quelques-unes des affections les plus graves de notre temps, comme la réduction de taux de sucre et de cholestérol dans le sang. Utilisée aussi comme régulant diurétique, et remède au disfonctionnement de la prostate. Cette plante est utilisée pour le traitement des douleurs gastro-intestinales, l'angoisse, l'artériosclérose, la spasmophilie, le stress, les brûlures et les coups de soleil.

Les scientifiques ont récemment observé les effets anticancéreux de la bétanine isolé de l'Opuntia ficus-indica sur la lignée de cellules K562 de la leucémie myéloïde chronique et sur des mélanomes (cancer de la peau) chez la souris. Le figuier de Barbarie est aussi utilisé dans de nombreuses régions comme ses propriétés amaigrissantes ; L'huile essentielle des graines des fruits du cactus sont riches en acides gras polyinsaturés, en stérols et en vitamines, elle est utilisée comme antiride naturel et pour la fabrication des crèmes dermiques antirides [18].

I.9.3 Domaine de l'énergie

Certains pays, comme le Chili, cultivent le figuier de barbarie afin d'obtenir assez de biomasse pour produire de l'électricité d'une manière durable. Une source d'énergie renouvelable qui pourrait s'avérer moins coûteuse que les énergies fossiles (pétrole, charbon et gaz) et beaucoup moins dangereuse pour l'environnement [1].

I.10. Différentes formes d'utilisation de figue de Barbarie

I.10.1. Huile de pépins de figue de barbarie

L'huile de pépins de figue de barbarie est une huile précieuse obtenue par

pression à froid des graines de figue de barbarie. Cette huile est majoritairement composée d'acide oléique (22%), palmitique (12%) et linoléique (60%) qui lui confère des propriétés nourrissantes et émollientes très intéressantes en cosmétique. L'huile de figue de Barbarie est naturelle à 100% exceptionnelle pour la peau. Réparateur, nourrissant, et très hydratant, il lutte contre les agressions du temps et ce grâce à son taux élevée en antioxydants et en acides gras essentiels (AGE), qui redonnent à la peau son tonus et sa

Fermeté. Son action régénérante et restructurant en fait le soin anti-âge idéal [19].



Figure I.9: Huile de pépins de figue de barbarie [19].

I.10.2. Farine de figue de barbarie

La farine de graine d'opuntia ficus indica contient 16.5 % de protéines et 48 % de fibres cette farine est utilisée en agroalimentaire grâce à sa haute valeur nutritive. En cosmétique et grâce à sa richesse en acides gras essentiels, stérols et vitamine E. Cette poudre et utilisée comme exfoliant, anti-âge et antioxydant elle est aussi utilisée pour produire une macération précieuse [19].

I.10.3. Confiture de figue de barbarie

Une sélection rigoureuse de fruits de tout premiers choix associés au sucre de canne, tous deux issus de l'agriculture biologique, aident à fabriquer une confiture de qualité [19].

I.10.4. La pulpe de figue

La pulpe de la figue de barbarie sert de base juteuse, parfumée et sucrée pour

l'industrie agroalimentaire, notamment dans la réalisation de confitures, de jus et de sorbets [20].

Il y a environ 200 espèces d'Opuntia, mais seuls sont exploités les fruits d'une vingtaine d'espèces sont exploités. Les fruits sont connus par leurs teneurs élevées en sucre, minéraux et vitamines. Ils sont produits et vendus en été et en automne, selon la précocité de la variété.

La pulpe est formée par le développement des trichomes qui viennent des cellules épidermiques du funicule et de l'enveloppe funiculaire. La taille du fruit dépend du nombre d'ovules fécondés et du nombre de graines qui avortent. On ne sait pas encore pourquoi des graines avortent [16].

I.10.5. Poudre de Nopal

La directive européenne 2002/46, transposée par le décret 2006-352 du 20 mars 2006, donne une définition et un statut juridique aux compléments alimentaires. Les compléments alimentaires sont des denrées alimentaires dont le but est de compléter le régime alimentaire normal et équilibré qui constituent une source concentrée de nutriments ou d'autres substances ayant un effet nutritionnel ou physiologique seuls ou combinés. La poudre de nopal est reconnue comme un complément alimentaire source de composés fonctionnels. En effet le nopal est très riche en fibres (50%), ainsi qu'en acide aminés (17 dont 8 essentiels) et en vitamines A, C, B1, B2 et B3 [19].

I.10.6. Vinaigre d'opuntia

Ce fût une innovation au Sial de Paris 2012. Il a été démontré que ce vinaigre gastronomique extrait de la pulpe de figue avec son arôme riche, savoureux et fruité, sa légère acidité et son goût très raffiné, à plusieurs qualités nutritives et cosmétiques. Outre les propriétés amincissantes, antioxydants et cicatrisantes du figuier de barbarie et de son fruit, ce vinaigre stimule la flore intestinale, améliore la digestion et renforce les défenses naturelles. Il est extrait de la pulpe de figue [20].

A. Bienfaits du vinaigre de figue de barbarie biologique

- Substances antibiotiques
- Substances antibactériennes
- Enzymes
- Bêta-carotène

- Pectine

Acide malique important de la lutte contre les toxines

- Acide acétique [19].

I.11. Composition de la figue de barbarie

La figue de barbarie est un fruit succulent, peu acide et riche en sucres, ce qui le rend délicieux et doux, La composition moyenne de la figue de barbarie est résumée dans le tableau suivant [21] :

Tableau I.1: Composition de la figue de barbarie [21].

Paramètres	**Valeur**	**Paramètres**	**Valeur**
Pulpe (%)	43-57	Mg (mg/100g)	16.1-98.4
Graines (%)	2-10	Na (mg/100g)	0.6-1.1
Epluchure (%)	33-55	K (mg/100g)	90-217
pH	5.3-7.1	P(mg/100g)	15-32.8
Acidité (% Acide citrique)	0.05-0.18	Proline (mg/L)	1768.7
Eau (%)	84-90	Glutamine (mg/L)	574.6
Protéines (%)	0.2 – 1.6	Taurine (mg/L)	572.1
Lipides (%)	0.09-0.7	Serine (mg/L)	217.5
Fibres (%)	0.02-3.1	Alanine (mg/L)	96.6
Sucres totaux (%)	10-17	Acide Glutamique (mg/L)	83.0
VitamineC (mg/100g)	1-41	Méthionine (mg/L)	76.9
Ca (mg/100g)	12.8-59	Lysine (mg/L)	53.3

L'Opuntia ficus-indica est caractérisée par un pH relativement élevé (5.3-7.1) comparé à celui d'autres fruits et une acidité relativement faible (0.05-0.18%). En raison de sa haute teneur en eau, sa valeur calorique totale est faible, elle est de 50 Kcal/100 g comparable à celé d'autres fruits tels que les poires, les abricots et les oranges. Le fruit est riche en sucres, majoritairement représentés par le glucose et le fructose. Le

glucose, dominant, est une source d'énergie immédiatement disponible pour le cerveau, tandis que le fructose permet une amélioration de la saveur du fruit.

Une teneur plus élevée en vitamine C, comparée à d'autres fruits tels que la pomme, la poire, les raisins et la banane, a été notée. Seules des traces de vitamines B1, B6, niacine, riboflavine et acide pantothénique ont été trouvées. La figue de barbarie montre une composition intéressante en minéraux, particulièrement, le potassium (90-217mg/100g), le calcium (12.8-59 mg/100g) et le magnésium (16.1-98.4mg/100g), des niveaux élevés d'acides aminés libres, dont la proline (1768.7mg/L), glutamine (574.6 mg/L) et la taurine (572.1 mg/L) ont été également rapportés [21].

Références bibliographiques :

[1] S . Belkacem ;H . Hammiche Développement local, tourisme et valorisation du patrimoine Une ressource territoriale à valoriser : cas du figuier de barbarie; 2015 ;

[2] Thése présenté en vue de l'obtention du grade de Docteur entre l'Université d'Angers (France) sous le label de L'Université Nantes Angers Le Mans et l'Université de Sultan Moulay Slimane (Maroc) École doctorale : ed venam (Végétal Environnement Nutrition Agroalimentaire Mer) Discipline : Agroalimentaire Spécialité : Sciences Agronomiques Unité de recherche : Unité de Recherche GRAPPE, SFR 4207 QUASAV, Groupe ESA. Laboratoire des Bioprocédés et Biointérfaces, Université Sultan Moulay Slimane. Soutenue le : 21 juillet 2015 Thèse N° : 1479 Etude physico-chimique, biochimique et stabilité d'un nouveau produit : jus de cladode du figuier de Barbarie marocain (Opuntia ficus-indica et Opuntia megacantha) ; Amale boutakiout

[3] M . Delmi , (Effet antimicrobien d'extrait d'Opuntia ficus-indica sur certain bactérie pathogène) , 04/07/2018 ;

[4] universite mohammed v- souissi faculte de medecine et de pharmacie - rabat faculté une médecine pharmacie , Bhira ,2012

[5] M . DRALI et L . IKHLEF (Étude physico-chimique de la pulpe et de l'huile extraite à partir des graines de figue de barbarie), 10/07/2017 ;

[6] I . MAKOTO Article : Le 1er août 2018 ;

[7] Https://https://www.google.com/search?q=Opuntia+argentina+cactus+en+ligne&client=avast&sxsrf=APwXEdePppSo5OruC5PTM0PdV_TCEplYbA:1685924532181&source=lnms&tbm=isch&sa=X&ved=2ahUKEwjsh--m7qr_AhVHKewKHSqDATgQ_AUoAXoECAEQAw&biw=1242&bih=597&dpr=1.1#imgrc=4KaAt29XQKlO7M

[8] Https://www.google.com/search?client=avast&q=https%3A%2F%2Fwww.google.comalik sir. Comfigue-+de-barbarie-opuntia- ficus- indica-huile- vegetale

[9] Source : https://www.google.com/ www.fruitiers-rares

[10] Source : jardin-secrets.com

[11] www.llifle.com 14 Nov. 2005.

[12] https://www.google.com.gardenia.net

[13] M . Berrahil , K . BENAMEUR , S . MILOUD (Etude physico-chimique de l'huile des graines de figues de barbarie, Juin 2019) ;

[14] M . BELMILOUD (Extraction Et Caracterisation Physico- Chimique Des Huiles Des Graines De Figue De Barbarie), , 07/10/2013

[15] S . NEFFAR, de doctorat en biologie vegetale, université badji mokhtar. annaba (Etude de l'effet de l'âge des plantations de figuier de Barbarie (Opuntia ficus indica L. Mil er) sur la variation des ressources natureles (sol et végétation) des steppes algériennes de l'Est.(Cas de Souk- ahras Tébessa), (2011/2012) ;

[16] L'Organisation des Nations Unies pour l'Alimentation et l'Agriculture et le Centre International pour la Recherche Agricole dans les Zones Arides Rome, 2018, écologie, culture et utilisations du figuier de barbarie

[17] H . BENABDALLAH , N . DAOUD (Effet du stress salin sur le comportement de quelques écotypes du figuier de barbarie (Opuntia ficus indica Mill.) dans la région de Hodna) , (2017/2018) ;

[18] F . BENATTIA Thèse de doctorat en Chimie Option : Chimie bio-organique et thérapeutique Présentée par (21/11/2017) ;

[19] Le spécialiste du cactus Bio M . BENNANIK 16.17 JUNE 2011)

[20] L'essentiel De L'agroalimentaire Et L'agriculture - N°100 #100 www.agroligne.com M (Agroligne N°100 - Mai / Juin 2016) ;

[21] S . BOUDJELLABA Melle A . YASSA (Activité antioxydante des graines de quelques variétés de figue de barbarie (Opuntia ficus-indica L.) de la région de Béjaia) ; (2011/2012)

LES HUILES ESSENTIELLES

II.1 Introduction

Les huiles essentielles sont composées par des molécules aromatiques d'origines végétales présentant une très grande diversité de structure. Cependant ces huiles essentielles sont obtenues avec des rendements très faibles (de l'ordre de 1%) ce qui en fait des substances fragiles, rares, mais toujours précieuses. Ainsi les différentes techniques d'extraction des huiles essentielles doivent d'une part, tenir compte de ces caractéristiques et d'autre part, apporter des performances quantitatives satisfaisant une forte demande toujours plus exigeante.

Basée sur différents phénomènes physiques : la distillation, l'extraction ou la séparation, ces techniques d'extraction seront présentées selon le principe sur lequel elles sont basées, et classées en deux catégories distinctes selon le produit final obtenu : une huile essentielle ou un extrait aromatique.

Les huiles essentielles se trouvent en petites quantités par rapport à la masse de la plante et sont très parfumées et volatiles, ce qui signifie qu'elles s'évaporent rapidement dans l'air [1]. Il est crucial de différencier les huiles essentielles des huiles fixes telles que l'huile d'olive et les graisses contenues dans les plantes. En effet :

- Seules les huiles essentielles sont volatiles, ce qui les distingue des huiles et graisses fixes.
- Leurs compositions chimiques et leurs propriétés physiques les différencient des huiles fixes.
- Se trouve souvent en combinaison avec d'autres substances, comme les gencives et les résines.

En fait, les huiles essentielles elles-mêmes ont tendance à résister à l'exposition à l'air[1]. Les premières traces d'utilisation des huiles essentielles en tant que telles proviennent d'Égypte, entre 3000 et 2000 avant JC [2]. À cette époque, il semble qu'une forme rudimentaire de distillation était utilisée pour extraire la substance des plantes aromatiques.

Vers 1700 avant JC, le papyrus Edwin Smith, attribué à Imhotep, contient des recettes similaires à l'aromathérapie moderne [3]. Les Perses sont considérés comme les inventeurs de la distillation, une technique qui a été perfectionnée par les Arabes, qui l'utilisaient davantage à des fins de parfumerie que thérapeutiques.

Les Musulmans ont repris cette technique et l'ont adaptée à des fins médicales. Ibn Sina, avait largement utilisé les huiles essentielles au cours des Xe et XIe siècles, contribuant à la propagation de cette thérapie grâce à l'un de ses ouvrages les plus célèbres, le Canon de médecine. [4].

II.2 Généralités sur les plantes médicinales

Les plantes médicinales sont utilisées depuis l'antiquité pour traiter diverses affections. Elles sont généralement considérées comme des alternatives naturelles aux médicaments synthétiques, bien que certaines puissent également être utilisées en complément de traitements conventionnels. Les plantes médicinales sont souvent utilisées sous forme de tisanes, de décoctions, d'infusions, de cataplasmes, de pommades, d'huiles essentielles, de teintures, ou encore de gélules et de comprimés. Les propriétés thérapeutiques des plantes médicinales sont dues à leur contenu en composés bioactifs, tels que des alcaloïdes, des flavonoïdes, des terpènes, des acides phénoliques, etc. Cependant, il est important de noter que certaines plantes peuvent également être toxiques et nécessitent une utilisation prudente et avisée.

II.3. Procédés d'obtention des huiles essentielles

Plusieurs procédés sont utilisés pour l'extraction des produits aromatiques des végétaux. Les principales propriétés physiques mises en œuvre dans les opérations fondamentales d'extraction des matières naturelles aromatiques sont :

- La volatilité ;
- La solubilité ;
- Les dimensions et les formes des particules [7]

II.3.1 Décoction

En général, la décoction est appliquée aux racines, écorces, bois, branches, fruits, etc. Le processus d'extraction par décoction consiste à faire bouillir une partie ou la totalité de la plante dans l'eau pendant une période déterminée (10 à 30 minutes), en la laissant macérer

pendant une autre période de temps, et enfin le filtrer en utilisant un papier spécial ou un tissu. Habituellement, on prélève 10g d'eau pour chaque gramme de matière végétale.

II.3.2 Macération

La macération est une technique d'extraction des principes actifs de certaines plantes. Elle consiste à laisser tremper les plantes dans un liquide (eau, alcool, huile, vinaigre) pendant une durée plus ou moins longue afin d'obtenir une solution concentrée en substances actives. La macération est souvent utilisée pour les plantes dont les principes actifs risquent de se dégrader ou de disparaître sous l'effet de la chaleur. Cette technique permet également d'extraire des substances insolubles dans l'eau, mais solubles dans les autres liquides. La macération est largement utilisée en phytothérapie et en cosmétique naturelle pour la préparation de tisanes, d'huiles de massage, de lotions et de crèmes.

Dans le cas de la macération à l'eau, les plantes doivent être versées dans le liquide froid ou tiède pendant quelques heures (10 ou12 heures) [8]. Les macérations à l'eau ne doivent pas dépasser une douzaine d'heures par risque d'oxydation et de fermentation du liquide [9]. Pour l'alcool, le vinaigre et les huiles, cette macération peut se prolonger plusieurs jours sans inconvénients [9]

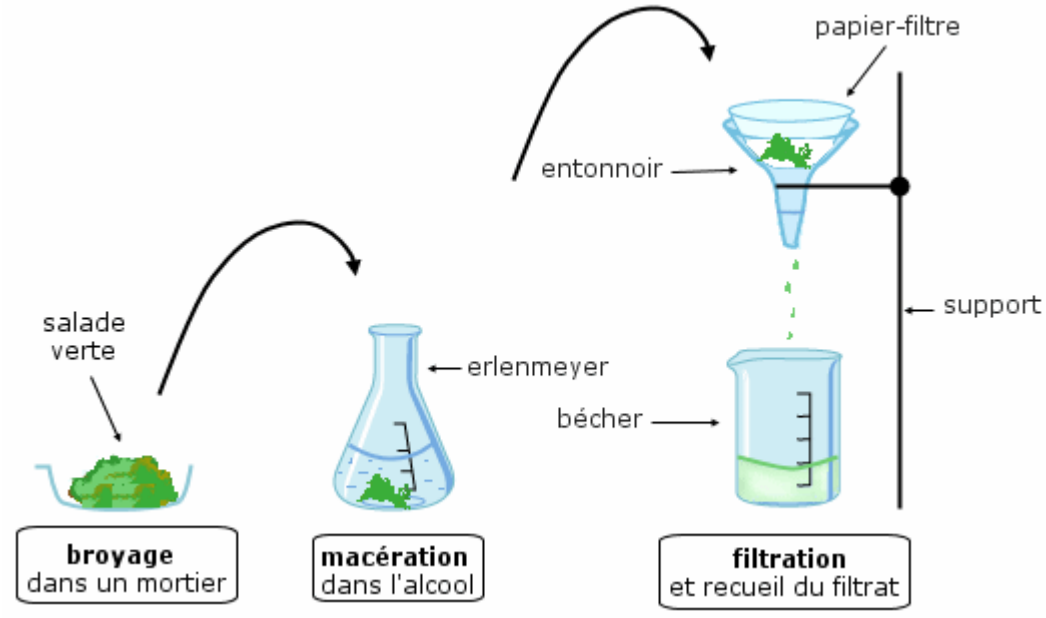


Figure II.1: Montage d'extraction par macération

II.3.3 Infusion

L'infusion est une méthode courante d'extraction des principes actifs de certaines plantes. Elle consiste à verser de l'eau chaude sur des plantes séchées ou fraîches et à laisser infuser pendant un certain temps. Le liquide obtenu, appelé tisane, est ensuite consommé pour ses propriétés thérapeutiques ou gustatives.

II.3.4 Distillation

La distillation est une méthode de séparation du mélange homogène composé d'éléments liquides et dont les températures d'ébullition sont différentes. Elle permet également de séparer l'eau des autres constituants d'un mélange homogène. Son fonctionnement est simple : le liquide est chauffé jusqu'à ébullition. Au contact d'une paroi refroidie, la vapeur d'eau formée se transforme en eau liquide. Les gouttelettes sont recueillies et on obtient un distillat qui est de l'eau. L'eau distillée ne contient que de l'eau, c'est donc une eau pure.

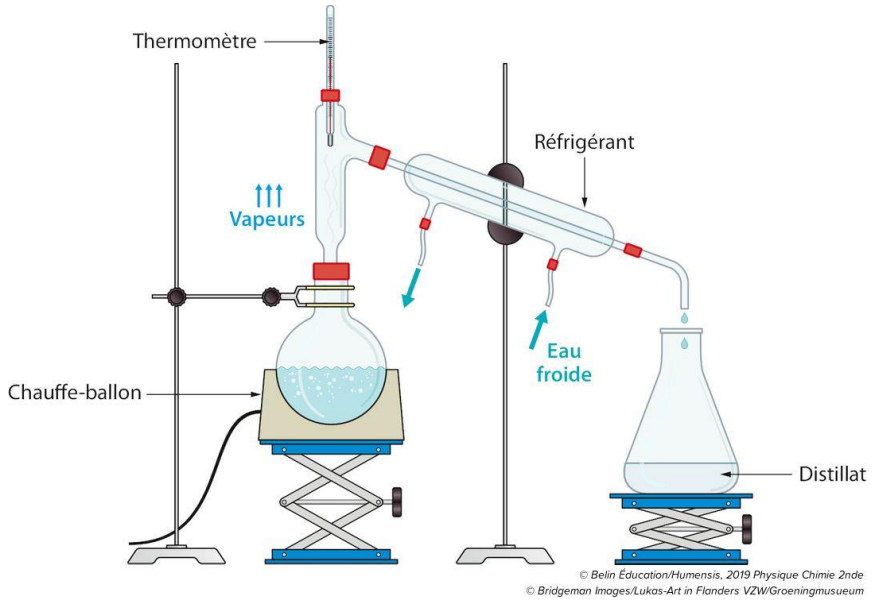


Figure II.2: Distillation

II.3.4.1. Distillation discontinue

Une distillation discontinue est une distillation lors de laquelle on insère le mélange à séparer puis l'on chauffe à différentes températures pour séparer un à un les composants. Ce type de distillation peut subir des modifications du mélange à distiller ou des modifications de la température.[11]

II.3.4.2. Distillation continue

La distillation continue est une distillation lors de laquelle on alimente en continue avec du mélange à séparer. On ne touche pas à la température de l'appareil cependant.[11]

II.3.4.3. Distillation sous vide

Dans la distillation sous vide, on utilise une pompe à vide afin d'abaisser la pression ambiante pour réaliser la distillation. On utilise cette méthode lorsque les produits à distiller sont trop volatils à la pression ambiante. Cela permet donc de réduire leur point d'ébullition. 11]

II.3.5. Hydrodistillation

L'opération implique de placer la matière végétale à traiter directement dans un alambic rempli d'eau, qui est ensuite chauffé jusqu'à ébullition. Les vapeurs qui en résultent sont de différentes natures et sont condensées sur une surface froide, permettant ainsi de séparer les huiles essentielles en fonction de leur densité. [12]

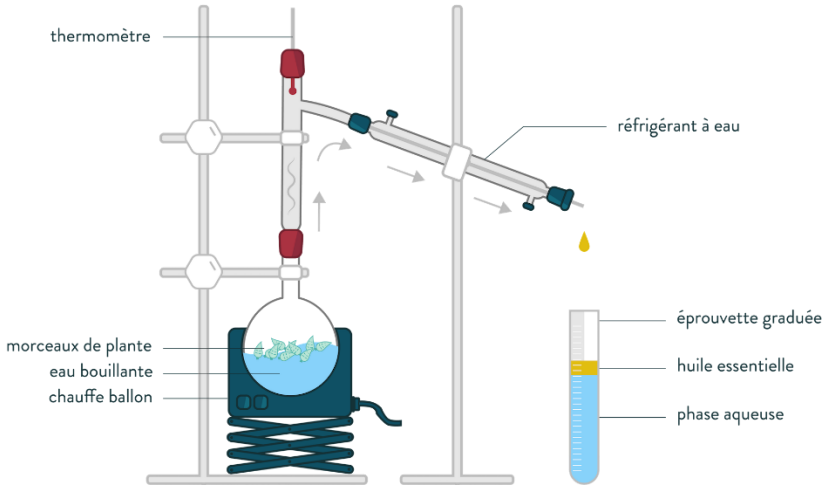


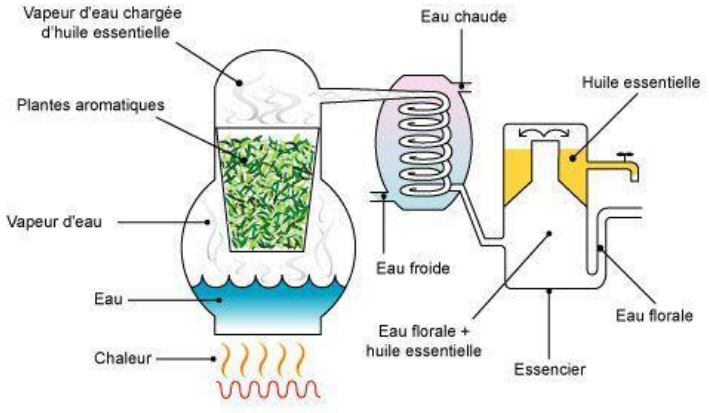
Figure II.3: Montage d'extraction par hydrodistillation [12]

II.3.5.1. Distillation mixte

La distillation mixte est une technique qui associe l'entrainement à la vapeur d'eau et l'hydrodistillation. Pendant le processus d'extraction, la matière végétale est placée dans de l'eau bouillante et traverse un courant de vapeur d'eau, permettant ainsi de combiner différents phénomènes d'extraction. Le principal avantage de cette méthode est de réduire les réactions secondaires subies par l'huile essentielle sous l'action de l'eau acide. [13]

II.3.5.2. Distillation à la vapeur d'eau saturée

Pour obtenir des huiles essentielles à partir d'épices, de plantes aromatiques et médicinales, on utilise une méthode qui implique de placer le végétal dans un alambic sur une plaque perforée, à une certaine distance au-dessus du fond rempli d'eau. Le végétal entre en contact avec la vapeur d'eau bouillante pendant le processus d'extraction. [14]



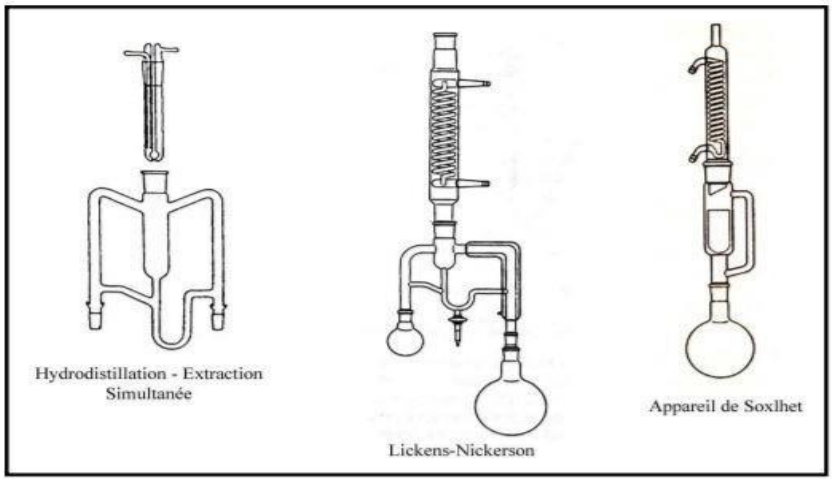
FigureII.4 : Montage d'extraction par distillation à la vapeur d'eau saturée [14]

II.3.6 Extraction des huiles essentielles à l'aide de solvants volatiles

Le procédé consiste à faire entrer en contact la matière végétale avec un solvant qui extrait les constituants solubles présents dans la plante. Cette opération peut être répétée plusieurs fois sur la même charge de matière végétale, une fois que le solvant a été retiré et récupéré. Ensuite, le produit d'extraction obtenu subit un lavage à l'alcool 95° afin d'obtenir un produit dont les caractéristiques olfactives se rapprochent de celles de la plante d'origine. [15]

II.3.7 Extraction par CO2 liquide supercritique

En utilisant le dioxyde de carbone pour l'extraction, il est possible d'obtenir un extrait qui reste très fidèle à la nature. Cette méthode évite apparemment les phénomènes d'hydrolyse et d'oxydation qui pourraient altérer la perception olfactive ou gustative de la plante en modifiant la composition de certains de ses composants.



FigureII.5 : Montage d'extraction par solvant [15]

D'un autre côté, les extraits obtenus grâce à cette méthode présentent les caractéristiques suivantes :

- L'absence de trace de solvant organique.
- Ils peuvent être enrichis en principes actifs caractéristiques.

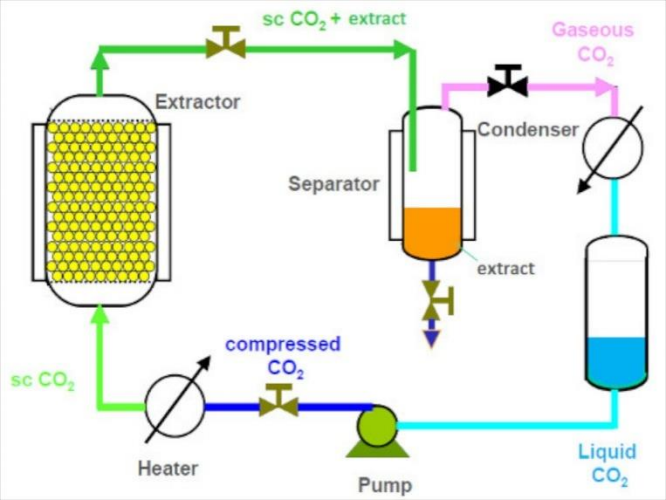
Ces propriétés clés font de l'extraction par le CO2 un outil particulièrement adapté pour produire des extraits de grandes qualités qui répondent aux exigences des consommateurs et des législateurs. [16]

II.3.8. Extraction par micro-ondes

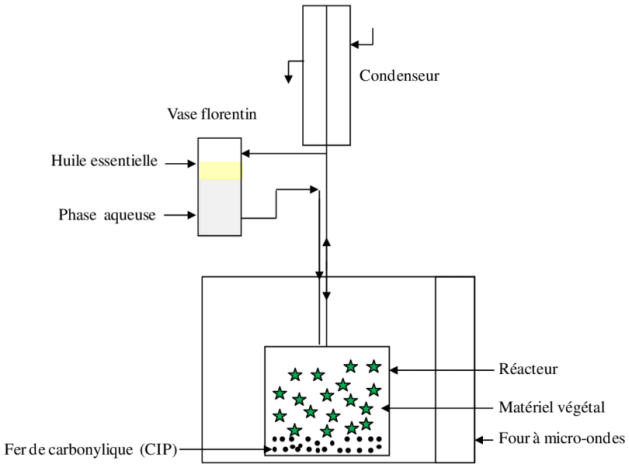
Le procédé d'extraction par micro-ondes appelée (Vacuum Micro wave Hydro Distillation) consiste à extraire l'huile essentielle à l'aide d'un rayonnement micro-ondes d'énergie constante et d'une séquence de mise sous vide. Seule l'eau de constitution de la matière végétale traitée entre dans le processus d'extraction des essences.

Sous l'effet conjugué du chauffage sélectif des micro-ondes et de la pression réduite de façon séquentielle dans l'enceinte de l'extraction, l'eau de constitution de la matière végétale fraîche entre brutalement en ébullition. Le contenu des cellules est donc transféré vers l'extérieur du tissu biologique.

L'essence est alors mise en œuvre par la condensation, le refroidissement des vapeurs et puis par la décantation des condensats. Cette technique présente les avantages suivants : Rapidité, économie du temps, d'énergie et de l'eau, extrait dépourvu de solvant résiduel [17,18].



FigureII.6 : Montage d'extraction par dioxyde de carbone CO_2 liquide supercritique [17]



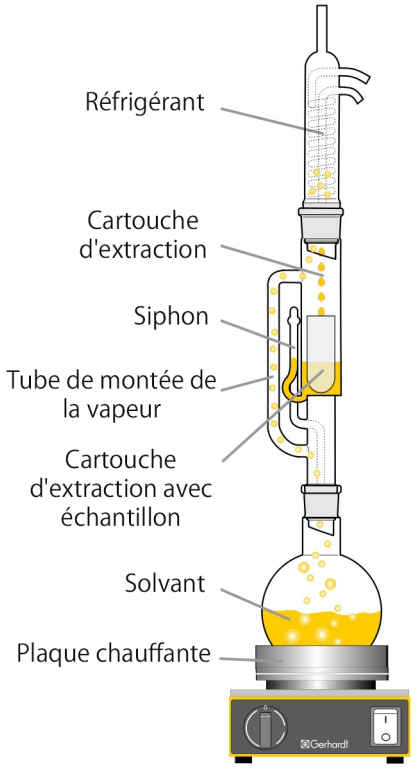
FigureII.7 : Montage d'extraction par micro-ondes [18]

II.3.9 Extraction par Soxhlet

L'extraction par Soxhlet est une méthode simple et pratique. Le cycle d'extraction est répété en continu avec du solvant frais jusqu'à ce que le soluté dans la matière première soit complètement épuisé. Dans cette étude, la méthode d'extraction par Soxhlet a été utilisée pour évaluer l'effet du prétraitement supercritique des matières premières sur l'extraction conventionnelle de l'acide rosmarinique [19].

Le schéma du principe du dispositif Soxhlet est présenté sur figure II.8 est composé d'un corps en verre avec une cartouche filtrante, d'un tube siphon et d'un tube à distiller en papier filtre épais (matériau perméable aux solvants). Dans l'ensemble, l'extracteur est placé sur un ballon

contenant le solvant d'extraction. Le ballon est chauffé pour que son contenu puisse bouillir. Insérez la colonne contenant le solide à extraire dans l'extracteur et placez un condenseur au-dessus de l'extracteur pour liquéfier la vapeur de solvant.



FigureII.8 : Montage d'extraction par soxhlet [19]

II.4 Propriétés des huiles essentielles

II.4.1. Propriétés organoleptiques

Les huiles essentielles sont généralement incolores mais on trouve quelqu'une colorées en jaune, en rouge (essence de cannelle), en bleu (huile volatile de camomille) et en vert (huile volatile d'absinthe). Les huiles volatiles donnent leur coloration à une substance particulière qui est l'azulène $C_{15}H_{18}$ de couleur bleu, elles sont divisées en quatre classes [20]

- Huile incolore : sans azulène ni résine ;

- Huile jaune : avec résine seulement ;
- Huile bleue : avec azulène ;
- Huile verte brune ou jaune verte : contenant de l'azulène en proportion variable.

II.4.2 Propriétés biologiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont utilisées dans les usines de parfum en raison de leurs arômes distinctifs, ainsi que dans les traitements traditionnels et dans de nombreuses industries pharmaceutiques en raison de leurs propriétés curatives. Les terpènes ou terpénoïdes présents dans les huiles essentielles ont des effets contre les bactéries, les mycètes, les virus et les protozoaires. [21- 23].

II.4.3 Propriétés antioxydantes

Le contenu phénol des huiles essentielles est étroitement lié à leur capacité antioxydante [22]. Le carvacrol, qui est l'un des principaux composants des huiles essentielles de certaines La biaceae (Lamiaceae) telles que l'organ et le thym, peut atteindre une teneur allant jusqu'à 86%. L'activité antioxydante de ces plantes est due au carvacrol, au thymol et à un autre phénol [25], comme l'ont confirmé plusieurs études.

II.4.4 Propriétés physiques

Les huiles essentielles possèdent en commun un certain nombre de propriétés physiques :

- ❖ Elles sont solubles dans l'alcool, l'éther, le chloroforme, les huiles fixes, les émulsifiants etdans la plupart des solvants organiques, et peu solubles dans l'eau,
- ❖ Leur point d'ébullition varie de160°à 240°C.
- ❖ Leur densité est en générale inférieure à celle de l'eau, elle varie de 0,75 à 0,99. Elles ont un indice de réfraction élevé.
- ❖ Elles dissolvent les graisses, l'iode, le souffre, le phosphore et réduisent certains sels. Sont très altérables et sensibles à l'oxydation.
- ❖ Ce sont des substances de consistance huileuse, plus ou moins fluides, voire résinoïdes, très odorantes et volatiles.
- ❖ A température ambiante, elles sont généralement liquides, incolores ou jaunes pâles.

II.5 Composition chimique des huiles essentielles

Pour identifier les composants et la composition des huiles essentielles, les chercheurs ont mené plusieurs expériences. Les huiles essentielles sont des mélanges plus ou moins complexes

dont les constituants jouent des rôles d'importance variable en termes d'arôme : certains contribuent fortement à l'odeur de l'essence, d'autres participent simplement à l'harmonie du mélange, et d'autres encore sont complètement inodores ou peu odorants.

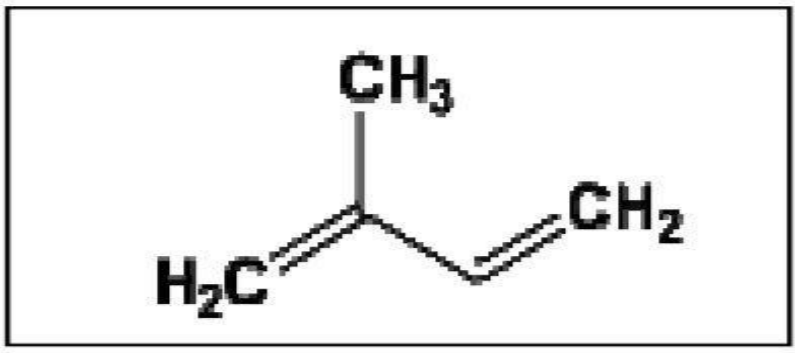
Les constituants des huiles essentielles appartiennent quasi exclusivement à deux groupes caractérisés par des origines biogénétiques distinctes : le groupe des terpénoïdes, d'une part, et le groupe des composés aromatiques dérivés du phénylpropane, beaucoup moins fréquents, d'autre part. Les huiles essentielles peuvent également renfermer divers produits issus de processus dégradatifs impliquant des constituants non volatils.[1].

II.5.1. TerpénoÏdes

Les terpènes sont des dérivés de l'isoprène, d'où le nom d'isoprénoide, sous lequel ils sont parfois désignés selon le nombre d'unités isopréniques qui constituent les isoprénoides [24].

Les monoterpènes (C10), les sesquiterpènes (C15), les diterpènes (C20), les triterpènes (C30) et les tetraterpènes (C40), dans le cas des huiles essentielles, seuls seront rencontrés ; les terpènes

Les plus volatiles, c'est-à-dire ceux dont la masse moléculaire n'est pas trop élevée : Monoterpènes et ses qui terpènes. [26]



FigureII.9 : Structure chimique d'isoprène (C_5H_8) [24]

II.5.2. Monoterpènes

Les carbures sont presque toujours présents. Ils peuvent être acycliques (myrcène, ocimène...), monocycliques (α et β-terpène, α-cymène) ou bicycliques (pinènes,3-carène, camphère, sabinène…) constituent parfois plus que de 90% d'huile essentielle, notamment chez les citrus et la famille des térébenthines. La réactivité des cations intermédiaires justifie l'existence de nombreuses molécules fonctionnalisées [20].

- Alcools, des éthéres oxydes : bornéole, géraniol, citronillol, menthol et cinéale 1,8 (éther-oxyde) ou eucalyptol ;
- Phénol : thymol, cavacrol, eugénoletanéthol;
- Aldéhydes : aldéhyde cuminique, aldéhyde cinnamique,
- Esters : acétate de linalyle et acétate de geranyle ;
- Cétone : thuyon, carvone et monthon ;
- Aldéhydes-phénols : aldéhyde salicylique ou aldéhyde prolocatéchique ;
- Acides : acide benzoïque et acide cinnamique ;
- Lactone : ligustilide ;
- Composés sulfurés : isosulfocyanate.

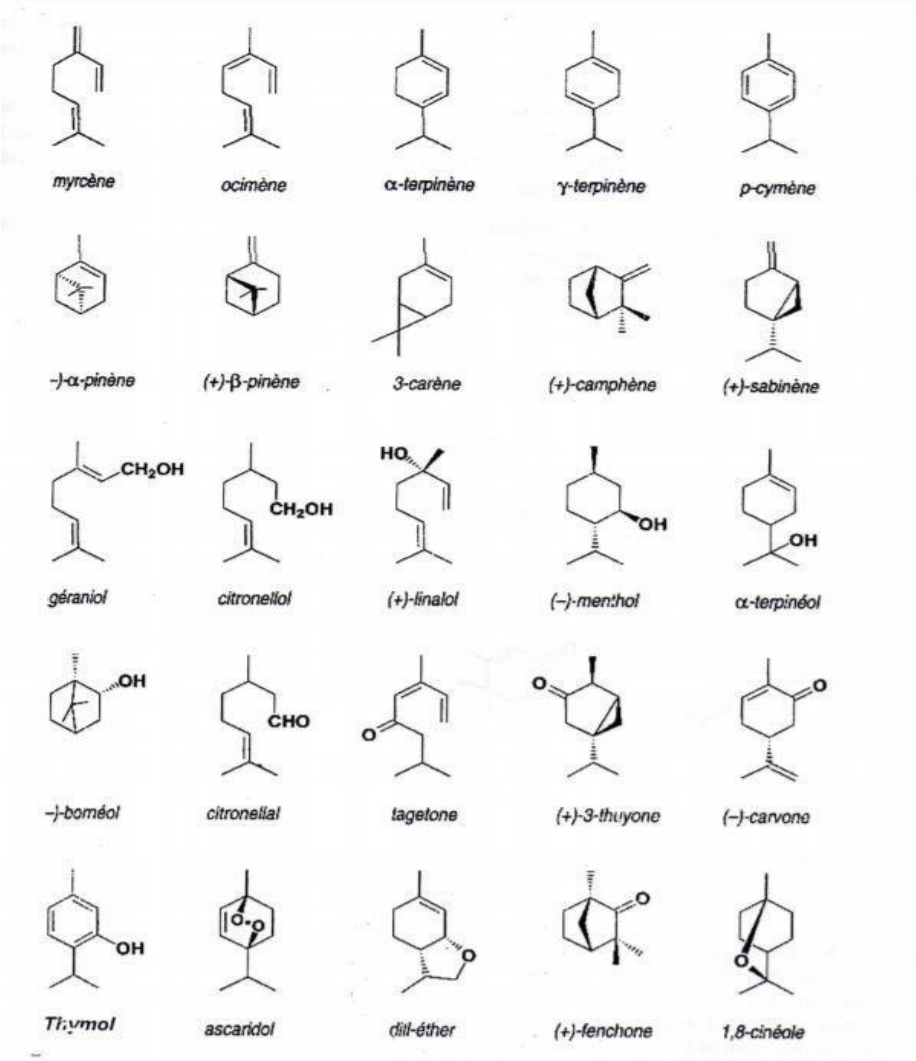


Figure II.10: Exemples de structures de monoterpène sacycliques et cycliques rencontrées dans les huiles essentielles [18].

II.5.3.Sesquiterpènes

Un grand nombre de sesquiterpènes sont des constituants habituels des huiles essentielles des végétaux supérieurs, ils peuvent intervenir dans les propriétés pharmacologiques attribuées à ces fractions volatiles. Biologiquement, bon nombre de structures ses quiterpéniques sont des phytoalexines, d'autres semblent agircomme des régulateurs de croissance, d'autres enfin attirent les insectes ou agissent à l'encontre de ceux-ci comme des facteurs anti nutritif.[1]

- Carbures : β-bisobolène, β-caryoohyllèneset longifolène ;
- Alcools : farnésol, carotol, patchoulol et β-santatol ;

- Cétones: nootakatone, cis-longipinane-2,7 dione et β-citocone ;
- Aldéhydes : sininasale ;
- Esters : acétate de cédryle.

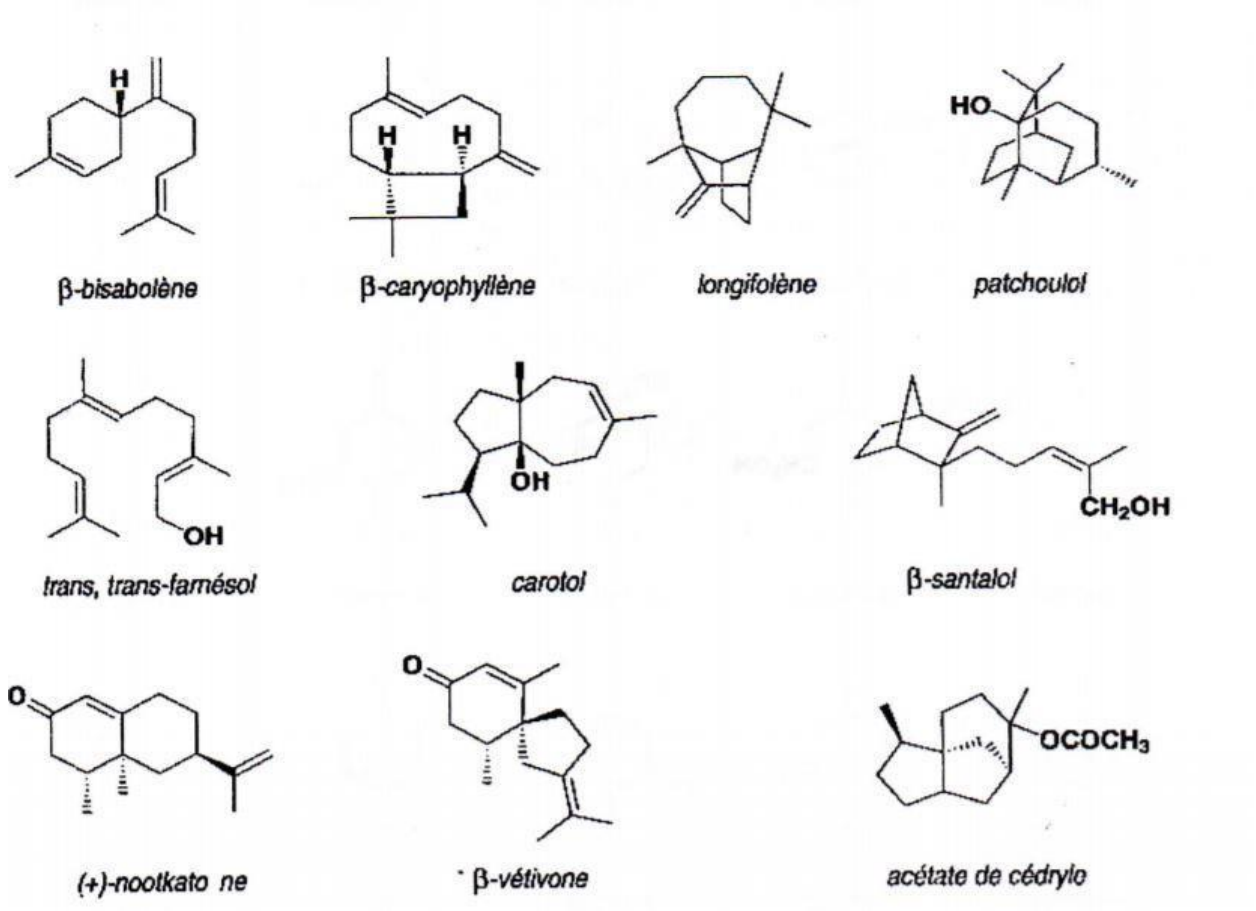
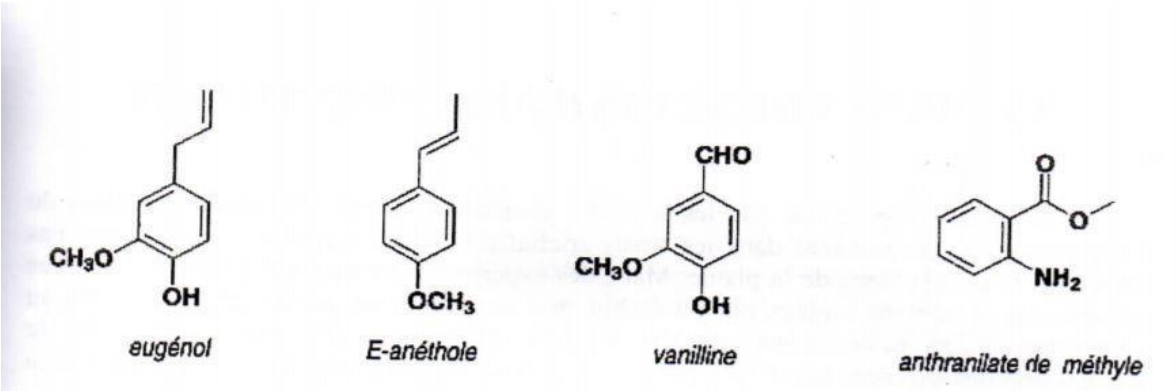


Figure II.11: Exemples de structures de sesquiterpènes rencontrées dans les huiles essentielles [1].

II.5.4 Les composés aromatiques

Les dérivés du phénylpropane (C_6-C_3) sont beaucoup moins fréquents que les précédents. Ce sont très souvent desallyles-et des propényl phénols, parfois desaldéhydes. On peut également rencontrer dans les huiles essentielles des composés comme la vanilline [1].



FigureII.12 : Structures des composés aromatiques rencontrées dans les huiles essentielles [1].

II.6 Facteurs influençant la composition des huiles essentielles

II.6.1 Influence des facteurs intrinsèques

La composition d'une huile essentielle varie selon l'espèce productrice. Ainsi, il semble utile de souligner l'importance qu'il convient d'accorder à la nomenclature [1]. Pour une espèce donnée, la proportion des différents constituants d'une huile essentielle peut varier tout au long du développement. Des variations parfois très importantes sont couramment observées dans certaines espèces, par exemple, pour la coriandre, la teneur en linalol est 50% plus élevée chez le fruit mur que chez le fruit vert. De ce fait, le choix d'une date de récolte s'impose [1].

II.6.2 Influence des facteurs extrinsèques

Elles sont les plus influentes sur la composition des huiles essentielles, d'ailleurs, elles agissent sur celle-ci simultanément. Certains auteurs admettent que la quantité d'essence augmente dans la journée, atteint un maximum dans l'après-midi ou le soir et diminue dans la nuit. D'autres disent, que les plantes destinées à l'extraction des essences doivent être cueillies avant l'aube, lorsque la rosée du matin est encore présente et avant que la chaleur n'en libère la substance aromatique. Cependant, sur d'autres espèces, on signale que le rendement nocturne en essence est de 20% supérieur à celui du jour.

II.7 Principales utilisations des huiles essentielles

II.7.1 En pharmacie

L'importance des plantes aromatiques estcapitale. Leur contenu en essence et la nature chimique des constituants de celle-ci leur confèrent de grandes perspectives d'application. Ces substances sont d'un grand intérêt dans le domaine médical et pharmaceutique. Les substances actives des plantes médicinales sont de deux types :

- ❖ Les produits du métabolisme primaire (essentiellement des saccharides), substances indispensables à la vie de la plante se forment dans toutes les plantes vertes grâce à la photosynthèse.
- ❖ Le second type de substances se compose des produits du métabolisme secondaire résultant essentiellement de l'assimilation de l'azote.

Ces produits apparaissent souvent inutiles à la plante, mais leurs effets thérapeutiques sont en revanche remarquables. Généralement, ces substances ne se trouvent pas dans la plante à l'état pur, mais sous forme de complexes qui se complètent et se renforcent dans leur action dans l'organisme [1]. Les principales propriétés pharmacologiques des huiles essentielles sont :

a) Pouvoir antiseptique : Contre des bactéries variées ainsi que des champignons et levures. Citons les huiles essentielles de thym, girofle, lavande, eucalyptus. Le thymol, constituant principal de l'huile essentielle de thym, est 20 fois plus antiseptique que le phénol [3].

b) Propriétés spasmolytiques et sédatives : Certaines drogues à huiles essentielles (menthe, verveine) sont réputées efficaces pour diminuer les spasmes gastro-intestinaux. L'amélioration de certaines insomnies et de troubles psychosomatiques divers est également notée [26].

c) Propriétés irritantes : de nombreuses crèmes, pommades à base d'huiles essentielles, sont destinées à soulager entorses, courbatures ou claquages musculaires. En effet, par voie externe, certaines huiles essentielles (ex : oléorésine dans la térébenthine) augmentent la microcirculation, induisent une sensation de chaleur et dans certains cas une légère anesthésie locale [27].

II.7.2 En cosmétologie

L'industrie des cosmétiques et le secteur des produits d'hygiène sont également des consommateurs, même si le cout souvent élevé des produits naturels conduit parfois à privilégier, pour les formulations de grande diffusion, les produits synthétiques. Puisque la majorité des cosmétiques contiennent une certaine quantité d'huile essentielle comme élément parfumant, il serait probable que ces essences servent aussi préserver ces cosmétiques tout en leur assurant une odeur agréable. A la limite de la pharmacie et des produits d'hygiène, on notera la présence des huiles essentielles dans les préparations pour bains (bains « calmants » ou « relaxants »). [28, 29]

II.7.3 En industrie agro-alimentaire

Certaines drogues sont utilisées en nature (épices et aromates), d'autres sous forme d'huiles essentielles ou de resinoides dispersés, encapsulés ou complexés. Si la réfrigération et d'autres moyens de conservation se sont substitués aux épices pour assurer la conservation des aliments, le développement de nouvelles pratiques culinaires (plats préparés, surgelés), le gout pour l'exotisme et les qualités gustatives, conduisent à une rapide augmentation de la consommation de ce type de produits. On note leur intégration dans : les boissons non alcooliques, les confiseries, les produits laitiers ou carnés, les soupes, les sauces, les snacks, les boulangeries, ainsi que la nutrition animale. [25]

Références Bibliographiques

[1] G. Sens-Olive. Les huiles essentielles - généralités et définitions, dans Traité de phytothérapie et d'aromathérapie, éd. Maloine, p. 141-142, 1979.

[2] A. Hanson. Hippocrates: The “Greek miracle” in medicine. The Episcopal Academy. Merion,2006.

[3] N.C.Desroches. : Lepatrimoinedel’EgypteAncienne.PublicationEdhasa,2006.

[4] Y.T. Langermann.Avicenna and his legacy. A golden age of science and philosophy. ÉditionsBrepols, 2010.

[5] A.S. Nogaret-Ehrhart. La phytothérapie Se soigner par les plantes » GroupeEyrolles,2003

[6] Institut européen des substances végétale « les plantes médicinales » Gingembre Zingiberofficinale RoscoeFleur 2015 2016

[7] T. Benanelkader.Contribution à l’étude phytochimique et biologique de « Droft » Artemisia campestrisl) (huile essentielle etlactones ses quiter peniques) thèsede magistère,2001.

[8] F. Baba Aissa. Encyclopédie des plantes utiles (Flore d’Algérie et du Maghreb, substances végétales d’Afrique, d’orient et d’occident), Edition EDAS Librairie Modernes-Rouiba (Algérie), p. 45, 1991.

[9] M.Pierre.M. Lis.Secrets des plantes. Editions Artemis, Paris1 :463,2007.

[10] Mémoire Activité antimicrobienne des huiles essentielles d’Eucalyptus camendulensis dansla région deOuargla.

[11] https://www.superprof.fr/ressources/scolaire/physique-chimie/seconde/corps-naturels-aromes.html#chapitre_la-distillation

[12] J. Bruneton .Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales »1ère éditions,1987.

[13] C. Vonrochemberg. Theorie der gewinning and trennung der atherish enoldurch destillation. Selbot-verlag Von Shimmel :p 432,1910.

[14] L.Souadki.Contributionàl’étudedes huiles essentielles de deux plantes :Ocium basilicum L. et Santolina chamaecy parissus L. thèse d’ingénieur en agronomie institu national agronomique el harach, 1999.

[15] D.V.Banthorpe,B.V.Charwood.Chemistry ofter penes and terpenoides,Ed.A.A.Newman ;Acadimic press,londonandN.York,p337-374,1972.

[16] E. Gildemeister, F.R. Hoffmann.Les huiles essentielles. Edition paris : maison chimme

letcie,p 729,1912.

[17] M.L. Brian. The isolation of aromatic materials from plant products, R.J. Reynolds Tobacco Company, Winston-Salem (USA), p.57-148, 1995.

[18] B.Mompon.Quelavenircommercialpourlesproduitsobtenusparlesnouvellestechnologiesd'extraction: CO2,Micro-ondes,ultrasons,nouveauxsolvants,41ème rencontreinternationale de Nyons, p. 149-166,1994.

[19] Marianne piochon, étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et hémi-synthèse .l'université du québec à chicoutimi.

[20] L. Peyron. Aspect international du marché des plantes aromatiques et médicinales. Actes Journée Réflexion Plantes Arom. Méd.Casablanca, 16 Nov., pp:17-25, 2000.

[21] T. Bernard, F. Periau, O. Brav, M. Delmas, A. Gaset.Extraction des huiles essentielles.ChimieetTechnologie.Informationchimie.BrewingMicrobiology,3rdedition.PriestandCampbell, 1988.

[22] M.M. Cowan. Plant Products as Antimicrobial Agents. Clinical Microbiology Reviews. 12(4), 564–582, 1999.

[23] B.Schwämmle,E.Winkelhausen,S.Kuzmanova,W.Steiner.IsolationofCarvacrolAssimilatingMicroorganisms.Biotechnol.39 (4),341-345,2001.

[24] L. Belghazi, N. Lahlou, M. A. Ismaili, T. Abousaouiria, N. Habti. Extraction et analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'huile essentielle de la Menthe pouliot. Test antifongique. Congrès de Biochimie. Casablanca. Biochimie et Santé, 38-40,2002.

[25] D.Huard. Leshuilesessentielles,l'aromathérapie.Canada:Quebec:195p,1999.

[26] É. Stefanovits-Banyai, M.H. Tulok, A. Hegedos, C. Renner. Antioxidant effect of various rosemary (*Rosmarinusofficinalis L.*) clones.Acta Biologica Szegediensis.47 (1-4), 111-113,2003.

[27] K. Mazen, A. EL TAMER., 2002. Molecular regulation of plant mono terpene bio synthesis in relation to fragrance. ProfSchiriftwageningenuniversity2002.

[28] A. Gelal, P. Jacob, L. Yu , N.L Benowitz. Disposition kinetics and effects of menthol -Clin Pharmacol Ther.vol 66, 128-135, 1999.

[29] L. Julia.Conseils et utilisations des huiles essentielles les plus courantes en officine, Thèsede

doctorat en pharmacie, décembre, Canada,2017.

[30] C. Ollier. Aromathérapie - Le bon usage. Le moniteur du Pharmacien, cahier II n°2767;2009.

METHODES D'ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES ET MICROBIOLOGIQUES

III.1 Introduction

Les méthodes d'analyses physico-chimique et microbiologique sont deux domaines essentiels dans la caractérisation et l'analyse de substances, que ce soit dans l'industrie alimentaire, pharmaceutique, chimique ou environnementale. La méthode physico-chimique permet de déterminer les propriétés physiques et chimiques des substances, tandis que la méthode microbiologique permet de déterminer les propriétés microbiologiques des substances.

Les méthodes d'analyse physico-chimique sont utilisées pour étudier la composition, la structure, la pureté, la réactivité, la thermodynamique et la cinétique des substances. Les méthodes d'analyse microbiologique, quant à elles, sont utilisées pour déterminer la qualité, la sécurité et la stabilité des produits alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques, ainsi que pour surveiller l'environnement et les sources d'eau.

En combinant les méthodes d'analyse physico-chimique et microbiologique, il est possible d'obtenir une vision globale de la nature et des propriétés des substances étudiées, ce qui peut conduire à une meilleure compréhension de leur comportement et de leur impact sur l'environnement et la santé.

III.2 Les méthodes d'analyses physico-chimiques

III.2.1. La spectrophotométrie UV-Visible

La spectrophotométrie UV-visible est une technique analytique fondée sur l'étude du changement de l'intensité de la lumière traversant une solution colorée, dans un domaine d'application comprise entre 200 et 800 nm, en effet pour pouvoir déterminer les concentrations des substances absorbantes [2]. Le résultat correspond à des spectres d'émission ou d'absorption [3], qui ressemble à des courbes de variation d'absorption en fonction de la longueur d'ondes.

Il est obtenu par un spectrophotomètre à une lumière sensiblement monochromatique, ou le chromophore est le site dont la structure de l'élément à étudier possède l'aptitude à absorbé les photons UV ou visible. Il est caractérisé par la longueur

d'onde la plus absorbée (λmax), et l'aptitude la plus importante à absorber les photons à cette longueur d'onde [4].

III.2.2. Les méthodes Spectroscopie

La spectroscopie infrarouge permet de donné des informations sur la matière à partir de son interaction avec le rayonnement selon la fréquence du rayonnement incident (c'est-à-dire son énergie), typiquement l'ultraviolet, le visible ou l'infrarouge, l'interaction matière rayonnement concerne divers types de niveaux d'énergies de la matière, le type d'information obtenue dépondra de la sensibilité de l'appareillage et de la nature de l'échantillon. [17]

III.2.3. Spectroscopie infrarouge (IR)

La spectroscopie infrarouge (IR) est une méthode rapide permettant la caractérisation des groupements fonctionnels et des composantes majeures de différents échantillons. Lorsque la molécule reçoit de la lumière IR à la fréquence où elle peut entrer en résonance, elle absorbe de l'énergie et l'amplitude de ses vibrations est légèrement augmentée. Le retour éventuel à l'état fondamental libère cette énergie sous forme de chaleur.

La spectroscopie infrarouge caractérise les molécules par leurs excitations vibrationnelles et rotationnelles. La molécule présente des vibrations d'élongation (stretching) et de déformation angulaire ; des bandes harmoniques, de combinaison et de différence peuvent également être observées. Les vibrations de liens de valence sont caractérisées par une variation de la distance entre les atomes selon l'axe de liaison. Les vibrations de déformation comportent des effets de cisaillement, de rotation, de balancement et de torsion [1].

Les échantillons ont été préalablement placés dans un dessicateur avec du CaCb durant 24 heures pour éliminer toute trace d'humidité qui pourrait nuire à une bonne analyse

III.3. La chromatographie

La chromatographie est une technique qui permet de séparer et d'identifier les différents composants d'un mélange en faisant migrer ceux-ci à des vitesses différentes à travers une phase stationnaire et une phase mobile. Cette technique est largement utilisée dans les laboratoires de chimie et de biochimie pour analyser des échantillons complexes tels que les produits naturels, les médicaments, les aliments et les fluides corporels. Il existe plusieurs types de chromatographie adaptés à des échantillons différents, tels que la

chromatographie en phase gazeuse, la chromatographie en phase liquide, la chromatographie sur couche mince, etc. La chromatographie est une technique très utile pour l'analyse de mélanges complexes dans les domaines de la chimie, de la biologie, de la pharmacologie, de l'alimentation et de la médecine.

III.3.1. La chromatographie liquide à haute performance (HPLC)

Les composés à séparer (solutés) sont mis en solution dans un solvant. Ce mélange est introduit dans la phase mobile liquide (éluant). Suivant la nature des molécules, elles interagissent plus ou moins avec la phase stationnaire dans un tube appelé colonne chromatographique.

La phase mobile poussée par une pompe sous haute pression, parcourt le système chromatographique. Le mélange à séparer est injecté à l'entrée de la colonne où il se dilue dans la phase mobile qui l'entraîne à travers la colonne. Les constituants du mélange injectés sont soumis à un phénomène appelé rétention et se déplacent tous plus vite que la phase mobile et que leur vitesse de déplacement sont différents. Ils sont ainsi élués de la colonne les uns après les autres et donc séparés.

Un détecteur placé à la sortie de la colonne couplé à un enregistreur permet d'obtenir un tracé appelé chromatogramme.

Dans des conditions chromatographiques données, le "temps de rétention" (temps au bout duquel un composé est élué de la colonne et détecté), caractérise qualitativement une substance. L'amplitude de ces pics, ou encore l'aire limitée par ces pics et la prolongation de la ligne de base permet de mesurer la concentration de chaque soluté dans le mélange injecté. [5]

III.3.2. Chromatographie en phase gazeuse (GC)

La chromatographie en phase gazeuse moderne utilise principalement des colonnes capillaires, en verre flexible, à très petits diamètres (0,20 à 0,35 mm). La colonne capillaire offre le moyen de séparation le plus efficace et / ou le plus rapide. Dans ce type de colonne, la phase liquide stationnaire est répartie sur la paroi interne du tube capillaire en une couche homogène de faible épaisseur. La caractéristique importante est que le tube est ouvert c'est-à-dire non occupé par un remplissage [6].

Si le gaz vecteur ne joue aucun rôle dans les mécanismes de séparation des produits constituants un mélange, il en est tout autre avec le débit et la température auxquelles l'analyse s'effectue. Pour une colonne capillaire précise, l'optimisation de séparation est fonction du débit du gaz vecteur et surtout de la température. La possibilité de

programmer la température de la colonne a conféré à la CG un très grand avantage pour la séparation des mélanges très complexes et en un temps relativement court Les produits séparés sur la colonne sont détectés à la sortie par un détecteur. Il existe plusieurs types de détecteurs dont le choix est basé sur la nature et la quantité des produits à séparer

III.3.3. Chromatographie en phase liquide (CL)

Ces méthodes qui sont lentes nécessitent des bonnes quantités de produits à séparer. La distillation, limitée aux produits volatils, est une technique exigeant beaucoup de dextérité surtout lorsqu'il s'agit de séparer des produits ayant des points d'ébullition très voisins. La cristallisation a aussi ses limites. Quand il s'agit de séparer deux isomères, ce n'est pas toujours facile à réaliser, mais surtout la purification d'un produit en trace (ex. un metabolite) dans un mélange complexe (ex. plasma) est une tâche difficile à réaliser.

Bien que les premiers travaux sur la chromatographie liquide (CL), furent publiés en 1906, par un botaniste Russe [7] , on considère, en général, que l'utilisation de cette technique a suivi la publication de Huber et Hulsman en 1967 [8] . Jusqu'à nos jours la chromatographie n'a pas cessé de gagner en popularité. Cela est dû à son efficacité, sa rapidité à résoudre des problèmes, ses séparations et analyses de mélanges complexes et sa simplicité d'utilisation.

III.4. La calorimétrie

La calorimétrie est une branche de la thermodynamique qui étudie les transferts de chaleur entre les systèmes et leur environnement. Elle permet de mesurer les variations de l'énergie thermique d'un système lors de transformations physiques ou chimiques. La calorimétrie est largement utilisée en chimie, en physique, en biologie et en ingénierie.

Il existe plusieurs types de calorimètres, tels que les calorimètres à circulation, les calorimètres adiabatiques et les calorimètres isothermes. Ces appareils permettent de mesurer la quantité de chaleur échangée entre un échantillon et son environnement, en fonction du temps et des conditions expérimentales.

III.5. Les indices

Les indices sont des valeurs numériques qui sont utilisées pour évaluer la qualité et les propriétés des échantillons de matières premières, de produits finis ou de solutions. Voici quelques-uns des indices les plus couramment utilisés dans l'analyse physico-chimique :

1. **L'indice d'acidité :** Cet indice mesure la quantité d'acides gras libres présents dans un échantillon. Il est utilisé pour évaluer la qualité des huiles et des graisses et peut être déterminé en mesurant la quantité de base nécessaire pour neutraliser les acides gras libres.
2. **L'indice de peroxyde :**Cet indice mesure la quantité de peroxydes présents dans un échantillon et peut être utilisé pour évaluer la stabilité oxydative des huiles et des graisses. Il est déterminé en mesurant la quantité d'ions iodure libérés lors de la décomposition des peroxydes.
3. **L'indice de saponification :** Cet indice mesure la quantité de base nécessaire pour saponifier complètement les esters présents dans un échantillon. Il est utilisé pour évaluer la pureté des huiles et des graisses et peut être déterminé en mesurant la quantité d'acide ou de base nécessaire pour neutraliser les esters.
4. **L'indice de réfraction :** Cet indice mesure l'angle de réfraction de la lumière lorsqu'elle traverse un échantillon. Il peut être utilisé pour évaluer la pureté et la concentration des solutions et des liquides.
5. **L'indice de couleur:** Cet indice mesure la couleur d'un échantillon et peut être utilisé pour évaluer sa pureté et sa qualité. Il est déterminé en mesurant la quantité de lumière absorbée par l'échantillon à différentes longueurs d'onde.
6. **L'indice de peroxyde** est un indice utilisé en analyse physico-chimique pour évaluer la stabilité oxydative des huiles et des graisses. Il mesure la quantité de peroxydes présents dans un échantillon.
7. **L'indice d'iode** est un indice utilisé en analyse physico-chimique pour évaluer la qualité des huiles et des graisses. Il mesure la quantité d'iode qui se fixe sur les doubles liaisons présentes dans les acides gras insaturés présents dans un échantillon.
8. **L'indice de perméabilité** est un indice utilisé en analyse physico-chimique pour mesurer la quantité de gaz ou de liquide qui peut passer à travers un matériau. Cet indice est souvent utilisé pour évaluer la qualité des matériaux d'emballage utilisés dans l'industrie alimentaire et pharmaceutique.
9. **L'indice de conductivité** est un indice utilisé en analyse physico-chimique pour évaluer la qualité de l'eau ou d'autres liquides conducteurs. Il mesure la capacité d'un liquide à conduire l'électricité.

10. **L'indice de surface spécifique** est un indice utilisé en analyse physico-chimique pour évaluer la surface active des matériaux solides, tels que les poudres, les catalyseurs, les pigments, les adsorbants et les supports.
11. **L'indice de cristallinité** est un indice utilisé en analyse physico-chimique pour évaluer le degré de cristallinité d'un matériau solide. La cristallinité se réfère à la quantité de matière organisée en structure cristalline dans un matériau.
12. **L'indice de dispersion** est un indice utilisé en analyse physico-chimique pour évaluer la distribution de taille des particules dans une suspension ou une émulsion.
13. **L'indice de solubilité** est un indice utilisé en analyse physico-chimique pour évaluer la capacité d'une substance à se dissoudre dans un solvant donné. Cet indice est souvent utilisé pour évaluer la qualité des produits chimiques, des médicaments, des additifs alimentaires et d'autres substances.
14. **L'indice insaponifiable** est un indice utilisé en analyse physico-chimique pour évaluer la quantité de composés non-saponifiables présents dans les huiles et les graisses. Les composés non-saponifiables sont des composés organiques qui ne peuvent pas être hydrolysés ou saponifiés par des bases, contrairement aux acides gras qui constituent la majeure partie des huiles et des graisses.

III.6. Les méthodes activités biologie

Les méthodes d'activités biologiques sont des méthodes utilisées en biologie pour évaluer les propriétés biologiques d'un échantillon ou d'une substance. Ces méthodes sont souvent utilisées pour évaluer les propriétés thérapeutiques potentielles de composés naturels ou synthétiques, tels que les médicaments, les produits naturels et les extraits de plantes.

Certaines des méthodes d'activités biologiques couramment utilisées sont les suivantes :

III.6.1.Étude de l'activité antibactérienne des extraits de P. lentiscus

L'étude de cette activité a consisté à tester les effets antibactériens des extraits et les caractériser par la détermination de leurs concentrations minimales inhibitrices (CMI) et leurs concentrations minimales bactéricides (CMB), ainsi que pour leurs fractions chromatographiques. Pour cela, nous avons utilisé les méthodes de diffusion sur disque et de dilution en milieu solide.

III.6.1.1. Souches bactériennes

Les tests antibactériens ont été effectués sur des germes couramment responsables de diverses pathologies. Les microorganismes étudiés et leurs références sont rapportés dans le tableau suivant :

Tableau III.1 : Référence et origine des souches bactériennes utilisées

	Souches		**référence**	**origine**
Gram^{+}	Cocci	*Staphylococcus aureus*	**ATCC6538**	SAIDAL-Medea
	Bacille	*Bacillus subtilisLister iainnocua*	**ATCC6633 CLIP74915**	SAIDAL-Medea
Gram^{-}	Bacille	*Escherichia coliKlebsiella pneumoniaePseudo monasaeruginosa*	**NAR** (Nalidixic Acid resistant)**E$_{47}$**(résistante au céfotaxime)**ATC C27853**	LMA Béjaia LMA Béjaia InstitutPasteurAlger

Les trois souches bactériennes sont des lots de «American Type Culture Collection » ATCC; toutes les souches sont entretenues par repiquage sur leurs milieux sélectifs.

III.6.1.2. Repiquage des souches bactériennes

Les différentes souches bactériennes ont été repiquées par la méthode des stries, puis incubées à l'étuve à 37°C pendant 18 à 24 heures, afin d'obtenir une culture jeune et des colonies isolées qui ont servi à préparer l'inoculum bactérien.

III.6.1.3. Préparation de l'inoculum bactérien

La densité de l'inoculum bactérien est un élément primordial et elle doit être ajustée à l'aide d'un photomètre ou par comparaison avec un étalon d'opacité ou étalon de turbidité. L'étalon recommandé est celui de Mc Farland, car l'activité de tout agent antimicrobien est dépendante de la densité de la suspension cellulaire de la souche cible

utilisée. L'inoculum est préparé à partir d'une culture pure de 18h/37°C sur milieu d'isolement.

Quelques colonies bien isolées et parfaitement identiques ont été prélevées à l'aide d'une pipette pasteur, puis mises en suspension dans 9ml d'eau physiologique stérile à 0,9%. Une suspension bactérienne dite suspension dense a été obtenue, son opacité doit être équivalente à une densité optique de 0,5 à différentes longueurs d'ondes selon les maximums d'absorbance de chaque suspension bactérienne (spectrophotomètre Shimadzu UVmini.1240).

Ensuite une série de dilutions décimales est réalisée dans de l'eau physiologique stérile (10-1 à 10-9), afin de réaliser le dénombrement sur gélose PCA. L'inoculum est standardisé à 108UFC/ml pour toutes les souches utilisées. L'activité antibactérienne des extraits et des différentes fractions chromatographiques a été évaluée en utilisant la méthode de diffusion sur disque, [27,28]

III.6.1.4. Détermination de l'effet antibactérien (aromatogramme)

L'aromatogramme est basé sur la technique utilisée en bactériologie médicale appelé antibiogramme [10]. Le principe de cette méthode repose sur la diffusion du composé antimicrobien en milieu solide, dans une boîte de Pétri, à partir d'un point précis, avec création d'un gradient de concentration après un certain temps de contact entre le produit et le microorganisme. L'effet de la substance antimicrobienne sur la cible a été évalué par la mesure d'une zone d'inhibition à l'aide d'un pied à coulisse.

A. Description de la méthode

La gélose Mueller-Hinton (MH) en surfusion, coulée en boites de Pétri sur une épaisseur de 4mm. Après solidification, une suspension bactérienne à la concentration standardisée est ensemencée à l'aide d'un écouvillon stérile, préalablement trempé dans cette suspension bactérienne, et déchargé au maximum, sur la totalité de la surface gélosé en stries serrés.

L'opération a été répétée deux à trois fois, en tournant la boite à chaque fois sans oublier de faire pivoter l'écouvillon sur lui-même. Finir l'ensemencement en passant l'écouvillon sur la périphérie de la gélose. Des disques de 6mm de diamètre, découpés du papier Wattman n° 01, stérilisés et imprégnés de 20µl de solution méthanolique d'extraits et de fractions chromatographiques [11], afin d'obtenir des concentrations de 0,02 ; 0,1 ; 0,2 ; 1 et 2mg/disque et de 0,1 ; 0,5 et 1mg/disque pour les extraits et les fractions chromatographiques respectivement, ont été déposés stérilement sur la gélose.

Dans les mêmes conditions, des disques imprégnés du méthanol sont utilisés comme témoin négatif et six antibiotiques ont été testés en antibiogramme standard, dont deux β-lactamines (Pénicilline 6µg, Ampicilline 10µg), phénicole (Chloramphénicol 30µg), aminoside (Gentamicine 15µg), glycopeptide (Vancomycine 30µg), fluoroquinolone (Ofloxacine 5µg), réputés actifs sur les souches étudiées, sont utilisés comme témoins positifs.

Chaque test a été effectué trois fois. La lecture a été faite après la diffusion des extraits et des fractions chromatographiques à 4°C/3h [12]et après 24 heures d'incubation à 37°C. Les solutions d'extrait et de fractions ainsi que les solutions standards (acide gallique, acide caféique, acide tannique, catéchine, quercétine) servant pour les tests ont été conservées à 4°C durant la période des tests [13].

L'activité antibactérienne des extraits et des fractions est observée par la présence d'une zone d'inhibition autour du disque imprégné d'extrait ou de fraction. Pour l'antibiogramme standard, l'interprétation a été faite suivant les recommandations du Comité de l'Antibiogramme de la Société Française de Microbiologie et les résultats sont exprimés en millimètre .

B. Détermination de la concentration minimale inhibitrice (CMI)

La CMI est la plus faible concentration de la substance antibactérienne inhibant toute croissance visible après un temps d'incubation de 18 à 24h [14]. Le principe de la méthode consiste à diluer directement la substance antibactérienne à tester dans le milieu de culture gélosé et à inoculer ce milieu avec les microorganismes. En diluant différentes concentrations de la substance antibactérienne à tester, on peut définir la valeur la plus faible à laquelle la croissance des microorganismes n'est pas observable, et donc une inhibition de la croissance.

Cette méthode permet donc d'évaluer qualitativement et surtout quantitativement l'activité antibactérienne d'une substance.

C. Préparation des géloses à différentes concentrations des extraits

Une solution d'extrait a été préparée dans du méthanol à une concentration de 10mg/ml qui a servi pour la préparation des géloses Mueller-Hinton à des concentrations de 1; 0,9 ; 0,8 ; 0,7 ; 0,6 ; 0,5 ; 0,4 ; 0,3 ; 0,2 et 0,1mg/ml. La technique consiste à réaliser des dilutions dans un milieu de culture gélosé préalablement fondu et maintenu en surfusion à 45°C - 50°C [15].

L'ensemencement a été réalisé par spot, à l'aide d'un inoculateur (micropipette), de 10µl d'un inoculum de 107UFC/ml de chacune des souches à la surface de la gélose[9]. La lecture des résultats se fait après 24h d'incubation à 37°C par observation ou inhibition de la croissance du microorganisme testé par rapport à la croissance sur une boîte témoin sans extrait. Les essais ont été effectués en trois répliques et les résultats sont exprimés en mg/ml.

D. Détermination de la concentration minimale bactéricide (CMB)

La CMB est la concentration de la substance antibactérienne permettant d'obtenir, après 18 à 24h d'incubation à 37˚C, 0,1 % de germes, c'est-à-dire une bactérie pour 1000 de l'inoculum initial [16].On ensemence dans des tubes contenant du bouillon nutritif la série de boites commençant à partir de celle qui a déterminé la CMI par dilution en milieu gélosé. La concentration minimale bactéricide correspond à la plus petite concentration de la substance antibactérienne pour laquelle aucune sub-croissance n'est observée. La lecture est faite par comparaison de la croissance bactérienne après incubation à 37˚C pendant 18h-24h

III.7. Antifongique

Les agents antifongiques sont des substances qui sont utilisées pour traiter les infections fongiques, qui peuvent affecter différentes parties du corps, telles que la peau, les ongles, les muqueuses et les organes internes. Les antifongiques sont généralement classés en plusieurs catégories, en fonction de leur mécanisme d'action et de leur spectre d'activité.

III.7.1. Les catégories d'antifongiques

- **Les polyènes :** Les polyènes sont des antifongiques qui se lient aux membranes fongiques, provoquant ainsi leur perturbation et leur destruction. Les polyènes les plus connus sont l'amphotéricine B et la nystatine.
- **Les azolés :** Les azolés sont des antifongiques qui agissent en inhibant la synthèse de l'ergostérol, un composant essentiel de la membrane cellulaire fongique. Les azolés les plus courants comprennent le fluconazole, l'itraconazole, le kétoconazole et le voriconazole.
- **Les échinocandines :** Les échinocandines sont des antifongiques qui agissent en inhibant la synthèse de la paroi cellulaire fongique. Les échinocandines les plus couramment utilisées sont la caspofungine, l'anidulafungine et la micafungine.

- **Les pyrimidines :** Les pyrimidines sont des antifongiques qui inhibent la synthèse de l'ADN fongique. La flucytosine est un exemple courant de pyrimidine.

III.8. Antioxydants

Un antioxydant est défini comme toute substance qui peut retarder ou empêcher l'oxydation des substances biologiques, capables de neutraliser ou de réduire les dommages causés par les radicaux libres et maintenir des concentrations non cytotoxiques d'ERO dans les cellules[45].

III.8.1. Types des antioxydants

On distingue deux sources importantes d'antioxydants, l'une est exogène apportée par l'ensemble des fruits et légumes et l'autre source est endogène qui peut être enzymatique ou non enzymatique.

- Antioxydants endogènes
- Antioxydants enzymatiques

❖ **Superoxyde dismutase**

La superoxyde dismutase est une métalloprotéine qui catalyse la dismutation de O_2 en H_2O_2 et O_2, elle représente par ce fait un système de défense important contre les radicaux libres [19].

❖ **Catalase**

La catalase est présente dans les peroxysomes [20]. Elle catalyse la conversion de l'H_2O_2 en H_2O et O_2 [21].

❖ **Glutathion peroxydase**

La GPx est une sélénoprotéine formée de quatre sous-unités contenantes chacune un atome de sélénium, elle permet d'éliminer les radicaux libres qui peuvent oxyder la molécule d'ADN [22] et les peroxydes lipidiques [19].

III.8.2. Antioxydants non enzymatiques

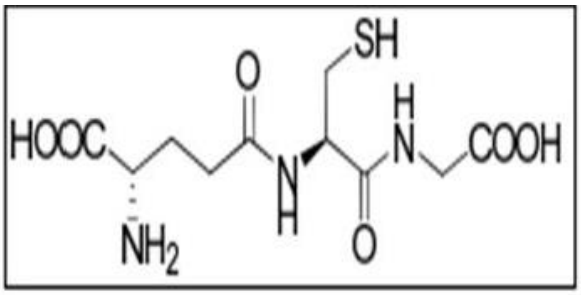
➢ **Bilirubine**

La bilirubine est un composé hydrophobe résultant de la dégradation de l'hème, elle est susceptible de piéger ROO et l'1O2 et protéger l'albumine en établissant des liaisons avec cette dernière [19].

➢ **Ubiquinone**

Il est qualifié d'un caractère lipophile associé à sa grande chaine latérale qui lui permet de s'insérer au niveau des lipoprotéines et les membranes essentiellement mitochondriales où il empêche la peroxydation des lipides en synergie avec la vitamine E [19].

- **Acide urique** L'acide urique est le produit final du métabolisme des purines chez l'Homme [19]. C'est un piégeur puissant d ' 1O2, de OH., de ROO., de O3, et de HOCl [22].
- **Glutathion** GSH (figure III.1) est un tripeptide composé d'acide glutamique - cystéine - glycine. Son grand pouvoir réducteur lui confère la propriété d'être le cofacteur de la GPX, le chélateur des métaux de transition et le régénérateur final des vitamines E et C [19].



FigureIII.1 : Structure du glutathion[22].

III.8.3. Antioxydants exogènes

- **Vitamine E**

La vitamine E est une molécule antioxydante liposoluble qui joue un rôle protecteur des membranes biologiques en limitant la lipopéroxydation par la production d'un radical tocophéryle [19]. La vitamine E possède quatre isomères dont la forme la plus active est l'α -tocophérol [23] (figure III.2). Elle agit de deux manières dont l'une est directe en piégeant les ERO et l'autre étant indirecte en régulant les enzymes antioxydantes [24].

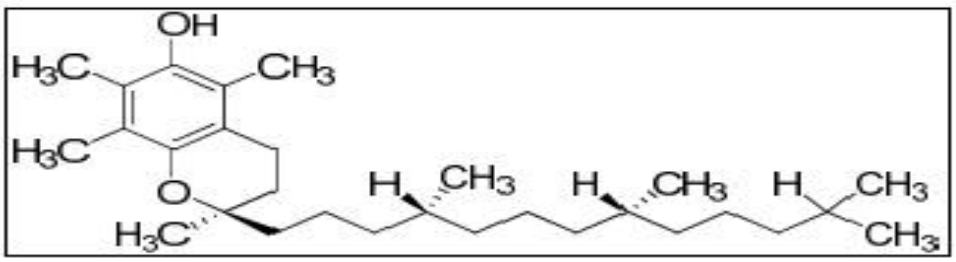
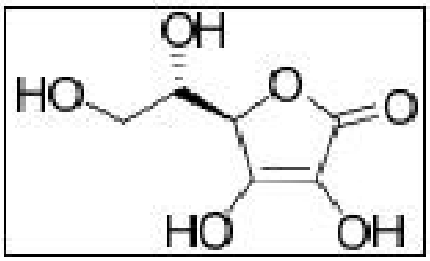


Figure III.2: Structure de la vitamine E (ou α–tocophérol) [22].

- **Vitamine C**

(Acide ascorbique) C'est une molécule hydrosoluble présente dans les fluides physiologiques [24]. Cette vitamine agit en piégeant directement les ERO principalement le O_2 et le OH., ainsi elle permet de recycler α – tocophérol dans le but de travailler en synergie avec la vitamine E dans la prévention de la peroxydation des lipides [19]. La figure III.3 illustre la structure de la Vitamine C.



FigureIII.3: Structure de la vitamine C[22].

- **Caroténoïdes**

Ils sont répandus dans les fruits et les légumes [19]. Les caroténoïdes dont le β-carotène exerce un rôle efficace comme piégeur des OH., O_2- .et ROO. Et en neutralisant l'O_2 [21]. L'activité antioxydante des caroténoïdes est liée à leur longue chaine carbonée riche en double liaisons [25].

- **Sélénium**

C'est un oligo-élément qui joue un rôle important dans la protection de l'organisme des dommages oxydatifs induits par les radicaux libres. Le sélénium entre dans la structure de plusieurs enzymes antioxydantes telles que la GPx [26] permettant ainsi de préserver les cellules de l'oxydation par les radicaux libres.

- **Zinc**

Le zinc est un oligo-élément qui rentre dans la structure du superoxyde dismutase et présente par ce fait une action antioxydante. Il permet de protéger l'oxydation des groupements SH des protéines et il intervient également dans la protection contre les altérations peroxydative et oxydatives, ajoutant à ça, en entrant en compétition avec le fer et le cuivre, il présente un effet antioxydant [26].

Références Bibliographiques

[1] D.J PASTO, C. R JOHNSON, C.R., Laboratory text for organic chemistry. Prentice-Hall, New Jersey, 542 pages. 1979;

[2] N .YAHIAOUI, Mémoire de magister « Etude de l'adsorption des composés phénolyquess des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxypatite et charbon actif », Université Mouloud Mammerim Tizi Ouzou, 2012.

[3] RAMDANI S., SOLTANA F., mémoire ingénieur « Détermination simultané de l'aluminium et du fer par spectrophotométrie dérivée à l'aide de la méthode Zero- Crossing », Université A. M Bejaia, 2003.

[4] MEYER et DENIER « spectroscopie pratique dans le domaine du visible et de l'ultraviolet », Bull. Un. Phys. 784. P (895 – 908), 1996

[5] HPLC principe et appareillage. [Extrait du Biotechnologie & Biologie et physiopathologie humaine-Académie de Rouen.

http://biotech.spip.ac-rouen.fr/spip.php?article9/ressources pédagogiques-Biochimie et Biomoléculaire/ Date de mise en ligne : Mercredi 20 janvier 2010.

[6] De GRAVE J , BERTHOU, F et PROST, M; méthodes chromatographiques couplées à la spectrométrie de masse, Masson, (1986).

[7] MILLER, J M.; Chromatography: concepts and contrasts, Wiley Interscience Publication, (1988).

[8] HUBER, J. F. K. and HULSMAN, Y. A. R. J. Anal. Chem, Act, Vol. 38,405, (1967).

[9] ALZOREKY, N.S. et NAKAHARA, K. Antibacterial activity of extracts from some edible plants commonly consumed in Asia. International Journal of Food Microbiology, 80: 223-230, (2003).

[10] de BILLERBEK, V.-G. Huiles essentielles et bactéries résistantes aux antibiotiques. Phytothérapie, 5: 249–253 ,(2007).

[11] ALI-Emmanuel, N.; MOUDACHIROU, M.; AKAKPO, A. J. et Quetin-Leclercq, J. Activité antibactérienne in vitro de Cassia alata, Lantana camara et Mitracarpus scaber sur Dermatophilus congolensis isolés au Bénin. Revue Elev. Méd. Vét. Pays trop., 55: 183-187. (2002).

[12] ALI, N. A. A.; JULICH, W.-D.; KUSNICH, C. et LINDEQUIST, U. Screening of Yemeni medicinal plants for antibacterial and cytotoxic activities. Journal of Ethnopharmacology, 74: 173- 179. (2001).

[13] MATHABE, M. C.; NIKOLOVA, R. V.; Lall, N. et Nyazema, N. Z. Antibacterial activities of medicinal plants used for the treatment of diarrhoea in Limpopo Province, South Africa. Journal of Ethnopharmacology, 105: 286–293. (2006).

[14] MARTINI, N. et ELOFF, J. N. The preliminary isolation of several antibacterial compounds from Combretum erythrophyllum (Combretaceae). Journal of Ethnopharmacology, 62: 255- 263. (1998).

[15] OKUSA, P. N.; PENGE, O.; DEVLEECHOUWER, M. et DUEZ, P. Direct and indirect antimicrobial effects and antioxidant activity of Cordia gilletii De Wild (Boraginaceae). Journal of Ethnopharmacology, 112: 476- 481. (2007).

[16] RODRIGUEZ-VAQUERO, M. J. ; TOMASSINI SERRAVALLE, L. R. ; MANCA DE NADRA, M. C. et STRASSER DE SAAD, A. M. Antioxidant capacity and antibacterial activity of phenolic compounds from argentinean herbs infusions. Food Control, 21: 779–785. (2010).

[17] PRIN L., HACHULLA E., HENNACHE B., BONNOTTE B., DUBUCQUOI S., ABBAL M., FAURE G., BOULETREAU P. (2009). Available from:

http://w3med.univlille2. fr/inflammation/documents/Immuno_1.pdf

[18] RAHMAN K. Studies on free radicals, antioxidants, and co-factors. Clinical Interventions in Aging, 2(2), 219-236. (2007).

[19] HALENG J., PINCEMAIL J., DEFRAIGNE J. O., CHARLIER C. et CHAPELLE J.P. Le stress oxydant. Revue Médicale de Liège, 62 (10), 628- (2007).

[20] STOCKER R. et KEANEY Jr J.F. Role of Oxidative Modifications in Atherosclerosis. Physiological Reviews, 84(4), 1381-1478. (2004).

[21] VALKO M., RHODES C.J., MONCOL J., IZAKOVIC M. et MAZUR M.. Free radicals, metals and antioxidants in oxidative stress-induced cancer. Chemico- Biological Interactions, 160 (1), 1-40. (2006).

[22] BELKHEIRI N. Dérivés phénoliques à activités antiathérogènes. Thèse de Doctorat. Université de Toulouse III- Paul Sabatier, Toulouse, France. (2010).

[23] GULCIN I. Antioxidant activity of food constituents: an overview. Archives of Toxicology, 86(3), 345-391. (2012).

[24] VERTUANI S., ANGUSTI A. et MANFREDINI S. The Antioxidants and Pro-Antioxidants Network: An Overview. Current Pharmaceutical Design, 10(14), 1677-1694 (2004).

[25]HADJ SALEM J. Extraction, identification, caractérisation des activités biologiques de flavonoïdes de Nitraria retusa et synthèse de dérivés acylés de ces molécules par voie enzymatique. Thèse de Doctorat. Université de Lorraine, Nancy, France. (2009).

[26] BETTGER W.J. Zinc and selenium, site-specific versus general antioxidation. Canadian Journal of Physiology and Pharmacology, 71(9), 721-724. (1993).

MATERIEL ET METHODES

Le travail expérimental de ce mémoire a été effectué au sein du laboratoire physico-chimique et microbiologique de l'Université de Ouazra à Médéa. L'objectif de cette étude consiste à évaluer l'activité antioxydante et l'activité antibactérienne et antifongique de l'huile et de l'extrait sec des graines de figue de barbarie.

IV.1. Matériel

IV.1.1. Matériel végétale

IV.1.1.1. Les graines de figue de barbarie

A. Zone d'échantillonnage

Les fruits ont été récoltés de manière aléatoire et spontanée à Ouled Messaoud, Oued Harbil, dans la province de Médéa, durant la période allant du juillet à septembre. Ce fruit, était à maturité et se caractérisait par des couleurs contrastées allant du jaune à l'orange. Les fruits ont été cueillis avec précaution à l'aide de gants car ils étaient très épineux.

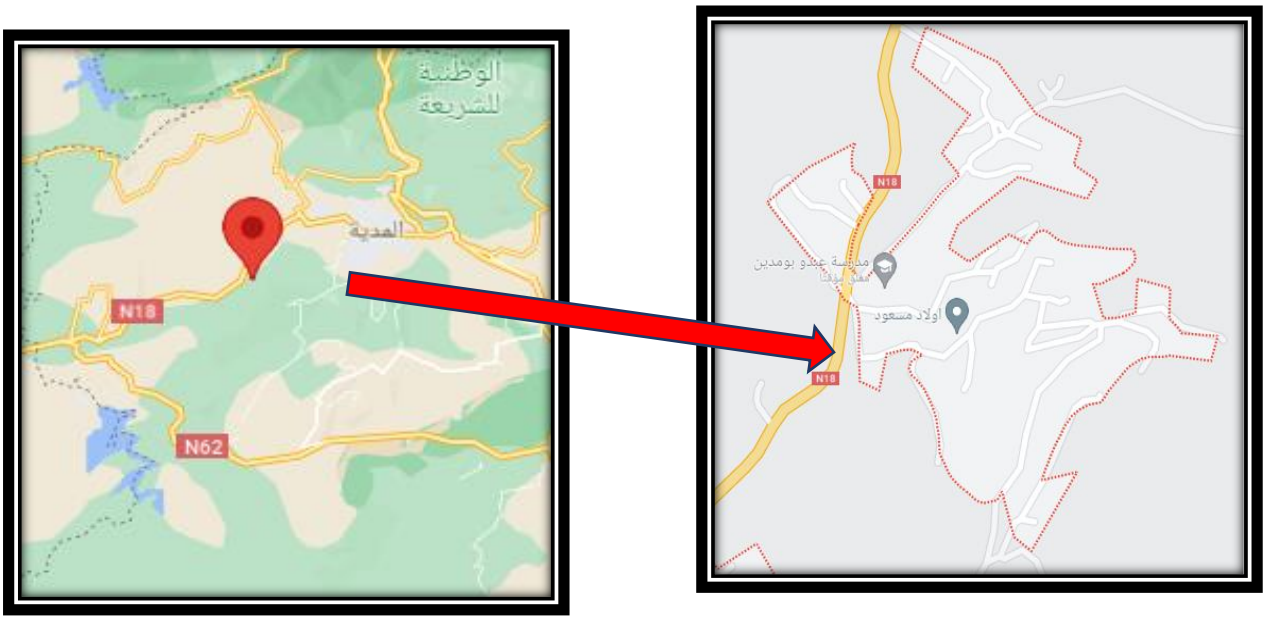


Figure IV.1: Le site de la récolte (Ouled Messaoud, Oued Harbil , Médea)

B. Préparation de l'échantillon (obtention des graines de figue de barbarie)

L'obtention des graines de figue de barbarie peut être réalisée en suivant ces étapes :

1. Choisir une figue de barbarie bien mûre : Rechercher une figue de barbarie dont la peau est de couleur vive et qui est légèrement tendre au toucher.
2. Couper la figue de barbarie : À l'aide d'un couteau tranchant, nous enlevons la peau externe du fruit du dragon épineux, puis nous la jetons dans un sac . Nous plaçons les graines dans un récipient. Veillez à ne pas vous piquer avec les épines.
3. Retirez les graines : nous remplissons le mélangeur avec les fruits de la figue de Barbarie, puis nous les pressons.
4. Nettoyez les graines : Placez les graines dans un bol d'eau et rincez-les soigneusement pour éliminer tout résidu de pulpe.
5. Séchez les graines : Étalez les graines sur une serviette en papier ou un chiffon propre et laissez-les sécher à l'air libre pendant quelques jours, jusqu'à ce qu'elles soient complètement sèches.

Une fois les graines de figue de barbarie complètement sèches, vous pouvez les conserver dans un récipient hermétique dans un endroit frais et sec. Vous pouvez les utiliser pour la plantation ultérieure ou pour d'autres utilisations, telles que la préparation d'huile de figue de barbarie ou la consommation directe.



Figure IV.2: les étapes obtention des graines de figue de barbarie

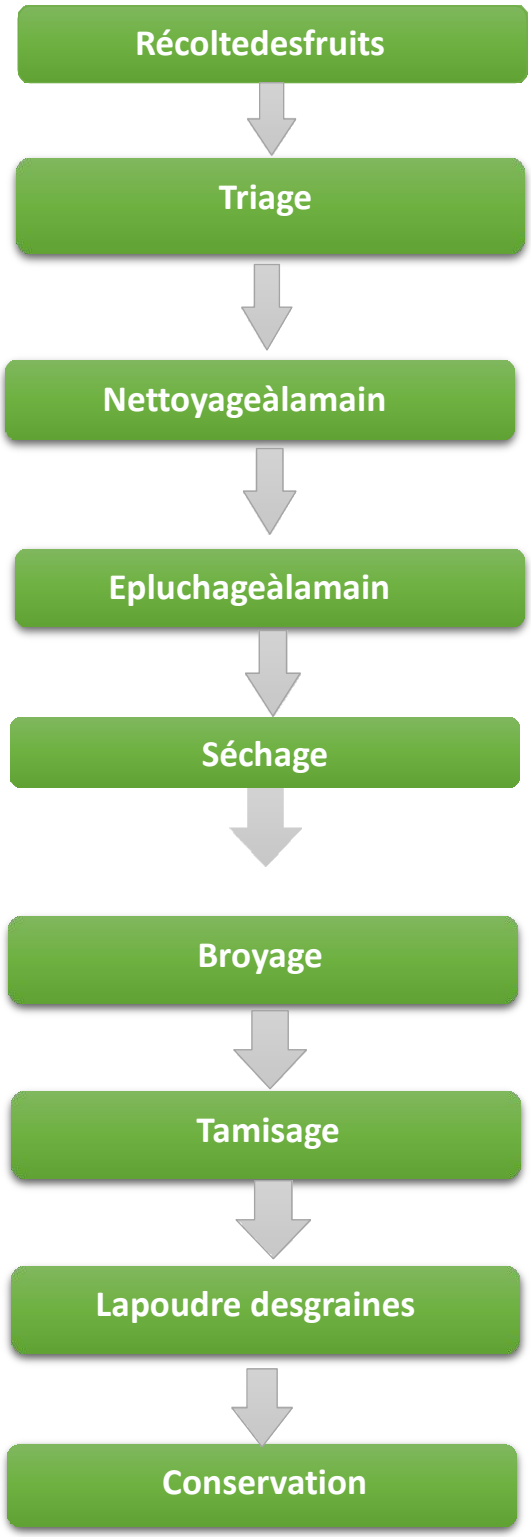


Figure IV.3: Diagramme de la préparation de la matière première

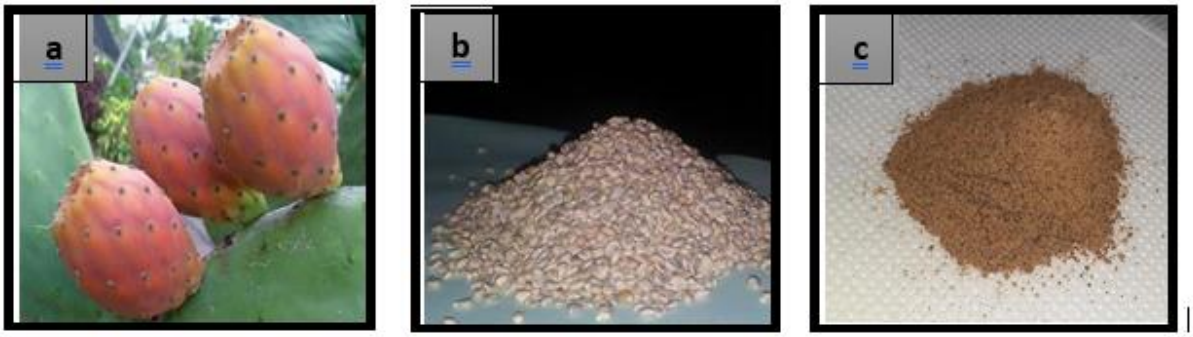


Figure IV.4: **a.** Les fruits de figue de barbarie **; b.** les graines après séchage **; c.** la poudre des graines broyées

IV.1.1.2 Description morphologique

L'observation au microscope optique d'une coupe transversale de la graine montre qu'elle est constituée de deux parties distinctes (Figure IV.5) : une enveloppe (péricarpe) et un (endosperme). L'analyse morphologique a été réalisée par microscopie électronique à balayage et à transmission :

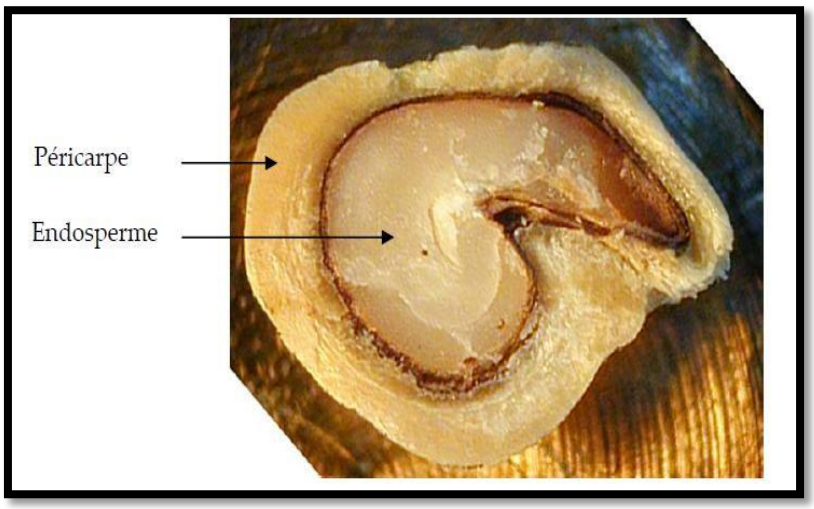


Figure IV.5 : Coupe transversale de la graine de la figue de barbarie [1]

a) Péricarpe

Le péricarpe de la graine de la figue de barbarie représente jusqu'à 90% du poids total de la graine ; il est constitué de deux types de cellules : en majorité des cellules longues très compactes en forme de fibres fusiformes (sclérenchyme) dont les microfibrilles de cellulose sont disposées en couches successives concentriques. Et celles constituant des vaisseaux conducteurs spiralés en simple hélice .

b) L'endosperme

Représentent jusqu'à 10% du poids total de la graine ; il est constitué de cellules de parenchyme de réserve à paroi très fine renfermant de nombreux leucoplastes qui forment de petits grains d'amidon. Entre les tissus riches en amidon s'intercale une couche de gluten (couche à aleurone) qui donne au noyau son aspect visqueux. L'ensemble de ces cellules est enrobé dans une paroi cellulaire épaisse en forme de tuile inverse [1].

IV.1.2. Réactifs chimiques et appareillage

Tous les produits chimiques utilisés sont de qualité analytique et Les différents appareils utilisés pour nos analyses sont les suivants:

- **Appareillage soxhlet**

C'est un dispositif utilisé en laboratoire pour effectuer l'extraction par solvant de composés volatils ou semi-volatils à partir d'un échantillon solide. Il se compose d'un ballon de distillation, d'un extracteur Soxhlet, d'un réfrigérant et d'un collecteur de solvant.

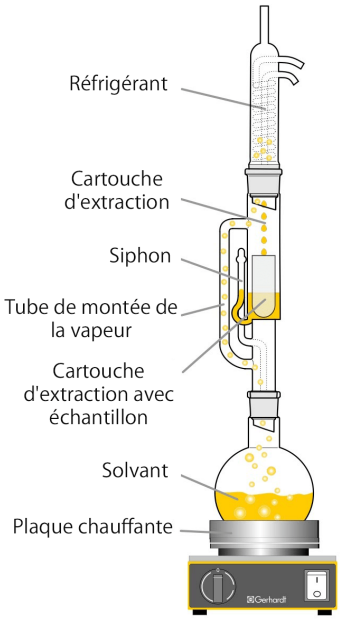


Figure IV.6: L'appareil Soxhlet

- **Evaporateur rotatif**

Un évaporateur rotatif est un appareil utilisé pour évaporer rapidement des solvants après avoir été utilisés dans une extraction ou dans un milieu réactionnel. Le plus souvent, l'évaporateur du solvant est mené sous pression réduite que l'on obtient au moyen d'une trompe à eau ou d'une pompe à vide.



Figure IV.7: Evaporateur rotatif de type Büchiet pompe à vide STUART

- **Balance analytique, agitateur magnétique et broyeur**

La balance analytique de type KERN est un instrument très utile; elle permet d'obtenir des données d'une précision remarquable. Hors l'agitateur permet d'assurer l'homogénéisation d'un milieu. Un broyeur pour broyer la matière végétale.

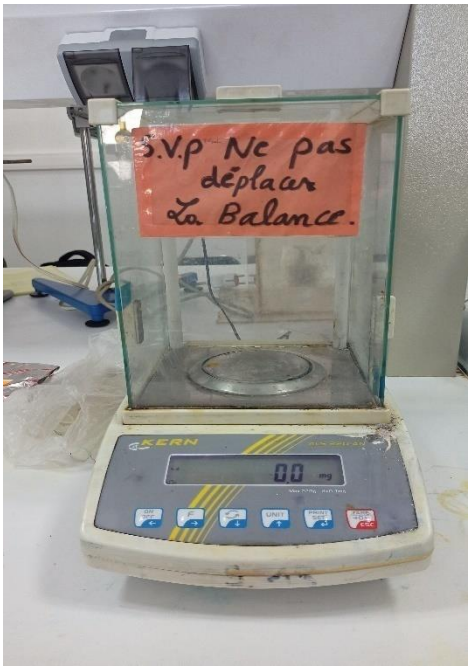


Figure IV.8: Balance analytique KERN

- **Plaque chauffante**

Une plaque chauffante de type STUART est un appareil utilisé en laboratoire pour chauffer des liquides ou des substances solides. Elle est composée d'une surface plane, généralement en métal, qui est chauffée par des éléments chauffants intégrés. La plaque chauffante est souvent utilisée en combinaison avec des récipients tels que des béchers, des flacons ou des capsules pour chauffer des échantillons ou réaliser des réactions chimiques.



Figure IV.9: Plaque chauffante STUART

- **Broyeur**

Broyeur à 4 lames de type VIKING CHEF, utilise des lames tranchantes pour couper et broyer les matériaux. Il est couramment utilisé pour le broyage de plastiques, café et les grains solides.



Figure IV.10: Broyeur VIKING CHEF

- **Bain-marie**

C'est une technique utilisée en chimie analytique pour chauffer le milieu réactionnel



Figure IV.11: Bain-marie MEMMERT

- **Etuve**

Une étuve de laboratoire est un appareil de chauffage fonctionnant le plus souvent à la pression atmosphérique (ou sous vide) et permettant d'effectuer divers traitements thermiques à température régulée

Nous l'avons utilisé ci-dessous :

- ✓ Séchage les grains de figue de barbarie pour éliminer l'eau à 37 °C
- ✓ Stérilisation les flacons à 105 °C pendant 24 heures
- ✓ Placer les boites pétries pendent 24 heures à 37 °C pour obtination les résultats microbiens



Figure IV.12: Etuve ventilée type MEMMERT

IV.1.3. Méthodes

IV.1.3.1. Taux d'humidité

Ce test permet de suivre au mieux l'étape de séchage. Il a été déterminé par le procédé de séchage à l'étuve. 100 g du grain de figue ont été séchés à 105 °C pendant deux heures. La teneur en eau est déterminée selon la formule suivante:

$$TH(\%)=[(Pf–Ps) / Pf]x100$$

Où

TH : taux d'humidité (%):

Pf : poids de l'échantillon frais (g).

Ps : poids de l'échantillon sec (g).

IV.1.3.2. L'extraction

L'extraction est une étape très importante avant l'analyse quantitative et qualitative

IV.1.3.2.1. Préparation des extraits

A. Matériel requis pour l'extraction de l'huile de figue de Barbarie

- Appareil Soxhlet complet (ballon de distillation, extracteur Soxhlet, réfrigérant, collecteur de solvant)
- Échantillon de figue de Barbarie broyé,
- Solvant d'extraction (l'hexane),
- Fiole de collecte pour l'huile extraite.
- Équipement de laboratoire standard (pince, entonnoir, filtre, etc.)

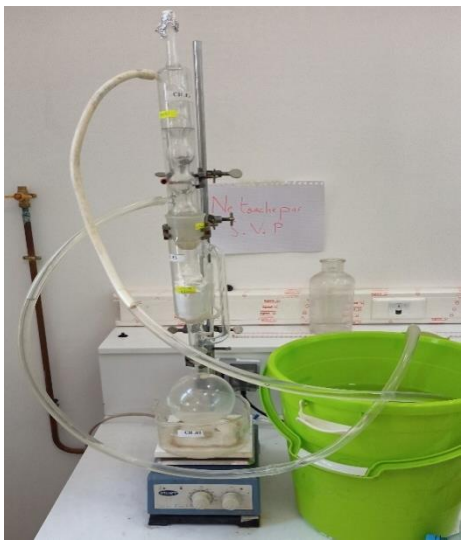
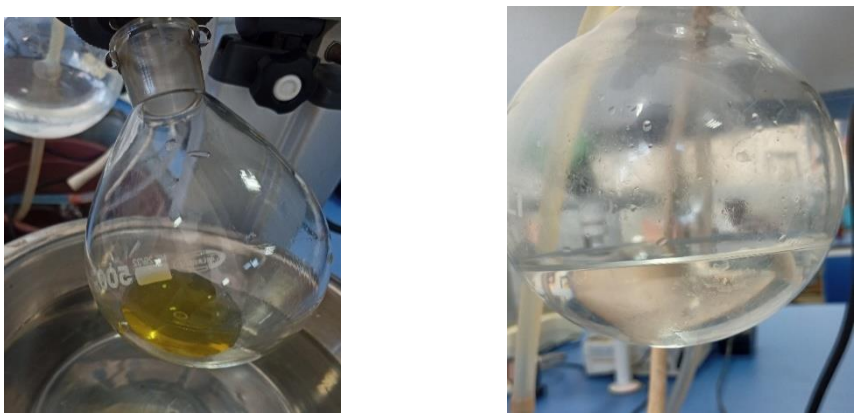


Figure IV.13: Montage extraction l'huile de figue de barbarie

B. Procédure

1. Préparer l'appareil Soxhlet en plaçant le réfrigérant sur le ballon de distillation et en attachant l'extracteur Soxhlet en dessous.
2. Préparer l'échantillon de figue de Barbarie en le broyant finement .
3. Placer l'échantillon broyé dans la cartouche (la masse de poudre varié entre 45g-90 g) puis dans l'extracteur Soxhlet.
4. Ajouter le solvant d'extraction (l'hexane) 350mL dans le ballon de distillation de volume 500 ml . La quantité du solvant dépendra de la taille de l'échantillon,

5. Assembler l'appareil Soxhlet et que tous les joints sont correctement scellés.
6. Chauffer le ballon de distillation en utilisant un bain-marie ou un chauffe-ballon. La température recommandée est généralement légèrement inférieure au point d'ébullition du solvant utilisé (presque 70°C) .
7. Laisser l'extraction se poursuivre pendant plusieurs heures (généralement de 5 à 6 heures) pour permettre au solvant de circuler à travers l'échantillon et d'extraire l'huile.
8. Le solvant s'évaporera par l'évaporateur rotatif et se condensera dans le réfrigérant, puis retombera dans le ballon de distillation, extrayant l'huile de l'échantillon.
9. Une fois l'extraction terminée, on récupère l'huile extraite dans le flacon préparé de collecte en utilisant une pince et un entonnoir si nécessaire.
10. Une fois le solvant évaporé, on obtient l'huile de figue de Barbarie pure.



a b

Figure IV.14: **a.** l'huile extraite du figue de barbarie **; b.** solvant évaporé (hexane)

C. Teneur en impureté de l'huile extraite :

L'huile extraite doit être limpide si non on doit effectuer le procédé suivant :

- Dissoudre les matières grasses dans l'hexane
- Filtrer sur un papier filtre bien séché à (103±2) °C
- Laver le papier filtre plusieurs fois avec l'hexane pour éliminer complètement l'huile
- Sécher à nouveau à (103±2) °C jusqu'à avoir une masse constante
- Refroidir et peser le papier filtre

➢ **Expression des résultats**

Le rendement est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile obtenue et la masse de la poudre des grains de figue de barbarie.

$$R = m/m_0 \times 100$$

Avec :

m:massed'huile obtenue (g).

m_0:masse de la poudre des grains de figue de barbarie (g)

IV.1.3.3. Caractérisation de l'huile extraite

IV.1.3.3.1. Tests organoleptiques

Des méthodes sensorielles sont utilisées pour ce type de test. Ce qui nécessite des conditions de santé de sens de l'expérimentateur pour déterminer le goût, la couleur, la texture et l'odeur des échantillons.

- **La saveur** : à l'aide d'une cuillère, on prélève un échantillon et on le place sur la langue pour déterminer le goût (soit amer, acide, sucré, umamé ou salé).
- **La couleur** : on place les échantillons dans des assiettes blanches (pour que le contraste des couleurs soit clair) et avec le sens de la vue on détermine la couleur.
- **La texture** : on touche directement l'huile et on remarque est ce qu'il y a un changement dans la texture huileuse ou non.
- **L'odeur** : on sent des échantillons et on compare l'odeur de chacun avec l'odeur de l'huile avant la macération (On peut également les comparer avec différents parfums bien connus)

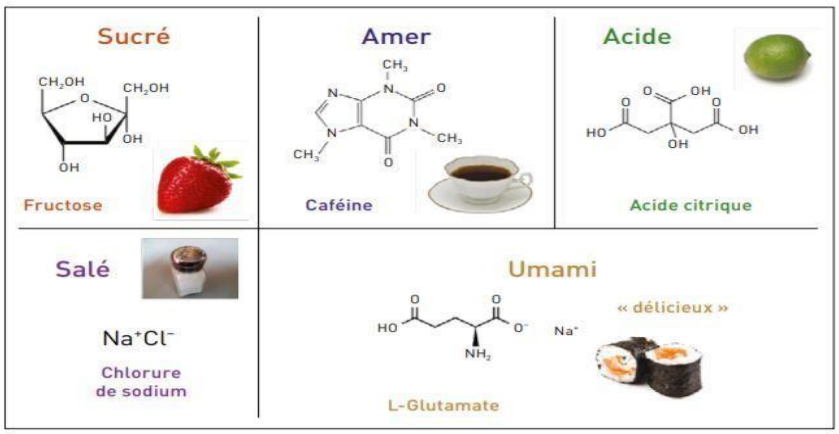


Figure IV.15 : Structure chimique des gouts [1]

IV.1.3.3.2. Détermination de la densité relative

Pour déterminer la densité relative de l'huile de figue de Barbarie, on suit le protocole suivant

➢ **Matériel requis :**

- Bécher ou cylindre gradué
- Balance analytique
- Pipette graduée
- Échantillon d'huile de figue de Barbarie
- Pycnomètre

➢ **Procédure :**

1. Nettoyez soigneusement le pycnomètre en le rinçant avec le liquide à mesurer ou avec un solvant approprié, puis séchez-le.
2. Pesez le pycnomètre vide avec précision et enregistrez cette masse.
3. Remplissez partiellement le pycnomètre avec le liquide dont vous souhaitez mesurer la densité. Veillez à éliminer toutes les bulles d'air.
4. Placez le pycnomètre dans un environnement à une température contrôlée et laissez le liquide atteindre la même température que l'environnement. Assurez-vous que la température est constante pendant toute la durée de la mesure.
5. Remplissez complètement le pycnomètre avec le liquide jusqu'à ce qu'il déborde légèrement. Essuyez délicatement l'excès de liquide à la surface du pycnomètre.
6. Replacez le pycnomètre dans l'environnement à température contrôlée et laissez-le équilibrer pendant un certain temps pour s'assurer que la température est uniforme.
7. Pesez le pycnomètre rempli de liquide avec précision et enregistrez cette masse.
8. Une fois que vous avez mesuré les masses du pycnomètre vide et du pycnomètre rempli de liquide, vous pouvez calculer la densité du liquide en utilisant la formule

$$D = m_L / (m_2 - m_1)$$

Avec :

D : Densité

$\mathbf{m_L}$ **:** Masse du liquide

$\mathbf{m_2}$ **:** Masse du pycnomètre rempli de liquide

$\mathbf{m_1}$ **:** Masse du pycnomètre vide

Densité relative

$$D = m/V$$

Avec :

D : Densité relative = masse /

m : masse

V : volume.

IV.1.3.3.3. Détermination du pH

Un pH-mètre a été utilisé pour la détermination du pH.

1. Etalonner le pH-mètre avec des solutions tampon,
2. Une fois l'appareil étalonné, on rince les électrodes avec l'eau distillée.
3. Verser une quantité suffisante de l'échantillon dans le récipient de mesure.
4. Introduire l'électrode dans cette huile.
5. Lire la valeur du pH sur l'écran de l'appareil.

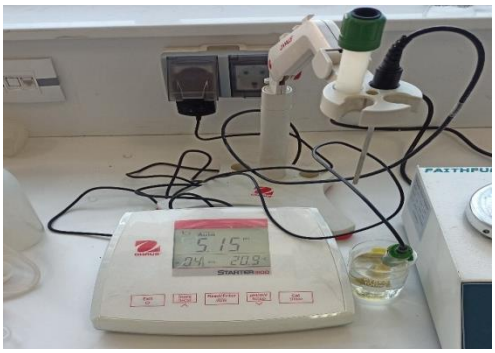


Figure IV.16: pH-mètre OHAUS

IV.1.3.3.4. Détermination de la viscosité

La détermination de la viscosité de l'huile de figue de Barbarie peut être réalisée en utilisant un viscosimètre approprié.

- **Préparation de l'échantillon**

Mesurer avec précision la quantité d'huile de figue de barbarie nécessaire pour l'analyse. Transférez l'huile dans un bécher ou un flacon gradué.

- **Préparation du viscosimètre**

1. Assurer que le viscosimètre est propre et sec.

2. Régler la température du viscosimètre selon les instructions du fabricant. La viscosité peut varier en fonction de la température, il est donc important de mesurer à une température spécifiée.
3. Mesurer de la viscosité :
4. Remplisser le viscosimètre avec l'huile de figue de barbarie jusqu'à une certaine marque ou niveau spécifié.
5. Démarrer le chronomètre dès que vous commencez à mesurer la viscosité.
6. Observer attentivement le mouvement de l'huile à travers le capillaire du viscosimètre.
7. Arrêter le chronomètre lorsque l'huile atteint une marque ou un point spécifié sur le viscosimètre.
8. Enregistrer le temps écoulé, qui représente la viscosité de l'huile de figue de Barbarie.



FigureIV.17: l'appareil viscosimètre

IV.1.3.3.5. Détermination des indices

Afin de mieux caractériser l'huile obtenue après l'extraction, la détermination des différents indices est nécessaire.

- **Matériels** :

Bécher, erlenmeyer de 250 ml, agitateur magnétique chauffant, pipette graduée, burette graduée, fiole conique, récipient 250 ml .

➢ **Produits** :

- L'huile de figue de barbarie obtenue
- Solvant constitué d'un mélange 1:1 d'éthanol 95% et d'éther.
- Hydroxyde de potassium (KOH) de concentration 0,5 M.
- Phénolphtaléine (indicateur coloré).
- Acide chlorhydrique (HCl) de concentration 0,5 M.
- Solution Chloroforme

- Acide acétique glacial
- Iodure de potassium
- Thiosulfate de sodium 0,01 M
- Solution d'amidon
- Thiosulfate de sodium 0, 1 M
- Bromure d'iode

A. Indice de saponification(IS)

L'indice de saponification IS est le nombre de mg de potasse nécessaire pour neutraliser les acides libres et saponifier les esters présents dans 1,00 g d'huile, d'après les réactions :

$$RCOOH + KOH \rightarrow RCOOK + H2O \quad \textbf{(réaction à froid)}$$

$$RCOOR' + KOH \rightarrow RCOOK + R'OH \quad \textbf{(réaction à chaud)}$$

➢ **Mode opératoire**

1. Dans un bécher, peser 1 g de corps gras et ajouter 3 ml du solvant et les agiter.
2. Transvaser le contenu du bécher dans un erlenmeyer de 250 ml. Récupérer le reste du corps gras en rinçant le bécher avec quelques ml du solvant.
3. Ajouter 25 ml du KOH alcoolique et fermer bien l'erlenmeyer.
4. Préparer un autre erlenmeyer, y mettre 3 ml du solvant et 25 ml du KOH alcoolique et bien fermer l'erlenmeyer. Cet échantillon constitue un témoin (ou 'blanc' de la réaction).
5. Chauffer les deux erlenmeyers dans un bain-marie à 100°C pendant 30 minutes, avec agitation.
6. Laisser refroidir les erlenmeyers jusqu'à la température ambiante et y ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine (coloration rose).
7. Titrer l'excès du KOH par HCl, jusqu'à la disparition de la coloration rose.
8. Noter les volumes d'HCl versés pour chacun des deux tests.

➢ **Expression des résultats**

$$IS = ((VT - VE) \times CHCl \times MKOH)/m$$

Avec:

IS : Indice de saponification.

V_T:Volume d'HCl versé, témoin (ml).

V_E:Volume d'HCl versé, essai (ml).

C_{HCl}:concentration de la solution d'acide chlorhydrique (mol/L)

M_{KOH}: masse molaire du KOH (56,1g/mol).

m: masse d'huile (g).

B. Indice de d'acide (IA)

L'indice d'acidité IA d'un lipide est la masse en mg de KOH nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans 1 g de lipide à température ambiante. IA n'a pas d'unité. Le principe consiste à un dosage acido-basique correspondant à la neutralisation dont le schéma réactionnel est le suivant :

RCOOH + KOH → RCOOK + H2O (réaction à température ambiante)

La teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps ; l'IA permet donc de juger de leur état de détérioration.

- **Mode opératoire**

Le dosage de l'acidité peut être réalisé par un dosage direct qui consiste à :

1. Pipeter exactement 2 ml d'huile (m = 1,66 g) dans un bécher.
2. Ajouter 6 ml de KOH alcoolique 0,5 N ; agiter pendant 30 s.
3. Ajouter 2 gouttes de phénophtaléine.
4. Titrer l'excès de KOH par HCl 0,5 N.
5. Faire deux témoins contenant 6 ml de KOH. Noter le volume V_T

C. Indice d'ester (IE)

L'indice d'ester IE est le nombre de mg de potasse nécessaire pour saponifier les esters présents dans 1,00 g d'huile, d'après la réaction :

RCOOR′ + KOH → RCOOK + R′OH (réaction à chaud)

L'indice d'ester est donné par la relation suivante :

$$IE = IS - IA$$

Avec :

IE : indice d'ester.

IS : indice de saponification.

IA : indice d'acide.

D. L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde de l'huile de figue de barbarie est une mesure de la quantité d'espèces peroxydes présentes dans l'huile. Il est utilisé pour évaluer la fraîcheur et la stabilité de l'huile, car des niveaux élevés d'espèces peroxydes peuvent indiquer une détérioration ou une oxydation de l'huile. La détermination de l'indice de peroxyde peut être effectuée en utilisant une méthode de titrage chimique.

- **Procédure**

1. Dans une fiole conique de 250 ml à bouchon rodé, introduisez 5g d'huile.
2. Ajoutez 30 ml d'un mélange de 2 volumes de chloroforme et de 3 volumes d'acide acétique glacial.
3. Agitez jusqu'à dissolution de l'échantillon et ajoutez 0.5 ml de solution saturée d'iodure de potassium.
4. Ajoutez pendant exactement 1 min , puis ajoutez 30 ml d'eau.
5. Titrez par le thiosulfate de sodium 0,01 M ajoutez lentement sans cessez d'agiter énergiquement , jusqu'à ce que la coloration jaune ait presque disparu .
6. Ajoutez 5 ml de solution d'amidon.
7. Continuez le titrage en agitant jusqu'à disparition de la coloration n1.
8. Effectuez un essai à blanc dans les mêmes condition n2
9. Calculez l'indice de peroxyde en utilisant la formule :

$$Ip = (10(n1–n2)) /m$$

Avec :

IP : indice de peroxyde.

n1 : n_1 ml de thiosulfate de sodium 0,01 M. essai l'huile.

n2: n1 ml de thiosulfate de sodium 0,01 M. essai blanc

m : masse de l'échantillon d'huile.

E. L'indice d'iode

L'indice d'iode est une mesure utilisée pour évaluer la quantité d'instauration présente dans l'huile, c'est-à-dire la quantité d'acides gras insaturés tels que les acides gras monoinsaturés et polyinsaturés. Il indique la réactivité de l'huile vis-à-vis de l'iode. La détermination de l'indice d'iode peut être effectuée en utilisant une méthode de titrage chimique.

➢ **Procédure**

1. Dans un récipient 250 ml muni bouchon rodé , sec ou rincé avec l'acide acétique glacial.
2. Introduisez la prise d'essai 1g l'huile et dissolvez-la dans 15 ml de chloroforme
3. Ajoutez très lentement 25 ml de solution de bromure d'iode
4. Bouchez le récipient et placez-le à l'obscurité pendant 30min en agitant fréquemment
5. Apres addition 10 ml d'une solution d'iodure de potassium à 100 g/L et de 100 ml l'eau
6. Titrez par le thiosulfate de sodium 0,1 M en agitant énergiquement jusqu'à ce que la coloration jaune ait presque disparu
7. Ajoutez 5 ml de solution amidon et continuez le titrage en agitant énergiquement et en ajoute goutte à goutte , le thiosulfate de sodium 0,1 M jusqu'à disparition de la coloration (n1 ml de thiosulfate de sodium 0,1 M)
8. Effectuez un essai à blanc dans les mêmes conditions (n2 ml de thiosulfate de sodium 0,1 M) .
9. Calculez l'indice d'iode en utilisant la formule

$$I_I = (n_2 – n_1)1{,}269/m$$

Avec :

II: indice d'iode.

n2 : n2 ml de thiosulfate de sodium 0,1 M. essai l'huile

n1: n1 ml de thiosulfate de sodium 0,1 M. essai blanc

m: masse de l'échantillon d'huile.

F. L'indice insaponifiable

L'indice insaponifiable de l'huile de figue de Barbarie est une mesure de la quantité de composés présents dans l'huile qui ne peuvent pas être convertis en savon par la réaction de saponification. Cela inclut des composés tels que les insaponifiables, les stérols, les tocophérols, les caroténoïdes et d'autres substances non lipidiques.

➢ **Matériel requis**

✓ Échantillon d'huile de figue de Barbarie

✓ Solvants (tels que l'éther de pétrole ou l'hexane)

✓ Réactifs chimiques (hydroxyde de potassium, éthanol, indicateur phénolphtaléine)

✓ Verrerie de laboratoire (béchers, pipettes, agitateurs, etc.)

- ✓ Équipement de chauffage (bain-marie, plaque chauffante, etc.)
- ➢ **Procédure**

Préparation de la solution d'huile

1. Préparez une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) à 25% en diluant une quantité appropriée de KOH solide dans de l'eau distillée. Assurez-vous de porter des gants de sécurité lors de la manipulation de KOH, car il est corrosif.
2. Pesez avec précision environ 5 g d'huile de figue de Barbarie dans un bécher ou un flacon en verre.
3. Ajoutez environ 50 ml d'éther de pétrole à l'échantillon d'huile dans le bécher et mélangez soigneusement pendant quelques minutes à l'aide d'un agitateur en verre. Assurez-vous que l'huile est bien dissoute dans l'éther de pétrole.
4. Transférez le mélange huile-éther dans un erlenmeyer ou un flacon en verre avec un bouchon.
5. Ajoutez 10 ml de solution d'hydroxyde de potassium (KOH) à 25% dans l'erlenmeyer contenant le mélange huile-éther.
6. Fermez hermétiquement l'erlenmeyer et agitez vigoureusement pendant quelques minutes pour favoriser la saponification de l'huile.
7. Laissez reposer le mélange pendant environ 30 minutes pour permettre la séparation de la phase aqueuse et de la phase organique.
8. Ajoutez environ 20 ml d'acide chlorhydrique (HCl) dilué à 10% dans l'erlenmeyer pour neutraliser l'excès d'hydroxyde de potassium non réagi.
9. Agitez à nouveau vigoureusement pendant quelques minutes pour favoriser la neutralisation.
10. Laissez reposer le mélange pendant environ 30 minutes pour permettre la séparation de la phase aqueuse et de la phase organique.
11. Transférez la phase organique (éther de pétrole contenant les insaponifiables) dans un autre bécher propre.
12. Évaporez l'éther de pétrole en utilisant un bain-marie ou une plaque chauffante jusqu'à ce que tout le solvant soit complètement évaporé. Vous pouvez également utiliser un flux d'air chaud pour accélérer le processus.

13. Une fois que tout le solvant est évaporé, pesez le bécher contenant les insaponifiables résiduels. La différence de poids entre l'échantillon initial et le

bécher avec les insaponifiables représente l'indice insaponifiable de l'huile de figue de Barbarie.

$$I_{SF} = (m_2 - m_1)100$$

Avec :

I_{SF}: Indices insaponifiables.

m2 : La masse (g) du résidu séché.

m1: La masse (g) de la prise d'essai

G. Indice de réfraction

L'indice de réfraction de l'huile de figue de Barbarie peut être déterminé à l'aide d'un réfractomètre.

Matériel requis

- ✓ Réfractomètre
- ✓ Échantillon d'huile de figue de Barbarie
- ✓ Bain-marie
- ✓ Étapes du protocole :

1. **Préparation de l'échantillon**

- ✓ Assurez-que l'échantillon d'huile de figue de Barbarie est propre et exempt de contaminants.
- ✓ Si nécessaire, filtrez l'échantillon pour éliminer les impuretés visibles.

2. **Calibrage du réfractomètre**

- ✓ Suivez les instructions spécifiques du fabricant pour calibrer le réfractomètre selon les standards recommandés.
- ✓ Il est important de calibrer le réfractomètre avec un liquide de référence approprié pour obtenir des mesures précises.

3. **Mesure de l'indice de réfraction**

- ✓ Prélevez une petite quantité d'huile de figue de Barbarie à l'aide d'une pipette ou d'un compte-gouttes propre.
- ✓ Nous le mettons dans un tube à essai et le mettons dans un bain marie à 20 °C
- ✓ Déposez délicatement l'échantillon sur la plaque de mesure du réfractomètre.
- ✓ Fermez soigneusement le couvercle du réfractomètre pour éviter toute interférence lumineuse.

- ✓ Observez l'échelle de mesure à travers l'oculaire du réfractomètre et lisez l'indice de réfraction correspondant à l'interface de l'échantillon d'huile.

IV.2. Activité biologique

IV.2.1. Activité antioxydante

A. Activité antiradicalaire par la méthode de diphenyl- picryl-hydrazyl (DPPH)

L'activité antioxydante d'un composé correspond à sa capacité à résister à l'oxydation. De nombreuses méthodes sont utilisées actuellement pour évaluer cette activité. Le radical DPPH a été largement utilisé pour l'étude de l'activité anti radicalaire des différents extraits végétaux. Le composé 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle fut l'un des premiers radicaux libres utilisés pour étudier la relation structure-activité antioxydante des composés phénoliques. Il possède un électron non apparié sur un atome du pont d'azote. Sous sa forme radicalaire, le DPPH· absorbe à 517 nm, mais après réduction par un antioxydant (AH) ou un radical R·, l'absorbance disparait [3].

DPPH· + AH → DPPH-H + A·

DPPH· + R· → DPPH-R

Le DPPH est un radical libre stable de couleur violacée. En présence de composés antis radicalaires, le radical DPPH est réduit et passe de la couleur violette caractéristique de la solution de DPPH à la couleur jaune mesurable par spectrophotométrie à 517 nm. Les absorbances mesurées servent à calculer le pourcentage d'inhibition du radical DPPH, qui

$$Ih\%=[(AC-AE)/AC]x100$$

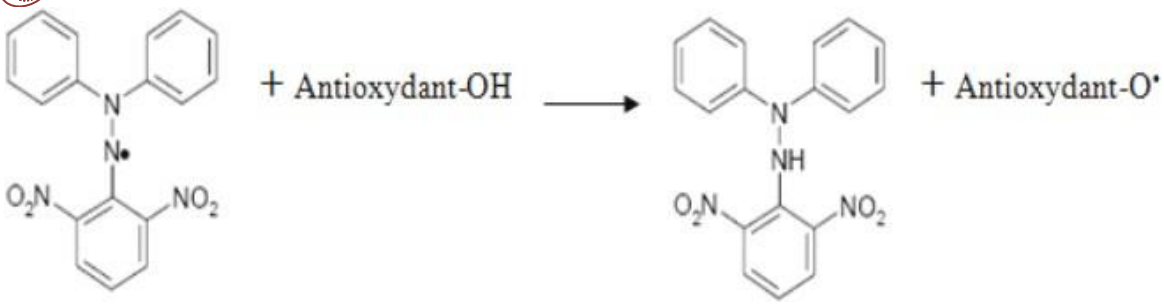
est proportionnel au pouvoir anti radicalaire de l'échantillon. Cette méthode est basée sur la mesure de la capacité des antioxydants à piéger le radical DPPH. Le pourcentage de piégeage du radical est calculé selon l'équation suivante [4].

Où

Ih % : pourcentage d'inhibition

AC : l'absorbance de la solution DPPH.

AE : l'absorbance de l'échantillon



DPPH (violet) **DPPH (jaune).**

FigureIV.18: L'oxydation des radicaux DPPH.

➢ **Le protocole expérimental utilisé est comme suit où :**

1. La solution du DPPH est préparée par solubilisation de 2.4 mg de DPPH dans 100 mL de l'eau. Nous mélangeons soigneusement la solution, puis nous fermons la bouteille et la protégeons de la lumière pour éviter toute dégradation de la solution. Ensuite, nous mesurons son absorption à l'aide d'un spectrophotomètre UV.
2. Pour vérifier si la solution est active, nous ajoutons 200 µL de la solution précédente à 1,8 millilitre de DDPH dans un petit tube essai ,Ensuite, nous le mélangeons, le recouvrons et le laissons reposer pendant 15 minutes. Si la couleur violette devient jaune, cela signifie que la solution est active. Plus la couleur jaune est foncée, plus la solution est active.
3. Dans 25 petits tubes à essai Nous plaçons à l'intérieur 200µL d'acetate d' ether
4. Dans le premier tube, nous ajoutons 200 µL d'huile et nous le mélangeons soigneusement.
5. Ensuite, nous prélevons 200 µL du premier tube que nous transférons dans le deuxième tube, puis nous le mélangeons soigneusement.
6. Nous répétons la même étape précédente avec les autres tubes restants.
7. Ensuite, dans chaque tube, nous ajoutons 1,8 ml de la solution et nous mélangeons bien. Ensuite, nous attendons 15 minutes.
8. Le mélange est laissé à l'obscurité pendant 1 heure et la décoloration par rapport au contrôle négatif qui contient uniquement la solution de DPPH est mesurée à 517 nm.

IV.3. Activité antimicrobienne

A. Méthode de diffusion (antibiogramme)

Pour évaluer l'activité antimicrobienne des extraits de graines de figue de barbarie, nous avons adopté la méthode de diffusion sur milieu gélosé en utilisant les disques stériles appelée antibiogramme. [2] Le principe de la méthode repose sur la diffusion du composé antimicrobien en milieu solide dans une boite de Pétri, avec création d'un gradient de concentration, après un certain temps de contact entre le produit el le microorganisme cible.

L'effet du produit antimicrobien sur la cible est apprécié par la mesure d'une zone d'inhibition, et en fonction du diamètre d'inhibition. La souche sera qualifiée de sensible, très sensible, extrêmement sensible ou résistante.

Ce travail a été est effectué au complexe antibiotique,SAIDAL. Les souches bactériennes choisies sont :

1. Bacillus subitilis
2. Salmonella typhi
3. S aureus
4. E-coli
5. ECZ 8
6. Propionibacterium

La souche antifongique: Candida albican

B. Milieux de culture

Nous avons utilisé comme milieux de culture les milieux suivants :

- Gélose nutritive pour les souches bactériennes.
- Gélose Muller Hinton pour la réalisation de l'antibiogramme et l'activité antibactérienne.
- La gélose Sabouraud pour l'isolement et l'entretien de la levure et l'étude de sa sensibilité aux extraits.

C. Stérilisation du matériel

L'eau distillée, les tubes à essai utilisés dans la préparation des solutions bactériennes et les disques en papier Wattman (6 mm de diamètre) enrobés dans du papier aluminium ont été stérilisés à l'autoclave à 121°C pendant 30 minutes.

D. Préparation des concentrations des extraits:

Les extraits ont été dissous dans le diméthylesulfoxyde (DMSO) pour les extraits bruts dans l'eau distillée afin de préparer les différentes concentrations (1 ; 0.5 ; 0.25 ; 0.125 mg /mL) avec des dilutions successives, sachant que la concentration de la solution mère de chaque extrait est de 1g/mL.

E. Préparation de l'inoculum

Les souches bactériennes misent en culture dans les bouillantes nutritives et incubées à 37°C pendant 24h, leur opacité doit être équivalente à 0.5 Mc Farland.

Les souches fongiques misent en culture dans les bouillantes nutritives et incubées à 37°C pendant 48h, leur opacité doit être équivalente à 0.5 Mc Farland.

F. Ensemencement et depot des disques:

Dans les 15 min suivant l'ajustement de la turbidité de la suspension d'inoculum, on a trempé un écouvillon dans la suspension et on a étalé la surface entière de la gélose Muller Hinton pour les souches bactériennes et la gélose Sabouraud pour la souche fongique, en tournant la boite à environ 60°après chaque application dont le but d'avoir une distribution égale de l'inoculum. Enfin, on a écouvillonné partout autour du bord de la surface de la gélose.

Des disques stériles ont été déposés stérilement à l'aide d'une pince stérile et sont imprégnés de différentes solutions d'extraits à des concentrations croissantes. Les boites sont ensuite incubées pendant 24h à 37° C pour les souches bactériennes et 48h à 37°C pour la souche fongique.

Finalement, les boites de Pétri sont incubées pendant 24 heures à 37°C pour les souches bactériennes et 48 heures à 37°C pour la souche fongique, la lecture des résultats se fait par la mesure du diamètre, en mm, de la zone d'inhibition.

G. Lecture:

La lecture a été faite par la mesure des diamètres des halos d'inhibition au tour des disques à l'aide d'un pied à coulisse. Les résultats sont exprimés par le diamètre de la zone d'inhibition et peut être symbolisé par des signes d'après la sensibilité des souches vis-à-vis des extraits [5].

On classe la bactérie dans l'une des catégories :

- 6mm < x < 7mm Résistante (-)
- 7mm < x < 8mm Intermédiaire (+)
- 8mm < x < 9mm Sensible (++)
- x > 9mm Très sensible (+++)

IV.4. Détermination de la concentration minimale inhibitrice par la méthode dilution en milieu liquide :

Cette technique consiste à inoculer, par un inoculum standardisé, une gamme de concentration décroissante en huile essentielle. Après incubation, l'observation de la gamme permet d'accéder à la Concentration Minimale Inhibitrice (CMI),

A. CMI (concentration minimale inhibitrice)

la plus faible concentration en antibiotique inhibant la croissance visible d'une souche donnée.

B. Protocole :

- Préparation des solutions : on fait la réalisation d'une gamme des solutions de concentrations décroissantes par dilutions successives de raison 1/2 à partir d'une solution mère ; On prépare une solution de 1 ml/ml de DMSO qu'on va la considère comme une solution mère et ensuite on met cette solution de 0.1ml/ml dans un tube à essai stérilisé et l'agité bien pour l'homogénéiser. Ensuite on prépare des solutions diluées de concentration connue à partir de la solution mère. On met les solutions dans des tubes à essai stérilisés contenant 3 ml de milieu TSB.
- Inoculation des souches bactériennes : on ajoute une quantité connue de la souche bactérienne testée dans chaque tube contenant les dilutions de l'agent antimicrobien.
- Incubation : on Incube les tubes dans les conditions appropriées :37°C pendant 18-24 heures.

C. Lecture des résultats :

Après l'incubation, on examine chaque tube pour détecter la présence ou l'absence de bactéries croissants et c'est à l'œil nu.

D'après [6] , le pouvoir inhibiteur d'une huile essentielle vis-à-vis d'une souche peut être classé comme suit :

- ✓ CMI <50 µl/ml : pouvoir inhibiteur excellent ;
- ✓ 50 µl/ml <CMI < 250µl/ml : pouvoir inhibiteur intéressant ;
- ✓ 250 µl/ml <CMI<500 µl/ml : pouvoir inhibiteur faible ;
- ✓ CMI >500 µl/ml : pouvoir inhibiteur nul.

Référence bibliographie

[1] Loïc Briand.le gout:de la molécule à la saveur,2017.

[2]Harrar Ab N 2012. Activités antioxydante et antimicrobienne d‟extraits de Rhamnus alaternus L. Magister en Biochimie.Université Sétif, 95 pp.

[3]Sanchez Moreno, C. (2002). Method used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. Food science and technology international, 8, 121137.

[4] Salah N ., Miller N.J ., Paganga G ., Tijburg L ., Bolwell G.P. et RiceEvans C.A., (1995). Polyphenolic flavanols as scavengers of aqueous phase radicals and as chainbreaking antioxidants. Archive of Biochemistry and Biophysics,339346.

[5] Gomez-Caravaca AM, Gomez-Romero M, Arraez-Roman D, Segura-Carretero A, Fernandez-Gutierrez A. Advances in the analysis of phenolic compounds in products derived from bees. J. Pharmac. Biomed.Analy., 2006, 41:1220-1234.

[6]. Koba K., Sanda K., Raynaud C., Nenonene Y.A., Millet J. et Chaumont J.P., 2004. Activités antimicrobiennes d'huiles essentielles de trois Cymbopogon sp. Références bibliographiques Africains vis-à-vis de germes pathogènes d'animaux de compagnie. Annales de Médecine Vétérinaire., 148: 202-206.

RESULTATS ET DISCUSSION

V.1 Taux humidité

La teneur en humidité revêt une grande importance lors de l'extraction des polyphénols, car l'eau peut entraîner la dégradation des antioxydants. De plus, une activité enzymatique, notamment celle des polyphénols-oxydases, peut provoquer rapidement des changements irréversibles après la récolte du matériel végétal, tels que l'oxydation, la polymérisation ou la décomposition.

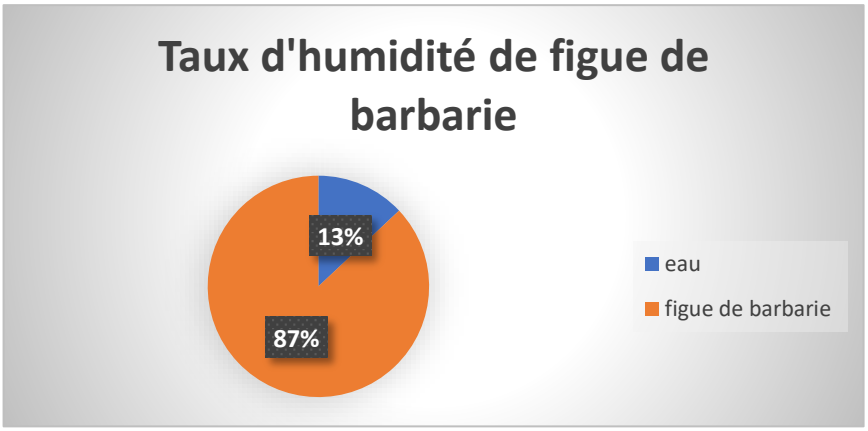


Figure V.1 : Teneur en Humidité

D'après les résultats obtenus, le taux d'humidité des graines d'opuntia ficus-indica varie de 13%. Ces résultats sont quelque peu différents de ceux rapportés par d'autres auteurs. En effet, (Nebbache et, al) [1] ont obtenu 18.05%, alors que (Habib et ; al).[2] a enregistré des valeurs plus faibles allant de 5 à 6%. Cette différence est, probablement, due au degré de séchage des graines ou à l'origine géographique et au degré de maturité. Le taux d'humidité des graines d'opuntia. F.I varie de 13%. Le taux d'humidité est estimé 13%, ce qui représente une faible proportion, cela peut être expliqué que les graines sont des organes de stockage d'huile, et la grande proportion d'eau se trouve au niveau des raquettes, car le cactus est une plante xérophytique succulente capable d'emmagasiner une grande quantité d'eau, et un arbuste originaire des régions arides et semi-arides, c'est pour cette raison que l'Opuntia peut être utile dans la résolution du problème de l'abreuvement du bétail dans ces zones , dont le contenu élevé de l'eau présent dans les tissus de l'Opuntia, représente une source valable de liquide pour les animaux. [3]

Le taux en matière sèche au niveau des graines a été estimé à 83% ce qui est proche de celui trouvé par (Ennouri et ; al). Qui est égal 93.00 ± 0.45%. [4]

V.2 Analyse quantitative

V.2.1. Les tests organoleptiques

- **La poudre :**

  La poudre des graines de figues de Barbarie présente une teinte brun beige et dégage une odeur caractéristique rappelant presque celle du bois. Son goût est légèrement amer, et sa texture est fine et humide, adhérant aux mains lorsqu'elle est manipulée.

- **L'huile de figue de barbarie**

  Les tests organoleptiques de l'huile de figue de barbarie sont présentés sur le tableau V.1

Tableau V.1:les tests organoleptiques de l'huile de figue de barbarie

Aspect	Couleur	Texture	Odeur	Gout	Transparence
liquide , clarté , brillance	**Jaune à orangée**	**Légère et fluide**	**Légère, douce et fruitée**	**Doux, fruité et légèrement acidulé**	**Transparente à légèrement opaque**

V.2.2. Rendement

Tableau V.2:le rendement chaque essai de l'huile de figue de barbarie

Essai	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Masse de poudre (g)	45.5	50.76	55.7	47.21	47.60	60.30	60.04	85.10	74.91	84.39
Masse l'huile (g)	4.60	5.40	7.98	5.01	4.48	7.60	9.20	17.42	5.80	15.60
Rendement (%)	10.10	10.63	14.32	10.61	9.41	12.60	15.32	20.47	7.74	18.48

Rendement total il est :

$$R_{tot} = 12.968\ \%$$

Les résultats obtenus montrent que l'extrait méthanolique des graines de figue de barbarie présente un rendement total de 12.968% d'un poids total égal à 611,75 g de la matière sèche.

Ce résultat est proche de celui trouvé par [5] qui ont utilisé le même protocole d'extraction sur les grains d'Opuntia Monacantha. L'extrait méthanolique a donné un rendement de 11,166 %.

Au regard de nos résultats, nous constatons qu'il y a une différence de rendement, même si nous prenons quasiment la même masse. Nous concluons que la poudre de figue de barbarie n'était pas un mélange homogène.

Si nous passons aux essai 8 et 10, nous trouvons presque la même masse, mais le rendement est différent. .

Nous constatons que la poudre de l'expérience 8 contenait beaucoup de l'endosperme tandis que l'expérience 10 contenait beaucoup de péricarpe .

Il est préférable lors du broyage de bien mélanger .

V.2.3. Paramètres physiques

Les paramètres physiques sont résumés dans le tableau V.3

Tableau V.3 : paramètres physiques des graines figue de barbarie

Indice de réfraction	Densité relative	Densité absolue	PH	Viscosité
1.4531	**0.912**	**0.909**	**5.32**	**15 mpa**

- **Indice de réfraction**

L'indice de réfraction dépend de la densité, de la composition chimique de l'huile et de la température [6]. Ce paramètre est également un critère important de pureté de l'huile. Il est proportionnel au poids moléculaire des acides gras de l'huile. Il varie de façon

intéressante selon le degré d'instauration des lipides et peut nous donner une idée sur la prédominance d'un acide gras insaturé sur un autre dans l'huile [7].

L'indice de réfraction déterminé à la température de 20 ° est de 1,4531. [8] apportent une valeur de 1,4710 et [9]une valeur de 1,4750. Ce résultat se rapproche bien des indices de réfraction, de quelques huiles végétales.

- **Densité**

L'indice de densité est considéré comme un critère physique qui permet le contrôle de la pureté de l'huile extraite [10]. La densité relative de l'huile étudiée est de 0,912. Cette valeur est très proche de cell es rapportées par [11] et [12].et (0,906 et 0,907, respectivement). Mais elle est inférieure à celle trouvée par [13] (0,925). D'après les résultats, l'huile des graines de figues de barbarie est apparemment constituée de chaines moyennes de carbone et riche en oxygène ce qui la rend plus dense.

La densité absolue à température ambiante est de 0,909, qui est comparable avec celle rapportée par [9](0,903). On peut dire que notre huile est de pureté acceptable.

- **PH**

Le pH donne une indication sur l'acidité ou l'alcalinité du milieu, il est déterminé à partir de la quantité d'ions d'hydrogènes libres contenue dans l'huile [14]. Quant à la valeur de pH obtenue, elle est de 5,32. Plus le pH est élevé plus le taux d'acidité est faible.

- **Viscosité**

La valeur de la viscosité trouvée est de 15 mpa dont plus le grade de viscosité est faible plus fluide est plus liquide et peut s'écouler plus facilement. En revanche, plus le grade est élevé, plus l'huile est épaisse et s'écoulera lentement.

V.2.4. Paramètres chimiques

Les facteurs de qualité chimiques de l'échantillon d'huile des graines de figues de barbarie sont présentés dans le tableau 4.

Tableau V.4. Propriétés chimiques de l'huile des graines de figues de barbarie

Indice d'acide (mg de KOH/g)	Indice de saponification (mg de KOH / g)	Indice de peroxyde (méq O2/Kg)	Indice d'iode	Indice ester	Indice insaponifiable
1.930	163.33	4.7	63.09	162.08	2,8

- **Indice d'acide**

Le corps gras est un des composés le plus altérable, la présence d'eau ou d'air peut entrainer respectivement des phénomènes d'hydrolyse et d'oxydation [7]. La connaissance d'indice d'acide d'une huile est considérée comme un bon moyen pour savoir son degré d'altération. Il s'agit d'un critère chimique de fraicheur et de pureté de l'huile [10].

L'indice d'acide est un paramètre de qualité, une acidité libre très élevée rend l'huile brute très fragile à l'oxydation. L'huile des graines de figues de barbarie étudiée a un indice d'acide de 1,930 mg de KOH/ g de cors gras. C'est un résultat qui répond à la norme fixée par le [15] pour les graisses et les huiles vierges (4 mg de KOH/g au maximum). Comparant avec d'autres travaux, cette valeur est similaire à celle donnée par [10]. Elle est comparable avec la valeur donnée par [13](2.66 mg de KOH/g)

Un faible taux d'acidité contribue à la stabilité de l'huile face à l'oxydation par l'air. Il est recommandé pour une huile comestible d'avoir un taux d'acidité faible (Inférieur à 3,3%, norme imposée par [15], pour supporter une longue conservation sans détérioration [16]. Le type de sols à une influence sur l'augmentation ou la diminution de l'indice d'acide, les sols légers et sablonneux-limoneux ayant des pH légèrement acides (5,1 – 6,7) affectent l'indice d'acide des huiles des végétaux poussant sur ces sols [17].

- **Indice de saponification**

L'indice de saponification nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée des acides gras qui composent les triglycérides (réaction principale d'un corps gras). La détermination du coefficient de saponification de l'huile extraite des pépins de figue de barbarie récoltés à Médéa a donné une valeur égale à 163,33 mg de KOH/g. Ils sont légèrement comparables à ceux des huiles courantes telles que le soja (189-195), l'arachide (187-196) et la graine de coton (189-198) [15].

Comme pour le paramètre précédent, de nombreuses études ont été menées pour estimer l'indice de saponification de l'huile de figue de barbarie, qui a été obtenu par deux méthodes d'extraction. Pour l'huile extraite au solvant, son indice de saponification est de 173,30 [8] et 169 [9] qui sont des résultats similaires à l'indice de saponification de notre huile. Il est également égal à 186,63 pour l'huile pressée à froid.

D'autres études ont rapporté des valeurs d'indice de saponification supérieures à celles de l'huile étudiée : 209,33 et 209,47 (pressage à froid), 222 mg KOH/g (extraction par solvant) [18], [19].

Ainsi, nous constatons que le coefficient de saponification varie selon la méthode d'extraction de l'huile . Les indices de saponification sont l'autonomie plus la chaîne des hydrocarbures acides gras est courte. De ce point de vue, on peut affirmer que notre huile possède des acides Herbe de chaînes d'hydrocarbures plus ou moins courtes. Un indice de saponification élevé indique que les huiles ont une teneur élevée en triglycérides et sont donc très utiles en cosmétologie [11].

Indice de peroxyde En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés entrant dans la composition des corps gras s'oxydent en donnant des peroxydes [20].

Il reflète l'état d'oxydation de l'huile. Cet indice permet de prévoir une détérioration ultérieure des qualités organoleptiques de l'huile mais ne renseigne absolument pas sur le passé oxydatif de l'huile [21].

- **L'indice d'ester**

Il est égal à l'indice de saponification pour les glycérides pures et il permet de déterminer leur masse molaire. Cet indice est de 162,08 mg de KOH / 1 g de corps gras.

- **L'indice de peroxyde**

L'indice de peroxyde est lié aux conditions de conservation et aux modes d'extraction. C'est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative.

Ce paramètre estime l'état d'auto-oxydation de l'huile, c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux). Cette auto-oxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...) [22].

La valeur de l'indice de peroxyde trouvée dans cette étude est de l'ordre de 4.7 méq O2/Kg d'huile. Elle est conforme à la norme du [15]qui préconise un indice inférieur ou égal à 15 milliéquivalents d'oxygène actif/kg pour les huiles vierges et les huiles extrait par solvant [15]. Cette valeur est comparable avec celle trouvée par (brahmi F.et coll, 2016) pour l'huile de figues de barbarie de variété algérienne (12 méq O2/Kg).

Nous constatons qu'il y a une grande différence entre la valeur de l'indice de peroxyde de l'huile figue de barbarie algérienne et notre propre huile de la région de Médéa, Harbil ,Ouled Messaoud. Malgré cela, en comparant les valeurs, nous constatons que la valeur de notre huile est compatible avec [8], [12]. [11], [18](de l'ordre de 1,46, 1,63, 3,5 et 1,43 méq O2/Kg). Les mauvaises conditions de stockage permettant une dégradation oxydante des triglycérides et les structures particulièrement fines de certains mésocarpes des fruits pourraient expliquer ces différences de mesures[21].

- **Indice d'iode**

L'indice d'iode mesure globalement le degré d'insaturation des matières grasses. Plus cet indice est grand, plus l'huile est riche en acide gras avec des doubles liaisons. Dans notre cas, l'indice d'iode calculé est de 103.5 g I2 / 100 g. Cette valeur est un presque à celle donnée par [8] ,[9] avec des grandeurs de l'ordre de 113,77 et 101,5 g I2 / 100 g. Elle est inférieure à celle obtenue par [11], [19] : 130,5 et 119 g I2 / 100 g.

Selon [15], ce résultat est comparable aux valeurs standards de quelques huiles mentionnées dans le tableau V.5.

Tableau V.5 : valeurs standards de quelques huiles

Huiles / Corps gras	Indice d'iode	Références
Huile de tournesol	**118 – 141**	**[15]**
Huile de mais	**103 – 135**	**[15]**
Huile de colza	**94 – 120**	**[15]**
Huile de coton	**100 – 123**	**[15]**

Il est raisonnable de dire qu'une huile possédant un indice d'iode autour de 85 serait moyennement riche en acides gras insaturés

- **Indice insaponifiable**

Le résultat que nous avons obtenu dans l'indice insaponifiable il est 2,8%, et ce pourcentage indique que l'huile de figue de barbarie est riche en composés bénéfiques pour la santé, comme les stérols ou les tocophérols. Ces composés peuvent conférer à l'huile des propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires ou autres.

Aussi ce résultat signifie que notre l'huile rich aux acides non saturés.

V.3. L'activité antioxydante

V.3.1 Evaluation de l'activité antioxydante diphenyle-picrylhydrazyl (DPPH)

La mesure de l'absorbance (ou densité optique DO) a été effectuée par spectrophotométrie à 517 nm. A partir des valeurs obtenues, nous avons calculé les pourcentages d'inhibition en utilisant la formule donnée avant. Les valeurs obtenues ont permis de tracer les courbes dans, qui représentent la variation du pourcentage d'inhibition en fonction des concentrations de différents extraits de la plante. Nous avons déterminé graphiquement la concentration correspondante à 50 % d'inhibition (IC50), qui constitue l'activité antioxydant des extraits.

Après avoir utilisé deux fois 17 tubes à essai, les résultats des 5 premiers tubes de chaque expérience ont été omis, car le pétrole brut a un taux d'absorption supérieur à 1, malgré la présence de DPPH. De plus. C'était un mélange turbulent auquel cas le taux d'absorption serait très élevé. Les résultats commencent à apparaître à partir du sixième tube comme indiqué dans le tableau V.6.

Tableau V.6. Les valeurs d'absorbance des essais, les valeurs d'inhibitions et les concentrations références

Dilutions	C mg/ml	C react 10	abs1	abs2	inib1	inib2	IniMoy
16384	0,05566406	0,00556641	0,551	0,558	33,2929782	32,4455206	32,8692494
8192	0,11132813	0,01113281	0,55	0,551	33,4140436	33,2929782	33,3535109
4096	0,22265625	0,02226563	0,546	0,55	33,8983051	33,4140436	33,6561743
2048	0,4453125	0,04453125	0,539	0,545	34,7457627	34,0193705	34,3825666
1024	0,890625	0,0890625	0,525	0,536	36,440678	35,1089588	35,7748184
512	1,78125	0,178125	0,522	0,51	36,8038741	38,2566586	37,5302663
256	3,5625	0,35625	0,513	0,5	37,8934625	39,4673123	38,6803874
128	7,125	0,7125	0,464	0,48	43,8256659	41,8886199	42,8571429
64	14,25	1,425	0,436	0,45	47,2154964	45,5205811	46,3680387
32	28,5	2,85	0,372	0,36	54,9636804	56,4164649	55,6900726
16	57	5,7	0,3	0,29	63,6803874	64,8910412	64,2857143
8	114	11,4	0,026	0,032	96,8523002	96,125908	96,4891041

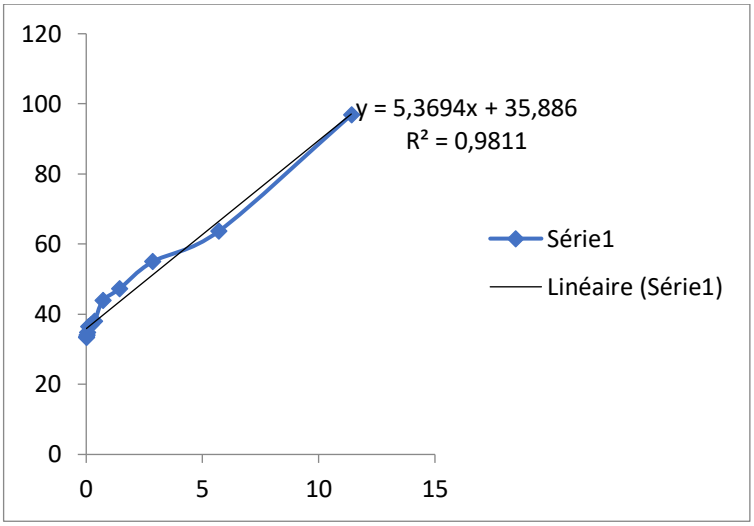


Figure V.2 : Le % d'inhibition de DPPH en fonction des dilutions de l'huile figue de barbarie (1er essai)

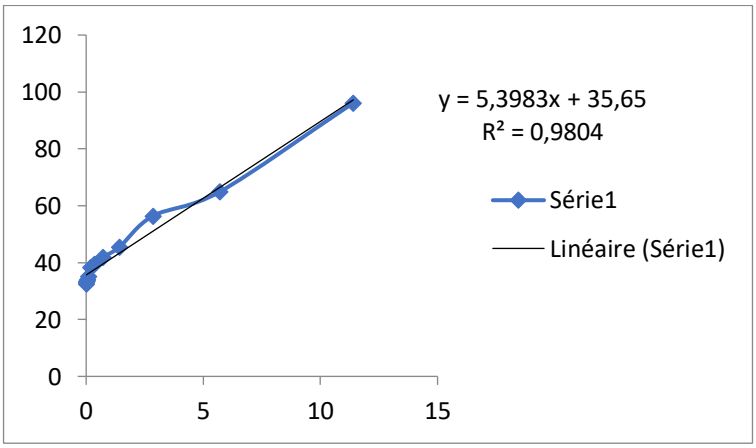


Figure V.3:Le % d'inhibition de DPPH en fonction des dilutions de l'huile figue de barbarie (2eme essai)

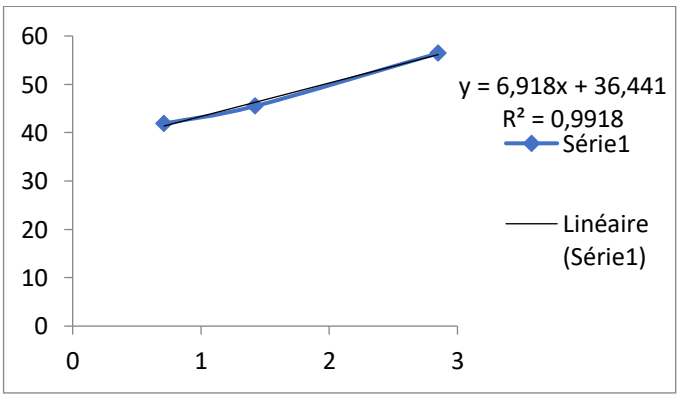


Figure V.4:linéarisation de l'histogramme d'inhibition de 1er essai

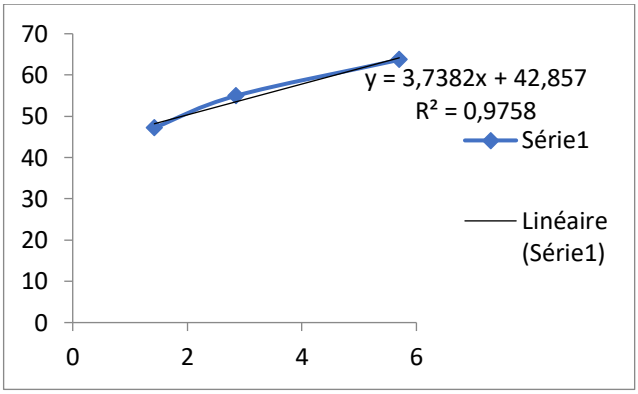


Figure V.5:linéarisation de l'histogramme d'inhibition de 2eme essai

Nous avons déterminé graphiquement la concentration correspondante à 50 % d'inhibition (EC_{50}), qui constitue l'efficacité et l'activité antioxydante pour l'huile de figue de barbarie Selon les résultats enregistrés, l'extrait est doté d'un pouvoir antioxydant faible, leurs EC_{50} respectives sont : 1.9, 1.89 mg/ml. Ceci est du à la valeur élevée obtenue, qui est en dehors de la limite comprise entre 0,1 et 0,6.

Les raisons de cette faible valeur sont :

- Nous n'avons pas mesuré l'absorption d'huile à λ =517nm
- Certaines études indiquent que vous devez spécifier λ Max, qui peut être différent de λ 517nm
- Problèmes liés à la préparation DPPH et à sa validité

Observation :

L'absorbance du DPPH utilisé : 0,826

Le test ; 200µL + 0,8mL DPPH(60µM)

V.4.Partie biologique

V.4.1.Evaluation de l'activité biologique

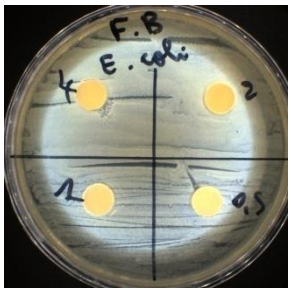
V.4.1.1.Activité antimicrobienne :

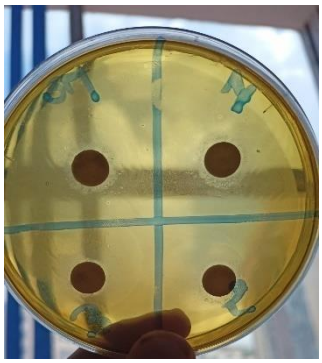
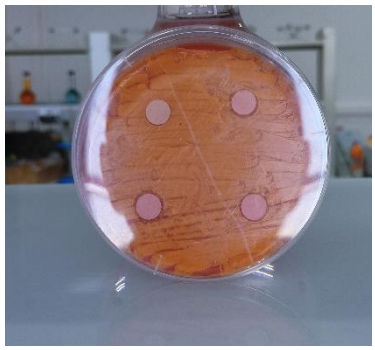
L'activité antimicrobienne fait référence à la capacité d'une substance ou d'un agent à tuer ou à inhiber la croissance de microorganismes tels que les bactéries, les virus, les champignons et les parasites. Cette activité est cruciale dans la lutte contre les infections et les maladies causées par ces microorganismes.

V.4.2. Les observations effectuées sur l'effet de cette l'huile

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau V.7

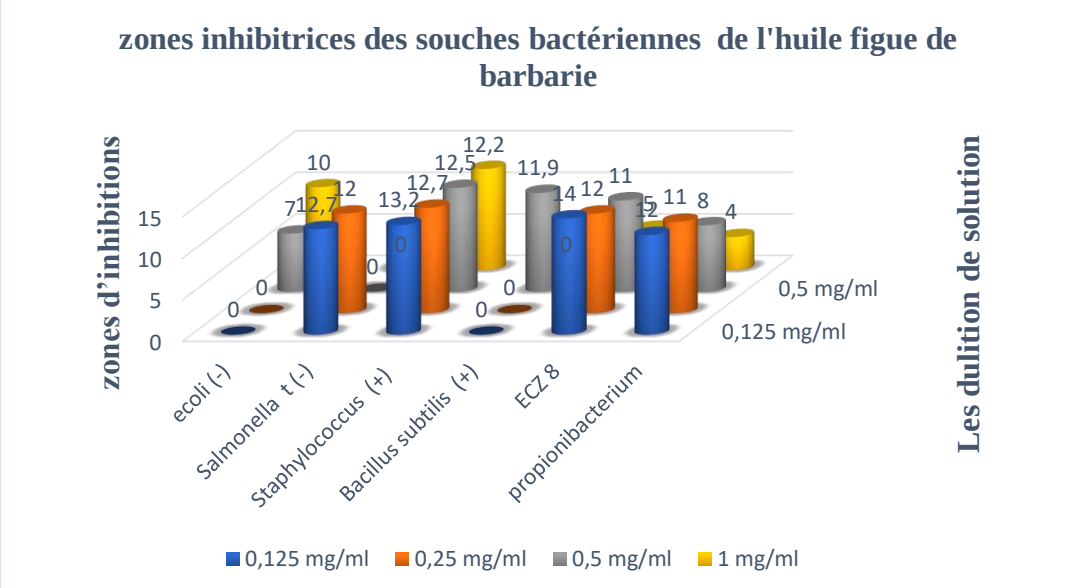
Tableau V.7 : diamètre des zones d'inhibitions des bactéries

Souches bactériennes	Diameters des zones d'inhibitions				Résultats
	1mg/mL	0.5mg/mL	0.25mg/mL	0.125mg/mL	
Escherichia coli Gram (-)	10	7	-	-	
Salmonella typhimurium Gram (-)	-	-	12	12.7	
Staphylococcus aureus Gram (+)	12.2	12.5	12.7	13.2	
Bacillus subtilis Gram (+)	-	11.9	-	-	

ECZ 8	14	12	11	5	
propionibacterium	12	11	8	4	

V.4.2.1. Résultats de l'activité antibactérienne

Figure V.6 : montre le Diamètre des zones d'inhibitions des bactéries pour des grains de figue de barbarie (mm).



Histogramme V.6: zones inhibitrices des souches bactériennes de figue de barbarie

L'évaluation de l'activité antibactérienne d'extrait brut de la figue de barbarie est estimée en termes de diamètre de la zone d'inhibition autour des disques à différentes concentrations de l'huile à tester vis-à-vis de 6 germes , après 24 heures d'incubation à une température adéquate de 37 °C. A partir des résultats trouvés. L'extrait de l'huile essentielle de la figue de barbarie a inhibé la croissance de bactérie Staphylococcus aureus avec les diamètres suivants (12.2 mm pour la 1mg/ml ; 12.5 mm pour 0.5mg/ml : 12.7mm pour 0.25mg/ml et 13.2mm pour 0.125mg/ml) et contre ECZ 8 avec (14mm pour la 1mg/ml ; 12mm pour 11mg/ml : 5mm pour 0.25mg/ml et 13.2mm pour 0.125mg/ml) , plus de bactérie propionibacterium. qui provoquent une inflammation de la peau avec les diamètres suivants (12 mm pour la 1mg/ml ; 11 mm pour 0.5mg/ml : 8 mm pour 0.25mg/ml et 4 mm pour 0.125mg/ml). Ces résultats indiquent que l'extrait d'huile de figue de barbarie a une grande efficacité sur ces bactéries malgré les différentes concentrations. Par conséquent, ces résultats peuvent faire des antibiotiques contre ces souches, en tenant compte des faibles concentrations.

Quant à Escherichia coli, nous constatons que l'huile extraite inhibe légèrement leur croissance à (10 mM pour 1 mg/ml ; 7 mM pour 0,5 mg). Quant à la bactérie Salmonella typhimurium Gram, on constate que l'huile qu'elle contient à la propriété inverse d'Escherichia coli car elle empêche sa croissance de manière plus importante, mais à des concentrations plus faibles (12 mm pour 0,25 mg/ml et 12,7 mm pour 0,125 mg /ml).

Pour la bactérie Bacillus subtilis, on constate que l'huile n'a d'activité qu'à une concentration de 0,5 mg/ml avec un diamètre égal à 11.9 mm.

Ces résultats indiquent qu'il existe des différences dans les sites d'inhibition de l'extrait pour ces bactéries, et cela est dû à la méthode d'ensemencement des bactéries sur des boîtes de Pétri et ne tenant pas compte de la densité bactérienne, mais cela a donné des résultats que l'extrait d'huile de figue de barbarie a une résistance contre elle

La zone d'inhibition augmente avec la concentration des extraits, ce qui a été constaté aussi par Dordevic et al (2007). Les auteurs ont révélé des zones d'inhibition de l'ordre de (20,5 ±1,8 mm), (12,8 ± 0,5 mm), (16,3 ± 0,5 mm) respectivement pour Staphylococcus souches aureus, Escherichia coli, Pseudomonas aeruginosa pour une dilution à 2%, ces zones sont augmentées de l'ordre de : (21,8 ± 0,9 mm), (13,5 ± 0,5 mm), (19,3 ± 0,5 mm) pour une dilution à 4

Plusieurs travaux ont mis en évidence la grande sensibilité des bactéries (Gram +) par rapport aux (Gram-), ceci peut s'attribuer à la différence dans les couches externes de

ses bactéries, dont les bactéries (Gram-) par rapport aux bactéries (Gram +) indépendamment de la membrane des cellules, possèdent une couche additionnelle qui se compose des phospholipides, des protéines et des lipopolysaccharides, cette membrane est imperméable à la plupart des molécules, ce qui peut expliquer la résistances des souches (Gram-) a l'huile. [25].

Sur les six bactéries résultats l'huile de figue de barbarie présente bien des propriétés bactériostatiques et inflammations.

V.4.2.2. Résultats de l'activité antifongique

Les résultats obtenus sont donnés sur le tableau V.8.

Tableau V.8. : Diamètres de zone d'inhibition sous l'effet de l'extrait des graines de figue de barbarie sur Candida albicans

Souches bactériennes	Diameters des zones d'inhibitions				Résultats
	1mg/mL	0.5mg/mL	0.25mgmL	0.125mg /mL	
Candida albicans	15	12	8	5	

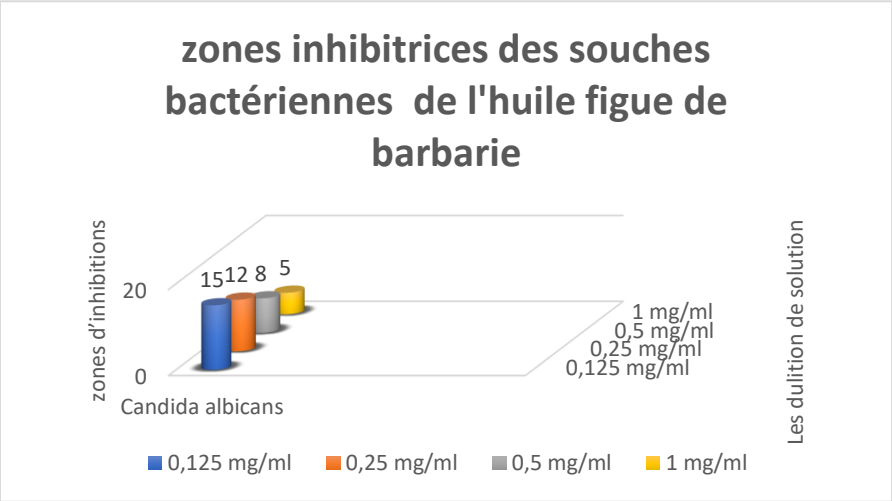


Figure V.7: zones inhibitrices des grains de figue de barbarie sur Candida albicans

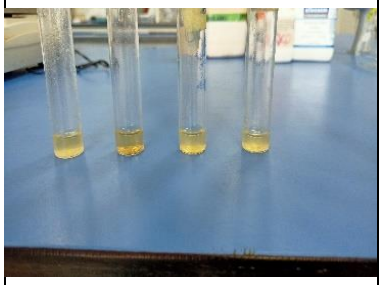
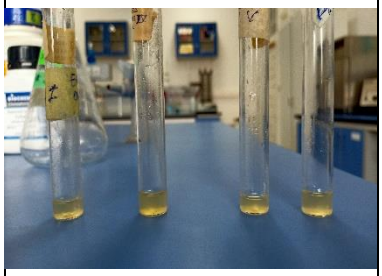
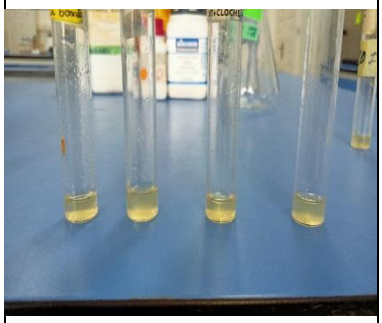
L'activité antifongique de l'extrait brut de plante étudiée a été réalisée par la méthode de contact direct. Le pouvoir antimicrobien est obtenu par la mesure des diamètres des zones d'inhibition (mm). Les observations effectuées sur les effets des extraits des graines de figue de barbarie, après 48 heures d'incubation à 30°C sur la croissance de la souche fongique testée: Candida albicans Le résultat de l'activité antifongique de l'huile, a montré que l'extrait a un effet significatif sur Candida albicans avec un diamètre d'inhibition >15mm et 12mm

Ce qui signifie que l'extrait a une résistance contre ce type de champignon

V.4.3. Les observations effectuées concentration minimale inhibitrice par la méthode dilution en milieu liquide

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau V.9

Tableau V.9 : observation de CMI de l'huile extraite figue de barbarie

Souches bactériennes	Observation à l'oeil nu				Résultats
		0.125mg/ml 41.66µl/ml	0.0625mg/ mL 20.83µl/ml	0.03125mg/mL 10.41µl/ml	
Escherichia coli Gram (-)	Trouble	inhibitions	Trouble	Trouble	
Propionibacterium	Trouble	Trouble	Trouble	inhibitions	
Staphylococcus aureus Gram (+)	Trouble	Trouble	Trouble	inhibitions	

D'après le tableau ci-dessus on constate que la concentration minimale inhibitrice de l'huile extraite de figue de barbarie poivrée sur E coli qui est contenue dans le tube 2 est de 41,66 µl/ml Quant aux bactéries propionibacterium et Staphylococcus aureus qui est contenue dans le tube 4 de 10.41µl/ml.

Donc selon [26], ce pouvoir inhibiteur est excellent (CMI <50µl/ml).

Reference

[1] Nebbache, S., Chibani, A., Chadli, R., and Bouznad, A. Chemical composition of Opuntia ficus-indica (L.) fruit. African Journal of Biotechnology, 8. (2010).

[2] Habibi, Y., Mahrouz, M., and Vignon, M. R. Arabinan-richpolysac charides isolated and characterized from the endosperm of the seed of Opuntia ficus-indicapricklypear fruits. Carbohydrate Polymers, 60, 319-329. (2005).

[3] Lee K.W., Kim Y.J., Lee H.J., Lee C.Y., Cocoa Has More Phenolic Phytochemicals and a Higher Antioxidant Capacity than Teas and Red Wine. J. Agric. Food Chem. Pp7292-7295. (2003).

[4] Ennouri, M., Evelyne, B., Laurence, M., and Hamadi, A. Fatty acid composition and rheological behaviour of prickly pear seed oils. Food Chemistry, 93, 431-437. (2005).

[5] Bari M.N., Zubair M., Rizwan K., Rasool N., Bukhari I.H., Akram S., Bokhari T.H., Shahid M., Hameed M., Viqar U.A., Biological Activities of Opuntia Mon acantha Cladodes. J. CHem. Soc. Pak. Pp 990-995 (2012).

[6] Boukelouaa . A., Belkhirib . A., Djerroua . Z., Bahric L., Boulebdad N., Hamdi Pachaa Y., Acute Toxicity of Opuntia Ficus Indica and Pistacia Lentiscus Seed Oils in Mice., Afr Journal Tradit Complement Altern Med, 9(4): 607–611. (2012).

[7] Ollë M., Direction de la concurrence, de la consummation et de repression des faudesinterregional de Montpellier, Dossier P3325, Technique d'analyse Vol papier n° :TA4, 2002.

[8] El Mannoubi, I., Barrek, S., Skanji, T., Casabianca, H., & Zarrouk, H., Characterization of Opuntia ficus indicaseedoilfromTunisia, Chemistry of Natural Compounds, 45(5): 616–620. (2009).

[9] Ennouri M., Fetoui H., Bourret E., Zeghal N., Attia H., Evaluation of some biological parameters of Opuntia ficus indica. 1. Influence of a seed oils up plemented diet on rats.,Bioresour Technol, 97 : 1382–1386. (2005).

[10] Belarbi F ., Contribution a l'étude phytochimique et l'évaluation du pouvoir antioxydant des grains du figuier de barbarie (Opuntiaflcus-indka) de la région de Tlemcen , mémoire de master en biologie ,université Abou bekrBelkaid –Tlemcen ,2010.

[11] Gharby S., Harhar H., Charrouf Z., BouzobaaZ .,Boujghagh M . ,Zine,S. Physicochemical composition and oxidativestability of Opuntia ficus-indicaseedoilfrom Morocco, Acta Hortic , 1067: 83–88. (2015).

[12] Musa Ozcan M., Al Juhaimi F.Y., Nutritive value and chemical composition of pricklypearseeds (Opuntia ficus indica L.) growing in Turkey , International Journal of Food Sciences and Nutrition , 62(5): 533–536. (2011).

[13] Benattia F.K., analyse et application des extraits de pipins de figue de barbarie, Thèse de Doctorat en chimie bio –organique et thérapeutique, Université Abou Baker BelkaidTlemcen, 2015.

[14] Addou S., Etude des paramètres physico-chimiques et organoleptiques de l' huile d'olives de la variété Siguoise dans la région de Tlemcen , mémoire de master en technologie des industrie agro-alimentaire , univesité de Tlemcen ,2017.

[15] Codex alimentarius : norme pour les graisses et les huiles comestibles non visée par des normes induviduelles. Codex STAN 19-1981. Précedamment CAC/RS 19-1969. Adoptée en 1981. Révision :1987 et 1999. Amendement 2009,2013 et 2015.

[16] Onyeike E.N., Acheru G.N., Chemical composition of selectedNigerianoilseeds and physicochemicalproperties of the oilextracts. Food chemistry, 77: 431-437. (2009).

[17] Nerd A., Karadi A., Mazhari Y., Plants sou, 137(2): 201-207. (1991).

[18] Mouden M., Boujnah M., Salmaoui S., Zantar S., Douira A., Effect of two Extraction Methods and Harvest Period and Performance thereStatement of FattyOils of FigsPearSeed, Int. J. Pure App. Biosci, 4 (1): 1-8. (2016).

[19] Sawaya W.N., Khan P., Chemical characterization of pricklypearseedoil Opuntia ficus indica. J. Food Sci , 47: 2060–2061 (1982).

[20] El kharrassi Y., Mise en évidence de la diversité des populations de cactus (Opuntia spp.) au Maroc et de la modulation du métabolisme lipidique par des extraits naturels et de phytostérols issues de cactus ou d'huile d'Argan dans les cellules microgliales BV2, Thèse de Doctorat en biochimie, biologie Moléculaire et Cellulaire, Université Hassan I-Settat ,Université Bourgogne –Dijon , 2015.

[21] Didier B., huile et fractions insaponifiables de huit espece de palmiers amazoniens, thèse de doctorat en science des agroressources, institus national polytechnique de Toulouse ,2001.

[22] OudinaM.A ., Baziz A., Etude des caractéristiques physico-chimiques et biochimiques de trois échantillons d'huiles d'olives Algérien, mémoire de master, Université Mentouri – Constantine ,2017

[23] Nyerges, M.; Fejes, I.; Toke, L. TetrahedronLett. Vol. 41, P. 7951. (2005).

[24] Parvatkara, P. T., Parameswarana, P.S., and Tilveb S. G., Tetrahedronletters, Vol. 48, P.7870-7872.

[25] Mouas Y., Benrebiha F Z., Chaouia Ch. Évaluation de l'activité antibactérienne de l'huile essentielle et de l'extrait méthanolique du Romarin Rosmarinus officinalis L. Revue Agro biologia 7(1): 363-370 (2017).

[26]. Koba K., Sanda K., Raynaud C., Nenonene Y.A., Millet J. et Chaumont J.P., 2004. Activités antimicrobiennes d'huiles essentielles de trois Cymbopogon sp. Références bibliographiques Africains vis-à-vis de germes pathogènes d'animaux de compagnie. Annales de Médecine Vétérinaire., 148: 202-206.

CONCLUSION GENERALE

Dans un contexte général de valorisation des plantes poussant en Algérie, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'espèce de figuier de barbarie (Opuntia ficus indica) qui appartient à la famille des cactacées et qui est présent sur tout le pourtour du bassin méditerranéen. Notre objectif est de déterminer les indices physico-chimiques et l'effet antioxydante et activité antibactérienne , antifongique,CMI

L'étude des paramètres de qualité de l'huile de figues de barbarie a permis de conclure que les indices physico-chimiques déterminés sont trés acceptables.
comme nous avons étudié notre présent travail, nous avons étudié activité antioxydante et l'activité antibactérienne , antifongique et CMI l'huile essentiel qui extrait à partir les grains de figue de barbarie. Ces tests ont été réalisés sur des germes bactériens pathogènes : (Escherichia coli, staphylococcus aureus, Bacillus subitilis, ECZ 8 Salmonella Typhimurium, propionibacterium) et de souche fongique également pathogène (Candida albicans) par la méthode de diffusion sur gélose (Méthode Des Puits).

nous sommes intéressés par l'étude de extrait l'huile de figue de barbarie. Les potentialités antioxydants de extrait sont évaluée par la méthode du radical libre DPPH ; Dans Opuntia.F.I à aux de valeur EC50 = 1.9 mg/ml , Ce résultat montre que cette huile est avtive , mais la valeur est loin d'être ordinaire

A travers l'étude de l'activité antibactérienne de extrait de la plante de figue de barbarie, vis-à-vis des souches bactériennes pathogènes, les résultats montre que l'extrait a un effet et une efficacité remarquable contre Bacillus subitilis, Ecoli , Salmonella Typhimurium . D'autre part, il est une activité significative contre, Staphylococcus aureus, et Prooionibacterium et ECZ 8. Il apparaît que l'inhibition de la croissance varie en fonc tion de l'espèce bactérienne, la concentration du produit testé, milieu de culture utilisé, compositions chimique, les composants phénoliques et la sensibilité des bactéries Gram (+) par apport aux bactéries Gram (-).

Concernant l'activité antifongique l'extrait huile montre une activité contre le champignon testé Candida albicans

l'Opuntia.F.I une activité antibactérienne et activité antifongique moyenne contre certain nombre des bactéries et le champignon.
Quant à CMI les valeurs des petites concentrations nous ont donné la meilleure connaissance de l'endroit où inhiber la croissance des bactéries

Ces résultats obtenus confirment la qualité nutritionnelle de l'huile de figuier de barbarie. Elle s'avère une source majeure d'acides gras essentiels. De ce fait, elle pourrait offrir des possibilités d'exploitation dans le domaine nutritionnel et thérapeutique. Malgré ces divers usages, l'Opuntia ficus-indica reste insuffisamment mal exploité.
Il renferme des potentialités inconnues et dont la mise à jour pourrait donner à cet arbre un nouvel essor dans son contexte. Ce travail s'il fixe des résultats certains, ouvre des perspectives et des pistes de recherche, tant au niveau de la connaissance scientifique, qu'à celui d'une possibilité de valorisation de la matière végétale de notre région.

D'autres études complémentaires pourront être envisagées :

- D'approfondir les recherches sur une large gamme de souches microbiennes et d'identifier les constituants actifs responsables de l'activité antibactérienne.
- Élargir le spectre d'étude en étudiant la plante d'autres régions à des fins comparatives.
- La mise sur le marché Algérien des jus frais et confitures de figues de barbarie réaliser une étude toxicologique de cette plante.
- Étendre l'éventail des tests antimicrobiens et pourquoi ne pas tester les activités anti-inflammatoires, antidiabétique, anticancéreuses et antivieillissement.
- Élargir les usages de la figue de barbarie dans le domaine des médecines douces et des produits cosmétiques à base naturel.