

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REpubLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université M'hamed Bougara Boumerdes



Faculté des sciences de l'ingénieur

Département : Technologie Alimentaire

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie des industries Alimentaire

Mémoire

de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme master specialit2 génie des industries alimentaire

THEME

Étude physico-chimique de la pulpe et de l'huile extraite à partir des graines de figue de barbarie.

Soutenu le : 10/07/2017

Présenté par :

DRALI Manel

IKHLEF Lynda

Devant le Jury :

Mr ZIDANI. S	Maitre de conférences (UMBB)	président
M _{me} IDIR. L	Maitre Assistante (UMBB)	Promotrice
M _{me} Annou. S	Maitre Assistante (UMBB)	Examinatrice
M _{me} LARID. R	Maitre Assistante (UMBB)	Examinatrice

Promotion 2016/2017

Remerciement

Nous commençons tout d'abord par rendre grâce à ALLAH, le tout puissant de nous avoir illuminé et ouvert les portes de savoir et nous avoir donné la volonté et le courage d'élaborer ce travail.

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements à Mr Benchernine Ahmed, pour nous avoir guidées lors de la préparation et l'accomplissement de notre travail, ainsi que pour ses précieux conseils

Nous tenons également à remercier Mme Meguini Houria et Mme Souilah Souad (Centre de la Recherche Nucléaire d'Alger), pour leurs soutiens et les aides qu'elles nous ont apportées

Nos remerciements sont aussi adressés Aux techniciennes des laboratoires de la faculté d'ingénieurs (FSI). Université M'Hamed Bougera Boumerdes et spécialement : Bouizeri Farida, Midouni Hamida et Hayet.

Un très grand merci, à l'ensemble du personnel de laboratoire de l'office national d'aliments de bétails, en particulier Melle Regguem Hanene.

Tous nos remerciements à Melle Hiba Regguem pour son aide inestimable durant notre stage pratique

Nous remercions notre promotrice : Idir Lamia

Nous adressons nos remerciements les plus respectueux aux membres du jury pour le grand honneur qu'ils nous ont fait en acceptant d'examiner ce mémoire :

Mr Zidani

Mme Annou

Mme Larid

Nous remercions profondément tous les enseignants qui nous ont encouragés et soutenus pendant notre cursus

(Mme Haderbeche ; Mme Benmalek ; Mr Nouani ; Mr Benchama ; Mme Belarbi)

Nos remerciements vont également à tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

DÉDICACE

Je dédie ce travail

A mes très chers parents

*En témoignage de mon affection et reconnaissance pour tout ce qu'ils
m'ont donné*

*Sans vous je ne serais jamais arrivé jusque là
Je vous remercie pour votre soutien et votre amour
inconditionnel*

*Vous n'avez jamais hésité à vous sacrifier pour ma réussite et
mon bonheur*

A mes très chères Soeurs

A mes chers frères et beaux frères

A mes adorables nièces : Merina et Anaïs

A mon binôme Manel

A mes meilleures amies : Thafsouth, Manel, farida et Sarah

A ma famille

A mes Chers professeurs

A mes amis



Lynda

DÉDICACE

Je dédie ce modeste travail à

A mes chers parents qui m'ont toujours soutenue, conseillé durant toute la durée de mes études.

A mes frères et sœurs : Karim, Nabil, Nesrine et Yasmine pour tout ce qu'ils ont fait pour mon bien et mon bonheur.

A ma petite nièce adorée : Lydia.

A ma copine et ma sœur Lynda et toute sa famille.

A mes chères cousines : Hiba , Hanane et Fella pour leurs générosité et leurs disponibilité à tout moment.

A mes meilleures copines surtout: Lynda, Houda, Oumnia , Amina, kamilia et Farida qui ont marqué ma vie par de bons souvenir.

A mon ami Amine à qui je dois un remerciement pour son soutien et son aide moral qu'il a su me procurer.

A toute la promotion Technologie Alimentaire (2015-2017).

Dans le souci de n'oublier personne

A tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin, ils trouveront dans ces lignes les expressions de ma gratitude.



Manel

Tableau I.1: distribution et teneur en vitamines des différentes parties du fruit du cactus de l'espèce <i>Opuntia ficus indica</i> (l'expression de la teneur en vitamines est en mg/100g de tissu).....	07
Tableau I.2 : distribution et teneur en phytostérols des différentes parties du fruit de l'espèce <i>Opuntia ficus indica</i> (pulpe, graines et peau, les teneurs en stérol sont exprimées en g/kg).....	08
Tableau I.3 : composition du figuier de barbarie <i>Opuntia ficus-indica</i>	10
Tableau I.4 : comparaison de la composition des cladodes avec d'autres aliments.....	11
Tableau III.1 : Conditions chromatographiques pour les esters méthyliques des huiles.....	34
Tableau IV.1 : Caractéristiques physico-morphologiques du fruit de figue de barbarie étudiée.....	42
Tableau IV.2 : La teneur en eau de la pulpe de fruit de figue de barbarie analysée.....	42
Tableau IV.3 : Le °Brix de la pulpe de fruit étudiée de figue de barbarie.....	43
Tableau IV.4 : Le taux de cendre de la pulpe du fruit de figue de barbarie analysée.....	44
Tableau IV.5 : Valeurs du pH de la pulpe du fruit de figue de barbarie étudiée.....	44
Tableau IV.6 : L'acidité titrable de la pulpe du fruit de figue de barbarie étudiée.....	45
Tableau IV.7 : La densité relative de la pulpe de fruit de figue de barbarie étudiée.....	46
Tableau IV.8 : Rendement de l'huile extraite des graines de figue de barbarie.....	46
Tableau IV.9 : Poids de mille graines (PMG).....	47
Tableau IV.10 : Résultats des la caractérisation physique du HGFB étudiée.....	48
Tableau IV.11 : Indice de réfraction de quelques huiles végétales.....	49
Tableau IV.12 : Résultats des la caractérisation chimiques du HGFB étudiée.....	50
Tableau IV.13 : Indice De saponification des principaux corps gras.....	51
Tableau IV.14 : Valeurs des indices d'iode de différentes huiles végétales.....	52
Tableau IV.15 : Résultats d'acide gras de notre huile analysée par CPG.....	53
Tableau IV.16 : composition en acide gras des huiles des graines des figues de barbarie.....	54

Tableau IV.17 : Taux de polyphénols au niveau de quelques graines végétales.....57

Tableau IV.18 : IC50 et puissance antiradicalaire (ARP) de graines de figuier de barbarie comparés à un antioxydant standard (Acide ascorbique).....57

Liste des figures

Figure I.1. La plante d' <i>opuntia ficus indica</i>	03
Figure I.2. Distribution géographique du figuier de barbarie.....	03
Figure I.3. Schéma illustrant les différentes parties du figuier de Barbarie.....	05
Figure II.1. coupe transversale de la graine de figue de barbarie (M.optique).....	13
Figure II.2. Endosperme de la graine de la figue de barbarie (MEB).....	14
Figure II. 3. Fibres de sclérenchyme fusiformes (spindle) (a), organisées en strates hélicoïdales de cellulose (b) (MEB) (c) faces externes des hélices (MET).....	15
Figure II. 4. Vue transversale (a) et longitudinale (b) des vaisseaux conducteurs spiralés en simple hélice (MEB).....	15
Figure III.1. Diagramme de la préparation de la matière première.....	20
Figure III.2. Diagramme d'extraction de l'huile.....	25
Figure III.3. Image représentative du soxhlet.....	27
Figure III.4. Représentation 3D du système de couleur CIELAB.....	29
Figure III.5. Schéma d'extraction des insaponifiables.....	35
Figure III.6. Schéma d'extraction des composés phénoliques.....	37
Figure III.7. Structure chimique du radical libre DPPH et sa forma réduite.....	40
Figure IV.1 : Comparaison de degré Brix de la pulpe de la figue de barbarie avec la purée d'abricot et la pulpe de pêche.....	43
Figure IV.2 : Comparaison du taux de cendre de la pulpe de la figue de barbarie analysée avec la purée d'abricot et la pulpe de pêche.....	44
Figure IV.3 : Comparaison du pH de la pulpe de la figue de barbarie analysée avec la purée d'abricot et la pulpe de pêche.....	45

Liste des figures

- Figure 1** : Chromatographie des esters méthylique de HGFB.....Annexe 1
- Figure 2** : Identification du pic de l' tocophérol dans l'étalon pur.....Annexe 2
- Figure 3** : Identification du pic de l' tocophérol dans l'échantillon d'huile de graine de figue de barbarie.....Annexe 2
- Figure 4** : Identification du pic de l'acide gallique (standard pur).....Annexe 3
- Figure 5** : Identification du pic de l'acide gallique dans l'échantillon d'huile de graine de figue de barbarie.....Annexe 3
- Figure 6** : Courbe d'étalonnage de l'acide catéchine pour les polyphénols totaux.....Annexe 4
- Figure 7** : gamme de concentration de réduction du radical libre DPPH dans l'extrait méthanolique.....Annexe 5
- Figure 8** : Courbe de variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'extrait méthanolique.....Annexe 5
- Figure 9** : courbe de variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'acide ascorbique.....Annexe 5

Liste d'abréviations

AFNOR : Association Française de normalisation.

AG : Acide gras.

AGI : Acide gras insaturé.

ARP : Puissance antiradicalaire.

AT : Acidité titrable.

CG : Corps gras.

CPG : Chromatographie en phase gazeuse.

DAD : Détecteur à barrette de diodes.

DPPH : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl.

EAC : Equivalent d'acide catéchine

FB : Figue de barbarie.

FID : Détecteur à ionisation de flamme.

GFB : Graine de figue de barbarie.

HGFB : Huile de grains de figue de barbarie.

HPLC : Chromatographie liquide à haute performance.

IA : Indice d'acide.

IE : Indice d'ester.

II : Indice d'iode.

IS : Indice de saponification

ISO : Organisation internationale de normalisation.

M ± E : Moyenne ± Ecart type.

MG : matière grasse.

MS : Matière sèche.

Liste d'abréviations

PMG : Poids de mille graines.

SM : Solution mère.

TPM : Tour par minute.

Résumé

Le figuier de Barbarie (*Opuntia ficus indica*), cactus appartenant au genre *Opuntia*, qui recèle de multiples vertus, reste encore sous exploité en Algérie. Notre travail a porté sur l'étude de la pulpe et de l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*. La caractérisation physico-chimique de la pulpe a montré une forte teneur en eau, un pH acide et une acidité relativement faible. L'analyse de l'huile par HPLC a révélé la présence de composés phénoliques y compris l'acide gallique ainsi qu'une forme de vitamine E (-tocophérol), susceptibles d'exprimer des activités biologiques ; anti-oxydantes et vitaminiques. L'analyse sur CPG a montré que l'huile de graines de figue de barbarie s'avère une source majeure d'acides gras essentiels (C18 :2 et C18 :3). L'activité anti-radicalaire de la graine a été évaluée à travers un test chimique DPPH. Les résultats obtenus montrent une activité réductrice élevée de notre extrait.

Mots clés : *Opuntia ficus indica*, huile, pulpe, composé phénolique, -tocophérol, Activité antiradicalaire,

Abstract

The prickly pear (*Opuntia ficus indica*), a cactus belonging to the genus *Opuntia*, which has multiple virtues, remains under exploited in Algeria. Our work has focused on the study of the pulp and oil of the seeds of *Opuntia ficus indica*. The physicochemical characterization of the pulphas shown a high water content, a lower acid pH and a relatively low acidity. Analysis of the oil by HPLC revealed the presence of phenolic compounds including gallic acid and a form of vitamin E (-tocophérol), capable of expressing biological activities; Anti-oxidants and vitamins. CPG analysis showed that prickly pear oil was a major source of essential fatty acids (C18 :2 and C18 :3). The anti-free radical activity of the seed was evaluated through a DPPH chemical test. The results obtained show a hight reducing activity of our extract.

Key words: *Opuntia ficus indica*, oil, pulp , phenolic compounds, -tocophérol, anti-free radical activity.

التين الشوكي (ابونتيا فيكوس انديكا), الصبار ينتمي الى فصيلة ابونتيا يحمل الكثير من الفضائل, لا تزال غير مستغلة في . ركز عملنا على دراسة اللب و زيت بذور ابونتيا فيكوس انديكا. ظهرت الخصائص الفيزيائية لللب احتوائه نسبة عالية من المياه و درجة منخفضة نسبيا من الحموضة. و كشف تحليل HPLC وجود مركبات الفينول في الزيت الغاليك, و شكل من اشكال فيتامين ه (توكوفيرول). قدرة على التعبير عن الانشطة البيولوجية مضادات الاكسدة و الفيتامينات. ظهر تحليل CPG زيت بذور التين الشوكي يبدو مصدرا رئيسا من مصادر الاحماض الدهنية الاساسية. تم تقييم نشاط مكافحة الراديكانية من البذور من خلال اختبار كيميائي DPPH.

الكلمات الأساسية: نشاط الراديكانية, مركبات الفينول, توكوفيرول, الزيت, ابونتيا فيكوس انديكا.

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction..... 1

CHAPITRE I : figuier de barbarie

I.1 Généralité.....	2
I.2.Classification et origine du figuier de barbarie	3
I.2.1. Origine et répartitions géographiques	3
I.2.2. Origine génétique.....	4
I.3. Phénologie de la plante :	4
I.4. Composition histologique et chimique du fruit de figuier de barbarie.....	5
I.4.1 Composition histologique	5
I.4.1.1. Les épiluchures.....	5
I.4.1.2. Le jus pulpeux.....	6
I.4.1.3. La graine	6
I.4.2. Composition chimique	6
I.4.2.1. Les vitamines	6
I.4.2.2. Les phytostérols	7
I.4.2.3. Les composées phénoliques	8
I.4.2.4 Les acides gras	9
I.5.Intérêts et utilisation du figuier de barbarie	9
I.5.1. Utilisation des fruits	9
I.5.2. Utilisation des raquettes	10
I.5.2.1 Production fourragère.....	10
I.5.2.2 Production maraichère	11
I.5.2.3 Utilisation médicinale	11
I.5.3 Utilisation industriel.....	11
I.5.3.1 . Impact du cactus sur l'évolution des sols :.....	12
I.5.3.2. Impact du cactus sur le traitement des eaux.....	12

CHAPITRE II : Etude de la graine de figue de barbarie

II. Etude de la graine de figue de barbarie.....	13
II.1. étude morphologique de la graine :.....	13
II.2. Les différents modes d'extraction de l'huile de figue de barbarie à partir des graines	16
II.3. Composition chimique de l'huile de figue de barbarie.....	16
II.4. Intérêts de l'huile de figue de barbarie	17

CHAPITRE III : Matériels et méthodes

Partie A : Etude de la pulpe de figue de barbarie	19
III.1. Matériel végétal et préparation de la matière première	19
III.1.1. Matériel végétal.....	19
III.1.2. Préparation de la matière première.....	19
III.2. Caractérisation de la pulpe de figue de barbarie	21
III.2.1. Analyses physico-chimiques de la pulpe de la figue de barbarie	21
III.2.1.1. Détermination de la teneur en eau	21
III.2.1.2. Détermination du degré brix.....	21
III.2.1.3. Détermination de la teneur en cendre	22
III.2.1.4. Détermination du potentiel d'hydrogène	23
III.2.1.5. Détermination de l'acidité titrable	23
III.2.1.6. Détermination de la densité relative	24
Partie B : Huile de graines de figue de barbarie	25
III.3. Préparation de la matière première.....	25
III.3.1. Extraction d'huile par soxhlet et détermination de la teneur en matière grasse	26
III.3.1.1. Extraction d'huile par soxhlet.....	26
III.3.1.2. Détermination de la teneur en matière grasse et le poids de mille graines	26
III.4. Caractérisation de l'huile de graine de figue de barbarie	27
III.4.1. Caractères physiques	27
III.4.1.1. La densité	27
III.4.1.2. L'indice de réfraction	28

III.4.1.3. L'indice de couleur.....	29
III.4.2. Caractères chimiques.....	30
III.4.2.1. Détermination de l'indice d'acide	30
III.4.2.2. Détermination du coefficient d'extinction spécifique	30
III.4.2.3. Détermination de l'indice de saponification.....	31
III.4.2.4. Détermination de l'indice d'iode.....	32
III.4.3. Analyses chromatographiques.....	33
III.4.3.1. Etude de la fraction saponifiable	33
III.4.3.1.1. Détermination de la teneur en acide gras	33
III.4.3.2. Etude de la fraction insaponifiable.....	34
III.4.3.2.1. Dosage de la fraction insaponifiable.....	34
III.4.3.2.2. Dosage d' α tocophérol.....	36
III.4.3.2.3. Extraction, dosage et identification des composés phénoliques	36
III.4.3.2.3.1. Extraction des composés phénoliques	36
III.4.3.2.3.2. Identification et quantification par HPLC/DAD.....	38
III.4.3.2.3.3. Dosage spectrométrique des phénols totaux de la graine	39
III.4.3.2.3.4. Pouvoir antioxydant: piégeage de radical libre DPPH de la graine	39

CHAPITRE IV : Résultats et discussion

Partie A : Etude de la pulpe de figue de barbarie	42
IV.1. Etude morphologique du fruit de figue de barbarie	42
IV.2. Résultats d'analyse physico-chimique de la pulpe de la figue de barbarie	42
IV.2.1 La teneur en eau (humidité)	42
IV.2.2. Le degré °Brix	43
IV.2.3. Taux de cendre	44
IV.2.4. Le potentiel d'hydrogène (pH)	44
IV.2.5. L'acidité titrable :	45
IV.2.6. La densité relative :	46
Partie B : Huile de graines de figue de barbarie	46
IV.3.1. La teneur en matière grasse.....	46
IV.3.2. Le poids de mille graines.....	47
IV.4. Caractérisation de l'huile de graine de figue de barbarie	48
IV.4.1. Résultats des caractères physiques	48

IV.4.1.1. La densité.....	48
IV.4.1.2. L'indice de réfraction.....	48
IV.4.1.3. L'indice de couleur	49
IV.4.2. Résultats des Caractères chimiques.....	49
IV.4.2.1. Indice d'acide.....	50
IV.4.2.2. Coefficient d'extinction spécifique (absorbance spécifique dans l'UV)	50
IV.4.2.3. Indice de saponification	51
IV.4.2.4. Indice d'iode	52
IV.4.3. Résultats d'Analyses chromatographiques.....	53
IV.4.3.1. Etude de la fraction saponifiable	53
IV.4.3.1.1. La teneur en acide gras par CPG.....	53
IV.4.3.2. Etude de la fraction insaponifiable	55
IV.4.3.2.1. Dosage de la fraction insaponifiable	55
IV.4.3.2.2. Dosage d' α tocophérol.....	55
IV.4.3.2.3. Dosage et identification des composés phénoliques	56
IV.4.3.2.3.1. Identification et quantification par HPLC/DAD.....	56
IV.4.3.2.3.2. Dosage spectrométrique des phénols totaux de la graine	57
IV.4.3.2.3.3. Pouvoir antioxydant piégeage de radical libre DPPH de la graine.....	57
Conclusion.....	59

Introduction

En Algérie, la culture du figuier de barbarie (*cactus*) est réalisée pour des usages traditionnels comme haies de délimitation, pour lutter contre l'érosion, ou bien pour la consommation de ses fruits en frais.

Lors de cette dernière décennie, on assiste à une intensification remarquable de cette culture au niveau des régions steppiques, elle a fait l'objet de plusieurs programmes de développement durable.

Initiés par le haut commissariat au développement de la steppe (HCDS), ces programmes devraient être accompagnés d'une réflexion sur les possibilités de sa transformation en vue de diversifier les débouchés et de valoriser la production.

Ce qui permettrait sans doute d'améliorer les revenus des agriculteurs et de créer des emplois en milieu rural, à l'instar de ce qui se fait dans certains pays comme : le Mexique, l'Italie, l'Afrique du sud et le Maroc où les industries de transformation du cactus ont connu un progrès considérable dans le domaine : médicinale, alimentaire et cosmétique.

Pour illustrer cet engouement des pouvoirs publics, quant au développement de cette filière, la culture du cactus est le thème de plusieurs séminaires qui visent à promouvoir cette plante.

D'éminents chercheurs ont pris part au séminaire organisé par la chambre d'Agriculture de la wilaya de Souk Ahras en Avril 2013, dont l'objectif est de convaincre les investisseurs et agriculteurs algériens de s'y mettre.

Dans la présente étude, notre contribution a porté sur l'extraction de l'huile des graines de figue de barbarie et la caractérisation physico-chimique de sa pulpe provenant de la région de Boumerdes (Ouled Moussa).

Au cours de ce travail, plusieurs aspects liés à cette thématique ont été étudiés. Le premier aspect a concerné les analyses physico-chimiques effectuées sur la pulpe du fruit.

Le second aspect, a porté sur la caractérisation physico-chimique de l'huile extraite en effectuant des analyses sur HPLC.

L'accent a été mis essentiellement sur l'étude de la fraction saponifiable (composition en acides gras), la fraction insaponifiable (dosage qualitatif et quantitatif des principaux composés) contenues dans cette huile et l'étude de l'activité biologique en testant l'activité d'anti oxydation.

I. Figuier de barbarie

I.1 Généralité

Le figuier de Barbarie est une plante arborescente robuste de 3 à 5 m de haut, possède un tronc épais et ligneux et 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 appelés cladodes ou raquettes (fig I.1).

Les cladodes assurent la fonction chlorophyllienne et sont recouvertes d'une cuticule cireuse (la cutine) qui limite la transpiration et les protège contre les prédateurs. Les feuilles sont de forme conique et ont quelques millimètres de long, éphémères, apparaissant sur les cladodes jeunes. A leur base, se trouvent les aréoles (environ 150 par cladodes) qui sont des bourgeons axillaires modifiés, typiques des Cactacées. Leurs méristèmes produisent des épines, des glochides, des racines adventives, de nouvelles cladodes ou des fleurs.

Les épines sont blanchâtres, sclérifiées, solidement implantées et longues de 1 à 2 cm. Il y a deux variétés, la variété inerme et l'épineuse. Les glochides sont de fines épines de quelques millimètres de couleur brunâtre, se décrochent facilement, munies de minuscules écailles en forme d'hameçons s'implantant solidement dans la peau. Ils sont présents même chez la variété inerme.

Les fleurs marginales sur le sommet des cladodes âgées d'un an, et le plus souvent sur les aréoles situés au sommet des cladodes ou sur la face la plus exposée au soleil, sont hermaphrodites, de couleur jaunâtre et deviennent rougeâtres à l'approche de la sénescence de la plante. En principe, une cladode peut porter jusqu'à trentaine de fleurs.

Ses fruits sont des baies charnues ovoïdes ou piriformes, uniloculaires et polyspermiques (**Reyes-Aguiro et al., 2005 ; Neffar S., 2012**).



Figure I.1. La plante d'*Opuntia ficus indica*

I.2. Classification et origine du figuier de barbarie

I.2.1 Origine et répartitions géographiques

Le genre *Opuntia* est originaire du Mexique (Orwa et al., 2009), introduit du Mexique en Espagne et plus tard au 16^{ème} siècle au Nord et au Sud de l'Afrique (Barbera et al., 1992 ; Nerd & Mizrahi, 1994 ; Felker et al., 2005 ; Kabas et al., 2006 ; Saleem et al., 2006 ; Snyman, 2006).

Sa diffusion fut rapide dans le bassin méditerranéen et s'y est naturalisé au point de devenir un élément caractéristique du paysage (Le Houerou, 1996 ; Erre et al., 2009).

Il est par essence développé sur la partie Ouest de la Méditerranée : Sud de l'Espagne, le Portugal, et l'Afrique du Nord (Tunisie, Algérie et Maroc) (Bensalem et al., 2002 ; Arba, 2009).

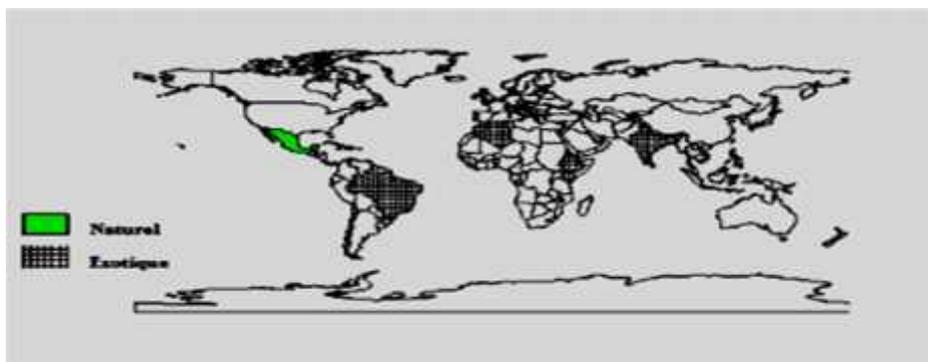


Figure I.2. Distribution géographique du figuier de barbarie (Orwa et al., 2009).

La figure I.2 distingue l'aire origine, le Mexique (en vert) et les nouvelles aires de distribution (en noir) : Brésil, Chili, Etats Unis, Inde, Italie, Espagne, Erythrée, Portugal, Algérie, Tunisie, Maroc, Afrique du Sud, Ethiopie, Soudan, Tanzanie, Kenya, Uganda.

I.2.2 Origine génétique

Le genre *Opuntia* appartient à la famille des *Cactaceae*, ordre des *Caryophyllales* et la sous-classe des *Caryophyllidaes*. La famille des *Cactaceae* compte environ 130 genres et 1500 espèces, dont 300 appartiennent au genre *Opuntia* (Mulas et al., 2004).

Le groupe des *Opuntiaes* comprend le genre *Opuntia*, subdivisé à son tour en quatre sous-genres : *Platyopuntia*, *Cylindropuntia*, *Tephrocactus* et *Brasilopuntia*. Le sous-genre *Platyopuntia* comprend 150 à 300 espèces décrites, on a l'espèce *Opuntia megacantha* et la série des *ficus-indicae*, qui comprennent l'*Opuntia ficus-indica* et qui sont connues sous le nom de figuier de Barbarie (Mulas et al., 2004).

De nombreux auteurs ont élaboré des classifications du genre *Opuntia*. La classification considérée comme la plus valable à ce jour est sans doute celle établie par Britton et Rose en 1963 :

Règne : plantes.

Ordre : caryophyllales.

Sous-classe : *Caryophyllidaes*.

Famille : *Cactaceae*.

Groupe : *Opuntiaes*.

Genre : *Opuntia*.

Sous-genre : *Platyopuntia*

Espèces : *Opuntia ficus-indica*, *Opuntia megacantha*.

I.3 Phénologie de la plante :

Les espèces d'*opuntia* sont des plantes vivaces. Elles ont une hauteur de quelques centimètres à plus de 6m, un système racinaire charnu, superficiel et à dispersion horizontale (Sudzuki, 1995) et une tige charnue ou ligneuse couverte d'un épiderme. Cet épiderme est formé des cellules minces avec une paroi externe imprégnée d'une substance lipidique appelée cutine recouverte de cires. La tige et les rameaux sont divisés en longueur pour donner des raquettes cylindriques ou aplatis ayant une longueur moyenne de 30 à 50 cm et une largeur moyenne de 15 à 30 cm. La couleur des raquettes est verte (Scheinvar, 1995) (Figure I.3)

La plante est composée de :

La raquette

La feuille

La fleur

Le fruit

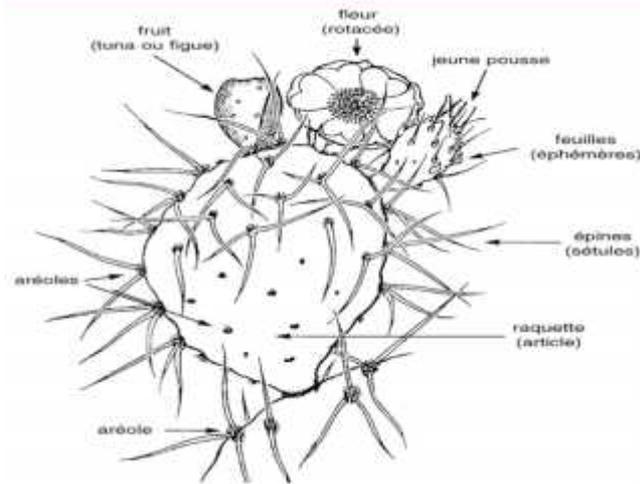


Figure I.3. Schéma illustrant les différentes parties du figuier de Barbarie (Revue nature et santé, 2011).

I.4 Composition histologique et chimique du fruit de figuier de barbarie

I.4.1 Composition histologique

I.4.1.1 Les épluchures

La pelure de la figue de barbarie constitue environ 35% à 40% du poids total du fruit (**Habibi, 2004**). Elle est livrée dans un arc-en-ciel de couleurs allant du vert, jaune, orange, rouge, violet, et même au brun (**Feugang et al., 2006**).

L'observation permet de différencier de l'extérieur vers l'intérieur trois types de tissus :

- **L'épiderme :**

Le tissu de revêtement primaire, réduit à une seule assise de cellules à paroi cellulosique. Elle est protégée par une mince cuticule imperméable de nature lipidique interrompue par des ouvertures appelées stomates (**Habibi, 2004**).

- **Le collenchyme :**

Ce sont des cellules à paroi cellulosique très épaisse et très riche en polysaccharides de nature pectique et hémicellulosique. Ces cellules sont remplies d'une substance visqueuse appelée mucilage, elle semble jouer un rôle clé dans l'aptitude à retenir l'eau dans les plantes (**Habibi, 2004**).

- **Le parenchyme :**

C'est le tissu cellulaire le plus abondant, on distingue nettement deux types de parenchyme : le parenchyme de réserve et le parenchyme aquifère (**Habibi, 2004**).

I.4.1.2 Le jus pulpeux

Le jus pulpeux représente environ 43 à 57% du poids total du fruit (**Piga, 2004**).

Il a une couleur attrayante qui varie d'un vert doux, jaune et rouge à pourpre (**Saenz et Sepulveda, 2001**).

Ces couleurs attrayantes sont dues aux bétalaines comportant les beta cyanines rouge-violettes et les beta xanthines jaune-orange (**Saenz, 2002 ; Stintzing et al, 2002**).

I.4.1.3 La graine

Les graines du figuier de barbarie présentent des variations considérables dans la forme, la taille, la structure, et les caractéristiques de l'embryon. Elles représentent 10 à 15% de la pulpe comestible (**Reyes-Aguero et al., 2005**). La quantité des graines est importante car elle varie de 20 à 40 % par poids sec du fruit entier, selon les cultivars (**Habibi et al., 2002**).

Cependant, l'attention s'est focalisée surtout sur les huiles contenues dans ses graines (**Sawaya et al, 1983**).

L'huile des graines constitue 7-15% de poids entier de graine, caractérisée par un niveau important des acides gras insaturés où l'acide linoléique est l'acide gras principal (**Ramadan et Morsel, 2003**).

Il a été démontré que le pourcentage et le nombre de graines par fruit varient en fonction de plusieurs facteurs dont la variété, la physiologie et l'environnement de culture (**Habibi, 2004**) ; à ce propos, certains cultivars d'*O.ficus indica* peuvent contenir plus de 200 graines par fruits. En effet, 203 graines ont été dénombrées dans un cultivar d'origine mexicaine, 268 graines dans celui d'Israël et jusqu'à 273 graines dans un cultivar d'Italie (**Reyes- Aguero et al., 2005**).

I.4.2 Composition chimique

I.4.2.1 Les vitamines

Chez l'espèce *Opuntia ficus indica* le fruit, en particulier sa peau, est riche en vitamine E avec des quantités allant jusqu'à 17.6g/kg d' α -tocophérol (tableau I). En revanche, l'huile extraite de graines du fruit a une faible teneur en vitamine E : 0.403 g/kg et dans la majorité des cas il s'agit d' γ -tocophérol (0.330 g/kg) (**Ramadan et al., 2003**). Une telle quantité est très faible par rapport au contenu d'huile d'argan (7.6 à 8.6g/kg) (**Cayueta et al., 2008, Khallouki et al., 2003**). l'huile essentielle extraite à partir de la pulpe du fruit est riche en

-tocophérol avec 4.220g/kg (tableau I.1). Le fruit de cactus contient 180 à 300 mg/kg de vitamine C. ce contenu est plus élevé que dans d'autres fruits communs comme la pomme, la banane, ou le raisin (**Piga, 2004**). La vitamine K1 est présente dans toutes les parties du fruit, allant de 0.5 à 1g/kg (**Ramadan et al., 2003**).

Tableau I.1. Distribution et teneur en vitamines des différentes parties du fruit du cactus de l'espèce *Opuntia ficus indica* (l'expression de la teneur en vitamines est en mg/100g de tissu).

	Pulpe	Graines	Peau	Source
Vitamine K1	53.2	52.5	109	(kuti et al., 2004, Ramadan et al., 2003a, Fernandez-Lopez et al., 2010, Salim et al., 2009, Tesoriere et al., 2005, Ramadan et al., 2003b, Sawaya et al., 1982)
Vitamine C	34-40	---	---	
Vitamine B1	---	---	---	
Vitamine B2	---	---	---	
Vitamine B3	---	---	---	
-Tocophérol	84.9	56	1760	
-Tocophérol	12.6	12	222	
-Tocophérol	7.9	33	174	
-Tocophérol	422	5	26	
Vitamine E totale	527.4	106	2182	

I.4.2.2 Les phytostérols

Les travaux de **Ramadan et Morsel (2003)**, ont montré que le -sitostérol extrait de différentes parties des huiles de fruits : la pulpe, la peau et les graines, avec une teneur allant de 6.75 à 21.1 g/kg (**Ramadan et al., 2003**). Le campestérol est présent dans la graine et la peau avec une quantité de 1.66 à 8.76g/kg (tableau II). Un contenu similaire en campestérol se retrouve dans d'autres huiles alimentaires telles que l'huile d'argan (4g/kg) (**Gharby et al., 2011**), tandis que des teneurs plus élevées ont été mesurées dans l'huile de soja (entre 19 et 23g/kg). D'autres stérols se retrouvent en petites quantités, notamment le stigmastérol, le lanostérol, le 5 avenastérol, le 7 avenastérol et l'ergostérol. (**Gharby et al., 2011**).

Tableau I.2. Distribution et teneur en phytostérols des différentes parties du fruit de l'espèce *Opuntia ficus indica* (pulpe, graines et peau, les teneurs en stérol sont exprimées en g/kg).

Principaux composés	Pulpe	Graines	Peau	Références
Campesterol	8.74	1.66	8.76	(Ramadan,et <i>al.</i> , 2003a, Ramadan, et <i>al.</i> , 2003b)
Stigmasterol	0.73	0.30	2.12	
Lanosterol	0.76	0.28	1.66	
-Sitosterol	11.2	6.75		
5-Avenasterol, 7-Avenasterol	---	---		
7-Avenasterol	---	0.05	---	
Ergosterol	---		0.68	

I.4.2.3 Les composées phénoliques

Les poly phénols constituent une famille de molécules organiques largement distribuées dans le règne végétal. Comme leur nom l'indique, leurs structures chimiques sont caractérisées par la présence de plusieurs groupes phénoliques qui peuvent être associés à des groupements chimiques plus ou moins complexes, généralement de haut poids moléculaire. ces composés sont généralement des sous- produits du métabolisme de la plante. L'intérêt croissant pour les poly phénols porte sur leur potentiel antioxydant qui est impliqué dans les prestations de santé telle que la prévention contre l'inflammation (Laughton et *al.*, 1991), la dérégulation cardiovasculaire et les maladies neuro -dégénératives. Il a été également montré qu'ils ont une activité anticancéreuse (El-Mostafa et *al.*, 2014).

Dans la pulpe de fruits la teneur en phénols totaux est de 218.8mg/100g (Fernandez et *al.*, 2010), avec une teneur élevée en glycosides isorhamnétines (50.6g/100g) par rapport à d'autres flavonoïdes (Galati et *al.*, 2003, Bensadon et *al.*, 2010, Tesoriere et *al.*, 2005).

Les graines de fruits contiennent des quantités élevées de composés phénoliques allant de 48 à 89mg/100g et notamment les dérivés de féruloyl, tannins et sinapoyl diglucoside (Chougui et *al.*, 2013) .

I.4.2.4 Les acides gras

Plusieurs études ont indiqué que le cactus, et plus particulièrement les fruits, la pulpe, les graines et l'écorce, étaient riches en acides linoléique, oléique et palmitique (**Ennouri et al., 2005, Ramadan et al., 2003**). Un niveau élevé d'acides gras oméga-6 (acide linoléique) a été rapporté dans l'huile de graines de cactus (53.5% à 70.29%), niveau supérieur à celui de l'huile de tournesol (**Filip et al., 2011**), de l'huile de pépins de raisin ou de l'huile de sésame. En tant que précurseur de l'acide arachidique, l'acide linoléique a longtemps été considéré comme ayant un effet hypocholestérolémiant avec des propriétés inhibitrices contre le cancer du colon dans les cellules métastatiques (**Soel et al., 2007**). L'acide linoléique (oméga-3) est connu pour être bénéfique pour la santé, les maladies cardiovasculaires, les affections inflammatoires, les troubles auto-immunes et le diabète.

I.5. Intérêts et utilisation du figuier de barbarie

Toutes les composantes du cactus (fleurs, raquette, fruits) représentent de multiples intérêts.

I.5.1 Utilisation des fruits

Les fruits sont en général consommés frais, très rafraichissants et nutritifs. Ils se caractérisent par rapport aux autres fruits par un pH relativement élevé (pH=5.6), totalité des sucres présents dans le fruit est constitué de glucose et de fructose dans un rapport de 18 :1. Ce rapport est considéré comme une spécificité du figuier de barbarie si on le compare à celui des autres fruits (rapport de 1 :1 dans les oranges par exemple). La teneur totale en acides aminés libres (275 mg/ 100g) est largement supérieure à la teneur moyenne des autres fruits à l'exception des raisins de table et des agrumes qui contiennent une teneur identique (**Askar et El-Samahy, 1981 ; Stintzing et al., 2001**). Le tableau III représente la composition du figuier de barbarie.

Tableau I.3. Composition du figuier de barbarie *Opuntia ficus-indica* (Anonyme, 1993).

Constituants	Fruit (%)	Pulpe et graine (%)	Pulpe sans graine (%)
Eau	80,0	84,5	83,6
Protéine	1,0	1,3	0,8
Lipides totaux	0,7	1,3	0,3
Glucides disponibles	14,8	8,0	10,8
Fibres brutes	2,3	4,4	3,6

Récemment, dans certains pays (Italie, Mexique, Chili, ...) le fruit est conditionnée industriellement et stabilisé par différentes méthodes (froid, séchage, chaleur) ou transformé en jus, miel (miel de tuna), boisson alcoolisées, confiture et colorant alimentaire (pourpre de barbarie) (Hamdi, 1997 ; Mohamed et al., 1996 ; Dominguez, 1995).

I.5.2 Utilisation des raquettes

I.5.2.1 Production fourragère

Le cactus est considéré comme une réserve fourragère sur pied ; il peut constituer un appoint alimentaire pour les périodes de transition en été et en automne et lors des années de sécheresse (Shoop et al., 1977). Le fourrage constitue la deuxième grande utilisation du cactus, en effet beaucoup de pays comme le Mexique, Brésil, Etats-Unis, Pérou, Afrique du sud et Tunisie produisent déjà des quantités significatives d'aliment de bétail à partir d'opuntia (Araba et al., 2000).

En effet, sa production en matière sèche varie de 12 à 16 tonnes/ha en fonction des régions. En terrain irrigué, cette production peut atteindre 30 tonnes/ha ce qui fait du cactus l'espèce la plus productive des zones arides : 1.37 kg/m²/an pour le cactus et 0.71kg/m²/an en moyenne pour d'autres espèces (De Cortazar et Nobel, 1992). Une fertilisation azotée et phosphorique améliore sa valeur nutritive et sa productivité en biomasse (Gonzalez, 1989).

Cependant, ce fourrage est pauvre en protéines et en lipides. Il présente un rapport calcium/phosphore élevé et il est riche en glucides, en eau et en vitamines. Il a ainsi une valeur fourragère moyenne de 0.06 à 0.08UF*/kg (unité fourragère =1820 cal) de raquettes (Shoop et al., 1977 ; Russel et Felker, 1958).

Tableau I.4. Comparaison de la composition des cladodes avec d'autres aliments (**Poupon, 1975**).

Nature du fourrage	Matière sèche (%)	Matière azotée (%)	Hydrate de carbone (%)	Matière grasse (%)
Foin de luzerne	91.4	10.6	39.0	0.9
Triplex	23.3	2.8	5.9	0.1
Maïs ensilé	26.3	1.1	5.0	0.7
Pulpes de betterave sucrière	9.4	0.2	6.4	0.1
Cladodes de l' <i>Opuntia</i>	10.4	0.6	5.8	0.1

I.5.2.2 Production maraichère

Les jeunes pousses d'*Opuntia* appelées « *nopalitos* » sont consommées comme légume au Mexique et dans le sud des états unis . elles sont riches en vitamine c et en calcium et leur valeur nutritive est proche de celle de laitue et des épinards (**Mohamed et al., 1996 ; Saenz , 2002**).

I.5.2.3 Utilisation médicinale

En australie et en afrique du sud, l'effet hypoglycemique des « *nopalitos* » est utilisé dans le traitement des diabètes non dépendants de l'insuline. Le mucilage isolé des raquettes permet de réduire le cholestérol total dans le sang. Les femelles des cochenilles *dactylopius coccus costa* ou *dactylopius Opuntiae cockerell*, qui prolifèrent sur des raquettes de l'*O.ficus indica*, sont utilisées pour la production d'un colorant E-120 est très utilisé par les industries alimentaires, cosmétiques et médicinales. Récemment au Mexique et en afrique du sud, des protecteurs ont adopté des systèmes de production intensifs en micro-tunnels pour la culture de ces cochenilles (**Pimienta, 1993**).

I.5.3 Utilisation industriel

La plante du cactus est employée actuellement aux Etats-Unis et au Mexique à des fins industrielles sous forme de matière collante et antirouille dans les puits pétroliers.

Elle est aussi utilisée comme enduit pour débarrasser le sel des installations pétrolières implantées en mer (le sel facilite la formation de la rouille).

Une recherche a montré que le jus de la plante de cactus est un facteur qui empêche le fer de s'user, de s'oxyder et de se rouiller.

Au Chili, les raquettes du cactus, après leur fermentation naturelle, sont utilisées en tant que matière première et source importante dans la production d'un gaz vital (le biogaz). Elles sont productives, leur rendement est élevé, et elles sont source d'énergie vitale. Leurs utilisations sont nombreuses. La matière gélatineuse qu'elles isolent compte parmi les composants qui produisent le chewing-gum et la cire. En outre, elles sont employées comme élément renforçant le tissage des vêtements fabriqués en coton. (**Stintzing, 2001**).

I.5.3-1 – Impact du cactus sur l'évolution des sols :

Le cactus améliore considérablement la fertilité organique du sol en fabriquant relativement vite, un horizon humifère qui crée un complexe organo-minéral suffisamment épais pour donner naissance à un sol dynamique.

Ce dynamisme se traduit par une activité microbienne intense, une mélanisation rapide de la matière organique libérée surtout par les racines traçantes qui mettent en jeu l'action des acides humiques et fulviques qui sont suffisamment agressifs vis à vis de la roche-mère.

Ils accélèrent l'altération chimique et approfondissent de ce fait le sol (15 à 30 cm). Par conséquent le cactus peut être considéré comme pionnier de la fabrication des sols particulièrement en zone aride. (**Reguieg Yssaad A.**)

I.5.3.2. Impact du cactus sur le traitement des eaux

L'utilisation du mucilage de cactus comme flocculant naturel pour le traitement de l'eau permet l'élimination des bactéries (*Bacillus cereus*).

Les résultats montrent une bonne efficacité de ce mucilage lors de l'analyse microbiologique de l'eau contaminée par *Bacillus cereus*.

L'efficacité de ce mucilage comparable à celle d'un flocculant industriel offre une alternative économique en termes de dépollution d'eaux usées et est moins toxique (**Reguieg Yssaad A.**)

II. Etude de la graine de figue de barbarie

Introduction

Les graines du figuier de barbarie ont suscité ces dernières années beaucoup d'intérêt à l'instar des autres pépins en particulier ceux des raisins et les études se sont multipliées pour caractériser leur constituants afin d'évaluer surtout leur valeur nutritive (**Sawaya et al., 1983**). D'après **Uchoa et al., (1998)**. Les réserves protéiques de la graine sont des albumines. Cependant, l'attention s'est focalisée surtout sur les huiles contenues dans ces gaines.

L'extraction des ces huiles génère un tourteau qui constitue jusqu'à 90% du poids de la matière première. Ce résidu est très riche en fibres celluloses. Les autres polysaccharides constitutifs sont très rare, voir inexistantes. (**El Kossori et al., 1983**).

II.1. Etude morphologique de la graine

Une étude morphologique a été réalisée afin d'établir la constitution et l'organisation des tissus cellulaires qui forme la graine. L'étude a été réalisée sur des coupes semi-fines et ultra-fines réalisées à l'aide d'un ultra microtome MTX RMC.

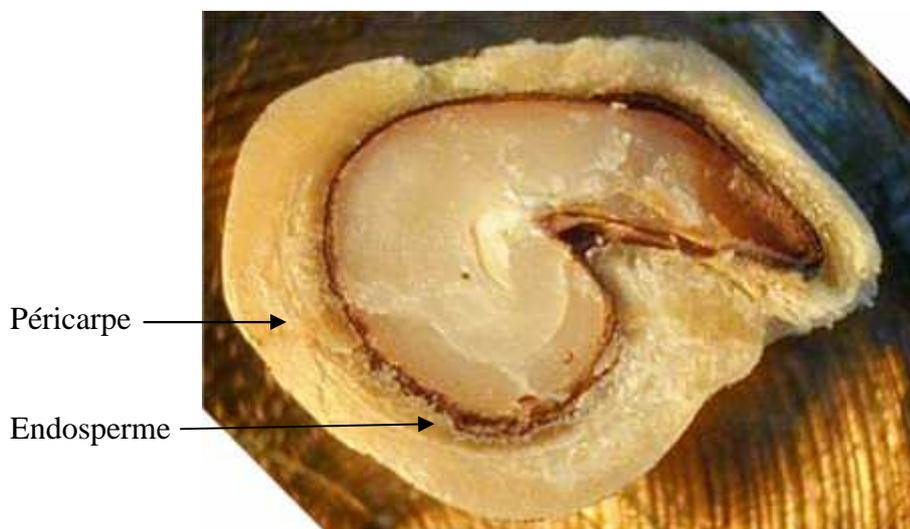


Figure II.1: coupe transversale de la graine de figue de barbarie (M.optique) (**Habibi, 2004**).

L'observation au microscope optique d'une coupe transversale de la graine montre qu'elle est constituée de deux parties distinctes (Figure II.1) : une enveloppe (péricarpe) et un

(endosperme). L'analyse morphologique a été réalisée par microscopie électronique à balayage et à transmission.

- ❖ **L'endosperme** : il représente 5 à 10% du poids totale des graines de figuier de barbarie. Il est constitué de cellules de parenchyme de réserve à paroi très fine renfermant de nombreux leucoplastes qui forment de petits grains d'amidon (Figure II.2-a). entre les tissus riches en amidon s'intercale une couche de gluten (couche à aleurone) qui donne au noyau un aspect visqueux. L'ensemble de ces cellules est enrobé d'une paroi cellulaire épaisse en forme de tuile inversée (Figure II.2-b).

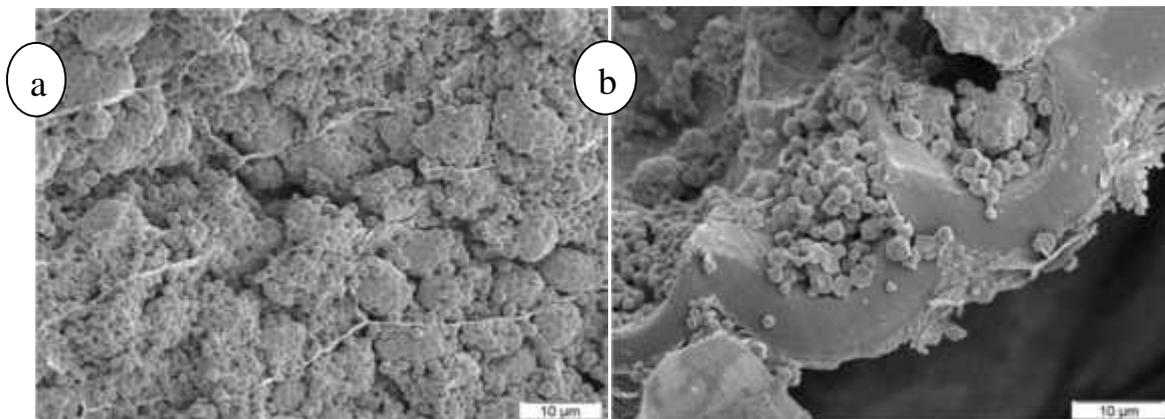


Figure II.2 : Endosperme de la graine de la figue de barbarie (MEB) (Habibi, 2004)

- ❖ **Le péricarpe** : le péricarpe de la graine de figuier de barbarie représente 90 à 95% du poids total de graine. On peut distinguer deux types de cellules : en majorité des cellules longues très compactes en forme de fibres fusiformes et quelques vaisseaux spiralés.

Les fibres sont communément appelées fibres des sclérenchyme (Figure II.3-a). Ce tissu de soutien est largement répandu dans les téguments des graines, les noyaux des fruits, les cellules pierreuses, les épines et les aiguillons des tiges et des feuilles. Les couches régulières de cellules, qui garnissent leur paroi épaisse, présentent un arrangement hélicoïdal (Figure II.3- b,c). Cela donne une grande rigidité ou une grande souplesse aux organes végétaux. En effet, ils ne sont lignifiés (dans la plupart des cas). On parle alors des fibres dures. Ils sont très élastiques quand ils ne sont pas lignifiés. C'est le cas de fibres molles qui sont assimilées à des cellules de collenchyme. On rencontre également, à des emplacements bien précis au niveau du

péricarpe de la graine, des vaisseaux conducteurs spiralés en simple hélice (Figure II.4) (Vaughan *et al.*, 1994).

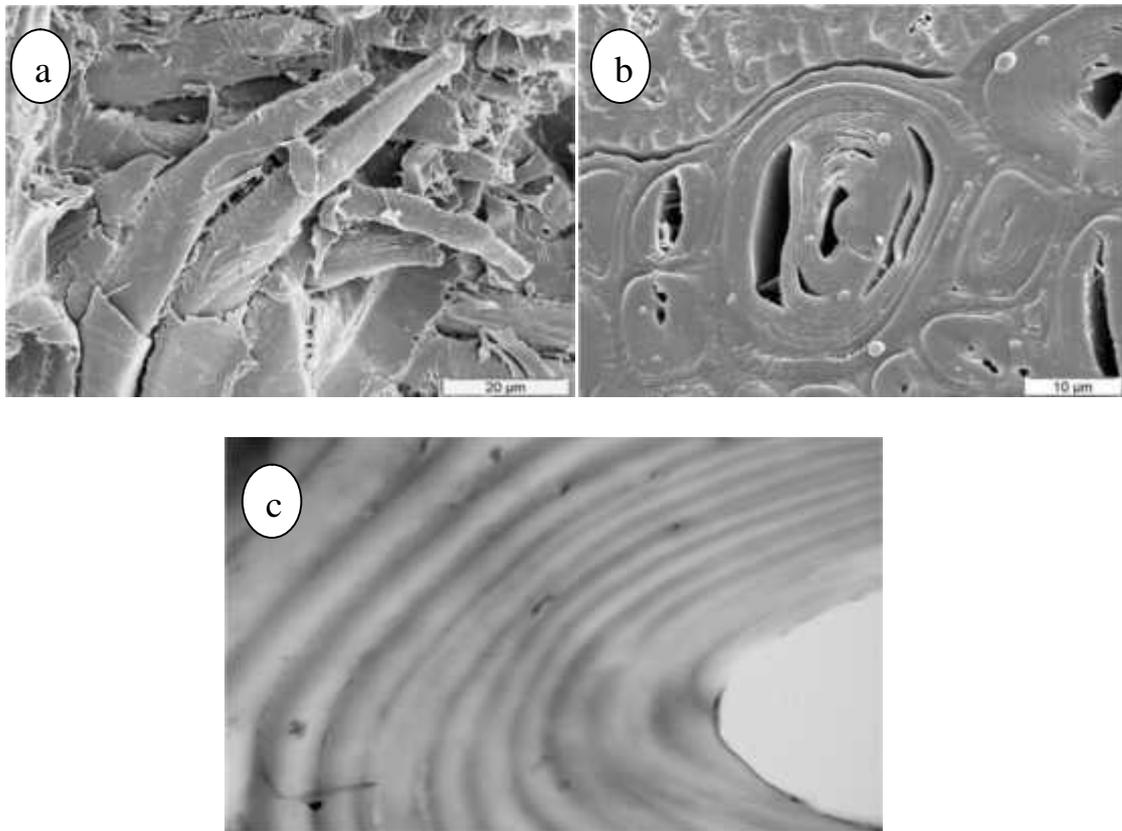


Figure II. 3 : Fibres de sclérenchyme fusiformes (spindle) (a), organisées en strates hélicoïdales de cellulose (b) (MEB) (c) faces externes des hélices (MET) (Habibi, 2004).

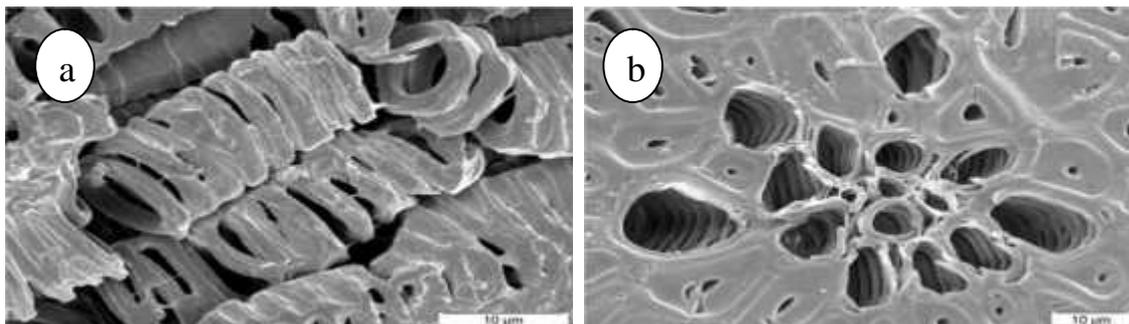


Figure II. 4 : Vue transversale (a) et longitudinale (b) des vaisseaux conducteurs spiralés en simple hélice (MEB). (Habibi, 2004).

L'étude morphologique a permis de préciser l'organisation des tissus au sein des deux parties de la graine. L'endosperme est constitué principalement de granules d'amidon enrobés dans une paroi cellulaire parenchymateuse en forme de tuile. Le péricarpe est constitué de

fibres de sclérenchyme dont les microfibrilles de cellulose sont disposées en couches successives concentriques. Cette organisation concentrique a déjà été rencontrée dans un certain nombre de végétaux.

II.2 Les différents modes d'extraction de l'huile de figue de barbarie à partir des graines

Plusieurs facteurs contribuent à l'altération de la qualité des fruits de cactus qui sont considérés comme une ressource agrobiologique et ceci par plusieurs phénomènes microbiologiques, chimique et physique. Cette altération est due à la période estivale de récolte avec une température très élevée. Ainsi, la localisation des lieux de production, qui se trouvent éloignés de lieux de vente, engendre d'énormes pertes pour les producteurs. La quantité d'huile extraite des graines dépend de la taille des graines. L'huile végétale issue de cactus et principalement obtenue par pression à froid suivie d'une extraction par solvant. Il ne faut pas la confondre avec une huile essentielle car l'huile végétale contient des corps gras et possède une texture huileuse, contrairement à une huile essentielle, cette dernière résultant de l'extraction de l'essence des composés aromatiques volatiles contenues dans différents organes d'une plante. D'après **Mohamed Fawzy Ramadan (2003)**, les fractions volatiles des graines broyées sont extraites par hydrodistillation suivie d'une extraction liquide-liquide avec trois types de solvants : éther, dichlorométhane et hexane. Cette méthode ne donne pas lieu à une huile végétale car seules les substances aromatiques sont obtenues.

Le processus d'écrasement des graines oléagineuses pour en extraire l'huile qu'elles contiennent est divisé en deux types de pressage mécanique (continu et discontinu) et le pressage par solvant.

Le pressage continu utilise des appareils à immersion, à percolation, etc. Par contre le pressage discontinu utilise de presses hydrauliques (extracteurs fixes). Le second type de pressage fait appel à des solvants et à des propriétés thermodynamiques tel que la miscibilité, la solubilisation, la saturation, les changements d'états...

II.3 Composition chimique de l'huile de figue de barbarie

La composition de l'huile de graine de figue de cactus contient plusieurs fractions de molécules ce qu'il lui confère un aspect très riche et nutritif. Au niveau des acides gras, elle contient une teneur très élevée en C18 :2 n-6, allant de 49.7 à 56.1% , et en C18 :3n-3 entre 15.6 à 62.1% (**Ramadan et al., 2003 ; Matthaus et al., 2011 ; Ennouri et al., 2006 ; Ennouri et al., 2005 ; sawaya et al., 1982 ; Chougui et al., 2013**). Certains composés volatiles ont été

identifiés comme l'acide hexadécanolique avec une teneur de 28.5 à 65.7mg/100mg (**Zito et al., 2013**). La composition phénolique s'avèrent très riche en féruloyl-sucrose isomer 3 sa concentration s'exprime par rapport à une échelle standard d'acide gallique, (une teneur qui peut aller de 105 à 717mg d'acide gallique/100g), et la teneur moyenne des dérivés du feruloyl de s'étale de 51.7 à 233mg d'acide gallique/100g. d'autres composés phénoliques ont été cités dans la littérature comme les flavonoïdes et les tanins (**Chougui et al., 2013**). Sa composition minérale est très riche en potassium, phosphore, sodium et magnésium (**Tesoriere et al., 2005, soel et al., 2007**), ses compositions en fibres et en sucres peuvent atteindre jusqu'à 9.23% et 51.11% respectivement (**Chougui et al., 2013**). Quatre types de polysaccharides sont rencontrés comme l'arabinane et les résidus $-(1/5)$ -linked arabinofuranosyl, arabinose, rhamnogalacturonane (**Habibi et al., 2004b**). la vitamine K représente 0.525g/kg, la vitamine E 0.403 g/kg et en particulier le α -tocophérol avec 0.330g/kg (**Matthaus et al., 2011 ; Ramadan et Morsel., 2003a**). Au niveau des phytostérols **Ramadan et Morsel (2003a)** ont montré la présence d'une teneur très élevée en β -sitosterol et en campesterol avec respectivement 6.75 et 1.66g/kg. Des études ont montré que l'huile de graine de cactus contient cinq fois plus de stérol que l'huile d'argan. Certaines études ont rapporté que l'extrait de chloroforme contenant la fraction de stérol issues de l'huile de graine de cactus représentent une teneur très élevée en phytostérols totaux par rapport à l'huile d'argan et l'huile d'olive marocaine (**El Kharassi et al., 2014**), le fait intéressant, c'est que l'huile d'argan contient principalement deux phytostérols et qui sont majoritaire, le schotténol (56.97%) et le spinastérol (43.03%) (**El Kharassi et al., 2014 ; Khallouki et al., 2003**). Cependant, pour l'huile d'argan, l'origine et le procédé d'extraction peuvent influencer sur les caractéristiques physico-chimiques de l'analyse en composantes (**Ahmed et al., 2005**). En outre, le campesterol a été trouvé en faible teneur dans les huiles d'olive et de cactus (**El Kharassi et al., 2014**). Pour les acides aminés, leur teneur peut attendre jusqu'à 106.23 g/protéine avec l'acide glutamique comme acide aminé le plus représenté (15.73-20.27%) et avec une teneur moyenne de la leucine et l'acide aspartique (**Nakayama et al., 2011, Chougui et al., 2013**).

II.4 Intérêts de l'huile de figue de barbarie

La composition de l'huile de graine de cactus lui confère plusieurs propriétés intéressantes, vu qu'elle contient de grande quantité d'acide gras polyinsaturée (**Sawaya et**

al., 1982), sa teneur en tocophérol est bien plus supérieure aux autres huiles car elle peut atteindre jusqu'à (850mg/kg) et plus au moins proche de l'huile d'argan (946mg/kg) (**Zine et al.**, 2013). Elle est moins résistante à l'oxydation par rapport à l'huile de sésame (**Garby et al.**, 2015). Elle est très utile dans la gestion du diabète sucré (**Chougui et al.**, 2013). L'étude comparative entre la graine et l'huile réalisé in vivo sur les souris par **Ennouri et al.**, (2007) à montré que l'enrichissement de l'alimentation avec les graines du fruit de cactus avait un effet hypolipémiant très marquée par rapport à l'alimentation par l'huile de graine. Il pourrait réduire de manière significative les niveaux de triglycérides dans le sérum et les lipides totaux dans le foie. Il a été rapporté que l'huile de graine de la figue de barbarie à des effets hypocholestérolémiant et hypoglycémique (**Ennouri et al.**, 2006a.**Ennouri et al.**, 2006b). une étude in vivo mené sur des souris ayant reçu l'alloxane à montré que le traitement avec cette huile provenant de l'espèce *Opuntia ficus indica* à une concentration de (2ml/kg) donne un effet antidiabétique (**Ali Berraouan et al.**, 2015). En ce qui concerne la graine du fruit, **Chougui et al.**, (2013) ont montré que les extrait de graine de cactus contenant la plus grande teneur phénoliques, tanins et flavonoïdes et qu'ils présentent les activités antioxydantes. Dans la littérature, plusieurs auteurs ont confirmés que les extraits de graine de couleur vert et jaune provenant de variété mexicaine, ont la meilleur activité anti-radicalaire par rapport aux fruit de couleur rouge (**Cardador-Martinez et al.**, 2011).

L'objectif de notre étude consiste en l'analyse d'une variété de figue de barbarie du genre (*Opuntia ficus indica*), qui s'articule en deux étapes :

A. Analyses physico-chimiques de la pulpe de figue de barbarie.

B. analyses physico-chimiques et chromatographiques de l'huile de graine de la figue de barbarie.

Partie A : Etude de la pulpe de figue de barbarie

III.1. Matériel végétal et préparation de la matière première

III.1.1. Matériel végétal

Le fruit de figue de barbarie utilisée pour notre étude, a savoir : l'*Opuntia ficus indica* a été récolté au début de décembre de la région d'Ouled Moussa au niveau de la wilaya de Boumerdes.

Une étude physico-morphologique a été menée sur le fruit de figue de barbarie, trois fruits ont été pris au hasard en vue de déterminer les différents paramètres physiques. La longueur (cm) et le diamètre (cm) de chaque fruit ont été mesurés à l'aide d'un pied à coulisse. La longueur est prise du point d'attache du fruit à la raquette jusqu'à l'extrémité du fruit. Le diamètre a été mesuré au niveau de la partie médiane du fruit.

III.1.2. Préparation de la matière première

Une fois la récolte du matériel végétal est réalisé, les fruits sont lavés abondamment à l'eau pour se débarrasser des glochides par la suite, séchés puis épluchés.

La partie comestible a été broyée (mixeur) et filtrée à l'aide d'une passoire en acier inoxydable pour séparer les graines de la pulpe. Les graines ainsi obtenues sont conservées dans des récipients hermétiques placés au frais et à l'abri de la lumière et la pulpe est conservée à froid à 4°C. Ces derniers font l'objectif de cette étude pour la détermination des propriétés physico-chimiques.

Les différentes étapes de la préparation de la matière première sont illustrées dans la figure suivante :

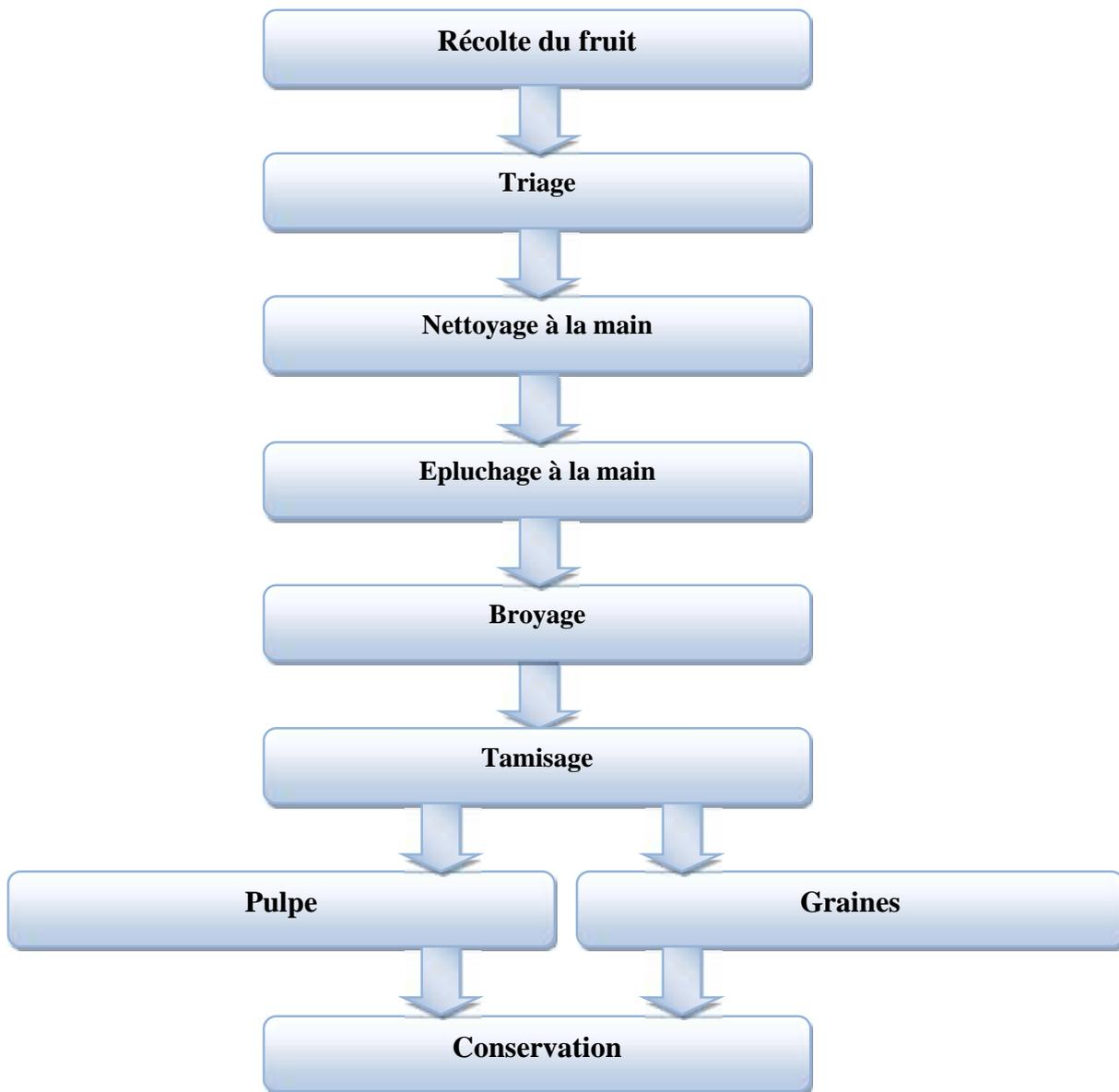


Figure III.1. Diagramme de la préparation de la matière première

III.2. Caractérisation de la pulpe de figue de barbarie

III.2.1. Analyses physico-chimiques de la pulpe de la figue de barbarie

III.2.1.1 Détermination de la teneur en eau (NF V 05-108, 1970)

Le principe consiste à sécher le matériel végétal à la température de $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ dans une étuve ventilée jusqu'à poids constant.

La teneur en eau est définie comme étant la perte de poids subit lors de la dessiccation (Audigie et al., 1978).

La détermination de la teneur en eau se fait par le calcul de la différence de poids avant et après dessiccation selon la formule suivante :

$$H\% = \frac{(M - M_2)}{P} \times 100$$

Soit :

H%: Humidité ;

M1: Poids en g de la capsule + échantillon avant dessiccation ;

M2: Poids en g de la capsule + échantillon après dessiccation ;

PE: Masse en g de la prise d'essai.

Nous avons déterminé la moyenne des pourcentages d'eau de 3 essais réalisés dans les mêmes conditions. La matière sèche (MS) est obtenue comme suit :

$$M \% = 100 - H\%$$

III.2.1.2. Détermination du degré brix (AFNOR, 1986)

Le degré Brix traduit le taux de matières sèches solubles contenus dans une solution. Il est mesuré avec un réfractomètre.

➤ Principe

Il consiste à mesurer l'indice de réfraction de l'échantillon préparé à une température égale à 20°C , puis effectuer une conversion de cet indice en résidu sec soluble.

On entend par résidu sec soluble (déterminé par réfractomètre) la concentration en saccharose d'une solution aqueuse ayant le même indice de réfraction que le produit analysé, dans des conditions déterminées de préparation et de température.

➤ **Mode opératoire**

Après Nettoyage et séchage du prisme en utilisant de l'eau distillée et de tissu doux, une goutte de l'échantillon, préalablement homogénéisée est appliquée sur la surface de prisme. Le deuxième prisme est ensuite rabattu sur le premier, ce qui permet d'obtenir une couche uniforme de liquide. En orientant le réfractomètre vers une source lumineuse, deux zones apparaissent : une claire et l'autre sombre, la limite entre deux zones indique la grandeur de la réfraction et la valeur du degré °Brix est la valeur lue par le réfractomètre qui nous donne le pourcentage des sucres dans le produit.

➤ **Expression des résultats**

$$1^\circ\text{Brix} = 1\text{g de sucre dans } 100\text{g de solution}$$

III.2.1.3 Détermination de la teneur en cendre

Elle consiste à un passage au four du matériel végétal à une température de 550°C, jusqu'à destruction totale de toute particule carbonneuse (**Laurent, 1991**).

La détermination de la teneur en matière organique se fait par le calcul de la différence de poids avant et après la carbonisation. La teneur en matière organique est calculée par la formule suivante :

$$M \% = \frac{(M - M_2)}{P} \times 100$$

Soit :

MO% : Matière organique ;

M1 : Poids de la capsule et de l'échantillon avant calcination ;

M2 : Poids de la capsule et de l'échantillon après calcination ;

PE : Prise d'essai.

Nous avons réalisé 3 essais de la même manière afin de déterminer un pourcentage moyen. La teneur en cendre est calculée comme suit :

$$C \% = 1 - M \%$$

III.2.1.4. Détermination du potentiel d'hydrogène (NF V 05-108)

➤ **Principe :**

La mesure du pH est basée sur la différence du potentiel existant entre une électrode de verre et une électrode de référence plongées dans le produit. Cette détermination est réalisée à l'aide d'un pH mètre

➤ **Mode opératoire**

On étalonne le pH mètre en utilisant une solution tampon, on prélève comme prise d'essai un volume V de pulpe suffisamment important pour permettre l'immersion de l'électrode, on note par la suite la valeur du pH.

III.2.1.5. Détermination de l'acidité titrable

La méthode utilisée pour la détermination de l'acidité titrable est décrite par **Ilkay et Aziz (2011)**, le titrage de l'acidité se fait à l'aide de NaOH (0,1N) présence de phénolphtaléine comme indicateur de couleur.

➤ **Mode opératoire**

10 g de pulpe sont pesés dans une fiole conique, à quoi est ajoutée 50 ml d'eau distillée récemment bouillis et refroidis, puis mélanger jusqu'à obtention d'un liquide homogène. Le liquide est chauffé au bain marie pendant 30min, après refroidissement le mélange est versé dans une fiole jaugée puis ajuster jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée. Après filtration 10 ml de filtrat sont prélevés dans 10 ml d'eau distillée avec addition de quelques gouttes de phénolphtaléine et titrer avec NaOH jusqu'à l'obtention d'une coloration rose persistante.

➤ **Expression des résultats**

$$A = \frac{(1 \times V \times 1)}{V \times M \times 1} \times 0,0 = 1 \times V / V \times M$$

Soit :

M : Masse, en gramme de produit prélevé ;

V0 : Volume, en millilitre, de la prise d'essai ;

V1 : Volume en millilitres de solution NaOH à 0.1 N ;

0,07 : Facteur de conversion de l'acidité titrable en équivalent d'acide citrique ($C_6H_{12}O_8$ Pour 100g de pulpe).

III.2.1.6. Détermination de la densité relative (Gachot, 1955)

➤ Principe

La mesure de la densité se fait à l'aide d'un densimètre plongé directement dans le liquide.

➤ Mode opératoire

Une fois que l'échantillon est versé dans une éprouvette, après un temps de stabilisation, le densimètre est introduit soigneusement sans toucher les parois.

Partie B : Huile de graines de figue de barbarie

La présente partie vise à extraire et caractériser l'huile de graines de figue de barbarie.

III.3. Préparation de la matière première

Les différentes étapes de la préparation d'huile sont données dans la figure suivante :

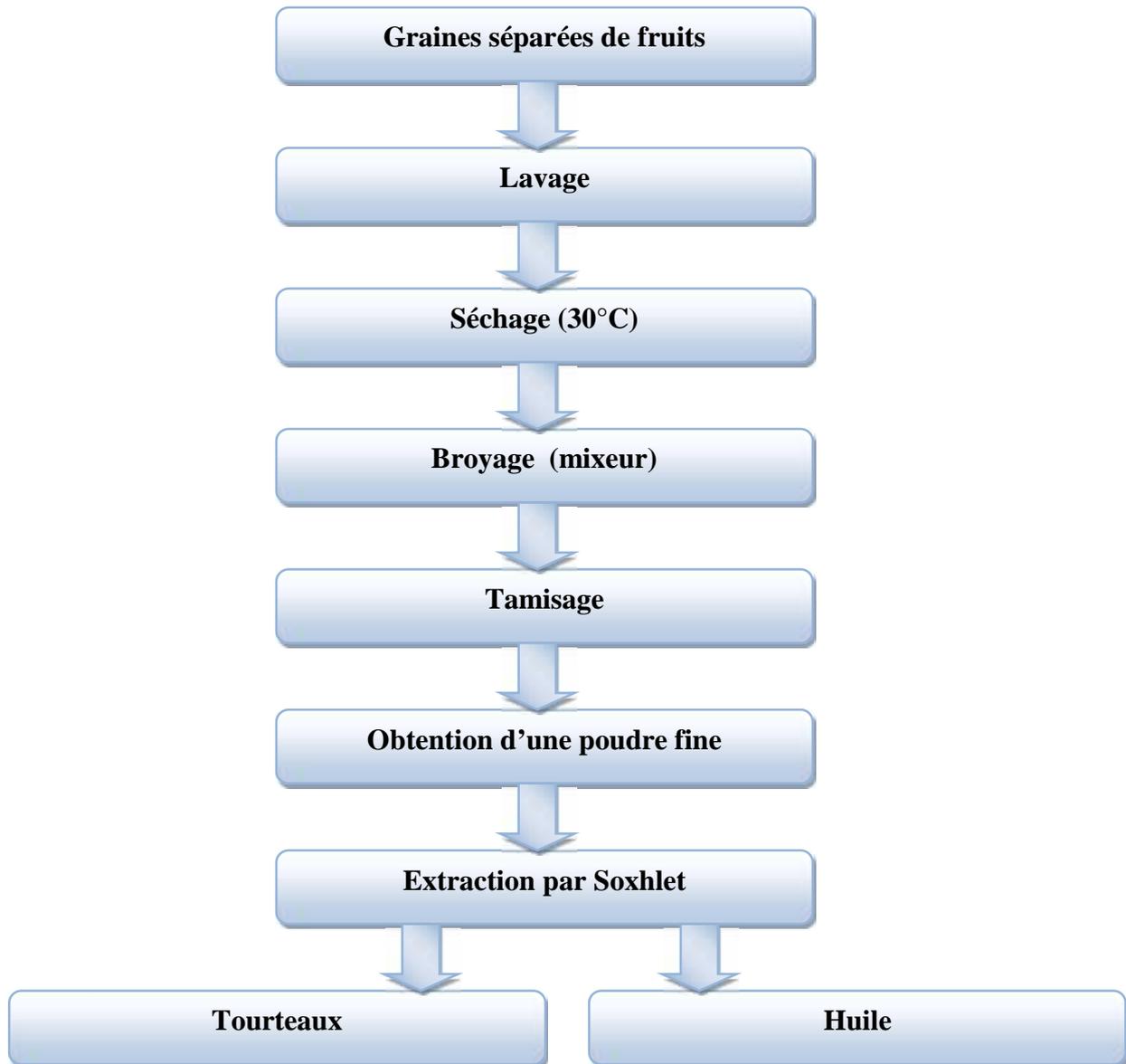


Figure III.2. Diagramme d'extraction de l'huile

III.3.1. Extraction d'huile par soxhlet et détermination de la teneur en matière grasse**III.3.1.1. Extraction de l'huile par soxhlet**

L'extraction par solvant organique spécifique (n-hexane) pour la détermination du taux de la matière grasse est réalisée dans un appareil de type soxhlet. Cette technique assure une extraction à chaud des matières grasses contenues dans un échantillon végétal solide placé dans une cartouche de cellulose et imbibée continuellement par les vapeurs d'un solvant choisi en fonction de la polarité des principes actifs lipidiques à extraire. Elle a été effectuée selon la méthode **ISO 659-1988**.

Environ 10g de l'échantillon broyé de la granulométrie inférieur à 0,5 mm sont pesés dans le tube en cellulose fermé par du coton cardé, et introduit dans un soxhlet. L'extraction est réalisée par du n-hexane (300ml) porté à reflux pendant 8 heures (répartie en 4h+2h+2h) le solvant est ensuite éliminée sous pression réduite à 45°C.

III.3.1.2. Détermination de la teneur en matière grasse (ISO 659, 1988) et le poids de mille graines**❖ Taux de matière grasse**

Le taux de matière grasse est calculé par la méthode suivante :

$$M \% = \frac{P - P_1}{M} \times 100$$

Soit :

MG : Taux de matière grasse ;

P1 : Poids du ballon vide ;

P2 : Poids du ballon après évaporation ;

M : Masse de la prise d'essai.



Figure III.3. Image représentative du soxhlet

❖ Le poids de 1000 graines

Le poids de mille graines est un paramètre physique qui renseigne sur la dimension des graines et leurs calibres (Godon, 1991).

➤ Mode opératoire

Le poids de mille graines a été effectué conformément à la norme **NA 730. 1991.ISO 520**. C'est la masse de mille graines entières exprimée en gramme, le comptage des graines a été fait à la main et elle sont pesées à l'aide d'une balance de précision.

Après extraction de l'huile une étude de la composition chimique et des propriétés physiques est nécessaire pour savoir a quel domaine cette huile pourra être utilisée.

III.4. Caractérisation de l'huile de graine de figue de barbarie

III.4.1. Caractères physiques

III.4.1.1 La densité

La densité est le rapport de la masse d'un volume d'un corps gras à la masse du même volume d'eau à une température donnée. Elle dépend de la composition chimique de l'huile et de la température. Elle renseigne également sur le groupe auquel appartient une huile (Wolf, 1968). Sa détermination se fait à l'aide d'un pycnomètre selon la norme (NF ISO 6883, juillet 1995).

Le résultat obtenu est exprimé par la formule suivante :

$$d^{20} = (c - a) / (b - a) \times \rho$$

Soit :

a: Le poids, en grammes, du pycnomètre vide ;

b: Le poids, en grammes, du pycnomètre plein d'eau distillée ;

c: Le poids, en grammes, du pycnomètre plein d'huile ;

...: La densité de l'eau distillée à la température t de mesure.

➤ **Mode opératoire :**

Peser le pycnomètre propre et sec, Le remplir d'eau distillée et le placer dans la balance, puis l'essuyer soigneusement à l'alcool et à l'oxyde diéthylénique ensuite le remplir d'huile et le peser.

III.4.1.2. L'indice de réfraction

L'indice de réfraction d'une substance est le rapport de la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans le vide à sa vitesse de propagation dans la substance. Il est déterminé à l'aide d'un refractomètre à température 20°C selon la norme (NF ISO 6320, janvier 1996).

Si la différence entre la température de mesure **t** et la température de référence **t'** (20°C) est inférieure à 3°C, l'indice de réfraction **n^D** à la température de réfraction **t'** est donné par la formule suivante :

$$n^D(t') = n^D(t) + 0,00035(t - t')$$

Soit:

t: La température de mesure en °C ;

t' : Température de référence à 20°C.

➤ **Mode opératoire**

L'appareil est préalablement étalonné à l'aide de l'eau distillée $n^{20} = 1.333$ et de benzène $n^{20} = 1.5014$, 2 à 3 gouttes du corps gras sont versées entre les deux prismes, et attendent 2 à 3 mn pour que l'échantillon prenne la température de l'appareil, après ce temps la lunette de visée est déplacée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule, et lire l'indice de réfraction du corps gras à la température t_0 .

III.4.1.3. L'indice de couleur

La couleur de l'huile étudiée a été déterminée en utilisant un chromamètre (CR 10 Konica Minolta, CIELAB). Les coordonnées colorimétriques de l'huile ont été calculées à partir de l'échelle CIELAB, un modèle de représentation des couleurs développé par le CIE (commission internationale de l'éclairage), en 1976 (**Fig. III.4**)

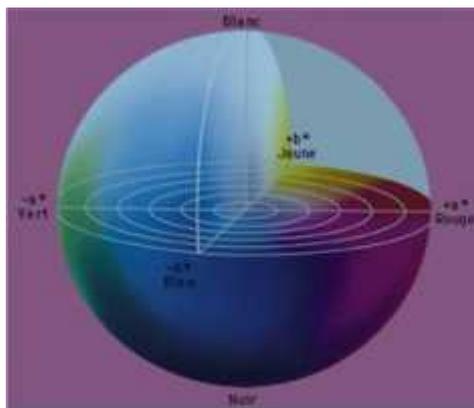


Figure III.4. Représentation 3D du système de couleur CIELAB

Dans ce système, chaque couleur est numériquement spécifiée par un ensemble unique de trois coordonnées cylindriques $L^*a^*b^*$, L^* représente la luminance ou clarté (indice de luminosité relatif allant de 0 pour le noir à 100 pour le blanc absolu), a^* représente la composante chromatique rouge-vert (+60 à -60) et b^* représente une nuance de couleur entre le jaune et le bleu (+60 à -60). Cet espace peut également être repéré par h^*_{ab} qui représente l'angle de teinte (ou tonalité chromatique), avec :

$$h^*_{ab} = a \quad (b^*/a^*)$$

h^*_{ab} est vers de 90° ou -90° pour les couleurs jaunes et près de 180° (ou -180°) pour les couleurs vertes (Malien-Aubert C., et al., 2001).

III.4.2. Caractères chimiques

III.4.2.1. Détermination de l'indice d'acide

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme de corps gras. Cet indice est déterminé expérimentalement selon la norme (NF EN ISO 660, juillet 1999).

La prise d'essai est mise en solution dans un mélange de solvant. La solution ainsi obtenue est titrée par une solution éthanoïque d'hydroxyde de potassium en présence d'un indicateur

L'indice d'acide (IA) exprimé en mg KOH /g d'huile est donné par la formule suivante :

$$I = V \times 5,6 / P$$

Soit :

V : est le volume, en millilitre, de la solution KOH titrée utilisée ;

P : le poids, en gramme, de la prise d'essai.

➤ **Mode opératoire :**

Préparer 1,5g d'huile plus 50 ml (20 ml d'alcool éthylique plus 30 ml d'éther), puis titrer ou neutraliser avec NaOH à 0,1 N plus quelque gouttes de phénolphthaléine, l'opération s'arrêtera au virage vers Le rose pâle.

III.4.2.2. Détermination du coefficient d'extinction spécifique

L'extinction spécifique est déterminée en solubilisant 0,1 g de l'échantillon dans 10ml du cyclohexane. Après homogénéisation, on mesure les extinctions aux longueurs d'onde 232 nm et 270 nm. Pour la variation de l'extinction spécifique (K), on mesure l'absorbance de l'huile de graine de figue de barbarie aux longueurs d'onde 266nm et 274 nm (conseil oléicole international, 2011).

Les valeurs d'extinctions spécifiques à 266nm et 274 nm sont calculées selon la formule suivante:

$$K = A_K / C \times S$$

Avec :

A_K: Absorbance à la longueur d'onde K ;

C: Concentration de la solution en g/100 ml ;

S: Chemin optique (1 cm).

Cette analyse prévoit aussi la détermination de la variation de l'extinction spécifique K selon l'équation suivante où K_m est l'extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximal m, aux environs de 270 nm.

$$K = K_m - (K_{m-4} + K_{m+4}) / 2$$

K : Représente la variation de l'extinction spécifique.

III.4.2.3. Détermination de l'indice de saponification

L'indice de saponification est la quantité d'hydroxyde de potassium exprimée, en milligrammes, nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras.

La saponification selon la norme (**NF ISO 3657, Février 1990**) est obtenue à chaud par ébullition à reflux d'un échantillon avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. L'excès d'hydroxyde de potassium est titré par une solution d'acide chlorhydrique.

$$I. = (V - V_0) \times 2 / P$$

Avec :

V₀ : Le volume, en millilitre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisé pour doser l'essai à blanc ;

V₁ : Le volume, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisé pour doser la prise d'essai ;

P : le poids, en gramme, de la prise d'essai.

➤ **Mode opératoire :**

Dans un erlenmeyer ou un ballon à fond plat 2g du corps gras à analyser sont pesés, a quoi est ajouter 25ml de potasse alcoolique et porter à l'ébullition sous réfrigérant à reflux (un régulateur d'ébullition) pendant une heure en agitant de temps en temps (Il convient de prolonger l'ébullition dans le cas de corps gras à haut point de fusion), titrer l'excès d'alcali dans la solution savonneuse chaude avec l'acide chlorhydrique en présence de phénolphaléine et faire, parallèlement, un essai à blanc dans les mêmes conditions mais sans le corps gras.

III.4.2.4. Détermination de l'indice d'iode

La détermination de l'indice d'iode se fait selon la norme (**NF EN ISO 3961, Juillet 1999**) par dissolution d'une prise d'essai dans un solvant et addition de réactifs de WIJS.

L'indice d'iode correspond au nombre de gramme d'iode fixés sur les doubles liaisons de 100g de matière grasse.

➤ **Mode opératoire**

Dans un flacon , peser 0,2 g du corps gras à analyser, le dissoudre avec 15 ml de tétrachlorure de carbone, ensuite, introduire exactement 25 ml du réactif de Wijs, Boucher, agiter doucement et placer le flacon dans un endroit sombre à une température de $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ pendant une heure. Après ce temps, ajouter 20 ml de solution aqueuse d'iodure de potassium et 150 ml d'eau distillée. Titrer avec le thiosulfate de sodium (0,1N), en présence d'empois d'amidon comme indicateur jusqu'à décoloration (disparition de la couleur bleu).

En même temps et dans les mêmes conditions un essai à blanc est effectué.

➤ **Formule de Calcul de l'indice d'iode :**

$$I = \frac{V - V_0}{P} \times C \times 1,6$$

Avec :

V0 : Quantité, en millilitre, de thiosulfate de sodium ajoutée pour titrer l'essai à blanc ;

V : Quantité, en millilitre, de thiosulfate de sodium ajoutée pour titrer la prise d'essai ;

P : La masse, en gramme, de la prise d'essai ;

C : Concentration, en mole/litre, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour titrer l'essai à blanc.

III.4.3. Analyses chromatographiques

III.4.3.1. Etude de la fraction saponifiable

III.4.3.1.1 Détermination de la teneur en acide gras

La teneur en AG a été déterminée selon la norme **AFNOR NF 60-233**. Le principe de cette technique est basé sur la transformation des acides gras en dérivés d'esters d'acide gras ou esters méthylique et leur analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG).

- **Préparation des esters méthylique**

- **Principe**

Les esters méthyliques se forment par transestérification dans une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification (**Point 5 de la méthode ISO 5509:2000, point 5 de la méthode IUPAC 2.301**).

- **Mode opératoire**

Dans une éprouvette à bouchon vissant de 5ml, peser environ 0,1 g de l'échantillon d'huile. Ajouter 2ml d'Heptane ou Hexane et agiter. Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique 2N d'hydroxyde de potassium, boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes. Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire. Décanter la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthylique. La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le chromatographe. Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique. Il n'est pas recommandé de stocker pendant plus de 12 heures.

L'analyse des esters méthyliques a été effectuée par un CPG muni d'un détecteur à ionisation de flamme (FID) dans les conditions opératoires qui sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau III.1: Conditions chromatographiques pour les esters méthyliques des huiles

Chromatographe	Chrompack CP 9002
Détecteur	FID (250°C)
Injecteur	SPLIT 1/100 (250°C)
Gaz vecteur	Azote
Colonne capillaire	CP Sil 88 CB (5% Phenyl + 95% dimethylpolysiloxane)
Longueur	30 m
Diamètre intérieur	0,32 mm * 0,25 UM
Epaisseur	0,25 µm
Injecteur	250°C
Détecteur	280°C
Four	190°C
Quantité injectée	0,8 µl
Vitesse du papier	0,5 cm/mn

III.4.3.2. Etude de la fraction insaponifiable

III.4.3.2.1. Dosage de la fraction insaponifiable

L'insaponifiable d'un corps gras correspond à l'ensemble des constituants qui, après hydrolyse basique (saponification), sont peu solubles dans l'eau et soluble dans les solvants organiques (Wolf., 1968).

Le dosage de l'insaponifiable à été réalisé suivant la norme **AFNOR NF t 60-206**. Le principe de cette méthode repose sur la saponification d'une prise d'essai de 5g d'huile par 50 ml d'une solution de potasse éthanolique (2N) à chaud, sous reflux pendant 20 min. après l'ajout de 50 ml d'eau distillée, les substances insaponifiables sont extraites par l'éther diéthylique suivi d'un lavage avec l'eau distillée jusqu'à réaction neutre de lavage. La phase organique est ensuite filtrée sur le sulfate de sodium anhydre et évaporée sous vide par un évaporateur rotatif. Le résidu ainsi obtenu est séché à 103°C puis laisser refroidir dans un dessiccateur. Ce résidu constitue la fraction insaponifiable.

La teneur en insaponifiable est déterminée par la relation suivante.

$$I_1 \quad (\%) = (m / m_0) \times 100$$

Avec :

m_0 : La masse, en gramme, de la prise d'essai ;

m_1 : La masse, en gramme, du résidu séché.

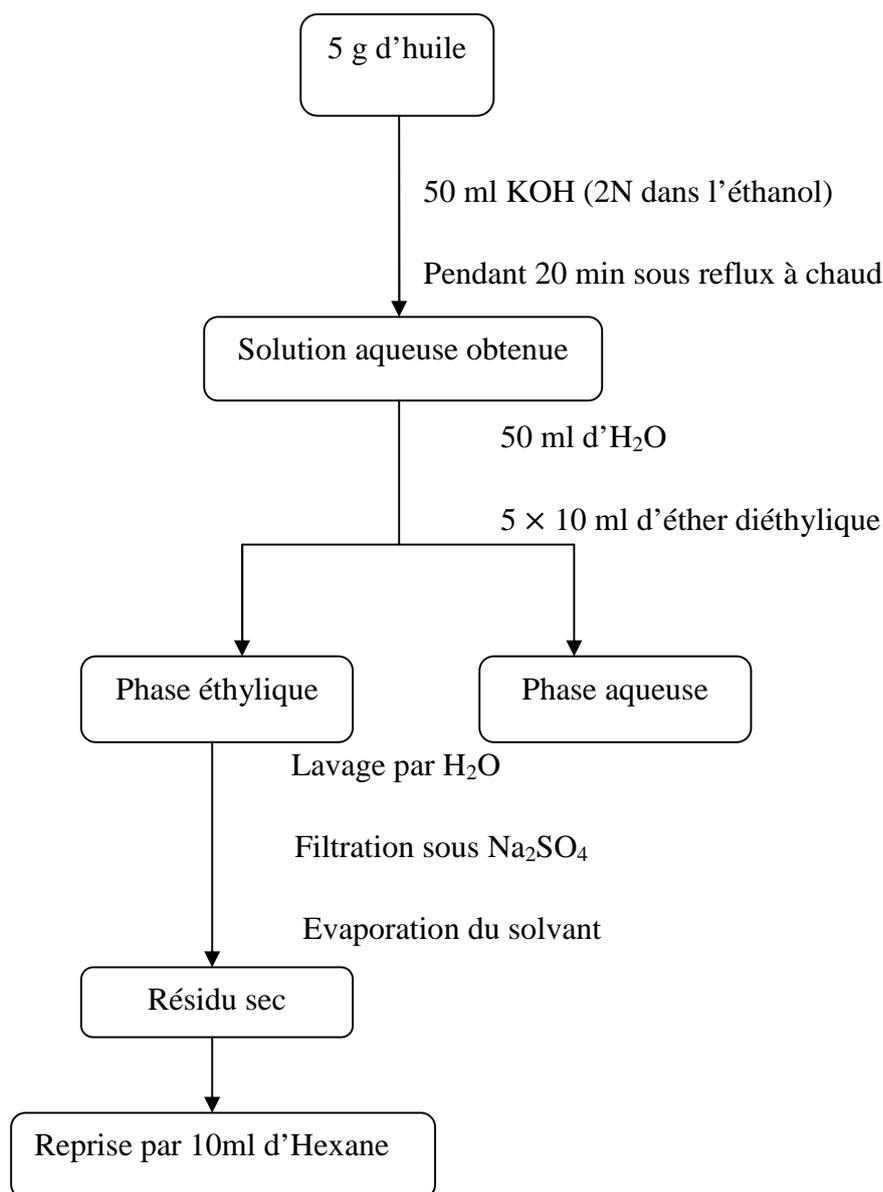


Figure III.5. Schéma d'extraction des insaponifiables

III.4.3.2.2. Dosage d' tocophérol

Les tocophérols sont des composés contenus dans les insaponifiables. Ils sont connus par leurs pouvoir antioxydant (**Drissi et al., 2004**). L' tocophérol est une forme de vitamine E qui est préférentiellement absorbée et accumulée par les humains (**Rigotti, 2007**).

Parmi les différentes méthodes d'analyse des tocophérols, l'HPLC est la plus recommandés (**Tan et al., 1989**).

L'identification est réalisée par HPLC de marque *Agilent* model *1260* muni d'un détecteur DAD, le principe est basé sur la comparaison de temps de rétention du pic de l' analyte dans l'échantillon d'huile de graine de figue de barbarie avec celui de l'étalon pur (**Rosset R., et al., 1991**).

Le principe de la méthode optimisée consiste à dissoudre 0,2 g d'huile dans 4ml d'hexane, la détection se fait par un HPLC /DAD.

➤ Préparation de la solution standard

10 mg de l'étalon sont dissous dans 50 ml d'hexane, partant de cette solution mère d'autre dilution ont été préparés pour tracer la courbe d'étalonnage. Après cette préparation, un volume de 20 µl sera prélevé de la solution puis injecté dans l'HPLC dans les conditions suivantes :

- La colonne en acier de longueur de 25 cm.
- Phase stationnaire C₁₈
- Phase mobile : (75 % méthanol ; 25% acétonitril)
- Débit : 1,5 ml / min
- Longueur d'onde : 292 nm
- Temps d'acquisition : 15 min

III.4.3.2.3. Extraction, dosage et identification des composés phénoliques

III.4.3.2.3.1. Extraction des composés phénoliques

L'extraction des composés phénoliques a été effectuée, selon le protocole d'**Owen et al. (2000)**. 2 g d'huile sont soumises à l'extraction trois fois à l'aide de 10 ml d'une solution de méthanol/eau (80/20), après avoir agité (2 min) et centrifugé (5 000 tpm pendant 30 min) à chaque extraction. Les extraits méthanoliques sont réunis et évaporés à l'aide d'un évaporateur rotatif à pression réduite, puis repris par 2 ml d'acétonitrile et extrait trois fois par

l'hexane (1ml). La fraction acétonitrile est séchée, le résidu sec est repris par 2 ml de méthanol. Cet extrait sert au dosage colorimétrique, à l'analyse chromatographique et à la détermination du pouvoir antioxydant des composés phénoliques.

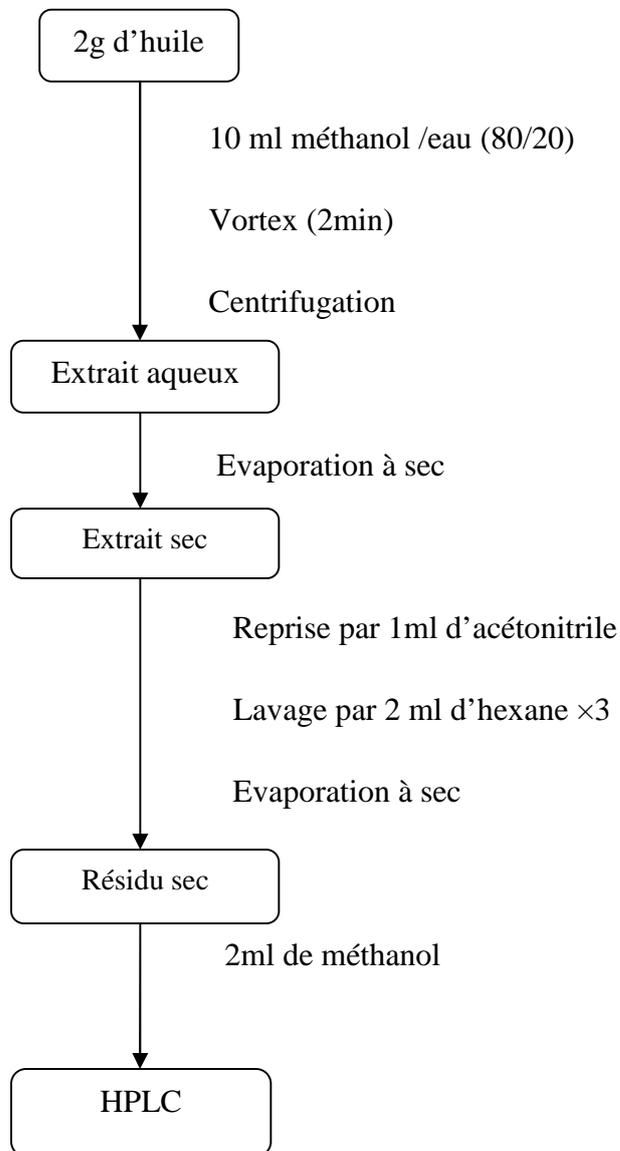


Figure III.6. Schéma d'extraction des composés phénoliques

III.4.3.2.3.2. Identification et quantification par HPLC/DAD

La séparation des composés phénoliques par HPLC a été réalisée par un appareil de marque *Agilent* model *1260* muni d'un détecteur DAD. La quantification a été effectuée par étalonnage externe en utilisant des standards. Les chromatogrammes ont été enregistrés et leurs traitements ont été exploités en utilisant le logiciel ChemStation (Agilent, Allemagne). Les composés phénoliques sont identifiés en comparant les pics trouvés à des étalons de références bien déterminés à partir de leurs longueurs d'onde et de leurs temps de rétention. Le pic de chaque molécule est intégré et sa surface est ainsi notée en tenant compte des solutions standard qui nous ont permis d'étalonner l'appareil HPLC. Les composés sélectionnés pour la calibration sont analysés à leurs longueur d'onde d'absorption maximale. Chaque gamme comporte différentes concentrations qui seront analysées en HPLC afin d'obtenir une droite de calibration.

L'analyse a été effectuée sous les conditions suivantes :

- Phase stationnaire C₁₈ (Longueur 15cm)
- Phase mobile : système binaire
A : Eau distillée à 2% d'acide acétique. B : méthanol.
- Programmation du gradient :
 - 0 min : 95 % (A) ; 5 % (B).
 - 15 min : 75 % (A) ; 25 % (B).
 - 20 min : 60 % (A) ; 40 % (B).
 - 24 min : 50 % (A) ; 50 % (B).
 - De 25 à 50 min 0 % (A) ; 100 % (B).
- Débit : 0,8 ml/min.
- Boucle d'injection : 20 µl.
- longueur d'onde = 280 nm.
- Détecteur : DAD.

III.4.3.2.3.3. Dosage spectrométrique des phénols totaux de la graine**➤ Principe:**

Les composés phénoliques réagissent avec le réactif de Folin-Ciocalteu's. Ce dernier est composé d'un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolibdique ($H_3PMO_{12}O_{40}$) qui se réduit. Lors de l'oxydation des polyphénols, en oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{23}). Cette réaction développe une coloration bleu qui est proportionnelle au taux des composés phénoliques oxydés (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

➤ Mode opératoire:

5µl d'extrait sont ajoutés à 1.7 ml de l'eau, ensuite 300 µl de réactif de Folin-Ciocalteu's dilué 10 fois ensuite 0.5 ml de $NaCO_3$ (20%) sont ajoutés à la solution après 3min. La solution est incubée dans le bain thermostat à 40C° pendant 30 min. Les observations sont mesurées à 760 nm par spectrophotomètre.

➤ Extraction:

L'extraction de polyphénols consiste à macérer à froid le tourteau (la poudre dégraissée) de l'échantillon à analyser dans une solution d'acétone aqueuse pendant 24 heures. L'acétone aqueuse et le méthanol aqueux, avec des proportions entre 70% et 50% (v/v), sont les solvants les plus utilisés pour l'extraction des polyphénols. L'acétone aqueuse est généralement plus efficace que le méthanol aqueux (**Yu et Dahlgren, 2005**).

➤ Expression des résultats

La teneur en polyphénols totaux, est déterminée à partir d'une équation de la régression linéaire déduite de la courbe d'étalonnage (voir Annexe 4) et exprimée en milligramme équivalent de catéchine par 100g de matière sèche

III.4.3.2.3.4. Pouvoir antioxydant: piégeage de radical libre DPPH de la graine

La présence de différents composés antioxydants dans les tissus de la plante rend difficile leurs quantification chacun séparé (**Djeridane et al., 2006**).

le radical stable (DPPH) ou diphenylicrylhydrazyl à été généralement utilisé pour la détermination d'une activité antioxydante primaire (**Wong et al., 2006**).

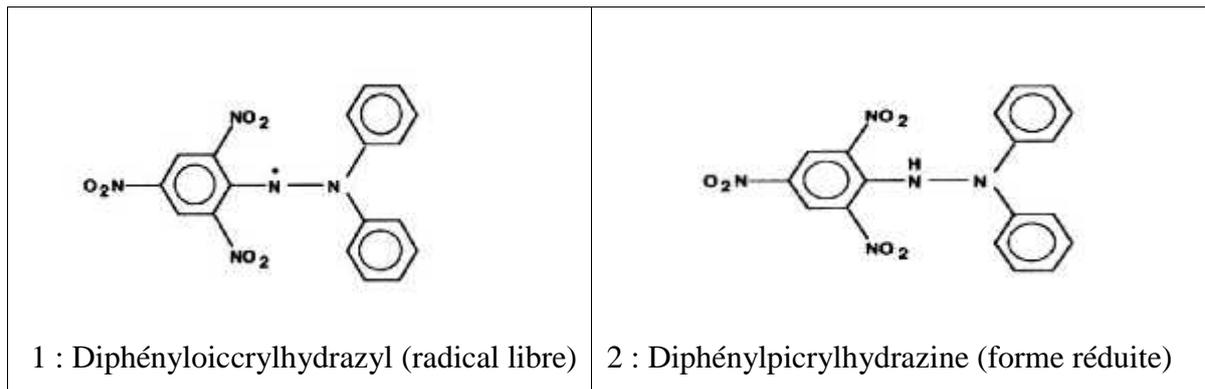


Figure III.7. Structure chimique du radical libre DPPH et sa forme réduite (**Sanchez-Moreno, 2002**).

L'évaluation de l'activité antioxydante de la poudre de graine de figue de barbarie, a été réalisée en utilisant la méthode de DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl) et ceci en adoptant le protocole décrit par **Benhammou et al. , (2009)**.

➤ Principe

Sous l'effet des antioxydants, le DPPH, est réduit en passant de sa couleur violette à la couleur jaune. Dont l'intensité de la couleur est inversement proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons (**Sanchez-Moreno, 2002**).

➤ Préparation de la solution DPPH

Une solution de DPPH est préparée en ajoutant 100 ml de méthanol à 4mg de poudre de DPPH sous agitation magnétique pendant une demi heure, mettre la préparation a l'abri de la lumière. La solution obtenue est de couleur violette : c'est le DPPH méthanolisé.

➤ Préparation de la solution mère

Introduire 10g de poudre de graine de figue de barbarie préalablement broyée et tamisée dans 100 ml de méthanol, bien mélanger au vortex, la solution obtenue à été filtrée avec du papier filtre «Wattman». La solution obtenue ainsi représente la solution mère (SM).

➤ Mode opératoire

Un volume de 1 ml de chaque dilution (différentes concentrations) est ajouté à 2ml de la solution méthanolique de DPPH fraîchement préparée. Après agitation par un vortex, les tubes ont été placés dans l'obscurité à la température ambiante pendant 30 minutes. Une mesure de l'absorbance à été effectuée à 517 nm. En parallèle, deux autres témoins sont

préparés. Un témoin négatif ce dernier est préparé en mélangeant 1ml du méthanol avec 2ml de la solution méthanolique de DPPH. Le témoin positif est représenté par une solution d'un antioxydant standard (3 mg /ml) d'acide ascorbique dont 1ml de différentes concentrations de ce dernier sont ajoutées à 2ml de la solution de DPPH dont l'absorbance à été mesuré dans les mêmes conditions déjà cités.

L'activité antioxydante, qui exprime la capacité de piéger le radical libre est estimée par le pourcentage de décoloration du DPPH.

➤ Expression des résultats

La concentration d'inhibition des radicaux libre (IC) exprimé en pourcentage est calculée selon la formule suivante :

$$IC\% = (Abs_{\text{contrôle}} - Abs_{\text{échantillon}}) / Abs_{\text{contrôle}} \times 100$$

Avec :

Abs_{contrôle} : Absorbance du contrôle (DPPH méthanolisé) ;

Abs_{échantillon}: Absorbance pour chaque dilution.

➤ Calcul des IC50

L'IC50 ou la concentration inhibitrice à 50 %, est la concentration de l'échantillon testé nécessaire pour réduire 50 % de radical DPPH (**Samarth et al. 2008**). Les IC50 sont déterminés graphiquement ou bien sont calculées par l'équation de régression linéaire des graphes tracés, à partir des pourcentages d'inhibition en fonction de différentes concentrations des fractions testées.

les résultats peuvent être aussi exprimés en puissance antiradicalaire (**Brand Willians et al. 1995**).

$$ARP = 1 / IC50$$

Avec :

ARP : Puissance antiradicalaire ;

IC50: Concentration de l'extrait nécessaire pour réduire à 50% la concentration initial du radical DPPH.

Partie A : Etude pulpe de figue de barbarie

IV.1. Etude morphologique du fruit de figue de barbarie

Le tableau suivant récapitule les différentes caractéristiques physiques du fruit de FB étudiée.

Tableau IV.1 : Caractéristiques physiques du fruit de figue de barbarie étudiée.

Caractéristiques physiques					
Epines	Forme	Couleur	Longueur (cm)	Diamètre (cm)	Poids (g)
Avec épines	Ovoïde	jaune- orange	6,5 – 7,5	6	85

Le fruit de figue de barbarie épineux, de couleur jaune orangé et de forme ovoïde présente une longueur de 7.5 cm, un diamètre de 6 cm et un poids de 85g.

IV.2. Résultats d'analyses physico-chimiques de la pulpe de la figue de barbarie

IV.2.1 La teneur en eau (humidité)

L'analyse effectuée pour la détermination de la teneur en eau de la pulpe étudiée à donnée les résultats représentés dans le tableau suivant :

Tableau IV.2 : La teneur en eau de la pulpe du fruit de figue de barbarie analysée

Echantillon	E1	E2	E3	M ± E
Valeurs (%)	90,03	89,96	90	89,99± 0,03

La valeur moyenne de la teneur en eau de la pulpe étudiée est de 89,99%. Ce résultat est similaire à celui rapporté par (Feugang, et al., 2006) qui est de l'ordre de 90% pour la figue de couleur rouge et 84% pour la figue de barbarie de couleur jaune orangé, et se présente supérieur par rapport aux résultats donner par (Maataouiet al., 2002) qui sont de l'ordre 84% et 85,5%.

La teneur en eau trouvée confirme l'état juteux du fruit d'*Opuntia ficus indica*, ce qui confère à la pulpe de celui-ci un pouvoir hydratant et rafraîchissant. Mais qui limite son aptitude à l'entreposage à la température ambiante.

IV.2.2. Le degré Brix

Les valeurs obtenues pour le ° Brix sont notées dans le tableau ci-dessous.

Tableau IV.3 : Le °Brix de la pulpe du fruit étudiée de figue de barbarie.

Echantillon	E1	E2	E3	M±E
Valeurs	11,98	12,2	12,2	12,12 ± 0,12

L'extrait sec soluble de la pulpe de figue de barbarie analysée est de 12,12° Brix, cette valeur rentant dans l'intervalle obtenue par (Stintzing et al.,2003) qui est de 10 à 17° Brix pour les fruits de couleur jaune orangé et de 10° Brix pour les fruits de couleur rouge. Une gamme de 11,90 à 16°Brix a été rapportée par (Felker et al.,2005) pour les variétés d'*Opuntia ficus indica* en provenance du Mexique et de l'Argentine. Pour l'*Opuntia ficus indica* égyptienne de couleur de fruit à peau jaune-orange la moyenne de degré Brix est de 14,67°Brix (Abd El Razek et Hassan 2011). Cette comparaison de nos résultats avec ceux d'autres pays rapportés dans la littérature présente des différences importantes dans le degré Brix, cela peut être dû au génotype et l'effet de l'environnement.

Par contre en le comparant aux valeurs obtenues pour la pulpe d'orange apportées par la littérature celle-ci est comprise entre 10,5 °Brix à 15°Brix cité par les normes AFNOR.

Cet indice permet d'avoir une idée sur les teneurs de la pulpe en composés solubles.

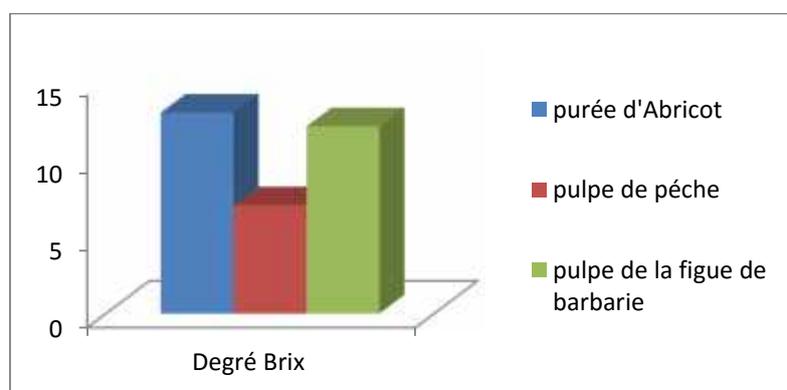


Figure IV.1. Comparaison de degré Brix de la pulpe de la figue de barbarie avec la purée d'abricot et la pulpe de pêche (MSDA, 2002).

IV.2.3. Taux de cendres

Le taux de cendre permet d'apprécier la teneur en minéraux. La détermination du taux de cendres de la pulpe étudiée a donné les résultats suivants :

Tableau IV.4 : Le taux de cendre de la pulpe du fruit de figue de barbarie analysée.

Echantillon	E1	E2	E3	M ± E
Valeurs (%)	0,28	0,3	0,29	0,29 ± 0,01

La teneur en cendre obtenue pour la pulpe étudiée est de $0,29 \pm 0,01$ %. Ce résultat concorde à celui décrit par (Piga, 2004) qui est de 0,3 % à 1%, et ceux de (DiazMedina et al., 2006) qui ont rapporté que les valeurs varient entre 0,3 % à 0,47%.

Ce taux est également similaire à celui d'autres fruits, comme la poire 0,3% et la framboise qui est de 0,34% (Lecerf, 2000).

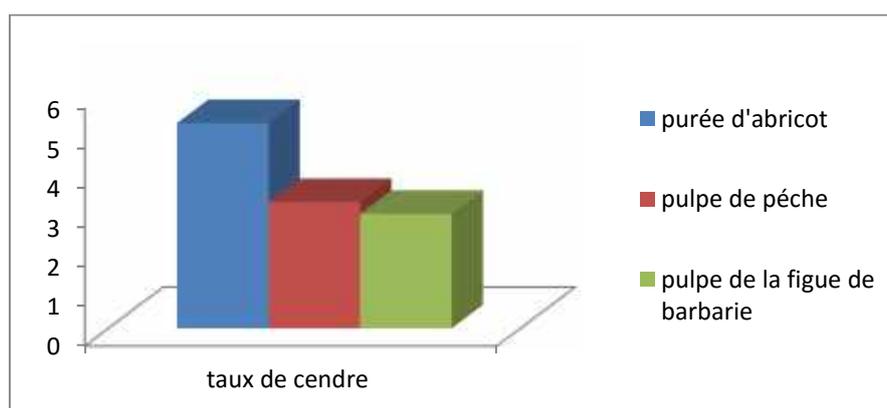


Figure IV.2. Comparaison du taux de cendre de la pulpe de la figue de barbarie analysée avec la purée d'abricot et la pulpe de pêche (MSDA, 2002).

IV.2.4. Le potentiel d'hydrogène (pH)

Les résultats obtenus pour la mesure de pH de la pulpe étudiée sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau IV.5 : Valeurs du pH de la pulpe du fruit de figue de barbarie étudiée.

Echantillon	E1	E2	E3	M ± E
Valeurs	5,69	5,97	6,19	5,95 ± 0,25

La valeur moyenne du pH mesuré pour notre pulpe est de $5,95 \pm 0,25$. Cette valeur est proche de celle déjà décrite dans la littérature (**Maataoui et al., 2002**) qui est de 5,9 pour la pulpe de la figue de barbarie de couleur jaune orangé. Dans la population mexicaine, les valeurs du pH varient de 6,4 à 7,1 (**Pimienta Barrios, 1994**). Dans les variétés d'*Opuntia ficus indica* originaires du Mexique et de l'Argentine, les valeurs de pH varient de 5,8 à 6,2 (**Felkeret al., 2005**). Ces différences de résultats peuvent être dues à l'effet environnemental. Chez les écotypes égyptiens à couleur de fruit jaune orangé, la valeur du pH était de 6,16 (**Abd El-Razek et Hassan 2011**).

Le pH de la pulpe de la figue de barbarie est relativement élevé comparé à celui d'autres pulpes de fruits tels que : l'orange, le citron et l'abricot (**Jerome et al., 1994**), il est proche de la neutralité, ce qui expose d'avantage la pulpe aux altérations microbiologiques (**Montana Camara et al., 1994**).

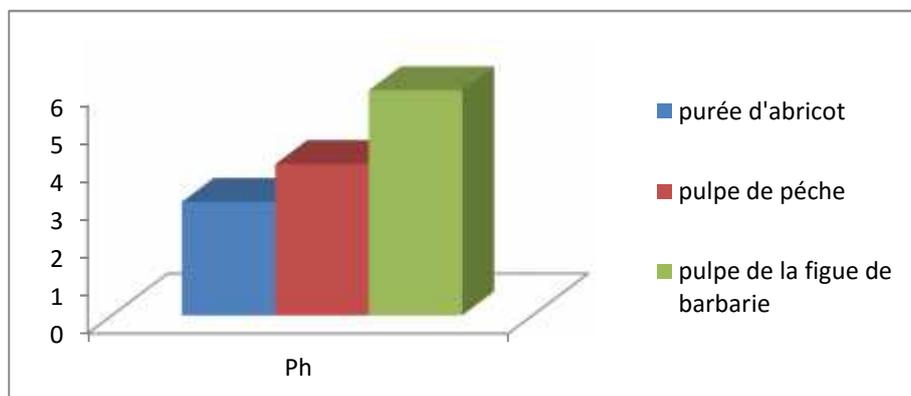


Figure IV.3 : Comparaison du pH de la pulpe de la figue de barbarie analysée avec la purée d'abricot et la pulpe de pêche (**MSDA, 2002**).

IV.2.5. L'acidité titrable :

La détermination de l'acidité titrable a donné les résultats représentés dans le tableau suivant :

Tableau IV.6 : L'acidité titrable de la pulpe du fruit de la figue de barbarie étudiée

Echantillon	E1	E2	E3	M ± E
Valeurs (%)	0,018	0,023	0,019	0,020 ± 0,002

L'acidité titrable moyenne de la pulpe analysée est de 0,020. Cette valeur est proche des résultats obtenus par **Maataoui et al., (2002)**, estimée de 0,022%. **Abd El Razek et Hassan**

(2011), ont trouvés 0,055% d'acidité titrable chez les fruits à couleur jaune-orange appartenant à l'espèce (*Opuntia ficus indica*) d'Egypt. **Gurrieri et al., (2000)**, ont trouvés 0,02% d'acidité titrable dans le jus de fruit à couleur rouge, jaune et blanche d'*Opuntia ficus indica* sicilienne. **Saenz (2000)**, a indiqué que l'acidité titrable variait de 0,01 à 0,18% chez les cultivars de fruits verts alors qu'elle variait de 0,03 à 0,04% chez les cultivars de fruits pourpres.

Du fait de sa faible acidité et de son pH élevé, la figue de barbarie est classée dans la catégorie des denrées alimentaires faiblement acide (pH > 4,5), ce qui lui confère l'aptitude à subir des traitements thermiques à haute température (dépassant 115°C) pour la valorisation industrielle (**Saenz et Sepulveda, 2001**).

IV .2.6. La densité relative :

La détermination de la densité relative de la pulpe du fruit de figue de barbarie a donné les résultats illustrés dans le tableau suivant :

Tableau IV.7: La densité relative de la pulpe du fruit de figue de barbarie étudiée.

Echantillon	E1	E2	E3	M ± E
Valeurs	0,88	0,82	0,76	0,82 ± 0,06

La valeur moyenne de la densité de la pulpe étudiée est de 0,82 cette valeur est relativement faible comparé à celle d'autres pulpes de fruits tels que, la purée de carottes qui est de 1,035 à 1,040 et la purée de pomme qui est de l'ordre de 1,045 -1,057 (**MSDA, 2002**).

Partie B : Huile de graines de figue de barbarie

IV.3.1. La teneur en matière grasse (Rendement)

La teneur en matière grasse est illustrée dans le tableau suivant :

Tableau IV.8: Rendement de l'huile extraite des graines de figue de barbarie.

	La teneur en matière grasse
Figue de barbarie	9,63% ± 0,11

L'huile extraite à partir des graines de figue de barbarie est une huile fluide, relativement inodore et avec une couleur allant du jaune foncé au verdâtre, cela est expliqué par la présence d'éléments chimiques comme les chlorophylles et les caroténoïdes.

Selon **AmeurSeddik et al.,(2009)**, la teneur en MG des graines des figues de barbarie qui ont été récoltées en fin de maturité sont plus riche en huile et leurs rendement est meilleur.

Notre huile présente un rendement d'extraction de 9,63%. Cette valeur s'aperçoit plus élevée aux travaux de **Barbera et al.,(1994)** qui ont trouvés des valeurs qui varient entre 7-8,5%. Ce même résultat se montre aussi meilleur par rapport au cultivar tunisien (Qayraoune), étudié par **Tlili et al., (2011)**, qui ont obtenus en moyenne 5,30% d'huile. Mais il reste adéquat par rapport au résultat estimé par **Boujanh, (2000)**, qui est de 9%.

Cette différence peut être due au mode d'extraction, au facteur génotypique, ou bien aux conditions pédoclimatiques.

IV.3.2. Le poids de mille graines

Tableau IV.9. Le poids de mille graines (PMG).

	Le poids de mille graines
Figue de barbarie	19.26% ± 0,33

Le poids de mille graines est égal à 19.26 %.

IV.4. Caractérisation de l'huile de graine de figue de barbarie

IV.4.1. Résultats des caractères physiques

La caractérisation physique du HGFB à donner les résultats suivants

Tableau IV.10 : Résultats de la caractérisation physique du HGFB étudiée

	Paramètres	M ± E
Paramètres Physiques	Densité d^{20}	0,921± 0,002
	Indice de réfraction n^{20}	1,4721 ±0,002
	Indice de couleur	L= 41,7 ± 0,01 a= - 2,9 ± 0,02 b= 17,5 ± 0,01 $h^*_{ab}=80,59^\circ$

IV.4.1.1. La densité

La densité est un critère physique qui permet de contrôler la pureté d'une huile extraite, elle a aussi un rapport directe avec la composition de l'huile.

La densité de HGFB étudiée est de 0,921, cette valeur est un peu élevée de celle rapportée par **ElMannoubi et al., (2009)** qui est de 0,904, et celle rapportée par **Ennouri et al., (2005)** qui est de 0,903. Mais elle est dans l'intervalle des densités de la plupart des huiles végétales, tels que le soja (0,921-0,924), le tournesol (0,920-0,925), (**Ollé, 2002**) et elle est un peu moins dense que l'huile de noix (0,924- 0,926), (**Ollé, 2002**) et un peu plus dense que l'huile d'olive (0,910- 0,916).

D'après les résultats notre échantillon est apparemment constitué de chaînes moyennes de carbone et riche en oxygène ce qui le rend plus dense que l'huile de graine de figue de barbarie étudiée par **El Mannoubi et Ennouri** pour une variété tunisienne.

IV.4.1.2. L'indice de réfraction

L'indice de réfraction est un paramètre physique qui décrit la déviation de la lumière dans un milieu, il dépend du nombre de molécules existantes sur le trajet de la lumière, c'est un critère important de pureté de l'huile et il est proportionnel au poids moléculaire des AG de l'huile. Il varie de façon intéressante selon le degré d'insaturation des lipides et peut nous donner une idée sur la prédominance d'un AG insaturé sur un autre dans l'huile (**Ollé, 2002**).

Pour cela, une étude des AG de cette huile par CPG permettra de vérifier ces résultats. L'indice de réfraction de notre HGFB est de 1,472 alors que **ELMannoubi et al., (2009)** apportent une valeur de 1,4710 et **Ennouri et al.,(2005)** une valeur de 1,4750. Ces résultats sont proches de ceux trouvés en bibliographie (**tableau IV.11**).

Tableau IV.11 : Indice de réfraction de quelques huiles végétales

L'huile végétale	Indice de réfraction n^{20}	Références
Huile d'arganier	1,4685	(Khaldi, 2007)
Huile de gland de chêne vert	1,466- 1,468	(Belarbi, 2003)
Huile de tournesol	1,474 – 1,476	(CCE, 1985)

Nous avons constaté que l'huile de graine de figuier de barbarie se rapproche par son indice de réfraction à toutes les huiles citée dans le tableau (IV.11).

IV.4.1.3. L'indice de couleur

La détermination de la couleur de l'HGFB à été réalisée par l'espace $L^*a^*b^*$, qui modélise les données, luminance et chrominance, de la vision humaine (**Yoon I., 2007**).

L'expression de ces résultats en termes de couleur a donné pour l'HGFB une couleur jaune verte, cette couleur verte due aux pigments de chlorophylle.

IV.4.2. Résultats des Caractères chimiques

La caractérisation chimique de HGFB (indices de graisses) à donnée les résultats suivants :

Tableau IV.12 : Résultats de la caractérisation chimique du HGFB étudiée

	Paramètres	M±E
Paramètres Chimiques	Indice d'acide (mg KOH/g CG)	1,53 ± 0,02
	Indice de saponification (mg KOH/g CG)	174 ± 0,03
	Indice d'iode (g I ₂ / 100g CG)	112 ± 0,02

IV.4.2.1. Indice d'acide

Le corps gras est l'un des composés le plus altérable, la présence d'eau ou d'air peut entraîner respectivement des phénomènes d'hydrolyses et d'oxydations (Ollé, 2002).

L'indice d'acide est un paramètre de qualité, une acidité libre très élevée rend l'huile brute très fragile à l'oxydation. L'acidité est le pourcentage d'acide gras exprimé en acide oleïque pour la majeure partie des corps gras. La connaissance d'indice d'acide d'une huile est considérée comme un bon moyen pour savoir son degré d'altération. La valeur de l'indice d'acide de HGFB étudiée est de 1,53 mg de KOH/ g de CG. C'est une valeur qui répond à la norme fixée par le **codex alimentarius** pour les graisses et huiles vierges qui sont de 4 mg de KOH/g de CG.

Un faible taux d'acidité contribue à donner à l'huile une plus grande stabilité 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 codex alimentarius) pour supporter une longue conservation sans détérioration (Onyeike et al., 2002).

Le type de sols a une influence sur l'augmentation ou la diminution de l'indice d'acide, les sols légers et sablonneux-limoneux ayant des pH légèrement acide (5,1 – 6,7) affectent l'indice d'acide des huiles des végétaux poussant sur ces sols (Nerd et al., 1991).

IV.4.2.2. Coefficient d'extinction spécifique (absorbance spécifique dans l'UV)

L'extinction spécifique d'une huile reflète l'oxydation de cette dernière et permet d'estimer sa qualité. Cette méthode est basée sur la mesure d'absorbance en ultraviolet par spectrophotométrie entre 232 et 270 nm due à la formation d'hydroperoxydes et/ou de leurs dérivés cétoniques avec un maximum d'absorption au voisinage de 270 nm.

Cette analyse spectrophotométrique en ultraviolet permet de nous fournir des indications sur la qualité, l'état de conservation des huiles et sur les modifications subies du fait des processus technologiques qui lui sont appliqués.

L'extinction spécifique de notre HGFB est de $1,7 \times 10^{-3}$, et l'absorbance à 232 nm égale à 0,178. Ces résultats n'excèdent pas les limites fixées par le **conseil oléicole international, (2011)**, pour les huiles d'olives vierges qui sont respectivement inférieur ou égale à 0,25 pour l'absorbance à 270, et 2,60 pour l'absorbance à 232.

IV.4.2.3. Indice de saponification

L'indice de saponification nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée des acides gras. Les valeurs de l'indice de saponification sont 174mg de KOH /g de CG pour HGFB étudiée. Elle est comparable à l'huile de colza avec des valeurs comprises entre 170 et 175. Mais inférieur aux IS des huiles d'olives vierges(184-196). Cette différence révèle que HGFB contient des chaînes carbonées plus longues en moyenne que celles de ces deux types d'huile.

L'indice de saponification de notre huile est légèrement supérieure à celui des huiles et largement inférieur à celui des corps gras et graisses.

Les Indices de saponification des principaux corps gras sont présentés dans le tableau qui suit :

Tableau IV.13 : Indice de saponification des principaux corps gras

Corps gras	Indice de saponification	Références
Graisse de palme	195 – 205	(ISO NF 3657, 2003)
Huile d'arachide	189 – 196	
Huile d'olive	185 – 196	
Beurre	215 – 566	
Huile de tournesol	188 – 193	
Huile de soja	188 – 195	

❖ Indice d'ester

L'indice d'ester d'un lipide est la masse de potasse (KOH) exprimée en mg nécessaire pour saponifier les acides gras estérifiés contenus dans 1 g de MG.

Il est égal à l'indice de saponification pour les glycérides pures et il permet de déterminer la masse molaire des glycérides.

Cet indice n'est pas mesuré, il est calculé.

$$IE = IS - IA$$

L'indice d'ester de notre HGFB est de 172,47mg de KOH / 1g de MG.

IV.4.2.4. 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. L'indice d'iode de notre huile étudiée est de 112 g de I₂ / 100 g d'huile, cette valeur est un peu plus élevée comparant à celle donnée par **Ennouri** et **ElMannoubi** avec des grandeurs de l'ordre de 110 g I₂ / 100 g de CG pour le même type d'huile. Mais elle reste comparable aux valeurs standards des huiles de maïs et de coton (103-128 pour le maïs et 103-115 pour le coton).

Quelques valeurs d'indice d'iode de différentes huiles représentées dans le tableau ci-dessous.

Tableau IV.14 : Valeurs des indices d'iode de différentes huiles végétales

Huile	Indice d'iode
Olive	75 - 94
Tournesol	120 - 134
Argan	99 - 102
Arachide	85 - 108
Soja	125 - 138

Il est raisonnable de dire qu'une huile possédant un indice d'iode autour de 85 serait moyennement riche en acides gras insaturés ce qui reste à confirmer par CPG.

IV.4.3. Résultats d'Analyses chromatographiques

IV.4.3.1. Etude de la fraction saponifiable

IV.4.3.1.1. La teneur en acide gras par CPG

L'identification de la composition en AG de notre huile analysée a été réalisée par CPG. Les résultats présentés dans le tableau (IV.15) et ceux figurant dans les profils chromatographiques (Annexe 1)

Tableau IV.15: Résultats d'acide gras de notre huile analysée par CPG

RT (min)	Surface du pic	Concentration (%)	Nom d'acide gras
4.661	68	0,0797	C14:0
5.613	9971	11,668	C16:0
5.889	850	0,9946	C16:1
7.306	2720	3,1831	C18:0
7.692	17408	20,3699	C18:1
8.489	53525	62,6335	C18:2
9.519	213	0,2495	C18:3
10.292	241	0,2819	C20:0
10.9	461	0,5398	C20:1
	85457	100 %	N=9
Σ AG Saturés = 15.2127 % Σ AG mono-insaturés = 21 .9043 % Σ AG Poly-insaturés = 62.883 %			

D'après les résultats l'huile de graine de figue de barbarie présente une teneur maximale d'acide linoléique (C18:2) avec un pourcentage de 62,63%, en deuxième position, on trouve l'acide oléique (C18:1) avec un pourcentage assez important qui est de 20,3699 %, puis

l'acide palmitique (C16:0) avec 11,66% , l'acide stéarique C18 :0 avec 3,18% , et enfin l'acide palmitoleique (C16:1) avec un faible pourcentage qui est de 1% . Ainsi la présence des traces de l'acide myristique (C14 :0), l'acide linoléique (C18 :2), l'acide arachidique (C20 :0), l'acide gadoleique(C20 :1). Ces résultats sont très proches à ceux trouvés en bibliographie (**Tableau IV.16**).

Tableau IV.16 : Composition en acide gras des huiles des graines des figues de barbarie (**Arba, 2000**)

Acide gras	Proportion (%)
Acide laurique (C12 :0)	0,11
Acide myristique (C14 :0)	0,22
Acide palmitique (C16 :0)	13,83
Acide palmitoleique(C16 :1)	0,91
Acide margarique(C17 :0)	0,03
Acide heptadecenoïque(C17 :1)	0,04
Acide stéarique (C18 :0)	3,16
Acide oléique (C18 :1)	19,77
Acide linoléique (C18 :2)	60,61
Acide linoléique (C18 :3)	0,74
Acide arachidique (C20 :0)	0,34
Acide gadoleique (C20 :1)	0,24
Acides saturés	17,69
Acides insaturés	82,31

L'HGFB appartient à la catégorie des huiles polyinsaturées comme la plupart des huiles végétales. Sa composition chimique est composée du point de vue acides gras, majoritairement d'acide linoléique et d'acide oléique, et elle présente ainsi par sa composition une grande similitude avec l'huile de maïs. Par contre sa particularité réside dans sa richesse en matière insaponifiable (stérols et tocophérols) (**Helmuth G.Z., et al., 1997**).

Comme elle est riche en AG insaturés, donc elle constitue une bonne source alternative pour les acides gras essentiels comparés à d'autres huiles végétales comme l'huile d'olive et l'huile de colza.

L'une des particularités de l'échantillon sélectionnée dans ce travail sur l'huile de figue de barbarie, est la présence de traces de l'acide myristique qui ne s'accorde pas avec les résultats de **Ennouri et al., (2005)** et **Ramadan et Morsel (2003)**, qui ont montrés l'absence de cet acide dans l'huile de figue de barbarie de Tunisie. Ceci pourrait constituer une caractéristique particulière de l'huile de figue de barbarie d'Algérie.

IV.4.3.2. Etude de la fraction insaponifiable

IV.4.3.2.1. Dosage de la fraction insaponifiable

La teneur de l'insaponifiable est de 1,87 %. Cette valeur est proche à celle estimée par **Ramadan et Morsel (2003)** qui est de 2,01%, mais elle reste importante par rapport à celle de l'huile d'olive et de la plupart des huiles végétales (entre 0,2 et 1%), même pour l'huile d'argan qui est de 0,46 à 1,71 % (**Kouidri, 2008**). Par contre l'huile des pépins de raisin présente un taux plutôt élevé qui est de 3,7% estimé par **Karleskind A., et al., (1990)**. Malgré sa faible teneur en huile, la fraction insaponifiable revêt une importance capitale à cause des composés nobles (tocophérols, stérols et composés phénoliques) qu'elle contient (**Rahmani, 2007**).

IV.4.3.2.2. Dosage d' tocophérol

Les tocophérols sont des antioxydants naturels, rencontrés dans les huiles végétales sous quatre formes, l' -tocophérol, le -tocophérol, le -tocophérol et le -tocophérol. Si l' -tocophérol (vitamine E) a la plus grande activité biologique (vitaminique), le -tocophérol a le pouvoir antioxydant le plus élevé.

Le suivi de l'étude a été effectué par une méthode optimisée sur HPLC. L'étalonnage a été effectué avec une solution étalon d' -tocophérol. Les chromatogrammes obtenus sont présentés dans l'Annexe 2. Les résultats de l'analyse, nous ont permis l'obtention d'une courbe de calibration avec un coefficient de régression égale à 0,966.

A partir de cette courbe, la concentration de l'alpha tocophérol a été déduite et qui est égale à 42mg/100g.

Cette concentration se révèle très faible et identique à la conclusion tirée par **El Kharassi et al., (2014)** sur l'huile extraite des graines de cactus et qui ont trouvés une valeur total en Vitamine E égale à 117,58 mg/100g avec les deux composés majoritaires de tocophérol en composition équilibrée entre le -tocophérol 36.89% et la -tocophérol

58.06%, alors que les autres tocophérols, l' - et le tocophérols, sont en faible quantité à environ moins de 6%.

Cette valeur est similaire à celle trouvée chez l'huile d'olive avec une teneur de 115,78 mg/100g.

En conclusion on peut dire que l'huile de graines de figue de barbarie possède une activité vitaminique E.

IV.4.3.2.3. Dosage et identification des composés phénoliques

IV.4.3.2.3.1. Identification et quantification par HPLC/DAD

Nous avons analysé la composition en polyphénols de l'huile de graines de figue de barbarie par HPLC. Cette analyse nous a permis d'identifier et quantifier un acide hydroxybenzoïques qui est l'acide gallique contenu dans notre huile. L'analyse est réalisée par un appareil *Agilent 1200* en adoptant une méthode optimisée.

L'enregistrement des chromatogrammes est réalisé a une longueur d'onde = 280 nm, leur traitement est exploité en utilisant le logiciel Chem Station (*Agilent*, Allemagne).Les chromatogrammes illustrant les pics correspondant aux différents composés phénoliques de l'huile et le standard sont illustrés dans les figures (Annexe 3).

A partir de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique, nous avons déterminé la concentration de ce composé phénolique dans l'huile. Cette valeur vaut 0.15mg/100g d'huile.

Toutes les parties de la plante de cactus sont riches en différents membres de la famille des composés phénoliques tels que les flavonoïdes et les acides phénoliques.

L'acide gallique, en grande partie trouvé dans les fleurs de cactus, avec une teneur respective de 4.9mg/100g de matière sèche (**De Leo et al., 2010, Ahmed et al., 2005, Clark et al., 1980**), une quantité plus importante que celle trouvée dans notre huile.

IV.4.3.2.3.2. Dosage spectrométrique des phénols totaux dans la graine

Le dosage des polyphénols totaux nous donne une estimation globale de la teneur en différentes classes des composés phénoliques

Après extrapolation des résultats de la DO sur la courbe d'étalonnage, la teneur en composés phénoliques totaux dans notre échantillon est estimé à 264 mg d'EAC/100 g d'MS, d'après le tableau (IV.17), on constate que notre graine est une faible source de polyphénols par rapport aux graines d'arganier.

Tableau IV.17 : Taux de polyphénols au niveau de quelques graines végétales.

La Graine	Taux de polyphénols En mg/100 de MS	Références
Arganiaspinosa	379	Khaldi, 2007
Graine de figue de barbarie	264	Travail personnel

Selon, **Macheixet ses collaborateurs(1990)**, la concentration des polyphénols varie d'une espèce à une autre durant le stockage par les différentes voies de brunissement.

II.4.3.2.3. Pouvoir antioxydant piégeage de radical libre DPPH de la graine

Pour évaluer le pouvoir antioxydant de la graine de figue de barbarie et de l'acide ascorbique (vit C), nous avons utilisé la méthode de DPPH. Ce radical libre présente une coloration violette, lorsque il est piégé par des substances antioxydantes la forme réduite confère à la solution une coloration jaune, le virage de cette coloration et l'intensité de la décoloration de la solution dépend de la nature, la concentration et la puissance de la substance antiradicalaire.

Tableau IV.18 : IC₅₀ et puissance antiradicalaire (ARP) de graines de figuier de barbarie comparé à un antioxydant standard (Acide ascorbique).

	Graine de figue de barbarie	Acide ascorbique
IC 50(mg / ml)	0,77	0,10
ARP	1,3	10

L'activité antioxydante de la graine de figue de barbarie cultivée dans la région d'Ouled Moussa wilaya de Boumerdes a été évaluée par la méthode de réduction de DPPH en le comparant par l'acide ascorbique comme antioxydant de référence, malgré que l'utilisation d'une seule méthode ne puisse donner qu'une suggestion réduite de l'activité antioxydante, Cette méthode est simple mais fortement sensible et plus utilisée. Dans la présente étude, la graine de figue de barbarie et la vitamine C ont pu réduire le radical libre DPPH. Les valeurs de IC 50 sont calculées, en vue de déterminer les concentrations qui réduisent 50% des radicaux libres. Cet échantillon a montré une bonne capacité antioxydante. L'IC 50 (0,77 mg/ml) attribué à la GFB a été capable de réduire le radicale stable DPPH

traduit par le changement de couleur de violet au jaune. L'activité antioxydante de notre échantillon est peut être due soit aux composés phénoliques constituées de 48 à 89 mg /100 g d'acides phénoliques totaux, 12,6 à 23,4 mg /100g de sinapoyl-diglucoside et de 1,5 à 2,6mg /100gde flavonoïdes totaux qui sont connus pour être d'excellents antioxydants naturels. **(Chougui et al., 2013)**. Ou bien à la vitamine E qui est d'une teneur de 106 mg/100g de tissu **(Ramadan et al.,2003)**.

L'Opuntia ficus indica et les produits qui en sont dérivés, notamment la pulpe et l'huile extraite de ses graines et les tourteaux de son fruit, ne sont pas valorisés comme ils devraient l'être en Algérie.

C'est dans ce contexte, que nous nous sommes intéressés à l'étude de cette espèce qui est présent sur tout le pourtour du bassin méditerranéen, en essayant d'apporter une contribution à l'étude physico-chimique de la pulpe de ses fruits, l'extraction d'huile de ses graines et éventuellement déterminer ses indices physicochimiques.

L'analyse des paramètres physico-chimiques de la pulpe de la figue de barbarie étudiée montre que cette dernière est globalement, très riche en eau avec un taux d'humidité de 89.99 % en moyenne, et présente un pH moins acide 5.95, une acidité relativement faible de 0.02%.

L'huile de cactus extraite par soxhlet est de couleur verdâtre. Les propriétés physico-chimiques ont montré que l'huile est conforme aux normes. Ces résultats obtenus confirment la qualité nutritionnelle de l'huile de figuier de barbarie, elle s'avère une source majeure d'acides gras essentiels (C18 :2 et C18 :3). De ce fait, elle pourrait offrir des possibilités d'exploitation dans le domaine nutritionnel et thérapeutique.

L'huile étudiée est une bonne source d'énergie vue qu'elle est majoritairement composée d'acides gras à moyenne chaîne (C18) et présente beaucoup de similarités physico-chimiques avec des huiles alimentaires, mais elle est beaucoup plus riche en insaponifiable.

Les résultats obtenus par CPG et HPLC ont montré que l'huile de graine de cactus présente une particularité en possédant des traces d'acide gras myristique (C14) comparant avec des variétés d'autres pays. Elle contient également des quantités d' tocophérol et d'acide gallique (composés phénoliques). Cette composition particulière lui confèrerait, des propriétés bénéfiques se traduisant par des effets antioxydants.

Les dosages d'antioxydants ont révélé la richesse de la graine en polyphénols totaux. Par conséquent, l'extrait méthanolique de la graine a montré une activité intéressante à piéger le radical DPPH.

Malgré ces divers usages, *l'Opuntia ficus-indica* reste insuffisamment mal exploité. Il renferme des potentialités jusqu'à aujourd'hui reste inconnues et dont la mise a jour pourrait donner à cette arbre un nouvel essor dans son contexte.

Perspectives d'avenir:

- La mise sur le marché Algérien des jus frais et confitures de figues de barbarie, révolutionnera complètement l'industrie agroalimentaire, en matière de fourniture des pulpes et purées.
- Il serait intéressant de développer des axes de recherche allant dans le sens de valoriser cette culture.
- Développer le séchage de la pulpe par atomisation et d'en réaliser des mixes pour différentes utilisations alimentaire (jus, aromes, glaces et sorbets)

En ce qui concerne l'extraction de l'huile a partir des graines de figue de barbarie, il est intéressant de faire des études comparatives sur d'autres cultivars (inermes et épineuse) en jouant sur les dates de récoltes, type de sol, méthodes d'extractions.

- Il existe d'autres paramètres qui auraient dû être analysés tels les pigments de l'huile. Entreprendre une étude moléculaire sur l'influence de la variabilité génotypique sur la composition chimique de notre huile et d'approfondir les études sur la pulpe qui pourra servir d'une base juteuse, parfumée et sucrée pour l'industrie agroalimentaire, notamment dans la réalisation de confitures, de jus et de sorbets.

Même une analyse organoleptique mérite d'être conduite sur notre huile. Il serait aussi intéressant de valoriser d'autres produits du figuier de barbarie notamment la fleur, le tourteau et les raquettes.

- En parallèle, nous souhaiterions identifier de nouvelles molécules telles que des polyphénols provenant de différentes parties de la plante d'espèces étudiées grâce aux dosages par GC-SM et par HPLC-SM. D'autres molécules comme les phytostérols méritent que l'on approfondisse les études sur leurs effets dans le cadre des maladies neurodégénératives.

A

Abd El-Razek F.H., Hassan A.A., (2011). Nutritional Value and Hypoglycemic Effect of Prickly Cactus Pear (*Opuntia Ficus-Indica*) Fruit Juice in Alloxan-Induced Diabetic Rats. Aust. J. Basic Appl. Sci. 5: 356-377.

AFNOR (1986). Jus de fruits et légumes: spécification et méthodes d'analyse. 2^{ème} éd, Tour Europe, Paris, 155 p.**Ahmed M.S., Tanbouly N.D.E., Islam W.T., Sleem A.A., Senousy A.S.E., (2005).** Anti inflammatory flavonoids from *Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) Haw. flowers growing in Egypt. Phytother. Res. 19: 807–809.

Ahmed M.S., Tanbouly N.D.E., Islam W.T., Sleem A.A., Senousy A.S.E., (2005). Antiinflammatory flavonoids from *Opuntia dillenii* (Ker-Gawl) Haw. Flowers growing in Egypt. Phytother. Res. 19: 807-809.

Ali Berraaouan, Ziyat Abderrahim, Mekhfi Hassane, Legssyer Abdelkhaleq, Aziz Mohammed, Bnouham Mohamed. (2015). Evaluation of protective effect of cactus pear seed oil (*Opuntia ficus-indica* L. MILL.) against alloxan-induced diabetes in mice. Asian Pacific Journal of Tropical Medicine. 8(7): 532–537.

Ameur Seddik A., Legseir B., (2009). Valorization des graines de figuier de barbarie *Opuntia ficus-indica*. Congrès International sur la santé et l'agro-alimentaire (Alger, 02 et 03 Décembre 2009).

Arba M., (2000). Les *Opuntias* à fruits comestibles dans certaines régions du Maroc. Actes II^{ème} journée National. Culture de cactus. El kelaa des Sraghna. Maroc.

Arba M., (2000). Techniques de valorisation industrielle des figues de barbarie. In : Le cactus (*Opuntia* à fruit comestible) appelé communément figuier de barbarie. Acte de la deuxième journée nationale sur la culture du cactus. El Kalaa des Sraghna. Maroc: 8-14.

Arba M., (2009). Le cactus, *Opuntia*, une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc. « Symposium International « Agriculture durable en région Méditerranéenne (AGDUMED) », Rabat, Maroc, 14-16 mai 2009.

Askar A., & El-Samahy S.K., (1981). Chemical composition of prickly pear fruits. *Deutsche Lebensm.-Rund* 77:279–281.

Audigie C-L., Figarella J., Zonzain F., (1978). Manipulation biochimique. Dion (Ed). Paris, 247p.

B

Barbera et al., (1992). In: **Mulas, M. & Mulas, G. 2004.** Potentialités d'utilisation stratégique des plantes des genres *Atriplex* et *Opuntia* dans la lutte contre la désertification. Université des études de Sassari. Groupe de recherche sur la désertification. Short and Medium -Term Priority Environmental Action Program (SMAP), 112 p.

Barbara G., Inglesse P., La Mantia T., (1994). *Sci.Horti.*,1994,58(1-2),161-165.

Belarbi M., (2003). Etude des composés nutritionnels et antinutritionnels des glands de chêne et de l'efficacité nutritionnelle de leurs protéines chez les rats Wistar en croissance. Thèse de Doctorat. Université de Tlemcen.

Benhammou N., F.A. Bekkara and T.K. Panovska. (2009). Antioxidant activity of methanolic extracts and some bioactive compounds of *Atriplex halimus*. *C.R. Chimie.*, 12: 1259-1266. Benzie, I.F.F and J.J. Strain. 1999.

Bensadón S., Hervert-Hernández D., Sáyago-Ayerdi S.G., Goñi I., (2010). By-Products of *Opuntia ficus-indica* as a Source of Antioxidant Dietary Fiber. *Plant Food Hum. Nutr.* 65, 210–216.

Bensalem H., Nefzaoui A., & Bensalem L., (2002). Supplementation of *Acacia cyanophylla* Lindl foliage-based diets with barley or shrubs from arid areas (*Opuntia ficus indica* f. *inermis*) and *Atriplex nummularia* L.) on growth and digestibility in lambs. *Animal Feed Sciences and Technology*, 96: 15-30.

Brand-Williams M., Cuvelier M.E., Berset C., (1995). Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *Lebensm-Wiss U-Technol.*, 28, 25-30.

C

Clark W.D., Brown G.K., Mays R.L., (1980). Flower flavonoids of *Opuntia* subgenus *Cylindropuntia*. *Phytochemistry* 1980, 19, 2042–2043.

Cardador-Martínez A., Jiménez-Martínez C., & Sandoval G., (2011). Revalorization of cactus pear (*Opuntia* spp.) wastes as a source of antioxidants. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 31, 782–788.

Cayuela J.A., Rada M., del Carmen Pérez-Camino M., Benaissa M., Abdelaziz E., Guinda Á., (2008). Characterization of artisanally and semiautomatically extracted argan oils from Morocco. *Eur. J.Lipid Sci.Technol.* 110, 1159–116.

CCE. (1985). Directive 85/572/CEE du conseil du 19 Décembre 1985 fixant la liste des stimulants à utiliser pour vérifier la migration des constituants des matériaux et objets en matière plastique destinée à entrer en contact avec les denrées alimentaires.

Chougui N., Tamendjari A., Hamidj W., Hallal S., Barras A., Richard T., Larbat R., (2013). Oil composition and characterisation of phenolic compound of *Opuntia ficus-indica* seeds. *Food Chem.*, 139, 796–803.

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

Conseil Oléicole International (2011). Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux l'huiles de grignons d'olive. T. 15/NC n° 3/Rév. 6.

D

De Cortazar V. G., Noble P. S. J., (1992). *Am. Soc. Hor. Sci*, pp, 117.

Références bibliographiques

De Leo M., Abreu M.B.D., Pawlowska A.M., Cioni, P.L., Braca A., (2010). Profiling the chemical content of *Opuntia ficus-indica* flowers by HPLC–PDA-ESI-MS and GC/EIMS analyses. *Phytochem. Lett.* 3, 48–52.

Diaz Medina E.M., Rodriguez E.M., & Diaz Romero C., (2006). Chemical characterization of *opuntia dillenii* and *opuntia ficys indica* fruits. *Chemistry.* 103, pp : 38-45.

Djeridan A., Yousfi M., Nedjmi D., Boutassouna D., Stoker P., Vidal N., (2006). Antioxidant activity of some medical plants extracts containing phenolic compounds *foods chemistry; 97; 654-660.*

Dominguez, L.A., 1995. *Food Sci. Technol. Int.* pp 65-74.

Drissi A., Girona J., Cherki M., Godas G., Derouiche A., Elmessal M., Saile R., Kettani A., Sola R. Masanal. And Adlouni A., (2004). Evidence of hypolipemiant and antioxidant properties of argan oil derived from the argan tree (*Arganiaspinosa*). *Clin.Nutr*, Vol 23, Pp1159 -1166.

E

El Hachimi F., El Antari A., Boujnah M., Bendrisse A., Alfaiz C., (2015). Comparaison des huiles des graines et de la teneur en acides gras de différentes populations marocaines de jujubier, de grenadier et de figuier de barbarie. pp 1497.

El Kharrassi, Y., Mohammad Samadi, Tatiana Lopez, Riad El Kebbaj, Pierre Andreoletti, Hammam I., El Hajj., Joseph Vamecq, Khadija Moustaid, Norbert Latruffe, M’Hammed Saïd El Kebbaj, David Masson, Gérard Lizard, Boubker Nasser and Mustapha Cherkaoui-Malki. (2014). Biological activities of Schottenol and Spinasterol, two natural phytosterols present in argan oil and in cactus pear seed oil. *Biochemical and Biophysical Research Communication.* 446 (3) 798–804.

El Kossori R.L., Villaume C., El Boustani E., Sauvaire Y., Méjean L., (1998). Composition of pulp, and seeds of prickly pear fruit (*Opuntia ficus indica*). *Plant Foods for human nutrition*, vol.52, n3, pp.263-270.

El Mannoubi .Barrek S., Skanji T., Casabinca H., Zarrouki H., (2009). Characterization of *opuntia ficus indica* seed oil from Tunisia. Chemistry of natural compounds, vol 45, n.5, pp, 616-620.

El-Mostafa K., El Kharrassi Y., Badreddine A., Andreoletti P., Vamecq J., El Kebbaj M.S., Latruffe N., Lizard G., Nasser B., Cherkaoui-Malki M., (2014). Nopal cactus (*Opuntia ficus-indica*) as a source of bioactive compounds for nutrition, health and disease. Molecules. 19, 14879-14901.

Ennouri M., Evelyne B., Laurence M., Hamadi A., (2005). Fatty acid composition and rheological behavior of prickly pear seed oils/ Food chemistry 93 pp 431-437.

Ennouri M., Fetoui H., Bourret E., Zeghal N., & Attia H., (2006). Evaluation of some biological parameters of *Opuntia ficus indica*: 1. Influence of a seed oil supplemented diet on rats. Bioresource Technology. 97,1382–1386.

Ennouri M., Fetoui H., Bourret E., Zeghal N., Guermazi F. & Attia H., (2006). Evaluation of some biological parameters of *Opuntia ficus indica*: 1. Influence of seed supplemented diet on rats. Bioresource Technology.97, 2136–2140.

Ennouri M., Fetoui H., Hammami M., Bourret E., Attia H., Zeghal N., (2007). Effects of diet supplementation with cactus pear seeds and oil on serum and liver lipid parameters in rats. Food Chemistry 101, 248–253.

Erre P., Chessa I., Nieddu G., & Jones P.G., (2009). Diversity and spatial distribution of *Opuntia* spp. In the Mediterranean Basin. Journal of Arid Environments, 73: 1058-1066.

F

Fernández-López J.A., Almela L., Obón J.M., Castellar R., (2010). Determination of Antioxidant Constituents in Cactus Pear Fruits. Plant Food Hum. Nutr. 65, 253–259.

Feugang J. M., Konarski P., Zou D., Stintzing F. C. & Zou C., (2006). Nutritional and medicinal use of cactus pear (*opuntia spp*) cladodes and fruits. Frontiers in Bioscience 11, pp:2574-2589.

Felker P., del C. Rodriguez S., Casoliba R.M., Filippini R., Medina D., Zapata R., (2005). Comparison of *Opuntia ficus indica* varieties of Mexican and Argentine origin for fruit yield and quality in Argentina. *J. Arid Environ.* 60, 405-422.

Filip S., Hribar J., Vidrih R., (2011). Influence of natural antioxidants on the formation of trans-fatty-acid isomers during heat treatment of sunflower oil. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 113, 224–230.

G

Gachot H., (1955). *Mannuel du jus de fruit.* Edition heitez.P-H,Strasbourg.

Galati E.M., Mondello M.R., Monforte M.T., Galluzzo M., Miceli N., Tripodo M.M. (2003). Effect of *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. cladodes in the wound-healing process. *J. Prof. Assoc. Cactus Dev.* 5, 1–16.

Gharby S., Harhar H., Bouzoubaa Z., Asdadi A., El Yadini. A., Charrouf Z., (2015). Chemical characterization and oxidative stability of seeds and oil of sesame grown in Morocco. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences.* Article in Press.

Gharby S., Harhar H., El Monfalouti H., Kartah B., Aziza H., Charrouf Z., (2011). Chemical and sensory analysis of argan oil. *Les Technologies des Laboratoires.* 22, 13-23.

Godon B., (1991). *Biotransformation des produits céréaliers.* Ed Tec et Doc. Lavoisier-Paris
PP : 9-24.

Gonzalez C.L., (1989). *J.Arid Environ.,* 16,87-94.

Gurrieri S., Miceli L., Lanza C.M., Tomaselli F., Bonomo R.P. and Rizzarelli E., (2000). Chemical characterization of sicilian prickly pear (*Opuntia ficus indica*) and perspectives for the storage of its juice. *Journal of Agricultural and Food Chemistry,* 48, pp : 5424-5431.

H

Habibi Y., Heyraud A., Mahrouz M., Vignon M., R. (2004). Structural features of pectic polysaccharides from the skin of *Opuntia ficus-indica* prickly pear fruits. *Carb. Res.* 339, 1119-1127.

Habibi, Y., Mohrouz, M., Michel Vignon, R., (2002). Isolation and structure of D-xylans from pericarp seeds of opuntia ficus- indica prickly pear fruits. *Carbohydrate Research* 337, pp : 1593-1598.

Hamdi M., (1997). *Bioprocess, Eng*, pp.17.

Helmuth G.Z., Granata G., (1997). Insect Pests and diseases. *Cacti Biology and uses*: 235-254.

I

Ilkay T., Aziz E., (2011). Brix degree and sorbitol/ xylitol level of anthtic pomegranate (*punica gramatum*) juice. *Food Chemistry* 127: 1404-1407.

J

Jerome A., Klavons, Raymond D., Bennett and Sadie H.V., (1994). Physical / chemical nature of pectin associated with commercial Orange Juice *Cloud. J Food SCI.* 59 (2), pp : 399-401.

K

Kabas O., Ormerzi A., & Akinci I., (2006). Physical properties of cactus pear (*Opuntia ficus indica* L.) grown wild in Turkey. *Journal of Food Engineering*, 73: 198-202.

Karleskind A., et al., (1990). *Manuel des corps gras*, edition tec et doc, 1700 p.

Khalidi D., (2007). Etude chimique et nutritive d'argaia spinosa. Diplome de Magister.

Université de Tlemcen.

Références bibliographiques

Khallouki F., Younos C., Soulimani R., Oster T., Charrouf Z., Spiegelhalder B., Bartsch H., Owen R.W., (2003). Consumption of argan oil (Morocco) with its unique profile of fatty acids, tocopherols, squalene, sterols and phenolic compounds should confer valuable cancer chemopreventive effects. *Eur. J. Cancer Prev.* 12, 67–75.

Kouidri M., (2008). Extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile d'Argan extraite des fruits d'arganier (*Argania spinosa*) de deux régions de l'Algérie (Tindouf et Mostaganem), Mémoire de magister, Université de Chlef.

Kuti J.O., (2004). Antioxidant compounds from four *Opuntia* cactus pear fruit varieties. *Food Chem.* 85, 527-533.

L

Laughton M.J., Evans P.J., Moroney M.A., Hoult J.R., Halliwell B., (1991). Inhibition of mammalian 5- lipoxygenase and cyclo-oxygenase by flavonoids and phenolic dietary additives. Relationship to antioxidant activity and to iron ion-reducing ability. *Biochem. Pharmacol.* 42, 1673–1681.

Laurent E., (1991). Elements minéraux in: Technique d'analyse et de contrôle dans les industries agroalimentaires. Edition Lavoisier. Paris, Pp 78-98.

Lecerf JM., (2000). Santé des enfants et jus de fruits. Institut Pasteur. Lille : publication UNPJJF.

Le Houerou, H.N., (1996). The role of cacti (*Opuntia* spp.) in erosion control, land reclamation, rehabilitation and agricultural development in the Mediterranean Basin. *Journal of Arid Environments*, 33: 135-159.

M

Maataoui B.S., Hilali S., (2002). Caractérisation physico-chimique de jus de deux types de fruits du figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*) de la région chaouia. Congrès de biochimie, casablanca.

Macheix J.J., Fleuriet A., Billot J. (1990). *Fruit phenolics*, CRC Press, Boca Raton, p 378.

Références bibliographiques

Malien-Aubert C., Dangles O., Amiot M.J., (2001). Color stability of commercial anthocyanin-based extracts in relation to the phenolic composition. Protective effects by intra and intermolecular copigmentation. *Journal of agricultural and food chemistry*.**49**:170-176.

Matthäus B., Guillaume D., Gharby S., Haddad A., Harhar H., Charrouf Z., (2011). Effect of processing on the quality of edible argan oil. *Food Chem.* 120, 426–432.

Mohamed Fawzy R., Jorg-Thomas M., (2003). Oil cactus pear (*Opuntia ficus-indica* L.) Institute of Food Chemistry, Technical University of Berlin, TIB 4/3-1, Gustav-Meyer-Allee 25, D-13355 Berlin, Germany.

Mohamed-Yasseen Y., Barringer S.A., Splittstoesser W.E., (1996). A note on the uses of *Opuntia* spp. In Central/North America. *J. Arid Environ.* pp 32, 347 –353.

Montana Camara M., Carmen Diez., Esperanza Torija M., (1994). HPLC determination of organic acids in pineapple juice and nectars. *Z. Lebensm Unter Forsch.* 198, pp : 52-56.

Mulas M., & Mulas G., (2004). Potentialités d'utilisation stratégique des plantes des genres *Atriplex* et *Opuntia* dans la lutte contre la désertification. Short and Medium-Term Priority Environmental Action Programme (SMAP). Université des études de SASSAR, P55- P112.

MSDA., (2002). Jus de fruits et de légumes, nectars de fruits, sirops de fruits, concentrés et poudres. Manuel suisse des denrées alimentaires, chapitre 27A , 28A, pp : 6-7-8-10.

N

Nakayama M., Aihara M., Chen Y.-N., Araie M., Tomita-Yokotani K., Iwashina T., (2011). Neuroprotective effects of flavonoids on hypoxia-, glutamate-, and oxidative stress-induced retinal ganglion cell death. *Mol. Vis.* 17,1784.

Nerd A., Karadi A., Mazhari Y., (1991). *Plants sou*, 1991,137(2), 201-207.

Nerd A., & Mizrahi Y., (1994). Effect of nitrogen fertilization and organ removal on rebudding in *Opuntia ficus indica* (L.). *Scientia Horticulturae*, 59 : 115-122.

O

Ollé M., (2002). Direction de la concurrence, de la consommation et de repression des faudes interregional de Montpellier. Dossier P3325.Technique d'analyse Vol papier n° :TA4.

Onyeike E. N., Acheru G. N., (2002). Chemical composition of selected Nigerian oil seeds and physicochemical properties of the oil extracts. *Food chemistry*; 77: 431-437.

Orwa C., Mutua, A., Kindt R., Jamnadass R., & Simons A., (2009). Agroforestry Database: a tree reference and selection guide version 4.0
<http://www.worldagroforestry.org/af/treedb/>.

Owen R. W., Mier W., Giacosa A., Hull W. E., Spiegelhalder B. and Bartsch H., (2000). Phenolic compounds and squalene in olive oils: the concentration and antioxidant potential of total phenols, simple phenols, secoiridoids, lignans and squalène, *Food and Chemical Toxicology*, Vol 38, Pp 647-659.

P

Piga A., (2004). Cactus pear : a fruit of nutraceutical and functional importance. *J Profess Assoc Cactus Dev*, PP : 9-22.

Pimienta-Barrios E., (1993). *Ciencia*, 1993, 44(3), 339-350.

Pimienta-Barrios E., (1994). Prickly pear (*Opuntia* spp.): a valuable fruit crop for the semiarid land of Mexico. *J. Arid Environ.*, 28,1–11.

Poupon J.E., (1975). Cactus et ressources fourragères dans l'amélioration et l'aménagement des parcours forestiers. MAMVA.

R

Rahmani M., (2007). Methodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipdes, *Les technologies de laboratoire*, Vol 2, Pp18-21.

Ramadan M.F., Moersel J.-T., (2003). Lipid profile of prickly pear pulp fractions. *J. Food Agric. Environ.* 1, 66–70.

Références bibliographiques

Ramadan M.F., Mörsel, J.-T., (2003). Oil cactus pear (*Opuntia ficus-indica* L.). *Food Chem.* 82, 339–345.

Ramadan M.F., Mörsel, J.-T., (2003). Recovered lipids from prickly pear [*Opuntia ficus-indica* (L.)Mill] peel: A good source of polyunsaturated fatty acids, natural antioxidant vitamins and sterols. *Food Chem.* 83, 447–456.

Rayas-Aguero J.A., J.R., Aquirre R., and Valiente-Banuet A., (2005). Reproductive biology of *opuntia* : A review. *Journal of Arid Environnement* 64, pp : 549-585.

Ribereau-Gayon P., (1968). Les composés phenoliques des végétaux. Dunod Editeur, Paris.

(English translation, 1972. Hafner Publishing Co., New York. Xvi 254 pp).

Rigotti A., « Absorption, transport, and tissue delivery of vitamin E », *Mol. Aspects Med.*, vol. 28, n° 5-6, 2007, p. 423–36 (PMID [17320165](#), DOI [10.1016/j.mam.2007.01.002](#))

Rosset R., Cande M., Jardy A., (1991). Chromatographie en phase liquide et supercritique, Masson, Paris.

Reguieg Yssaad A., Valorisation par voie biotechnologique de l'espèce *opuntia ficus indica*.

Russel C.E., Felker P., (1985). *Econ. Bot.*, pp, 41.

S

Saenz C., (2002). *Acta Horticulturae*, pp, 253.

Saenz C., (2000). Processing technologies: an alternative for cactus pear (*Opuntia* spp.) fruits and cladodes. *J. Arid, Environ.* 46, 209-225.

Saenz C., & Sepulveda E., (2001). Cactus-pear juices. *Journal of the professional Association for Cactus Developpement* 4, pp : 3-10.

Saleem M., Ja Kim H., Kyun Han C., Jin C., & Sup Lee Y., (2006). Secondary metabolites from *Opuntia ficus indica* var. *saboten*. *Phytochemistry*, 67: 1390-1394.

Références bibliographiques

- Salim N., Abdelwaheb C., Rabah C., Ahcene B., (2009).** Chemical composition of *Opuntia ficus-indica* (L.) fruit. *Afr. J. Biotechnol.* 8, 1623–1624.
- Samarth R.M., Panawar M., Soni A., Kumar M., (2008).** Evaluation of antioxidant and radical-scavenging activities of certain radioprotective plant extract, *Food Chemistry*, 106,868-873. 159.
- Sanchez-Moreno C., (2002).** Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems, *International Journal of Food Science and Technology*, Vol 8, Pp121-137.
- Sawaya W.N., Khalil J.K., Al-Mohammad M.M., (1983).** *Qual.Plant Foods Human Nutrition* , p 33.91.97.
- Sawaya W.N., Khan P., (1982).** Chemical characterization of prickly pear seed oil, *Opuntia ficus-indica*. *J Food Sci.* 47(6): 2060-2061.
- Scheinvar L. (1995).** Taxonomy of utilized *Opuntia*. In Barbera, G., P. Inglese, and E. Pimienta -Barrios (eds.). *Agroecology, cultivation and uses of cactus pear*. FAO International technical cooperation network on cactus pear.132: 20-27.
- Shoop M.C., Alford E.J., Mayland H.F., J. Range Mgmt (1977).** pp, 30, 2, 16.
- Snyman H.A., (2006).** A greenhouse study of root dynamics of cactus pears, *Opuntia ficus indica* and *O. robusta* . *Journal of Arid Environments*, 65:529-542.
- Soel S.M., Choi O.S., Bang M.H., Yoon Park J.H., Kim W.K., (2007).** Influence of conjugated linoleic acid isomer on the metastasis of colon cancer cells in vitro and in vivo. *J. Nutr. Biochem.* 18, 650–657.
- Stintzing F.C., Schieber A., Carle R., (2003).** Evaluation of colour properties and chemical quality parameters of cactus juices. *Eur. Food Res. Technol*, 216, pp: 303-311.
- Stintzing F.C., Schieber A., Carle R., (2002).** Identification of betalain from yellow beet (*Beta vulgaris* L.) and cactus pear (*Opuntia ficus indica* (L) Mille.) by high performance liquid chromatography electrospray ionization mass spectrometry. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 5, pp : 2302-2307.

Références bibliographiques

Stintzing F.C., Schieber A., Carle R., (2001). Phytochemical and nutritional significance of cactus pear. *Eur. Food Res. Technol.* 212, 396–407.

Sudzuki Hills F. (1995). Anatomy and morphology. 28-35, in : G.Barbera, P. Inglese and E. Pimienta-Barios (eds) *Agro-ecology, cultivation and uses of cactus pear.* FAO Plant production and protection. Paper, 132.

T

Tan B. and Brzuskiwicz L., (1989). Separation of tocopherol and tocotrienol isomers using normal- and reverse-phase liquid chromatography, *Anal. Biochem*, Vol180, Pp368-373.

Tesoriere L., Fazzari M., Allegra M., LivreaM.A., (2005). Biothiols, Taurine, and Lipid-Soluble Antioxidants in the Edible Pulp of Sicilian Cactus Pear (*Opuntia ficus-indica*) Fruits and Changes of Bioactive Juice Components upon Industrial Processing. *J. Agric. Food Chem.* 53, 7851–7855.

Tlili N., Bargougui A., Elfalleh W., Triki S., Nasri N., J. Med. Plants (2011). Res. 5 (18) 4519 – 4524.

U

Uchoa A.F., Souza P.A.S., Zarate R.M.L., Gomes-Filho E., Campos F.A.P., Braz J.Med.Res., (1998). 31(6), 757-761.

V

Vaughan J.G., Inglese P., La Mantia T., Sci. Hortic (1994). 58 (1-2), 161-165.

W

Wolf J.P., (1968). *Mannuel d'analyse des corps gras.* Ed Tec et Doc. Lavoisier, Paris.

Wong S.P., Leang L.P., Koh J.H.W., (2006). Antioxidant activites of aqueous extracts of selected plants food chimestry; 99; 775-783.

Y

Yoon I., (2007). Application of experimental design and optimization to PFC model calibration in uniaxial compression simulations international journal of rock Mechanics and mining sciences. 44:871-889.

Yu Z., Dhlgren R.A., (2005). Evaluation of methode for measuring polyphénols in copper foliage J. *Chem. Ecol.*26:2 1-19-21-40.

Z

Zine S., Gharby S., El Hadek M., (2013). Physicochemical characterization of *opuntia ficus-indica* seed oil from Morocco. *Biosci. Biotechnol. Res. Asia* 10 (1), 1–7.

Zito P., Sajeva M., Bruno M., Rosselli, S., Maggio A., Senatore F., (2013). Essential oils composition of two Sicilian cultivars of *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. (*Cactaceae*) fruits (prickly pear). *Nat. Prod. Res.*,1–10.

Annexe 1

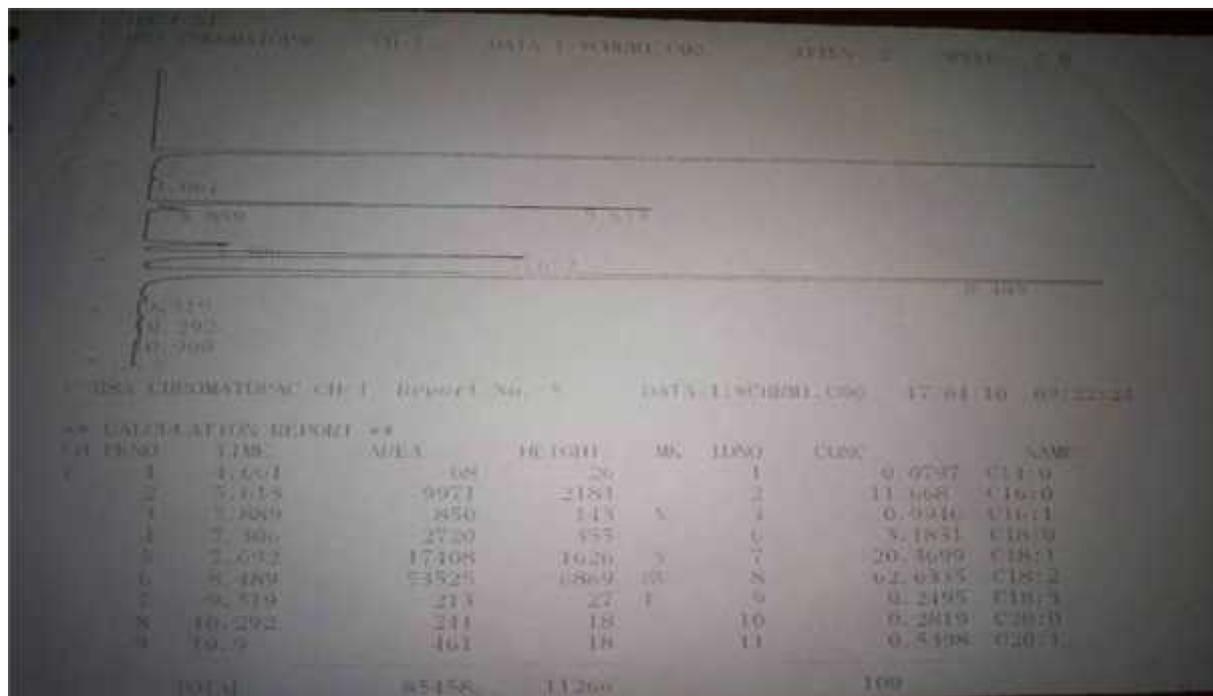


Figure 1 : Chromatographie des esters méthylique de HGFB

Annexe 2

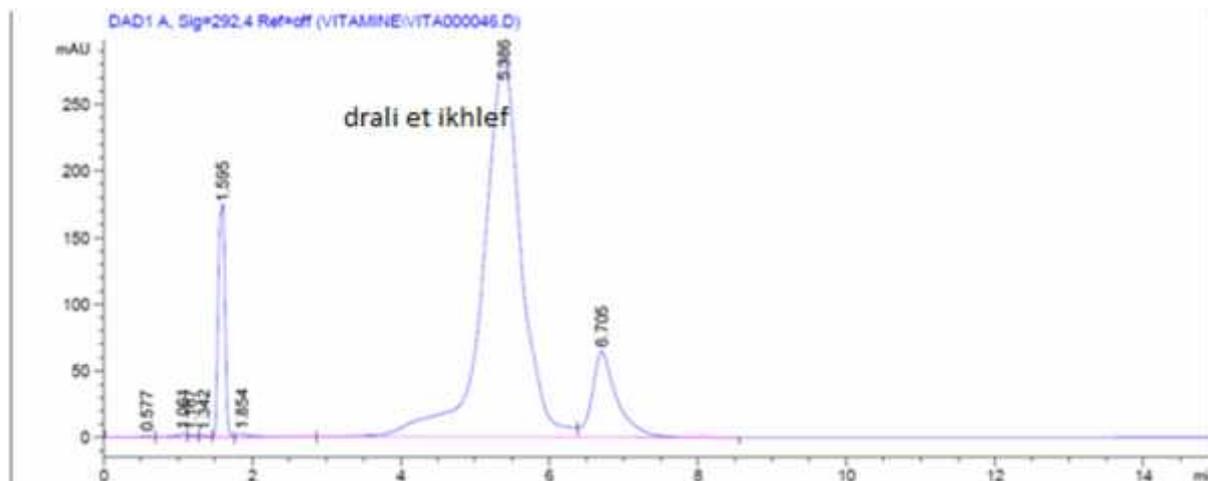


Figure 2 : Identification du pic de l' tocophérol dans l'étalon pur

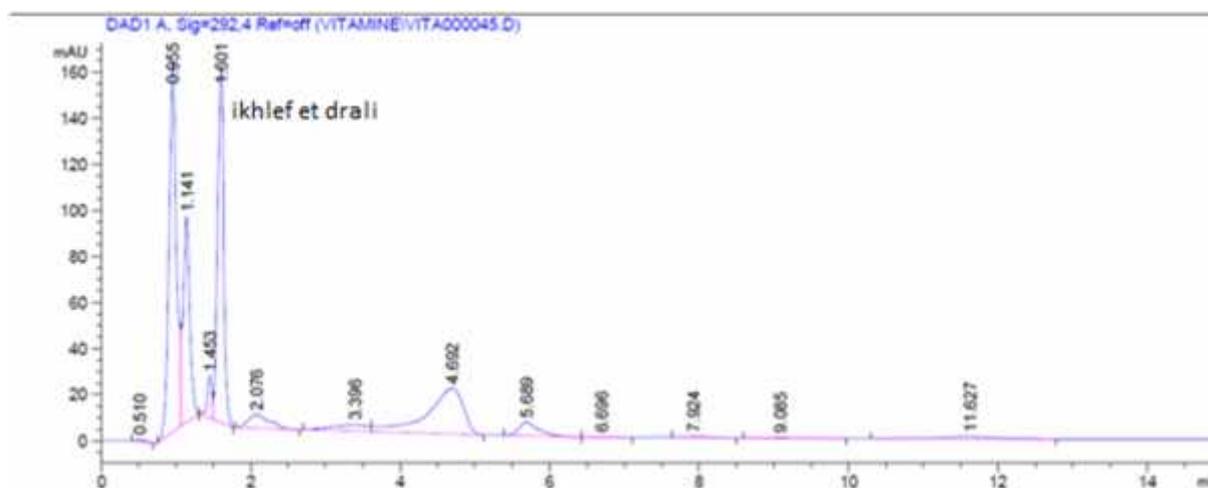


Figure 3 : Identification du pic de l' tocophérol dans l'échantillon d'huile de graine de figue de barbarie

Annexe 3

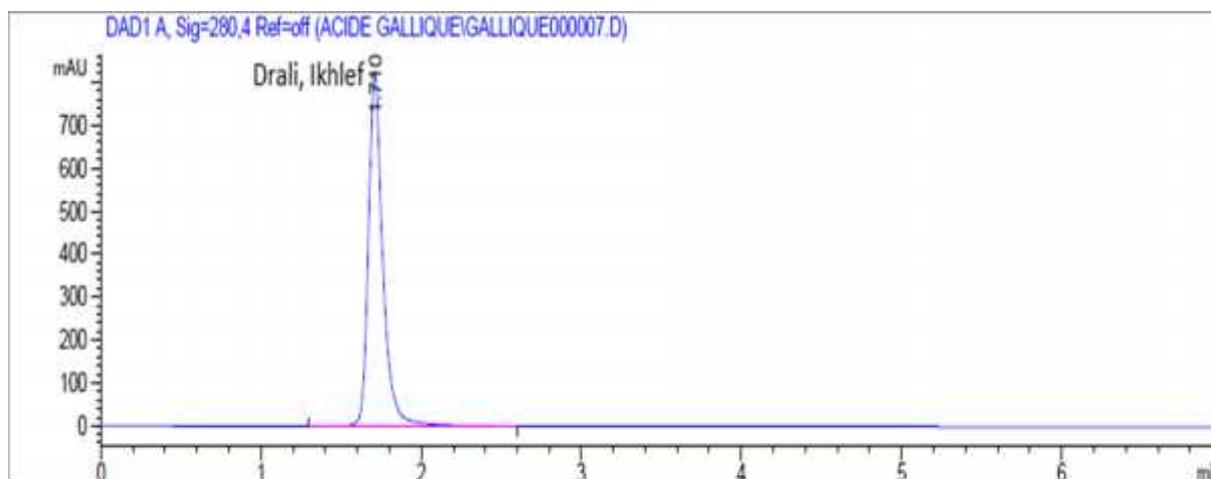


Figure 4 : Identification du pic de l'acide gallique (standard pur)

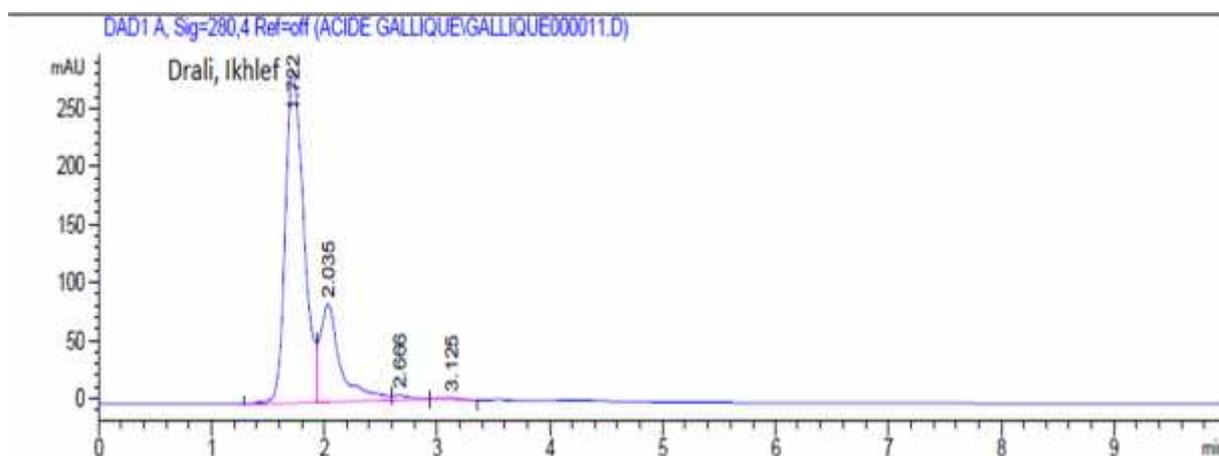


Figure 5 : Identification du pic de l'acide gallique dans l'échantillon d'huile de graine de figue de barbarie

Annexe 4

La gamme d'étalon des phénols totaux:

La concentration d'un composé phénolique, la catéchine, sera déterminée grâce à une gamme d'étalon, pour cela. À partir d'une solution mère de catéchine de 30 mg / 60 ml (méthanol/eau), on prélève. 20µl / 40 µl / 60 µl / 80 µl / 100 µl.

Ces volumes sont complétés à 1.7 ml par l'eau distillée, ensuite 300 µl de réactif de Folin dilué 10 fois sont ajoutées. Après 3 min 0.5 ml de Na₂CO₃ à 20% sont ajoutés. Incubation à 40 C° pendant 30 min. Puis lire l'absorbance à 760.

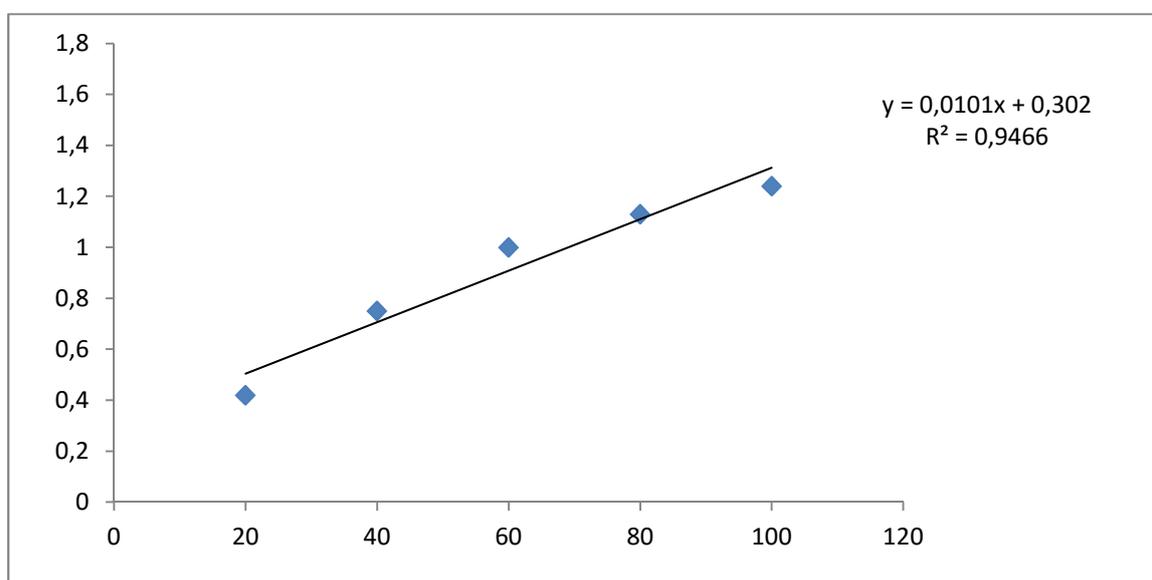


Figure 6 : Courbe d'étalonnage de l'acide catéchine pour les polyphénols totaux

Annexe 5



Figure 7 : gamme de concentration de réduction du radical libre DPPH dans l'extrait méthanolique

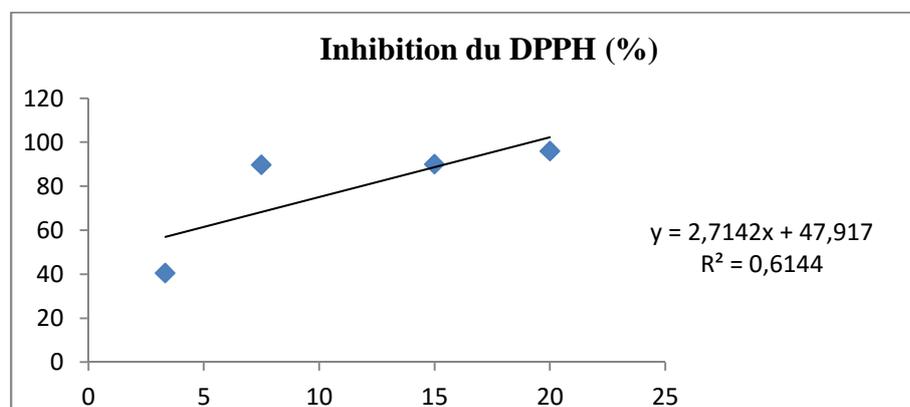


Figure 8 : Courbe de variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'extrait méthanolique

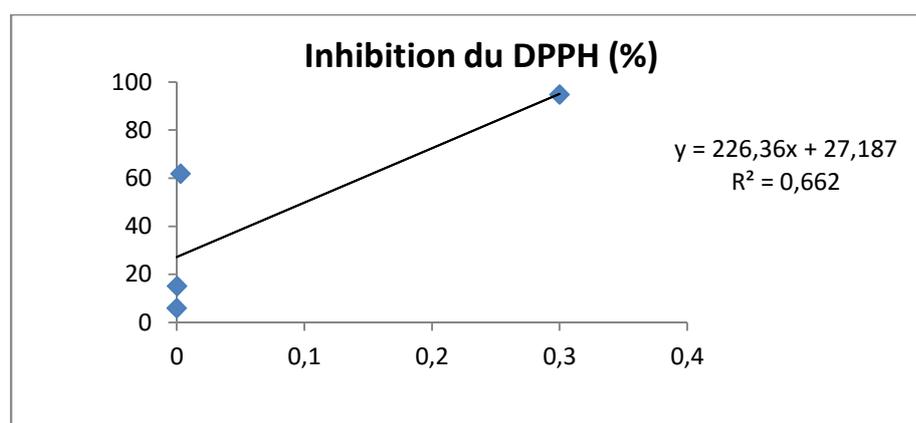


Figure 9 : courbe de variation de l'inhibition du DPPH en fonction de la concentration de l'acide ascorbique

