

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة الجيلالي بونعامة
Université Djilali Bounaama de Khemis Miliana
Faculté des sciences de la nature et de la vie et des sciences de la terre
Département de Biologie



Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention de diplôme de **Master** en

Domaine: Sciences de la Nature et de la Vie.

Filière : Sciences Biologiques.

Spécialité: Microbiologie appliquée.

Huile des graines de figue de barbarie: extraction et étude de l'activité antimicrobienne *in vitro*

Présenté par:

- BAROUN Hana
- DERABLA Amira
- OURADJ Abderrezzak

Devant le jury :

Mr. LAZALI M.	Pr	Président (U.D.B Khemis Miliana)
Mr. CHEURFA M.	MCA	Examineur (U.D.B Khemis Miliana)
Mme GUETARNI H.	MCA	Promotrice (U.D.B Khemis Miliana)

Année universitaire : 2021/2022

Remerciements

En tout premier lieu, nous remercions **ALLAH**, le tout puissant, de nous avoir donné la force pour survivre, de nous avoir accordé la santé, le courage et la volonté pour dépasser toutes les difficultés et pour réaliser ce travail.

Nous remercions chaleureusement **M^{me} GUETARNI H.** Docteur et maître de conférences classe A à l'université de Djillali Bounaama, d'avoir proposé ce thème et accepté de nous encadrer et pour ses aides, ses orientations, ses conseils et ses corrections sérieuses du mémoire.

Nous remercions l'ensemble des membres de jury : président **Mr.LAZALI M.** Professeur à l'université de Djillali Bounaama, et examinateur **Mr.CHEURFA M.** Docteur et maître de conférences classe A à l'université de Djillali Bounaama , avoir accepté d'examiner notre document.

Nous remercions aussi **Mr. SAIFI M.** Docteur et maître de conférences à l'université de Djillali Bounaama et **M^{me} MEBRAK F.**, ingénieur de laboratoire de zoologie, pour ses aides précieuses dans la réalisation de ce travail.

Ce travail a été effectué dans le laboratoire des Analyses Médicales **Dr.ZIBOUCH**, Ain Defla. Nous le remercions vivement d'avoir accepté de réaliser ce travail dans ce laboratoire avec gentillesse et bienveillance.

Nous remercions les ingénieurs des laboratoires pédagogiques de l'université de Djillali Bounaama –Khemis Miliana.

Nous remercions le Directeur du laboratoire de recherche "Valorisation des Ressources Naturelles" **Dr Khedraoui Abdelkader**

Nos sentiments de reconnaissance vont à toute personne ayant participé de près ou de loin dans la réalisation de notre travail.

Merci à tous...

Dédicaces

Je dédie ce travail :

À mes très chers parents papa **BAROUN Abdelkader** et maman **LAZALI Yamina**, pour leurs affections, leurs sacrifices et pour tous les efforts qu'ils ont déployé durant toute ma vie, j'espère que ce travail soit l'expression de ma pleine gratitude et de mon profond respect.

À mon frère : **Ibrahim** et ma petite sœur : **Khawla**, leur présence m'a toujours donné la force d'aller de l'avant.

À toute ma grande famille.

À l'âme de mon grand-père **BAROUN Rezkla**

À qui est toujours la raison de mon bonheur **MADJEN Aïcha** et **LAZALI Saliha**.

À ma meilleure amie **Mimy**.

À mon amie et collègue **Amira**.

À tous mes enseignants, depuis mes premières années d'études.

À tous ceux qui me sont chers et que j'ai omis de citer.

BAROUN Hana

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Mon cher papa **DERABLA Benyoucef**, l'homme de ma vie, ma source de joie et de bonheur, tu as toujours été pour moi un exemple du père respectueux, aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour et le respect que j'ai toujours eu pour toi, je voudrais le remercier pour son sacrifice, ses conseils et ses encouragements.

Ma chère maman **BENMHAMED Khadija**, la lumière de mes yeux, sa patience, son soutien sans égal dans les moments les plus difficiles de ma vie.

Ma très chère petite sœur **Marwa**.

Mes frères **Ayoub, Abdeldjalil et Akram**.

Ma grand-mère.

Qu'Allah vous procure une bonne santé et une longue vie. Je vous aime.

Et bien sûr sans oublier ma collègue **Hanaa**.

Tous les membres de ma grande famille **DERABLA et BENMHAMED**.

A tous mes amis et collègues et les personnes qui sont chères pour moi.

A toute la promotion de la microbiologie appliquée (2021/2022).

DERABLA Amira

Dédicaces

A mes chers parents :

Merci de m'avoir soutenus tant moralement que matériellement pour que je puisse attendre mon but, et de vos prières pour moi.

A mes chers frères et ma sœur.

A mes amis que j'ai vécu avec eux des beaux moments au cours de mon cursus universitaire.

A tous ceux qui ont pris place dans mon cœur et à tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

Sans oublié tous les professeurs que ce soit de primaire, du lycée, du secondaire ou de l'enseignement supérieur.

Je dédié ce travail à ceux qui œuvrent pour la science.

OURADJ Abderezzakke

SOMMAIRE

Résumé

Abstract

الملخص

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction..... 1

PARTIE I : Etude Bibliographique

1 Figuiers de barbarie	4
1.1 Histoire	4
1.2 Définition	5
1.3 Taxonomie	5
1.4 Distribution géographique	Error! Bookmark not defined.
1.5 Description botanique.....	6
1.5.1 Morphologie et structure.....	6
1.5.2 Cladodes.....	7
1.5.3 Fleurs	8
1.5.4 Fruits.....	8
1.5.5 Graines	9
1.5.5.1 Structure de la graine	9
a) Endosperme	10
b) Péricarpe.....	10
1.5.6 Système racinaire	12
1.6 Composition chimique des cladodes, fruits, mucilages, peau et graines.....	12
1.7 Effets biologiques du figuier de barbarie	13
1.7.1 Activité antimicrobienne.....	13
1.7.2 Activité antioxydante.....	13
1.7.3 Activité anti-inflammatoire.....	14
1.7.4 Activité antivirale	14
1.8 Utilisation du figuier de barbarie	14
2 Huile des graines de figue de barbarie	16
2.1 Définition d'huile des graines de figue de barbarie	16
2.2 Techniques d'extractions de l'huile des graines de figue de barbarie.....	16
2.2.1 Extraction par solvant.....	16

2.2.1.1	Extraction par soxhlet	16
2.2.1.2	Extraction par fluide supercritique.....	17
2.2.2	Extraction par pression à froid	18
2.3	Composition chimique de l'huile des graines de figue de barbarie	19
2.4	Effets bénéfiques et usages d'huile des graines de figue de barbarie	20

PARTIE II: Etude Expérimentale

1	Matériel et Méthodes	22
1.1	Matériel.....	22
1.1.1	Souches microbiennes	23
1.1.2	Milieu de culture	23
1.2	Méthodes.....	24
1.2.1	Extraction de l'huile des graines de figue de barbarie par pression à froid	24
1.2.2	Examen organoleptique d'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i>	25
1.2.3	Analyses des paramètres physico- chimiques.....	25
1.2.3.1	Paramètres physiques.....	25
1.2.3.2	Paramètres chimiques.....	27
1.2.4	Etude et évaluation <i>in vitro</i> de l'activité antimicrobienne d'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i>	29
1.2.4.1	Activité antibactérienne	29
1.2.4.2	Activité antifongique.....	32
1.2.5	Activité antioxydante.....	32
1.2.6	Analyse d'huile par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM)	34
2	Résultats et interprétations.....	36
1.1	Examen organoleptique d'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i>	36
2.1	Analyses physico-chimiques.....	36
2.1.1	Paramètres physiques	36
2.1.2	Paramètres chimiques	38
2.2	Activité antimicrobienne d'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i>	40
2.2.1	Activité antibactérienne	40
2.2.2	Activité antifongique	42
2.3	Évaluation de l'activité antioxydante par DiPhényl Picryl Hydrazyl (DPPH)	43
2.4	Analyse par CG/SM d'huile d' <i>Opuntia ficus indica</i>	44
3	Discussion	47
3.1	Examen organoleptique	47
3.2	Paramètres physico-chimiques.....	47
3.2.1	Paramètres physiques	47

3.2.2 Paramètres chimiques	48
3.3 Activité antimicrobienne d'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i>	48
3.3.1 Activité antibactérienne	48
3.3.2 Activité antifongique	49
3.4 Activité antioxydante	50
3.5 Analyse d'huile d' <i>Opuntia ficus indica</i> par CG/MS	51
Conclusion	53
Références Bibliographiques et Webographiques.....	56
Annexe	

Résumé

L'*Opuntia ficus indica* communément appelée « figuier de barbarie » est un cactus originaire d'Amérique centrale qui s'adapte bien aux climats arides et semi-arides comme celui de l'Algérie, c'est un fruit très rafraichissant et nutritif avec ses graines et son huile.

Les objectifs de notre étude visent à déterminer les effets biologiques de l'huile extraite à partir des graines de figue de barbarie.

Pour cela, notre travail consiste tout d'abord à étudier l'extraction d'huile des graines de figue de barbarie et déterminer les caractéristiques organoleptiques (aspect, odeur et couleur) et les paramètres physico-chimiques d'huile qui a montré un pH acide et une acidité relativement faible.

Les effets antibactérien et antifongique ont été analysés contre certains nombres des bactéries pathogènes et des champignons par la méthode d'aromatogramme. Les résultats montrent que les souches bactériennes *Klebsiella pneumoniae* et *Enterococcus faecalis* sont les plus sensibles avec un diamètre d'inhibition variant entre 23 mm et 25 mm, respectivement. D'autre part, l'huile des graines de figue de barbarie présente un effet antifongique principalement contre *Candida albicans* (25 mm). L'évaluation du pouvoir antioxydant par le DPPH a prouvé que l'extrait de l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* est le plus fort actif avec $IC_{50} = 0,55 \mu\text{g/ml}$. Cela indique que notre huile présente une activité réductrice élevée. La détermination de la composition chimique par CG/SM a permis de déterminer que notre huile contient 18 composantes qui sont présentées principalement par: acide phtalique (45,04%), acide gras mono-insaturé (18,56%), acide gras polyinsaturé (16,69%) et d'autres composants (19,71%).

Mots clés : *Opuntia ficus indica*, huile végétale, DPPH, CG/SM, Activité antioxydante, Activité antimicrobienne, *Klebsiella pneumoniae*, *Enterococcus faecalis*, *Candida albicans*.

Abstract

Opuntia ficus indica commonly called "prickly pear" is a cactus native to Central America which adapts well to arid and semi-arid climates such as that of Algeria, it is a very refreshing and nutritious fruit with its seeds and its oil.

The objectives of our study are to determine the biological effects of oil extracted from prickly pear seeds.

For this, our work consists first of all in studying the oil extraction from prickly pear seeds and determining the organoleptic characteristics (appearance, smell and color) and the physico-chemical parameters of oil which showed a pH acid and relatively low acidity. The antibacterial and antifungal effects were analyzed against certain numbers of the pathogenic bacteria and fungi by the aromatogram method. The results show that the bacterial strains *Klebsiella pneumoniae* and *Enterococcus faecalis* are the most sensitive with an inhibition diameter varying between 23 mm and 25mm, respectively. On the other hand, prickly pear seed oil exhibits an antifungal effect mainly against *Candida albicans* (25 mm). The evaluation of the antioxidant power by the DPPH proved that the oil extract from the seeds of *Opuntia ficus indica* is the strongest active ingredient with $IC_{50} = 0.55 \mu\text{g/ml}$. This indicates that our oil exhibits high reducing activity. The determination of the chemical composition by CG/MS made it possible to determine that our oil contains 18 components which are presented mainly by: phthalic acid (45.04%), monounsaturated fatty acid (18.56%), polyunsaturated fatty acid (16.69%) and other components (19.71%).

Keywords: *Opuntia ficus indica*, vegetable oil, DPPH, CG/SM, antioxidant activity, antimicrobial activity, *Klebsiella pneumoniae*, *Enterococcus faecalis*, *Candida albicans*.

ملخص

Opuntia ficus indica، المعروف باسم التين الشائك، هو صبار موطنه أمريكا الوسطى يتكيف جيداً مع المناخ القاحل وشبه القاحل مثل الجزائر ؛ إنها فاكهة منعشة ومغذية للغاية ببذورها وزيتها.

أهداف دراستنا هي تحديد الآثار البيولوجية للزيت المستخرج من بذور الكمثرى الشائكة. لهذا، يتكون عملنا أولاً وقبل كل شيء في دراسة استخراج الزيت لبذور التين الشائكة وتحديد الخصائص العضوية (المظهر والرائحة واللون) والمعايير الفيزيائية الفيزيائية أظهرت المواد الكيميائية الزيتية درجة حموضة حمضية وحموضة منخفضة نسبياً.

تم تحليل التأثيرات المضادة للبكتيريا والفطريات ضد أعداد معينة من البكتيريا والفطريات المسببة للأمراض بواسطة طريقة الرسم العطري. تظهر النتائج أن السلالات البكتيرية *Klebsiella pneumoniae* و *Enterococcus faecalis* هي الأكثر حساسية مع قطر تثبيط يتراوح من 23 مم إلى 25 مم على التوالي. من ناحية أخرى، فإن زيت بذور التين الشائك له تأثير مضاد للفطريات بشكل أساسي ضد المبيضات البيضاء 25 مم. أظهر تقييم الطاقة المضادة للأوكسدة من قبل DPPH أن مستخلص الزيت من بذور *Opuntia ficus indica* هو الأقوى نشاطاً مع $IC_{50} = 0.55 \text{ g/ml}$ أشار إلى أن زيتنا له نشاط تخفيضي مرتفع. أشار تحديد التركيب الكيميائي بواسطة CG/SM إلى أن زيت بذور الكمثرى الشائكة يحتوي على 18 مكوناً يتم تقديمها بشكل أساسي من خلال: حمض الفثاليك (45.04%)، الحمض الدهني الأحادي غير المشبع (18.56%)، الحمض الدهني المتعدد غير المشبع (16.69%) ومكونات أخرى (19.71%).

الكلمات المفتاحية: *Opuntia ficus indica*، DPPH، زيت نباتي، CG/SM، نشاط مضاد للأوكسدة، نشاط مضاد للميكروبات، *Klebsiella pneumoniae*، *Enterococcus faecalis*، *Candida albicans*.

Liste des abréviations:

°C: Degré Celsius.

μ : Micro.

A : Acidité.

AFNOR : Association Française de Normalisation.

AG : Acide gras.

AGEs : Acide Gras Essentiel.

AGPI : Acide Gras Polyinsaturé.

ATCC : American Type Culture Collection.

C : Concentration.

Ca : Calcium.

CG : Chromatographe en phase Gazeuse.

CG/SM : Chromatographie en phase Gazeuse couplée à la Spectrométrie de Masse.

CI₅₀ : Concentration Inhibitrice Médiane.

CMV : *Cytomégalo*virus.

CO₂ : Dioxyde de Carbone.

DMSO : Diméthylsulfoxyde.

DO : Densité Optique.

DPPH : 2,2 DiPhényl-1Picrylh Hydrozyl.

E. coli : *Escherichia coli*.

eV : électron Volt.

FAO: Food and Agriculture Organization

Fe : Fer.

g : gramme.

h : heure.

H : Humidité.

H⁺ : Hydrogène.

HCl : Chlorure d'hydrogène.

HDL : High Density Lipoprotein.

I_A : Indice Acide.

I_E : Indice Ester.

I_S : Indice de Saponification.

K : Potassium.

Kg : Kilogramme.

KOH : Hydroxyde de Potassium.

LDL : Low Density Lipoprotein.

m : mètre.

MEB : Microscope Electronique à Balayage.

MET : Microscope Electronique à Transmission.

Mg : Magnésium.

mg : milligramme.

MH : Muller Hinton.

Min : Minute.

mm : millimètre.

MTX : Méthotrexate.

Na : Sodium.

OMS: Organisation Mondiale de la Santé.

ONS : Office National des Statistiques.

P : Phosphore.

P_A : Poids A.

P_B : Poids B.

pH : potentiel d'Hydrogène.

R : Rendement.

RMC : Rotary Microtome.

SM : Spectrométrie de Masse.

SM-IE ; Spectrométrie de Masse en mode Impact Electronique.

T : Température.

UV : Ultra Violet.

µg : microgramme.

µL : microlitre.

Liste des tableaux :

Tableau 1: Composition du figuier de barbarie	13
Tableau 2: Différents domaines d'utilisation de l' <i>Opuntia ficus indica</i>	15
Tableau 3: Composition chimique des graines de figue de barbarie.	19
Tableau 4: Composition en acides gras de l'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i>	19
Tableau 5 : Souches utilisées pour l'étude du pouvoir antibactérien et antifongique.....	23
Tableau 6 : Sensibilité aux différentes concentrations d'huile organisée selon le diamètre des zones d'inhibition.	32
Tableau 7 : Conditions analytiques de CG/SM.	35
Tableau 8: Caractéristiques organoleptiques d'huile des graines de figue de barbarie.	36
Tableau 9 : Propriétés physiques de l'huile des graines de figue de barbarie.....	36
Tableau 10 : Diamètre des zones d'inhibition des souches bactériennes testées en mm par l'huile d' <i>Opuntia ficus indica</i>	40
Tableau 11 : Diamètre des zones d'inhibition en mm des souches fongiques testées par l'huile des pépins de figue de barbarie.	42
Tableau 12: Constituants chimiques de l'huile des graines de figue de barbarie.....	45

Liste des figures :

Figure 1: Logo de la monnaie du Mexique	4
Figure 2: Principaux pays producteurs du figuier de barbarie	6
Figure 3: Fiquier de barbarie (<i>Opuntia ficus indica</i>).....	7
Figure 4 : Cladodes du figuier de barbarie.	7
Figure 5: Fleur du figuier de barbarie.....	8
Figure 6: Fruit du figuier de barbarie.	9
Figure 7: Graines du figuier de barbarie.....	9
Figure 8: Coupe transversale de la graine de figue de barbarie	10
Figure 9: Endosperme de la graine de figue de barbarie	10
Figure 10: Péricarpe de la graine de figue de barbarie (a) Fibres de sclérenchyme fusiforme (spinal), (b) Hélicoïdales de cellulose (c) Face externe des hélices (MEB), (MET)	11
Figure 11: Péricarpe de la graine de figue de barbarie (a) Coupe transversale longitudinale, (b) Des vaisseaux conducteurs spiralés en simple hélice(MEB)	11
Figure 12: Différentes particules d' <i>Opuntias ficus indica</i>	12
Figure 13: Huile des pépins de figue de barbarie.....	16
Figure 14: Principe d'extraction soxhlet	17
Figure 15: Principe d'une extraction par CO2 supercritique.	18
Figure 16: Principe d'une extraction par pression à froid	18
Figure 17: Site de récolte des graines de figue de barbarie	22
Figure 18: Diagramme de préparation de la matière première.	24
Figure 19: Machine de pression à froid.	25
Figure 20 : Principe de la méthode d'aromatogramme	29
Figure 21: Différentes dilutions d'huile des graines de figue de barbarie (1/2, 1/4, 1/8, 1/12). .	31
Figure 22: Disques en papier buvard imbibés par les dilutions déposés sur la gélose.....	31
Figure 23: Forme libre et réduite du DPPH.....	33
Figure 24: Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse CG/SM-TQ8030	35
Figure 25 : Résultat de pH d'huile extraite à partir des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i> sur papier indicateur de pH.	37
Figure 26: Indice de réfraction d'huile des graines de figue de barbarie.	37
Figure 27 : Titrage acido-basique.	38
Figure 28 : Neutralisation des acides à la saponification.	39
Figure 29 : Résultat de l'activité antibactérienne des différentes dilutions de l'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i> sur <i>Enterococcus faecalis</i>	41
Figure 30 : Résultat de l'activité antibactérienne des différentes dilutions l'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i> sur <i>Klebsiella pneumoniae</i>	42
Figure 31: Résultat de l'activité antifongique des différentes dilutions d'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i> sur <i>Candida albicans</i>	42
Figure 32: Taux d'inhibition de DPPH en fonction des concentrations de l'huile des pépins d' <i>Opuntia ficus indica</i>	43
Figure 33 : Histogramme représentatif de la valeur du concentration inhibitrice IC ₅₀ d'huile des graines d' <i>Opuntia ficus indica</i>	44
Figure 34 : Profil chromatographique de l'huile des graines de figue de barbarie après analyse par CG/SM.....	44
Figure 35 : Taux des composants chimiques présents dans l'huile de figue de barbarie.....	46

Liste des figures dans l'annexe:

Figure 36 : Matériel utilisé dans les analyses microbiologiques et physicochimiques.	70
Figure 37: Produits biochimiques utilisés.....	71
Figure 38 : Boîtes de Pétri qui n'ont pas donné des zones d'inhibition.....	73
Figure 39 : Boîtes de Pétri qui n'ont pas donné des zones d'inhibition.	73

Introduction Générale

Introduction Générale

Depuis longtemps, les plantes jouent un rôle très important pour l'humanité, puisqu'elles peuvent synthétiser un grand nombre de molécules organiques complexes souvent pourvues d'activités biologiques potentielles. Ce sont des merveilleuses plantes qui nous donnent le plaisir de guérir grâce à une action thérapeutique (**Jean et Michel, 2006**).

Le figuier de barbarie, appelé *Opuntia ficus indica*, est présent dans toutes les parties de l'Algérie à l'exception du sud. D'abord largement utilisé pour la lutte contre la sécheresse et l'érosion, il sert à la consommation de ses fruits ou comme aliment du bétail. L'un des objectifs du concept de développement intégré durable fixés par les nations unies (Programme des Nations Unies pour le Développement PNUD) en collaboration avec la FAO visent l'augmentation des potentialités agricoles des zones arides, cela pour affronter les aléas climatiques (**Benkaddouri, 2011**).

Les graines du fruit sont pressées pour extraire l'huile qu'elle contient. L'huile vierge des graines de figue de barbarie est une huile très précieuse extraite par pression à froid qui est très utilisée dans les produits pharmaceutiques et cosmétiques. Elle possède de multiples vertus hydratante, antioxydante et donc anti-âge. Sa richesse exceptionnelle en vitamine E et en stérols lui confère une aptitude hors de commun à protéger la peau contre les radicaux libres et à booster le renouvellement cellulaire (**Krifa, 2019**).

La phytothérapie connaît actuellement une croissance considérable à la suite du fait de la découverte croissante des extraits des plantes efficaces pour le traitement de différentes maladies. L'usage de cette huile est très répandu en médecine traditionnelle africaine. Aujourd'hui, l'O.M.S (Organisation Mondiale de la Santé), estime que 80% des populations africaines sont guéries avec des remèdes naturels, et 20 % des médicaments produits et commercialisés à l'échelle mondiale viennent des plantes médicinales (**Novais et al., 2004**).

Dans le cadre du développement de nouveaux agents antidiabétiques d'origine végétale, des enquêtes ethnobotaniques ont révélé l'utilisation d'une centaine de plantes médicinales pour le traitement du diabète. Parmi ces espèces se trouve *Opuntia ficus indica* (**Benkaddouri, 2011**).

Le but de ce présent mémoire est d'étudier les caractéristiques organoleptiques, les propriétés physico-chimiques, biologiques et les composants chimiques de l'huile extraite à partir des graines de figue de barbarie. Pour cela on a réparti le contenu de ce mémoire en une introduction et deux grandes parties, chaque partie est divisée en plusieurs chapitres :

La première partie est dédiée à la synthèse bibliographique sur le sujet et comprend deux chapitres. Le premier chapitre est consacré aux généralités sur la figue de barbarie et son rôle biologique, suivi du deuxième chapitre portant sur les méthodes d'extraction de l'huile et ses dérivés et aux rôles biologiques de l'huile.

La deuxième partie est destinée à l'étude expérimentale et contient deux chapitres. Le premier chapitre est matériel et méthodes. Il s'intéresse au matériel utilisé, le mode d'extraction d'huile de figue de barbarie et aux techniques d'analyse. Le deuxième chapitre présente les résultats et discussion. Il a été réservé à la détermination de quelques tests physico-chimiques, à l'analyse des activités antimicrobienne et antioxydante, et l'analyse chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM) de l'huile extraite des graines de figue de barbarie, qui sont suivis par leur interprétation.

La conclusion générale résume les résultats obtenus et ouvre la voie à des perspectives futures pour des nouvelles recherches de ce type.

Enfin, le mémoire se termine par les références qui sous-tendent notre travail.

PARTIE I :
Etude Bibliographique

1 Figuier de barbarie

1.1 Histoire

L'espèce est originaire du Mexique, où elle s'appelle rocou et est exposée dans les placards. Le drapeau mexicain (Figure 1), inconnu en Europe avant le voyage de Christophe Colomb, était décrit avec précision pour la première fois par l'Espagnol Gonzalo Fernandez d'Oviedo en 1535 validé dans son histoire des Indes occidentaux (**Schweizer, 1997**).

Nopal (*Opuntia ficus indica*) est le nom mexicain de notre figuier de barbarie, d'origine aztèque. C'est une plante riche, belle, originale et très utile. Sa sobriété et son incroyable vitalité permettent à ce cactus de s'épanouir même dans des zones désertiques souvent inhospitalières, offrant des vertus nourrissantes et curatives à l'homme comme au bétail (**Schweizer, 1997**).

Dans certains pays comme l'Italie, l'Espagne ou le Mexique, les cactus et plantes succulentes sont faciles à cultiver, intensifs et modernes à travers des programmes de recherche et développement pour la production des fruits ou d'aliments pour animaux, voire pour une utilisation industrielle. En revanche, en Australie et en Afrique du Sud, cette plante est considérée comme des mauvaises herbes parce qu'elles sans pépins sont sujettes à la propagation (**Mulas et Mulas, 2004**).

En Algérie, l'introduction des cactées est similaire au Maroc et Tunisie. Aujourd'hui, la zone dédiée à la culture des cactées s'étend sur plus 30 000 hectares dont 60% dans la ville de Sidi-Fredj (45km au nord de Souk Ahras) et d'autres à Ouled Mimoun et Taoura (**PA, 2015**). Au nord, les cactus sont utilisés comme enclos maisons et villes. Les clôtures végétales sont également utilisées pour produire des fruits pour la consommation humaine et les vendre sur le marché local, pendant la saison sèche, comme source d'alimentation. Au sud, le thalle de cactus devient la nourriture des petits ruminants et des chameaux (**FAO, 2018**).



Figure 1:Logo de la monnaie du Mexique (freepng.fr/png-2z6mu0/).

1.2 Définition

Le figuier de barbarie est bien adapté aux zones arides et semi-arides (**Reynolds et al., 2003**). Il occupe une partie importante dans l'alimentation humaine et il est également utilisé comme fourrage pour le bétail. C'est une plante intéressante en raison des conditions environnementales dans lesquelles elle se développe et sa résistance aux conditions climatiques extrêmes (**Hernández-Urbiola et al., 2011**).

1.3 Taxonomie

La position systématique de figue de barbarie est la suivante (**Neffar, 2012**):

Règne : Plantae

Sous règne : Tracheobionta

Division : Magnoliophyta

Classe : Magnoliopsida

Sous classe : Caryophyllidae

Ordre : Caryophyllales

Famille : Cactaceae

Sous-famille : Opuntioideae

Tribu : Opuntieae

Genre : *Opuntia*

Espèce : *Opuntia ficus indica*

Sous espèce : *Opuntia spp*

La famille des cactus contient 1600 espèces, avec la plus grande diversité au centre de Mexique qui abrite 669 espèces (**Guzman et al., 2003**). La tribu des cactus comprend le genre *Opuntia*, subdivisé en quatre sous-genres : *Platyopuntia*, *Cylindropuntia*, *Tephrocactus* et *Brasiliopuntia*. Le sous-genre *Platyopuntia* comprend 150 à 300 espèces, parmi eux se trouvent des cactus. Cette variété est le plus gros cactus pour les fruits comestibles (**Kabas et al., 2006**) et raquettes pouvant servir d'aliment ou de légume (**Dubeux et al., 2006**).

1.4 Distribution géographique

Le figuier de barbarie a été introduit dans le sud de l'Espagne après que Christophe Colomb ait exploré pour la première fois le nouveau monde (**Bouzoubaâ et al., 2014**). Elle s'est ensuite propagée en Afrique du nord et du sud et dans tout le bassin méditerranéen au XVIe Sicile (**Mabrouk et al., 2016**). Les cactus poussent principalement en méditerranée occidentale : sud de l'Espagne et du Portugal, Sicile et Afrique du nord. Il occupe une vaste superficie de plus de 3 000 000 d'hectares en Sicile et de plus de 100 000 hectares en Tunisie (**Schweizer, 1997**).

L'expansion de l'Espagne aux XVIe et XVIIe siècles et le retour des maures lorsqu'ils furent finalement expulsés d'Espagne en 1610 contribuèrent à l'introduction des cactus en

Afrique du nord. Ils transportent le fruit juteux du "figuier indien" et le cultivent autour de leur village (**Inglese et al., 2018**).

La figure 2 montre l'aire d'origine du cactus : Mexique et la nouvelle aire de répartition (en vert) : Brésil, Chili, USA, Inde, Israël, Italie, Espagne, Érythrée, Portugal, Algérie, Tunisie, Libye, Maroc, Afrique du Sud , Éthiopie, Soudan , Tanzanie, Kenya et Ouganda.

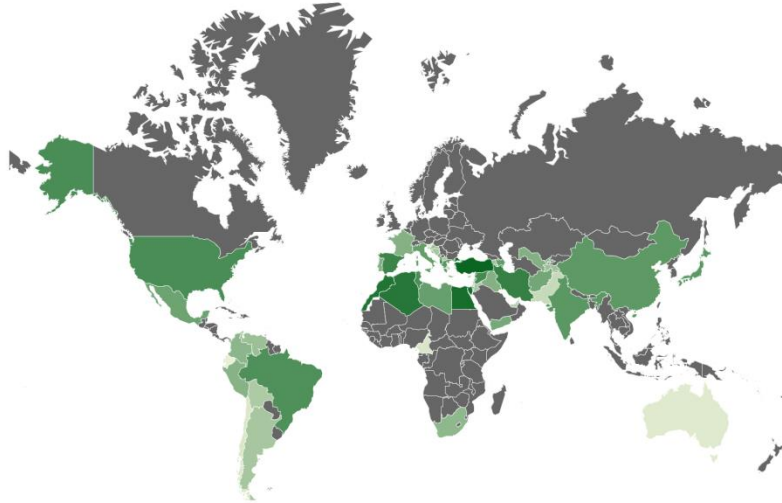


Figure 2:Principaux pays producteurs du figuier de barbarie (atlasbig.com/fr-fr/pays-par-production-de-figues).

1.5 Description botanique

1.5.1 Morphologie et structure

Le cactus (*Opuntia ficus indica*) est une plante succulente xérophile pouvant atteindre 5 m de haut (Figure 3). La hauteur est encore plus élevée, caractérisée par un épiderme épais, un revêtement cireux, feuille et tige riche en tissu aqueux permettre de stocker l'eau de pluie absorbée et stocké dans pénurie d'eau et chaleur (**HCDS, 1994 ; Hadj Sadok, 2010**).



Figure 3: Figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*) (futura-sciences.com/planete/).

1.5.2 Cladodes

Appelés aussi les raquettes sont des tiges aplaties pouvant atteindre 40 à 50cm de longueur et 20 à 30cm de largeur (Figure 4). La phase de croissance ne dure que quelques semaines au printemps et en automne, suivie d'une phase de développement, d'épaississement et de consolidation (**HCDS, 1994**). Les épines mesurent parfois jusqu'à 1 cm de long, réunies seules ou par paires. Selon la présence ou l'absence d'épines, on peut avoir des formes sans épines (pousses sans épines) ou épines de la même espèce (**Wolfgang et Podlech, 1989**). Le stade de croissance des pousses ne dure que quelques semaines, au printemps et à l'automne, une phase de développement, d'épaississement et de consolidation s'ensuit. Ces jeunes pousses apparaissent aux extrémités des pousses adultes (**Benabid, 2000**), elles sont tendres et savoureuses (**Botineau, 2010**). Les tiges deviennent ligneuses avec l'âge, formant un tronc très épié (**Couplan et Styner, 1994**).



Figure 4 : Cladodes du figuier de barbarie (futura-sciences.com/planete/).

1.5.3 Fleurs

Les fleurs sont sur le dessus et le bord du feuillage, elles sont colorées brillantes, jaunes, et deviennent rouges à l'approche du vieillissement (Vermeulen, 2002). Ils sont hermaphrodites, de 6 à 8 cm de large, avec de nombreux sépales et pétales densément fusionnés à la base et nombre variable d'étamines (Figure 5) (Bayer et al., 1990). Dans les régions tempérées, la floraison a lieu en avril et mai et certains pays dans des conditions chaudes et sèches, les plantes fleurissent deux fois par an (Schweizer, 1999).



Figure 5: Fleur du figuier de barbarie (exercices.jeblog.fr/bienfaits-de-la-figue-de-barbarie-).

1.5.4 Fruits

Appelées figue de barbarie (Figure 6), ce sont des baies charnues ovales ou tronquées en forme de poire au sommet, elles mesurent 5 à 9 cm de large et sont vertes ou jaunes à maturité. Dans cette partie, il y a des nœuds et des entre-nœuds à l'extérieur du fruit, généralement avec des épines et glucides (Bollard, 2001). La pulpe est douce et riche en vitamine C, comparée aux autres fruits, elle se caractérise par un pH élevé, juteux et parsemé de graines noires massives, 12% à 15% du fruit. Elle est jaune-orange, rouge ou violet. Les résultats ont eu lieu en juillet-août (Benabid, 2000).



Figure 6: Fruit du figuier de barbarie (exercices.jeblog.fr/bienfaits-de-la-figue-de-barbarie-).

1.5.5 Graines

Le fruit porte de nombreuses graines qui sont dures, osseuses et plates plus ou moins réniformes ou lenticulaires. Elles sont libres de pulpe peuvent représenter jusqu'à 15% de poids du fruit. Les graines de cactacées sont de forme et taille variables : plates discoïdales, arrondies ou bombées sur les côtés (Figure 7) (Yousfi, 2000). C'est la présence des graines et des glucides sur la peau qui réduit leur acceptabilité par les consommateurs occidentaux non habitués (Hadj Sadok, 2010).



Figure 7: Graines du figuier de barbarie (espaceagro.com/semence-graine-plant/fournisseur-de-graine-de-figue)

1.5.5.1 Structure de la graine

Une étude morphologique a été réalisée afin d'établir la constitution et l'organisation des tissus cellulaires qui forment la graine (Figure 8). L'étude a été réalisée sur des coupes semi-fines et ultrafines réalisées à l'aide d'un ultra-microtome MTX RMC (Habibi, 2004).

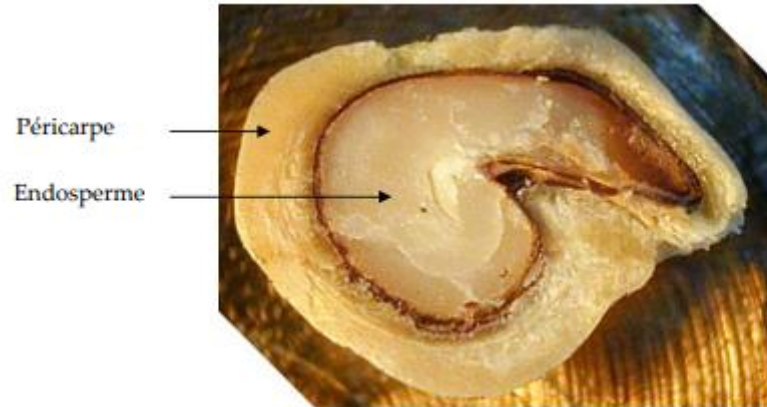


Figure 8: Coupe transversale de la graine de figue de barbarie (M. Optique) (Habibi, 2004).

L'observation au microscope optique d'une coupe transversale de la graine montre qu'elle est constituée de deux parties distinctes (Figure 8) : une enveloppe (péricarpe) et un noyau (endosperme). L'analyse morphologique a été réalisée par microscopie électronique à balayage et à transmission (Habibi, 2004).

a) Endosperme

Il est constitué de très fines cellules de parenchyme de réserve. L'endosperme contient de nombreuses leucotomies qui forment de petits grains d'amidon (Figure 9-a). Il insère une couche de gluten (couche avec aleurone) donne aux noyaux un aspect collant. Toutes ces cellules sont incrustées dans l'épaisse paroi cellulaire en forme de tuile renversée (Figure 9-b) (Habibi, 2004).

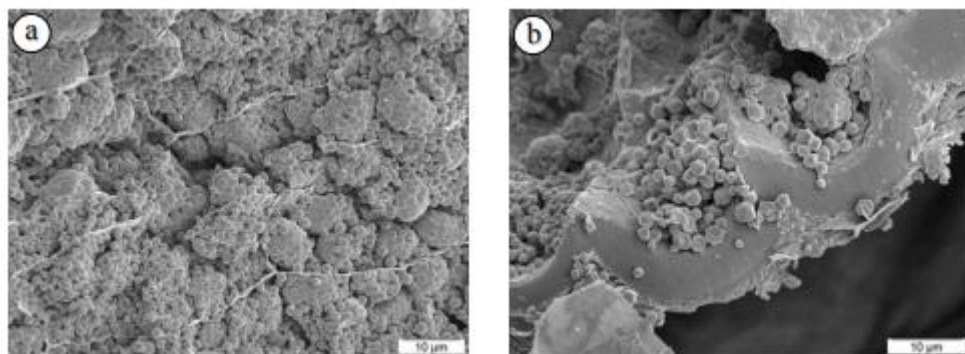


Figure 9: Endosperme de la graine de figue de barbarie

(a) Couche fines des cellules de parenchyme de réserve (b) Couche de gluten (couche avec aleurone) (MEB) (Habibi, 2004).

b) Péricarpe

Deux types de cellules peuvent être distingués : principalement des cellules longues et compactes, avec des fibres fusiformes et quelques vaisseaux hélicoïdaux. Ces fibres sont communément appelées fibres tissulaires sclérales (Figure 10-a). Ces tissus de soutien sont largement présents dans le tégument, le noyau épine des fruits, cellules des pierres, tiges et

feuilles. Les couches régulières de cellulose, remplies de parois épaisses, montrant un arrangement spiral (Figure 10-b, c). Cela confère aux organes végétaux une grande rigidité ou flexibilité. En effet, ils sont très durs lorsqu'ils sont lignifiés (dans la plupart des cas). On parle alors de fibres dures. Ils sont très résistants quand ils ne le font pas de lignification. C'est le cas où les fibres molles sont assimilées dans les cellules tissues à paroi épaisse (Figure 11) (Metcalf, 1950 ; Vaughan, 1970).

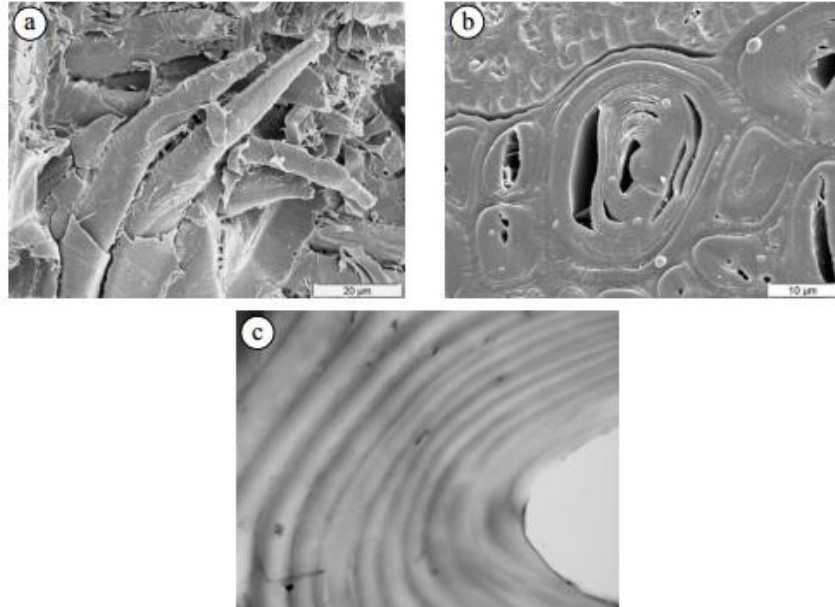


Figure 10: Péricarpe de la graine de figue de barbarie

(a) Fibres de sclérenchyme fusiforme (spiral), (b) Hélicoïdales de cellulose (c) Face externe des hélices (MEB), (MET) (Habibi, 2004).

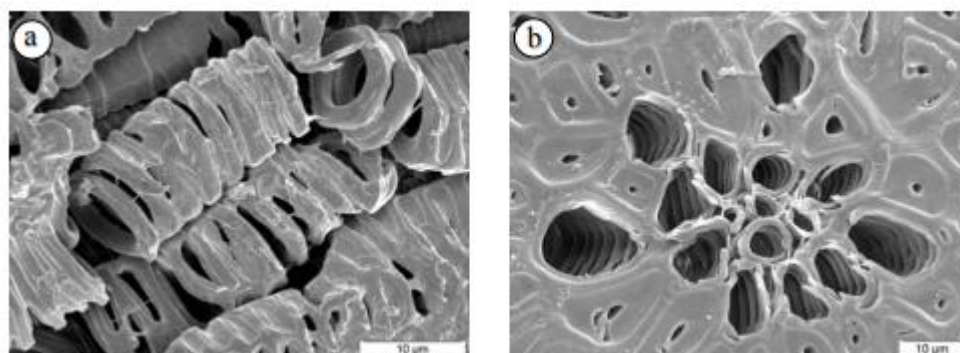


Figure 11: Péricarpe de la graine de figue de barbarie

(a) Coupe transversale longitudinale, (b) Des vaisseaux conducteurs spiralés en simple hélice (MEB) (Habibi, 2004).

Les études morphologiques permettent de préciser l'organisation tissulaire en deux parties de la graine. L'endosperme est constitué principalement des granules dont l'activité est encapsulée par des parois cellulaires parenchymateuses en forme de carreaux. Se compose de fibres de sclérenchyme avec des micros fibrilles de cellulose disposées en couches concentriques continues. De tels groupes concentriques ont déjà rencontrés dans un certain nombre des végétaux (Youssef, 2004).

1.5.6 Système racinaire

L'enracinement est généralement fasciculé, mais les racines peuvent couler quelques mètres lorsque le sol est mou. Le système racinaire superficiel est particulièrement dense, il semble être mis à jour chaque année, les racines mortes retiennent tant de matière organique dans le sol au point qu'il change de couleur. Le système racinaire est caractérisé par grande capacité d'absorption d'eau, qui augmente avec l'altitude et la température du sol (Bugaret, 2010). Des recherches au Mexique montrent que les racines de plusieurs cactus sont colonisées dans *Mycorrhizes* (Kenny, 1997).

1.6 Composition chimique des cladodes, fruits, mucilages, peau et graines

Il est à signaler que les différentes particules d'*Opuntia ficus indica* : cladode, fruit, etc. (Figure 12) contiennent essentiellement beaucoup d'eau et riche en minéraux tels que le calcium, le magnésium, le potassium et le cuivre, mais en plusieurs petites quantités de phosphore. Ils sont également une excellente source de protéines, notamment d'acides aminés essentiels, en particulier la proline et la sérine (Piga, 2004 ; Stintzing et al., 2005).

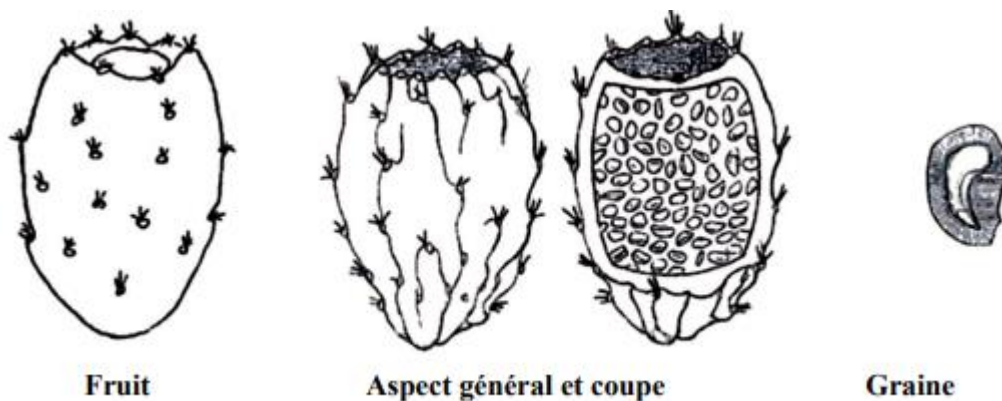


Figure 12: Différentes particules d'*Opuntias ficus indica* (Piga, 2004 ; Stintzing et al., 2005).

Ce fruit se caractérise par une teneur très élevée en fibres (valeur la plus élevée pour les fruits frais). Principalement des fibres insolubles (cellulose, hémicellulose, lignine), formant notamment la charpente des graines présentes dans la pulpe, la peau contient principalement du

glucose et est riche en cellulose (tableau 1). Ce mucus est constitué d'arabinose, de galactose, de xylose et des différents niveaux d'acide galacturonique (**Habibi et al., 2004**).

Tableau 1:Composition du figuier de barbarie (**Habibi et al., 2004**)

Constituants	Fruit (%)	Pulpe et graines (%)	Pulpe sans graines (%)
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

1.7 Effets biologiques du figuier de barbarie

1.7.1 Activité antimicrobienne

Les extraits ont été obtenus en utilisant la méthode séchée avec de l'eau, de l'éthanol et une macération en utilisant des solvants organiques alternatifs (lanoline et beurre de cacao), en plus des extraits de plantes semi-désertiques ont été évalués contre *Enterobacter aerogenes*, *E.coli*, *Staphylococcus aureus* et *Salmonella spp.* Les propriétés chimiques des extraits des plantes indiquent qu'ils sont riches en métabolites secondaires. Le beurre de cacao est un solvant non conventionnel avec lequel la teneur totale en tanin la plus élevée peut être obtenue. Les saponines n'ont pas pu être identifiées dans les extraits utilisant des solvants non conventionnels, seule la présence de terpènes dans les extraits de buisson de créosote et de cactus a été détectée. *Staphylococcus aureus* est la souche qui présente la plus forte inhibition de croissance due aux extraits de plantes. Les plantes semi-désertiques obtenues à l'aide de solvants organiques sont une bonne option pour le contrôle des agents pathogènes d'origine alimentaire, car toute croissance bactérienne a été réduite avec les extraits testés (**Mendez et al., 2012**).

1.7.2 Activité antioxydante

Des recherches récentes ont montré que la consommation d'*Opuntia ficus indica* a des effets bénéfiques importants sur la santé, principalement parce que ses propriétés antioxydantes (acide 2,2-azino bis (3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique) et 2-diphényl-1-picrylhydrazyl) étaient plus élevées dans le cortex que dans les cladodes. Activité antioxydante teneur en polyphénols totaux présents dans les jeunes cladodes et la peau des fruits (**Andreu et al., 2017**).

1.7.3 Activité anti-inflammatoire

Dans une étude précédente, l'extrait éthanoïque d'*Opuntia ficus indica* a montré de puissant effet anti-inflammatoire. Un composant anti-inflammatoire actif a été isolé et identifié comme étant le β -sitostérol après fractionnement d'extraits méthanoïques de tiges de cactus guidé par un modèle murin d'inflammation chronique induite par un adjuvant (**Park et al., 2001**).

1.7.4 Activité antivirale

Les virus des plantes ont une relation obligatoire avec leurs hôtes et cette caractéristique rend le contrôle des virus très difficile, puisque tout inhibiteur viral doit spécifiquement inhiber le cycle de réplication virale sans être toxique ou avoir des effets secondaires sur l'hôte (**Pushpa et al., 2013**). Des expériences antérieures ont montré que l'extrait aqueux du figuier de barbarie présente un effet inhibiteur contre le *cytomégalo virus (CMV)*, et cette activité était sensible au chauffage et au traitement avec des détergents ioniques, mais pas à la dialyse. Les polysaccharides de cactus isolés n'étaient pas impliqués dans l'inhibition du virus, tandis que les protéines totales avaient une activité antivirale (**Rasoulpour et al., 2017**).

1.8 Utilisation du figuier de barbarie

Opuntia ficus indica s'est naturalisé et a prospéré dans le monde entier. Selon le pays, il a été utilisé dans divers domaines tels que : l'industrie, l'agroalimentaire ou aussi dans la beauté, la médecine, la protection de l'environnement et d'autres domaines. Le tableau suivant (tableau 2) contient les intérêts les plus couramment utilisés (**Pimienta –brrrios, 1993**) :

Tableau 2: Différents domaines d'utilisation de *l'Opuntia ficus indica*

Composants de la plante Intérêt	Cladodes	Fleurs	Fruits
Alimentaire	La préparation des légumes en conserve et leurs petites répercussions, appelées "Napoléon", sont des légumes traditionnels au Mexique, car ils sont mous, fibreux, ou après la cuisson (Pimienta-Brrios et al., 1993).	En Sicile, le thé préparé avec des fleurs d' <i>Opuntia ficus indica</i> est utilisé comme un traitement contre les maux des reins (Park, 2001).	C'est un fruit frais juteux tel que le poire et l'orange pour la production : Jus concentrés, boissons alcoolisées, confitures, bonbons et une source de vitamine C avec un apport énergétique élevé (Madrpm, 1998).
Médicinal	Effet hypoglycémiant et hypocholestérolémie (Boujanh, 2000). La pression des cladodes est recommandée pour le traitement des maladies du foie, des rhumatismes et des reins (Cardenas Medellin, 1998).	Pour le traitement des maladies rénales : le mucus isolé des raquettes aide à réduire le cholestérol total dans le sang. Les branches et les feuilles sont utilisées pour traiter l'inflammation et même les préparations florales sont utilisées comme antidiurétiques (Pntta, 2000).	En Australie et en Afrique du Nord, l'effet hypoglycémiant de Napoléons est utilisé pour traiter le diabète sucré non insulino-dépendant (Pntta, 2000).
Cosmétique	La figue de barbarie était utilisée par les femmes berbères, les Indiens et les Américains pour leur beauté. Les femmes berbères utilisent l'huile pour soigner et protéger leur peau des vents brûlants du désert (Benatia, 2017). Pour prendre soin de leurs mains, les Indiens fabriquent des savons et des pommades à partir de mucus des cladodes. De la même manière qu'ils protègent leur visage contre les attaques du soleil (Schweizer, 1997). Aujourd'hui, le mucus de raquette est utilisé pour fabriquer des shampoings, adoucissants et des crèmes hydratantes pour la peau (Arba, 2009). De plus, les extraits de plantes remplacent avantageusement la graisse, dans la préparation des crèmes et d'onguents. L'intérêt principal de ces personnes est leur effet antiride (Bhira, 2012).		

2 Huile des graines de figue de barbarie

2.1 Définition d'huile des graines de barbarie

Lors de la plupart des opérations de transformation des figues de barbarie, les pépins sont séparés de la pulpe, ce qui entraîne un grand nombre d'entre eux. Pour ces raisons, les chercheurs ont étudié les composants des graines et recherché leurs différentes utilisations possibles (FAO, 2018). Les graines du fruit donnent une huile comestible, avec des niveaux élevés d'acide linoléique. Il est riche en vitamine E et en stérols, ce qui lui confère une extraordinaire capacité à protéger la peau des radicaux libres. Les analyses ont également montré que cette huile est riche en acides gras essentiels (AGEs) (Figure 13). En raison de ces propriétés chimiques, physiques et autres, l'huile entre dans la même catégorie que les huiles de soja, de maïs et de tournesol (Mulas et Mulas, 2004). Il existe plusieurs techniques pour extraire les huiles présentes dans les plantes. Ces techniques peuvent être dites traditionnelles et nouvelles (Luque de Castro, 1998).



Figure 13: Huile de pépins de figue de barbarie(https://www.amazon.fr/Aromaroc-Huile-barbarie-biologique-naturelle/dp/B0065J55RS?ref=pf_vv_at_pdctrvw_dp).

2.2 Techniques d'extractions de l'huile des graines de figue de barbarie

2.2.1 Extraction par solvant

2.2.1.1 Extraction par soxhlet

Pour cette technique, utilisé un solvant non polaire qui est le cyclohexane, dont son rôle sert à solubiliser la matière grasse. L'huile soit extraite de la poudre des graines, après broyage dans un moulin à céréale (Figure 14), dans un soxhlet pendant 7 h à l'hexane. Après élimination du solvant au rotavapor, l'huile récupérée doit être conservée dans un endroit ambré et à température basse (Mouden *et al.*, 2012 ; Benattia, 2017).

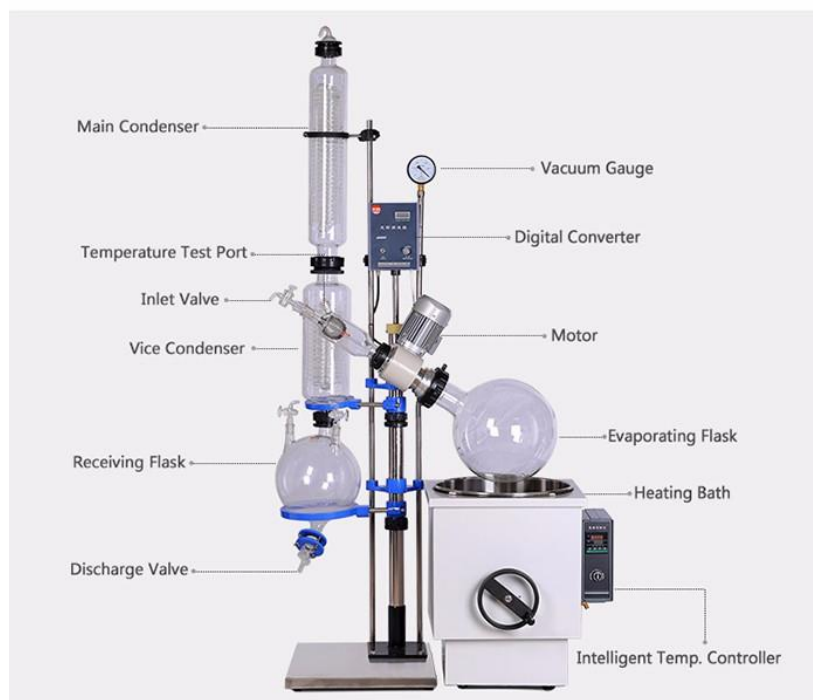


Figure 14: Principe d'extraction soxhlet (french.alibaba.com/product-detail/Laboratory-Pilot-Plant-Soxhlet-Extraction-Chamber-).

2.2.1.2 Extraction par fluide supercritique

La technique d'extraction au CO_2 supercritique est une technique d'extraction par solvant qui est le dioxyde de carbone à l'état supercritique. Au départ de l'extraction, les graines broyées sont placées dans des paniers cylindriques équipés de filtres aux deux extrémités (Figure 15). Les paniers sont ensuite placés dans l'extracteur, où une pompe assure la circulation du CO_2 à l'état supercritique. L'huile des graines de figue de barbarie est donc dissoute dans le CO_2 sous forme de liquide. Celui-ci est ensuite rendu à l'état gazeux et se sépare du composé extrait, avant d'être envoyé dans le liquéfacteur pour être réutilisé (Bassil *et al.*, 2011 ; Benattia, 2017).

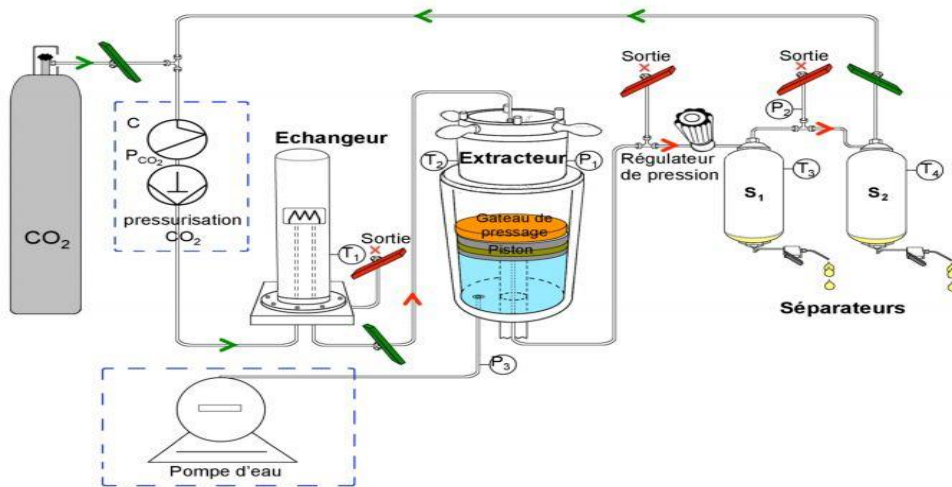


Figure 15: Principe d'une extraction par CO2 supercritique (tai-team.fr/fr/equipement/co2-supercritique).

2.2.2 Extraction par pression à froid

L'extraction par pression est un procédé permettant l'extraction de l'huile des graines et des noix qui n'utilisent pas des composés chimiques. Il s'agit d'une méthode naturelle d'extraction de l'huile d'une matière première qui implique une extraction sous haute pression en une seule étape (Figure 16). L'huile extraite sous pression ne contient pas de résidus de solvants chimiques, elle est donc plus pure, propre et présente une couleur et une saveur plus naturelle (Farmers, 2014).

Ces huiles conviennent généralement à la consommation directe et ne nécessitent pas de raffinage (Çakaloğlu et al., 2018).

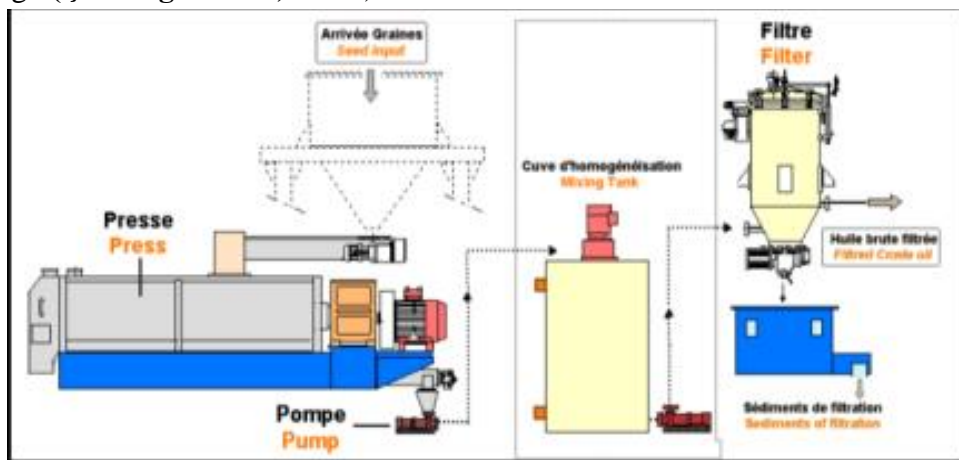


Figure 16: Principe d'une extraction par pression à froid (Benattia, 2017).

2.3 Composition chimique de l'huile des graines de figue de barbarie

L'huile des graines de figue de barbarie constitue une bonne source d'huile comestible de haute qualité. Les graines contiennent d'autres composés bioactifs qu'il faudra prendre en considération et qui pourraient être exploités dans différents secteurs (Nobel, 2002 ; Mulas et Mulas, 2004). Cette huile représente des taux élevés de protéines, de lipides, fibres, cendres et glucides (Tableau 3) (Angulo-Bejarano et al., 2014).

Tableau 3: Composition chimique des graines de figue de barbarie (Habibi, 2004).

Constituant	Pourcentage
Eau	5-6%
Huile	7-8.5%
Minéraux (Cendre)	1.3%
Lignine klason	18%
Protéines	11-12%
Celluloses	30%
Autres polysaccharides	27%

L'huile des graines de figue contient un acide gras principal qui consiste à acide linoléique (61,01%), suivi des acides oléique (25,52%) et palmitique (12,23%). Les acides myristique, stéarique et arachidonique ont été découverts en faible concentration (Tableau 4) (Angulo-Bejarano et al., 2014). Les acides gras poly-insaturés (AGPI) ont des effets bénéfiques dans le soulagement des troubles cardiovasculaires, maladies inflammatoires, maladies cardiaques, athérosclérose, maladie auto-immune et diabète (Ramadan et Mörsel, 2003).

Tableau 4:Composition en acides gras de l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* (Arba, 2000).

Acide gras	Proportion (%)
Acide laurique (C12 :0)	0.11
Acide myristique (C14 :0)	0.22
Acide palmitique (C16 :0)	12,23
Acide palmitoleique (C16 :1)	0.91
Acide heptadecenoique(C17 :0)	0.03
Acide heptadecenoique (C17:1)	0.04
Acide stéarique (C18 :0)	3.16
Acide oléique (C18 :1)	25,52
Acide linoléique (C18 :2)	61,01
Acide linolenique (C18 :3)	0.74
Acide arachilique (C20 :0)	0.34
Acide eicosenoique (C20 :1)	0.24
Acide saturés	17.69
Acide insaturés	82.31

L'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* est riche en acides gras poly-insaturés. Les principaux acides gras de l'huile des pépins de figue de barbarie sont C16:0, C18:0, C18:1, C18:2. La teneur en acide linoléique est aussi élevée que 700 g kg^{-1} et la teneur totale en acides gras insaturés est de $884,8 \text{ g kg}^{-1}$ (Ennouri, 2005).

2.4 Effets bénéfiques et usages d'huile des graines de figue de barbarie

Les graines de figue de barbarie contiennent également divers composants antioxydants, tels que des flavonoïdes et la quercétine, la rutine, les catéchines et les tanins, qui constituent plus de la moitié des composés phénoliques (Boudjellaba et al., 2012).

Une autre particularité de cette huile réside dans sa richesse en matière insaponifiable comme les stérols et les tocophérols. Compte tenu des effets bénéfiques de ces substances sur l'élasticité cutanée, le métabolisme cellulaire, la restauration de la structure cutanée et la chute des cheveux, cette propriété pourrait être importante pour leur développement dans le domaine de la beauté (Habibi, 2004 ; Chaaben et al., 2015).

L'huile des pépins de figue de barbarie est utilisée en médecine traditionnelle pour traiter les plaies et les brûlures (Abdeldjalil, 2016). En consommant cette huile, le risque d'avoir des maladies cardio-vasculaires (la maladie coronarienne par exemple) sera réduit. Les acides gras insaturés de cette huile ont la configuration cis et sont des nutriments essentiels car l'organisme est incapable de les synthétiser (Descheemaeker et al., 2002). La vitamine E et les tocophérols ont des propriétés réparatrices et anti-radicalaires, et ils jouent un rôle dans le soutien des cellules épidermiques. Cette huile a des propriétés naturelles en raison de sa forte teneur en acides polyinsaturés, en particulier les oméga-6. De plus, le silicium, le zinc et le magnésium font de l'huile de cactus l'un des meilleurs antioxydants et sérums naturels (Sanschagrín, 2017).

En raison de ses propriétés sébo-régulatrices, les cheveux et les ongles peuvent également bénéficier des bienfaits de l'huile des graines de figue de barbarie. En effet, l'huile apporte un soin nourrissant qui les rend doux, brillants et forts (Smith, 2017). Les propriétés physiques et chimiques, notamment l'indice de réfraction, l'indice d'iode et l'indice de saponification, permettent à cette huile d'être utilisée dans l'agro-industrie comme substitut des graisses dans des produits transformés spéciaux. Cependant, les utilisations pharmaceutiques et cosmétiques offrent des alternatives plus nombreuses et meilleures (FAO, 2018).

PARTIE II :

Etude Expérimentale

1 Matériel et Méthodes

L'étude expérimentale de ce mémoire a été effectuée au sein de l'université Djilali Bounama à Khemis Miliana et au niveau du laboratoire des analyses médicales Dr A. Zibouche, dans un intervalle de temps de trois mois consécutifs, allant de mars jusqu'à mai 2022. Durant cette période, des activités biologiques de l'huile extraite à partir des graines d'*Opuntia ficus indica* ont été étudiées *in vitro*.

1.1 Matériel

Zone d'échantillonnage

Cette partie est réalisée par Dr Saifi Mounir dont nous avons eu toutes les informations nécessaires durant notre formation sur l'extraction des huiles essentielles et végétales. Cette formation est réalisée par Dr Saifi Mounir le 26 mars 2022 au niveau de notre université dont deux flacons de 20ml d'huile de figue de barbarie nous ont été fournis.

La figue de barbarie est un fruit très disponible en Algérie, déroulée d'une manière aléatoire et spontanée. L'huile extraite à partir des graines d'*Opuntia ficus indica* récoltées de la région de Bordj Bou Arreridj. C'est une wilaya algérienne. Le nord de la wilaya fait partie de la Petite-Kabylie. À 240 km à l'est d'Alger et 72 km à l'ouest ($36^{\circ} 4' 0''$ North, $4^{\circ} 46' 0''$ East) de Sétif, elle se situe dans la plaine de la Medjana. La wilaya de Bordj Bou Arreridj est à vocation agricole. Au nord, la zone montagneuse est dominée par l'arboriculture. Cette région possède de nombreuses huileries traditionnelles. La figue de barbarie connue sous le nom de Hendi, à la période de récolte le fruit et au stade de maturité, caractérisée par des couleurs nuancées de la jaune-orange (Figure 17).



Figure 17: Site de récolte des graines de figue de barbarie (Google MAP 2022).

1.1.1 Souches microbiennes

Les activités antibactérienne et antifongique de l'huile extraite à partir des graines de figue de barbarie, sont étudiées sur 9 microorganismes (Tableau 5).

Les souches utilisées ont un impact pathologique néfaste sur la santé de l'homme.

Tableau 5 : Souches utilisées pour l'étude du pouvoir antibactérien et antifongique.

Gram Micro-organismes	Gram+	Gram-	Sources
Bactéries	Enterococcus faecalis	Néant	Laboratoire privé des analyses médicales dirigé par Dr N.Houti ,Khemis Miliana.
	Bacillus spizizenil ATCC 6633 Staphylococcus aureus ATCC 6538	Klebsiella pneumoniae Escherichia coli ATCC 25922 Pseudomonas aeruginosa ATCC 7756	Laboratoire privé des analyses médicales dirigé par Dr A.Zibouch, Ain Defla.
Levures	Candida albicans Microsperme canie 1893 Microsperme canie 1815		Laboratoire central de l'hôpital de Hadjout (Kbayli Mohamed).

Toutes les souches microbiennes utilisées ont été entretenues par repiquage sur gélose nutritive favorable à leur croissance à 37°C pendant 24h pour les bactéries et à 30°C pendant 48h pour les levures.

1.1.2 Milieux de culture

Nous avons utilisé les milieux de culture suivants pour la réalisation des tests microbiens :

- La gélose nutritive pour l'isolement et la croissance de souches bactériennes.
- La gélose Mueller Hinton pour l'étude de la sensibilité des bactéries à notre huile végétale.
- La gélose Sabouraud pour l'isolement et la croissance de la levure et l'étude de sa sensibilité à l'huile.

1.2 Méthodes

1.2.1 Extraction de l'huile des graines de figue de barbarie par la pression à froid

Préparation des échantillons (graines de figue de barbarie)

L'obtention des graines d'*Opuntia ficus indica* est faite comme suit : sont lavées les fruits à l'eau courante pour éliminer les glucides et les impuretés. Les graines sont séparées de la pulpe par l'utilisation de l'eau, des tamis à pores de plus en plus réduits en rinçant abondamment avec l'eau courante afin d'être sûr d'éliminer tout le mucilage, les graines collectées doivent être séchées, après lavage, soigneusement soit dans un endroit à l'ombre et bien aéré ou par ventilateur. Le séchage est une étape primordiale, car la graine doit rester souple tout en étant éliminé de son humidité, ceci afin d'obtenir l'huile de la meilleure qualité possible pure et vierge à la température ambiante. Suite au séchage, les pépins de figue de barbarie sont stockés à l'abri de la lumière et de l'humidité en attendant la prochaine étape de la production de l'huile (figure 18) (Bougandoura et al., 2013).

La figure 18 montre les étapes d'obtention des graines sèches.

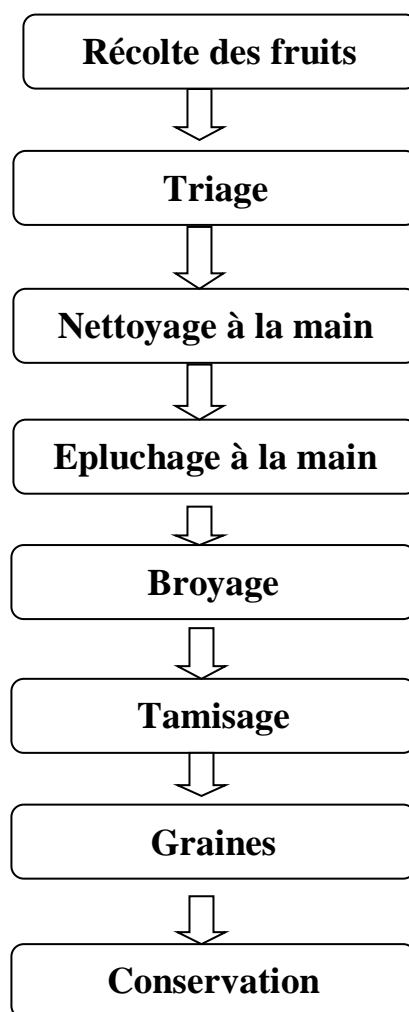


Figure 18: Diagramme de préparation de la matière première.

La méthode d'extraction par pression à froid. Cette méthode est utilisée principalement pour produire des huiles alimentaires extra-vierges ou par des unités de petite capacité, permet l'extraction par pression à froid par un passage des graines dans une presse à huile à vis qui provoque une pression croissante à environ 60°C. L'huile obtenue est ensuite filtrée et contrôlée qu'aucune contamination n'a eu lieu durant le processus. L'huile de figue de barbarie pure ainsi obtenue est conditionnée dans des flacons en verre. L'huile récupérée a été décantée, pesée puis conservée à -20°C. Cette technique permet la préservation de la teneur en acides gras essentiels et en antioxydants naturels, et par conséquent évite une altération des propriétés de l'huile (figure 19) (Nitiema et al., 2012).



Figure 19: Machine de pression à froid.

1.2.2 Examen organoleptique d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*

L'examen organoleptique est l'un des critères d'évaluation de la qualité des huiles. Il porte sur l'odeur, la couleur et l'aspect à 20 °C.

1.2.3 Analyses des paramètres physico- chimiques

1.2.3.1 Paramètres physiques

- **Calcul du rendement**

Le rendement en huile est le rapport entre le poids de l'huile extraite et le poids de la plante sèche à traiter (AFNOR, 1996). Le rendement, exprimé en pourcentage est calculé par la formule suivante :

$$R = \frac{PB}{PA} \times 100$$

On a

R : Rendement de l'huile en %.

PB : Poids de l'huile en g.

PA : Poids des graines sec en g.

- **Potentiel d'hydrogène (pH)**

Chaque huile possède un pH (potentiel d'hydrogène) spécifique. Le pH permet de déterminer le caractère acide, neutre ou basique. Le potentiel d'hydrogène donne une indication sur l'acidité d'une huile. Il est déterminé à partir de la quantité d'ions d'hydrogène libre (H⁺) contenus dans l'échantillon. Il existe plusieurs différentes méthodes pour mesurer le pH (**Actu-Environnement, 2003**).

On peut tout d'abord le mesurer à l'aide d'un papier appelé papier pH qui est utilisé pour déterminer si l'huile des graines de figue de barbarie est acide, basique ou neutre.

- ✓ **Mode opératoire**

- Déposer une goutte d'huile des graines de figue de barbarie dans une partie du papier pH.
- Attendre quelques secondes puis faire une comparaison des couleurs et lire les résultats du papier utilisé avec l'échelle colorée fournie dans la boîte de papier pH.

- **Indice de réfraction**

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air à l'huile maintenue à une température constante (**AFNOR, 2000**).

L'indice de réfraction est utilisé pour l'identification des huiles et comme critère de pureté de ces huiles, chaque substance a son indice de réfraction spécifique. Plus l'indice de réfraction d'un produit est près de la valeur attendue, plus sa pureté est grande (**Aura, 2022**). Cet indice mesuré à l'aide d'un réfractomètre classique d'abée par la lecture directe, qui traverse la substance à une température constante de 20°C.

- ✓ **Mode opératoire**

- Étalonner le réfractomètre à l'aide d'une solution tampon (l'eau distillée $I_R = 1.333$).
- Après l'étalonnage, on dépose 2 à 3 gouttes d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* indicèrent au milieu du prisme.
- On observe dans l'oculaire et règle avec les boutons pour séparer la zone claire de la zone sombre au centre du réticule.
- Supprimer les irisations pour obtenir une ligne nette entre les deux zones.
- La lecture indiquée par l'échelle.

1.2.3.2 Paramètres chimiques

- **Indice d'acide**

La teneur en acides gras libres d'une huile végétale s'exprime de deux façons : l'acidité et l'indice d'acide qui sont déterminés expérimentalement de la même manière et le mode d'expression est différent. L'indice d'acide (I_A) est le nombre de milligrammes (mg) d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides libres dans 1,00 gramme (g) d'huile végétale selon la réaction (**Jacques et al ., 2012**):



- **Acidité**

C'est le pourcentage d'acide gras libre exprimé conventionnellement selon la nature du corps gras.

- ✓ **Mode opératoire**

Dans un erlenmeyer nous avons pesé une masse de 1 g d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*, on ajoute 5 ml d'éthanol à 96% et 5 gouttes de l'indicative colorée phénolphthaléine, nous avons agité avec un agitateur magnétique jusqu'à dissolution. Ensuite nous avons réalisé un dosage avec une solution d'hydroxyde de potassium(KOH) à 0,5N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante (**NF T60-204 ,1985**).

- ✓ **Expression des résultats**

L'indice d'acide est exprimé par la formule suivante :

$$IA = \frac{(V.N) \times 56.1}{m}$$

I_A : Indice d'Acide.

N : Normalité de la solution éthanolique de KOH.

V : Volume de la solution éthanolique de KOH exprimé en mL.

m : masse.

56.1 : masse molaire de KOH.

L'acidité (A) exprimée en mg KOH/g d'huile est obtenue par la formule suivante :

$$A\% = \frac{IA}{2}$$

- **Indice de saponification**

L'indice de saponification (I_s) est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides et à la saponification des esters présents dans 1g de l'huile (AFNOR, 1968).

- ✓ **Principe**

Le principe compte sur le titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium (KOH) en solution par l'acide chlorhydrique (HCl)

- ✓ **Mode opératoire**

Dans un ballon de 250 ml, on introduit 1g d'huile des graines de figue de barbarie et 25 ml d'une solution éthanoïque d'hydroxyde de potassium (KOH) 0.5M à l'aide d'une burette. L'ensemble est porté au reflux pendant 1 h.

- Après refroidissement de la solution, on ajoute 2 à 3 gouttes de phénolphthaléine. L'excès de KOH est titré par une solution d'acide chlorhydrique (HCl) 0.5 N.
- Le point d'équivalence a été mis en évidence de la même manière expliquée précédemment.
- Une opération à blanc est réalisée dans les mêmes conditions que précédemment.

Expression des résultats

L'indice de saponification (I_s) est calculé selon la relation suivante:

$$I_s = \frac{28.05 \times (V_0 - V)}{m}$$

V_0 : Volume en ml de la solution d'HCl pris dans l'essai à blanc.

V : Volume en ml de la solution d'HCl pris en présence de l'huile.

m : masse en g de la prise d'essai.

- **Indice d'ester**

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libérés par hydrolyse des esters contenus dans 1 gramme d'huile (AFNORE, 1983).

On a calculé l'indice d'ester (I_E) à partir de l'indice de saponification (I_S) et l'indice d'acide (I_A) par la relation suivante :

$$I_E = I_S + I_A$$

I_s : Indice de Saponification.

I_A : Indice d'Acide.

1.2.4 Etude et évaluation *in vitro* de l'activité antimicrobienne d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*

1.2.4.1 Activité antibactérienne

Pour évaluer l'activité antibactérienne de l'huile extraite des graines d'*Opuntia ficus indica*, nous avons adopté la méthode d'aromatogramme sur milieu gélosé en utilisant les disques stériles (Somaie et al., 2013).

✓ Méthode de l'aromatogramme

La méthode d'aromatogramme permet de déterminer la sensibilité des différentes espèces bactériennes et levures vis-à-vis de l'huile testée. Cette méthode consiste à utiliser des boîtes de Pétri contenant un milieu gélosé Mueller Hinton, déjà solidifié et inoculé par la souche microbienne testée. Des disques en papier buvard de 6mm de diamètre, préalablement imprégnés de quantités connues de dilutions d'huile (07µl), sont alors placés en surface de la gélose. Généralement, les micro-organismes seront classés susceptibles, intermédiaires ou résistants, selon le diamètre de la zone d'inhibition (Figure 20) (Wilkinson, 2006).

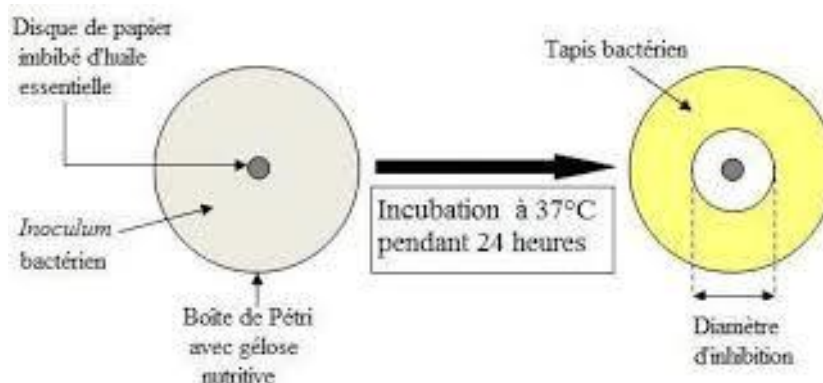


Figure 20 : Principe de la méthode d'aromatogramme (GDR, 2018).

✓ Préparation des suspensions bactériennes (inoculum)

Pour réaliser cette partie, une revivification des souches bactériennes a été réalisée sur gélose. Le principe est d'épuiser un dépôt initial en faisant des étalements successifs dans différentes directions (d'où le nom de la technique : épuisement par la méthode des quadrants).

Plusieurs techniques sont couramment appliquées : 3, 4 ou 5 étalements successifs.

✓ Principe de l'ensemencement

L'ensemencement en quadrants (à usage général) est utile pour la plupart des échantillons. Le nombre relatif d'organismes peut être estimé en fonction de l'étendue de la croissance de la zone d'origine de l'inoculum.

✓ Étapes

- Assurez-vous que le contenu du tube (suspension de culture) est préparé d'une culture bactérienne. Placer l'anse contenant bouillon de culture sur la surface des boîtes de Pétri, près du bord mais sans le toucher. Avec la boucle à plat contre la surface de la gélose, rayez légèrement l'inoculum pour ne pas déterrer la gélose.
- Stérilisez la boucle et refroidir.
- Tournez la boîte ouverte dans votre main gauche de manière à pouvoir tracer une série de quatre lignes d'avant en arrière, chacune passant à travers l'inoculum et s'étendant sur un côté de la boîte
- Stérilisez à nouveau la boucle et laissez-la refroidir à l'air.
- Faites pivoter la plaque et tracez une autre série de quatre lignes, chacune croisant l'extrémité des quatre dernières lignes et s'étendant sur le côté adjacent de la boîte.
- Tournez la plaque et répétez cette rayure parallèle une fois de plus.
- Enfin, faites quelques stries au centre intact de l'assiette.

Ne touchez pas l'inoculum d'origine. Incuber la plaque (inversée) à 37°C pendant 24h. Après incubation, et à partir de la culture mère, on a prélevé une souche qui a été déjà testée sur le milieu d'isolement, et puis on a raclé à l'aide d'un écouvillon, quelques colonies bien isolées et parfaitement identiques.

- Après cette étape d'isolement on a fait une décharge de 5 ml d'eau physiologique stérile dans un écouvillon et il faut bien homogénéiser la suspension microbienne. Sa densité a été ajustée à 0.5 Mc Farland et on doit la comparer avec un étalon.
- L'ensemencement doit se faire en moins de 15 min après la préparation de l'inoculum.

✓ Préparation des disques

Le papier buvard est utilisé pour la préparation des disques de 6 mm de diamètre. Les disques préparés, sont placés dans un tube à essai et stérilisés à une température de 120°C pendant 20 minutes (**Minor et al ., 1989**).

✓ Ensemencement

Des boîtes de Pétri contenant du milieu MH (pour les bactéries) sont ensemencées aseptiquement à l'aide d'un écouvillon stérile sur toute la surface du milieu, préalablement trempé dans la suspension bactérienne (en utilisant des souches jeunes de 24h), et déchargé au maximum, sur la totalité de la surface gélosée en stries serrée. L'opération a été répétée trois fois, en tournant la boîte à chaque fois sans oublier de faire pivoter l'écouvillon sur lui-même. Finir l'ensemencement en passant l'écouvillon sur la périphérie du milieu (**Athamena et al ., 2010**).

Après ensemencement des germes, les dilutions d'huile (1/2 et 1/4 et 1/8, 1/12) sont préparées à l'aide du DMSO (diméthylsulfoxyde) qui est inerte sur l'activité antibactérienne (Figure 21).



Figure 21: Différentes dilutions d'huile des graines de figue de barbarie (1/2, 1/4, 1/8, 1/12).

Dans chaque boîte de Pétriensemencée, on applique 6 disques (Figure 22) (**Chao et al., 2000 ; Andrews, 2001**):

- (A) Contrôle négatif, un disque de papier buvard a été déposé sans être imbibé.
- (B) Un deuxième disque imbibé par l'huile pure.
- (C) Un troisième disque imbibé par l'huile diluée à 1/2.
- (D) Un quatrième disque imbibé par l'huile diluée à 1/4.
- (E) Un cinquième disque imbibé par l'huile diluée à 1/8.
- (F) Un sixième disque imbibé par l'huile diluée à 1/12.



Figure 22: Disques en papier buvard imbibés par les dilutions déposés sur la gélose.

✓ Incubation

Les boîtes de Pétri qui contiennent les souches des bactéries sont incubées à 37°C pendant 24 heures.

✓ Lecture

La lecture a été faite par la mesure des diamètres des halos d'inhibition des disques à l'aide d'un pied à coulisse. Les résultats peuvent-être symbolisés par des signes d'après la sensibilité des souches vis-à-vis de l'huile (Tableau 6) (**Bendoukhane, 2017**).

Tableau 6 : Sensibilité aux différentes concentrations d'huile organisée selon le diamètre des zones d'inhibition (**Ponce et al., 2003**) .

Sensibilité	Diamètre
Non sensible	0mm
Moins sensible	6mm
Sensible (+)	9-14mm
Très sensible (++)	15-19mm
Extrêmement sensible (+++)	20mm au plus

1.2.4.2 Activité antifongique

Les principales souches utilisées sont *Candida albicans* et *Microsporme*. Les boîtes de Pétri qui contiennent le milieu de culture Sabouraud sontensemencées à partir d'un inoculum préalablement préparé à un pH= 6,0. Une fois la gélose Sabouraud estensemencée, les disques préparés sont déposés sur la surface de la gélose dans des conditions stériles, à raison de six disques par boîte de Pétri pour les différentes dilutions, à l'aide d'une pince stérilisée au bec bunsen. Enfin les boîtes sont incubées à 30°C pendant 48 heures.

1.2.5 Activité antioxydante

Piégeage du radical libre DPPH (2,2-DiPhényl-1-Picrylh Hydrazyl)

✓ Principe

La méthode est basée sur la mesure de la capacité des antioxydants à piéger le radical libre 2,2-DiPhényl-1-Picryl Hydrazil (DPPH). Ce dernier est réduit à la forme hydrazine (non radicalaire) en acceptant un atome d'hydrogène. La réduction de DPPH a été contrôlée en mesurant l'absorbance de la solution à la longueur d'onde caractéristique (517 nm). À cette longueur d'onde, l'absorption des radicaux libres diminue après avoir été réduite par des antioxydants (AH) ou d'autres radicaux libres. Le DPPH est un radical violet qui vire au jaune lorsqu'il est réduit par un donneur de proton H⁺ (Figure 23) (**Molyneux, 2004**).

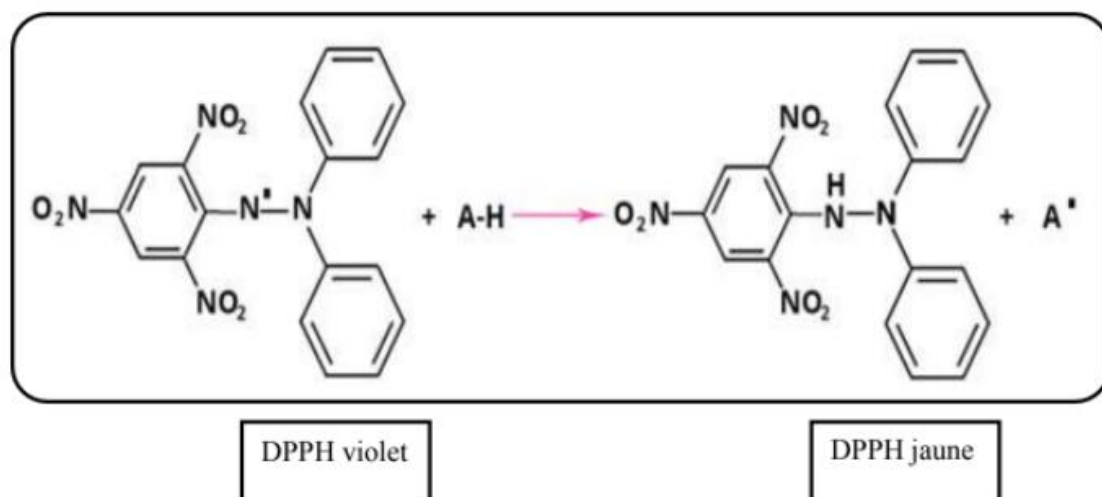


Figure 23: Forme libre et réduite du DPPH (Molyneux, 2004).

La mesure de la réduction de la couleur violette au fil du temps peut déterminer l'CI50, le temps après la disparition de 50% de la couleur, généralement expliqué en quantité d'antioxydant nécessaire pour réduire la quantité initiale de DPPH (CI50). Les résultats dépendent de la concentration initiale en DPPH. En ajoutant une référence connue, on peut normaliser la méthode, par exemple les résultats pour la vitamine C (Yildirim *et al.*, 2001).

✓ Préparation de DPPH

La première étape qu'on a fait avant de commencer le protocole d'analyse biochimique c'est la préparation de la solution DPPH (2,2-DiPhényl-1-Picryl Hydrazil) par solubilisation de 2,5 mg de DPPH dans 100 ml de méthanol absolu.

✓ Mode opératoire

La capacité de l'huile de pépins de figue de barbarie à piéger le radical libre DPPH est évaluée en utilisant la méthode décrite par Jamali *et al.* (2013).

On prépare la solution mère d'huile dans l'éthanol à une concentration de 100 µg/mL. Une série de dilutions est réalisée pour obtenir des concentrations allant de 25 µg/mL à 100 µg/mL. Le mélange réactionnel est agité vigoureusement et incubé 30 min à l'obscurité et à température ambiante. Les absorbances sont mesurées à 517 nm. Les échantillons de contrôle sont composés de 50 µL de méthanol additionné de 2 mL de la solution éthanoïque de DPPH. L'acide ascorbique est utilisé comme témoin positif.

✓ Lecture

Le relevé est effectué à l'aide d'un spectrophotomètre UV visible.

✓ Expression des résultats

L'activité antioxydante est exprimée par le pourcentage d'inhibition calculé en utilisant l'équation suivante :

$$\text{Activité Antioxydante (\%)} = 100 \times [(A \text{ contrôle} - A \text{ échantillon}) / A \text{ contrôle}]$$

La concentration inhibitrice (CI50) est la concentration de l'échantillon testé nécessaire pour réduire 50% du radical DPPH. Elle est calculée à partir du graphe de l'activité antioxydante (en %) en fonction de différentes concentrations d'huile et la vitamine C testés. Une faible valeur d'CI50 indique une forte capacité d'huile à agir comme piègeur du DPPH (**Molyneux, 2004**).

Le pouvoir réducteur d'un composé est associé à son pouvoir antioxydant, une augmentation de l'absorbance correspond à une augmentation du pouvoir réducteur (**Hubert, 2006 ; Chikhi, 2013**).

1.2.6 Analyse de l'huile par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM)

L'analyse et l'identification d'huile ont été procédées par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse au niveau du laboratoire de recherche Valorisation des Substances Naturelles de l'université Djilali Bounaama de Khemis Miliana.

1.2.7 Principe

La technique de couplage est plébiscitée car ne nécessitant pas d'étapes de purification préalables des composés, elle représente un gain de temps important surtout lorsque les quantités d'échantillons disponibles sont faibles (**Cuyckens et al ., 2004**).

Il existe de nombreux exemples de l'application de cette technique pour l'analyse de mélanges de produits naturels complexes et, en particulier, de mélanges de flavonoïdes (**Exarchou et al., 2005 ;Colombo et al ., 2006**).

La chromatographie en phase gazeuse CG est une technique de séparation, appliquée sur des composés volatils ou capables de se séparer sans se décomposer. La séparation est fondée sur la différence de distribution ou de partage des solutés entre deux phases, l'une stationnaire (liquide ou solide) et l'autre mobile (un gaz vecteur) (**National Institute of Standards and Technology, 2011**).

La spectrométrie de masse SM est une méthode physico-chimique appliquée à la détermination structurale des composés organiques. Elle permet d'accéder à la masse

moléculaire d'une substance et apporte des informations structurales par le biais de l'étude des fragments moléculaires engendrés (Luicitla, 2006).

✓ Mode opératoire

Le couplage CG/SM a été effectué sur un appareil CG/SM –TQ8030 opérant sous pression d'hélium avec un débit de 3.0 ml / min. La fragmentation est effectuée par impact électronique à 70 eV (figure 24).

Tableau 7 : Conditions analytiques de CG/SM.

Température d'injection et de détection	200 à 250°C.
Mode d'injection	Split.
Volume injecté	1 µl.
Gaz vecteur avec un débit	3ml/min.
Détecteur réglé à	250 °C.
Temps	39 min.



Figure 24: Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse CG/SM-TQ8030.

2 Résultats et interprétations

Pour obtenir une huile des graines de figue de barbarie d'une grande pureté, qui conserve l'intégralité de ses principes actifs et qui permette d'avoir une action optimale, nous avons suivi un processus d'analyse de plusieurs propriétés pendant deux mois : caractéristiques organoleptiques, paramètres physico-chimiques, activité antibactérienne, activité antifongique, activité antioxydante et analyse par chromatographie phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM).

1.1 Examen organoleptique d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*

L'examen organoleptique est l'un des critères d'évaluation de la qualité d'huile. Il porte sur l'odeur, la couleur et l'aspect à 20 °C. Les résultats sont résumés dans le tableau 8 ci-dessous.

Tableau 8: Caractéristiques organoleptiques d'huile des graines de figue de barbarie.

Caractères à examiner	Caractéristiques organoleptiques
Aspect à 20°C	limpide
Couleur	jaune claire
Odeur	très légère

2.1 Analyses physico-chimiques d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*

2.1.1 Paramètres physiques

Plusieurs paramètres physiques ont été déterminés pour cette huile des graines de figue de barbarie. Les résultats obtenus sont décrits dans le tableau 9.

Tableau 9 : Propriétés physiques de l'huile des graines de figue de barbarie.

Rendement	pH	Indice de réfraction
4%	4,50	1,469

- **Rendement**

➤ D'après cette équation on a pu calculer le rendement :

$$R = P_B / P_A \times 100$$

$$R = 1\text{kg} / 25\text{kg} \times 100$$

R=4%

Les résultats obtenus montrent que l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* présente un rendement total de 4% et d'un poids total égal à 25 Kg des graines.

- **Déterminations de pH**

La caractérisation physico-chimique de l'huile a prouvé que son pH acide est égal à 4,50 (Figure 25).



Figure 25 : Résultat de pH d'huile extraite à partir des graines d'*Opuntia ficus indica* sur papier indicateur de pH.

- **Indice de réfraction**

Selon les résultats présentés dans le tableau 2, l'indice de réfraction déterminé à 20 °C est égal à 1,469. La valeur de l'eau distillée est très élevée et égale à 1,33 (figure 26).



Figure 26: Indice de réfraction d'huile des graines de figue de barbarie.

2.1.2 Paramètres chimiques

Les propriétés chimiques de l'échantillon d'huile extraite à partir des graines de figue de barbarie sont présentées comme suit :

- **Indice d'acide**

La méthode de titrage du solvant (HCl) montre que l'acidité est équivalente à 0.1 ml (Figure 27).



Figure 27 : Titrage acido-basique.

➤ Nous calculons l'indice d'acide (I_A) comme suit :

$$I_A = \frac{(V.N) \times 56.1}{m}$$

Alors :

$$I_A = \frac{(0.5 \times 0.1) \times 56.1}{1}$$

Donc :

$$I_A = 2,80 \text{ mg de KOH/g}$$

L'huile des graines de figue de barbarie «*Opuntia ficus indica* » utilisée dans notre étude a un indice d'acide estimé à 2.80 mg KOH/g.

- **Acidité**

➤ L'acidité est calculée à partir de l'indice acide:

$$A\% = \frac{IA}{2}$$

L'acidité de l'huile des graines de figue de barbarie étudiée est :

$$A = 1.40\%$$

- **Indice de saponification (Is)**

D'après l'expérience qu'on a fait, on a pu voir un virage de couleur du blanc vers le rose par un titrage de la solution KOH (Figure 28):

Volume du blanc $V_0 = 23\text{mL}$.

Volume d'huile $V_1 = 16,5\text{mL}$.



Figure 28 : Neutralisation des acides à la saponification.

➤ On a calculé la valeur de l'indice de saponification I_s par l'équation suivante :

$$I_s = \frac{28,05 \times (V_0 - V_1)}{m}$$

$$I_s = \frac{28,05 \times (23 - 16,5)}{1}$$

Donc :

$$I_s = 182,32 \text{ mg de KOH / g}$$

L'indice de saponification de l'huile des pépins d'*Opuntia ficus indica* a une valeur égale à 182,32 mg de KOH / g.

- **Indice d'ester (I_E)**

L'indice d'ester est calculé à partir de l'indice de saponification et l'indice d'acide.

Nous avons:

I_A = 2,80 mg de KOH/g.

I_S = 182,32 mg de KOH / g.

$$IE = IS - IA$$

$$I_E = 179.52 \text{ mg de KOH / g}$$

2.2 Activité antimicrobienne d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*

Nous avons déterminé *in vitro* l'activité antimicrobienne de l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* par la technique de l'aromatogramme.

Cette méthode permet d'évaluer la sensibilité des différentes espèces bactériennes et fongiques vis-à-vis de l'huile des graines de figue de barbarie. Le principe de cette méthode consiste à utiliser des boîtes de Pétri qui contiennent le milieu gélosé convenable, qui est déjà solidifié et inoculé par les souches testées. Des disques en papier buvard de 6 mm de diamètre, préalablement imprégnés de quantités connues des dilutions, sont alors placés en surface de la gélose.

2.2.1 Activité antibactérienne

Après incubation à 37°C pendant 24h, nous avons enregistré les résultats représentés dans le tableau 10 qui montrent que l'huile des graines de figue de barbarie exerce un effet antagoniste sur quelques souches bactériennes (Tableau 10).

Tableau 10 : Diamètre des zones d'inhibition des souches bactériennes testées en mm par l'huile d'*Opuntia ficus indica*.

Souches bactériennes	Diamètres des zones d'inhibition (mm)					
	A	B	C	D	E	F
Enterococcus faecalis	-	25	22	20	16	10
Bacillus spizizenil ATCC 6633	-	-	-	-	-	-
Staphylococcus aureus ATCC 6538	-	-	-	-	-	-
Klebsiella pneumoniae	-	23	20	18	-	-
Escherichia coli ATCC 25922	-	-	-	-	-	-

<i>Pseudomonas aeruginosae</i> ATCC 7756	-	-	-	-	-	-

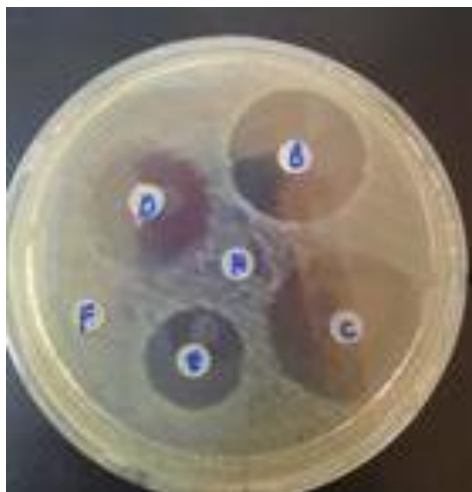


Figure 29 : Résultat de l’activité antibactérienne des différentes dilutions d’huile des graines d’*Opuntia ficus indica* sur *Enterococcus faecalis*.

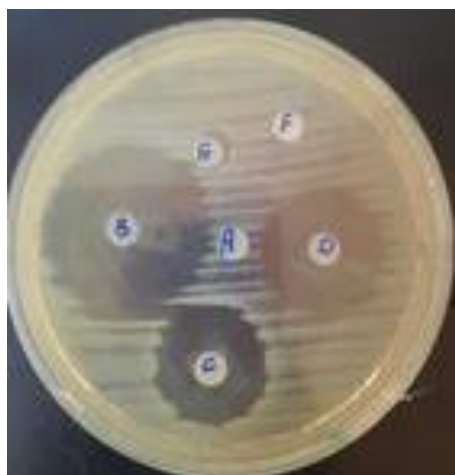


Figure 30 : Résultat de l’activité antibactérienne des différentes dilutions d’huile des graines d’*Opuntia ficus indica* sur *Klebsiella pneumoniae*.

D'après les résultats obtenus, les bactéries à Gram positif sont les plus sensibles à l'activité antibactérienne d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*. La figure 29 montre que notre huile a inhibé la croissance d’*Enterococcus faecalis* dont les diamètres des zones d'inhibition sont 25mm, 22mm, 20mm, 16mm et 10mm obtenues avec B, C, D, E et F, respectivement.

Nous avons aussi enregistré la présence des zones d'inhibition de *Klebsiella pneumoniae* dont les diamètres varient de 18mm jusqu'à 23mm obtenus avec les mêmes dilutions.

2.2.2 Activité antifongique

Après incubation des boîtes de Pétri à 30 C° pendant 48 h, nous avons trouvé les résultats suivants (Tableau 11) :

Tableau 11 : Diamètre des zones d'inhibition en mm des souches fongiques testées par l'huile des pépins de figue de barbarie.

Levures	Diamètres des zones d'inhibition (mm)					
	A	B	C	D	E	F
Candida albicans	-	25	23	15	12	5
Microsporm canie 1893	-	-	-	-	-	-
Microsporm canie 1815	-	-	-	-	-	-

On remarque que les disques imbibés d'huile d'*Opuntia ficus indica* sont entourés par des zones d'inhibition comme indiqué dans la figure 31 :



Figure 30: Résultat de l'activité antifongique des différentes dilutions de l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* sur *Candida albicans*.

Les résultats de l'activité antifongique présentés dans le tableau 10 montrent que l'huile extraite à partir des graines d'*Opuntia ficus indica* exerce une inhibition de *Candida albicans* (Figure 31). Les diamètres d'inhibition sont estimés à 25mm, 23 mm, 15 mm, 12mm et 5 mm enregistrés avec les dilutions 1/2, 1/4, 1/8 et 1/12, respectivement.

Par contre, les espèces *Microsporm canie* 1893 et *Microsporm canie* 1815 possèdent un potentiel de résistance très élevé (Voir annexe 4).

Après étude *in vitro* de l'activité antimicrobienne de l'huile végétale utilisée dans notre travail, nous pouvons dire que l'huile a en même temps une activité antibactérienne et antifongique.

2.3 Évaluation de l'activité antioxydante par DiPhényl Picryl Hydrazyl (DPPH)

L'absorbance (ou densité optique DO) a été mesurée par spectrophotométrie UV-Visible à 517 nm. Les valeurs obtenues ont permis de tracer des courbes graphiques par Microsoft office Excel 2007, qui représentent une variance de pourcentage d'inhibition en fonction des concentrations d'huile des pépins de figue de barbarie. Nous avons pu déterminer graphiquement la concentration d'inhibition correspondante à 50 % (CI₅₀), qui constitue l'activité antioxydante de l'huile (Figure 32).

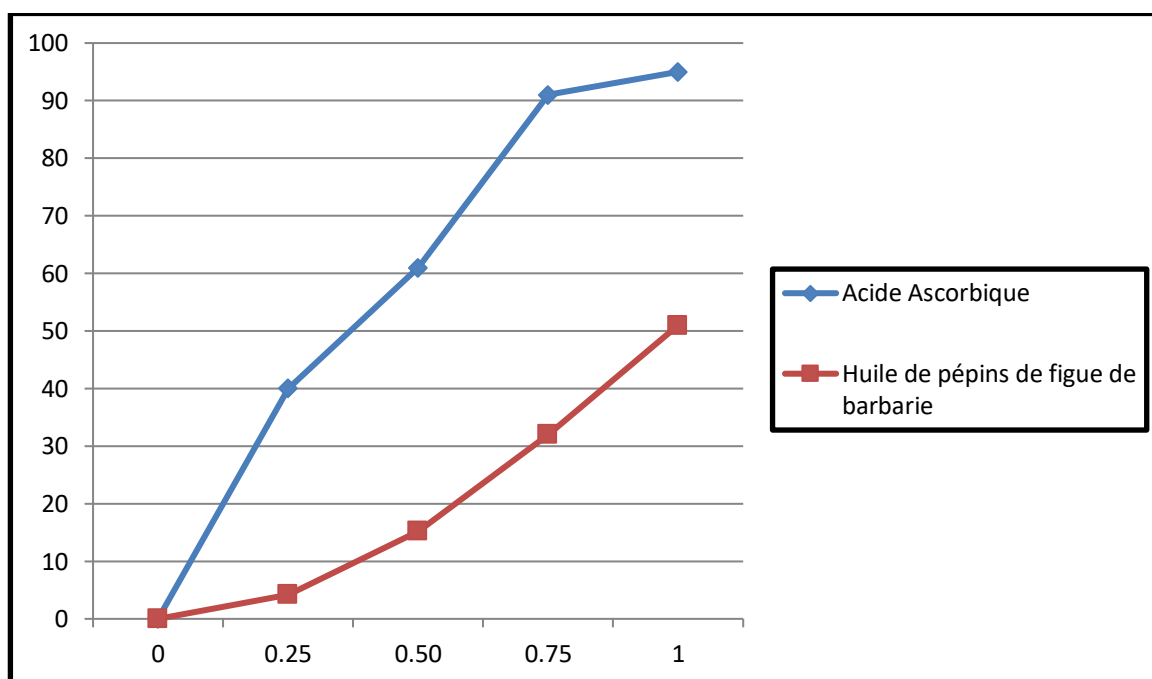


Figure 31: Taux d'inhibition de DPPH en fonction des concentrations de l'huile des pépins d'*Opuntia ficus indica*.

La valeur graphique de la concentration d'inhibition (CI₅₀) de notre échantillon d'huile est présentée dans le graphe de la figure 33.

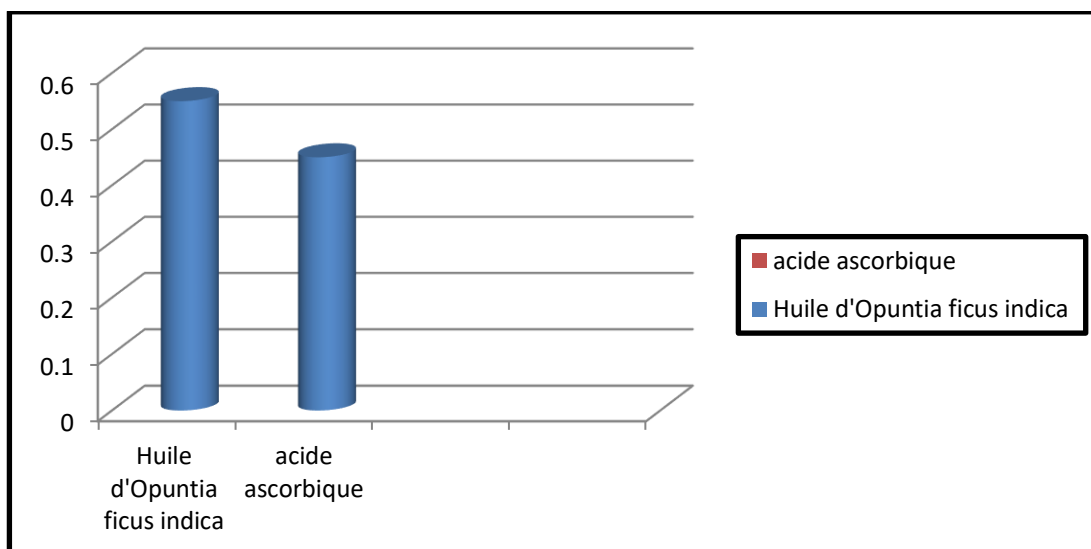


Figure 32 : Histogramme représentatif la valeur de concentration inhibitrice CI_{50} d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*

Selon les résultats enregistrés, pour l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*, CI_{50} de l'huile est égale à 0,55 $\mu\text{g/ml}$. Elle est relativement faible pour l'acide ascorbique dont la valeur est d'environ 0,45 $\mu\text{g/ml}$. L' CI_{50} est proportionnelle à l'activité antioxydante de l'huile.

2.4 Analyse par CG/SM d'huile d'*Opuntia ficus indica*

L'appareil de chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM) sert à l'analyse des constituants chimiques d'huile extraite par pression à froid des graines de figue de barbarie.

Par cette technique d'analyse, nous avons pu étudier qualitativement et quantitativement les composés chimiques de notre huile, dont un ou plusieurs de ces constituants sont impliqués dans l'inhibition de croissance des micro-organismes responsables des infections chez l'homme (Figure 34).

Chromatogramme

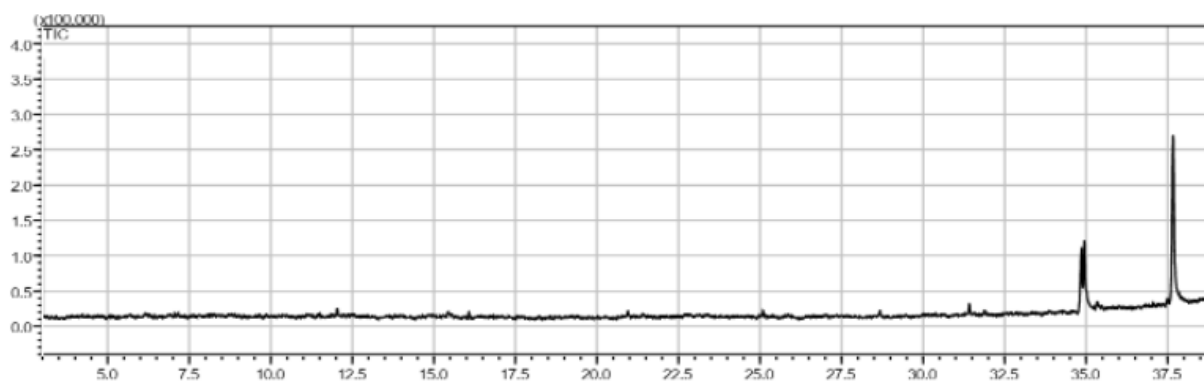


Figure 33 : Profil chromatographique d'huile des graines de figue de barbarie après analyse par CG/SM.

Les résultats de cette analyse ont montré que les constituants sont nombreux et différents au niveau du profil chimique d'huile dont 18 composés ont été identifiés et présentés dans le tableau 12.

Tableau 12: Constituants chimiques d'huile des graines de figue de barbarie.

Numéro	Composants chimiques	Taux %
01	2-HEPTÉNAL, (E)-	0.74
02	2-ISOPROPYL-5-MÉTHYLCYCLOHEXANOL #	2.16
03	Acide 3-trifluorométhyl benzoïque, ester tridécylique	0.33
04	3,3,6,6,11,11-HEXA CHLOROTÉTRA CYCLO[8.1.0.0(2,4).0(5,7)]UNDEC-8-ENE	0.62
05	2,4-DÉCADÉNAL, (E,E)-	0.93
06	Déca-2(E), 4(E)-diéнал	1.52
07	Cycloheptasiloxane, tétradécaméthyl-	1.65
08	Cyclo Heptasiloxane, hexadécaméthyl-	1.63
09	CYCLOPENTASILOXANE, TÉTRADE ÉTHYL-	1.25
10	L'acide palmitique	2.80
11	Heptasiloxane, hexadécaméthyl-	1.14
12	Acide 9,12-octadécadiénoïque (Z,Z)-	16.69
13	Acide octadéc-9-énoïque	18.56
14	Acide octadécanoïque	1.70
15	SPIRO [7H-CYCLOHEPTA [B] FURAN-7,2'(5'H)-FURAN]-2,5'(3H)-DIONE, OCTAHYDRO-8-HYDROXY-6,8-DIMETHYL-3-METHYLENE-, [3AS-(3A.ALPHA.,6.B	0.54
16	1-OXASPIRO [4.5] DÉCAN-7-ONE, 2,10,10-TRIMÉTHYL-6-MÉTHYLÈNE-, (R*,S*)-(.,+.)-	1.01
17	CYCLOPENTASILOXANE, TÉTRADE ÉTHYL-	1.69
18	1 2-benzenedicarboxylic acid mono(2-ethylhexyl) ester	45.04
Totale		100

La détermination des taux des composés chimiques d'huile a été basée sur la normalisation de la surface de pic sans utiliser des facteurs de correction.

Les constituants présentes dans notre huile sont principalement présentés par : l'acide phtalique (1 2-benzenedicarboxylic acid mono(2-ethylhexyl) ester), acide gras mono-insaturé (Acide octadéc-9-énoïque), acide gras polyinsaturé (Acide 9,12-octadécadiénoïque (Z,Z)-) et dont les valeurs obtenues sont : 45,04%, 18,56%, 16,69% et 19,71%, respectivement (Figure 35).

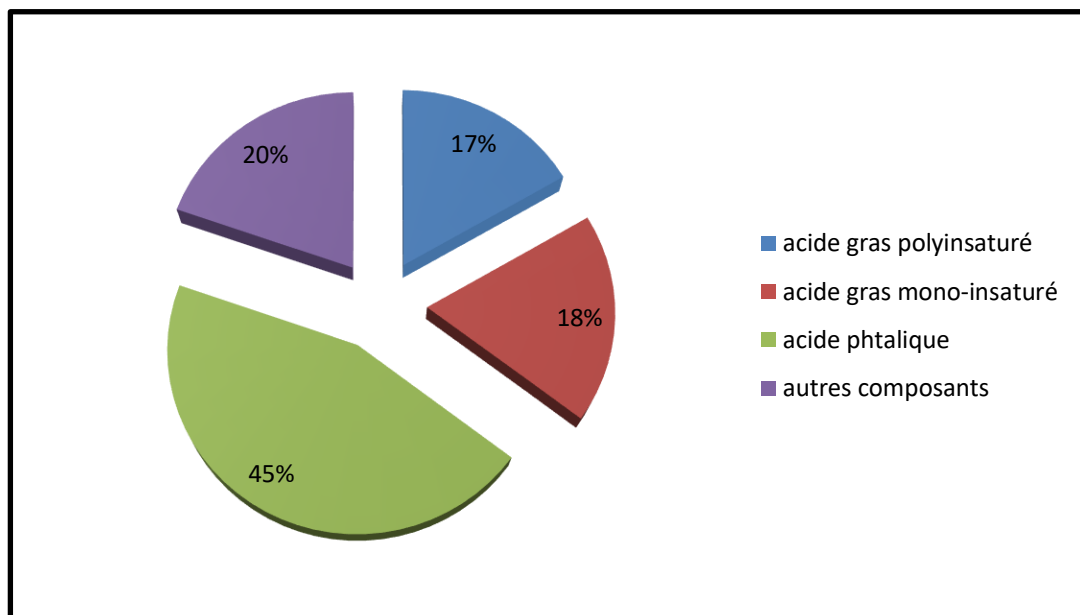


Figure 34 : Taux des composants chimiques présents dans l'huile de figue de barbarie.

3 Discussion

3.1 Examen organoleptique

D'après les résultats obtenus on trouve que l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* a un aspect limpide, de couleur jaune claire et odeur très légère. Les huiles sont habituellement liquides à la température ambiante et volatiles (AFNOR, 2000). Elles sont plus ou moins colorées. La couleur, la saveur et l'odeur sont des paramètres qui donnent une idée générale sur la qualité (Mokeddem, 2005).

3.2 Paramètres physico-chimiques

Les paramètres physico-chimiques tels que : le pH, l'indice de réfraction, l'indice d'acide, l'acidité, l'indice de saponification et l'indice d'ester constituent un moyen de contrôle et de vérification de la qualité de l'huile végétale. Ces paramètres sont influencés par les conditions édaphiques et climatiques ainsi que les conditions de culture des plantes (Gildo, 2006).

3.2.1 Paramètres physiques

L'extraction d'huile des graines de figue de barbarie par la pression à froid a donné un rendement égal à 4 %. Les petites graines contiennent très peu d'huile, généralement de 3 à 6% seulement. En effet, cette huile nécessite 1 tonne de fruit de figue de barbarie et 25 kg des graines pour extraire 1 litre d'huile (Krifa, 2019).

Le rendement varie selon le type, et dans le même type varie considérablement et dépend de l'emplacement, la séparation géographique, la saison de récolte, les pratiques culturales et la technique d'extraction (Akrouf et al., 2010). L'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* considérée comme l'huile la plus chèrement vendue jusqu'à présent après l'Argan.

Le potentiel d'hydrogène d'huile des graines de figue de barbarie est égal à 4.5 qui est déterminé par un papier pH. Le pH obtenu indique que notre huile extraite est acide. Le potentiel d'hydrogène donne une indication sur l'acidité ou l'alcalinité du milieu, il est déterminé à partir de la quantité d'ions d'hydrogènes libres présents dans l'huile (Addou, 2017).

L'indice de réfraction d'huile d'*Opuntia ficus indica* à 20°C est égal à 1.469. Cet indice permet de vérifier la pureté d'une huile et si l'indice est constant alors l'huile est pure (AFNOR, 2000). Un faible indice de réfraction d'huile indique sa faible réfraction de la lumière ce qui pourrait favoriser son utilisation dans les produits cosmétiques (Chouitah, 2011).

Ce paramètre dépend de la composition chimique qui augmente en fonction des longueurs des chaînes d'acides, de leurs degrés d'insaturation et de la température, il varie essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donnera un indice élevé (Ollé, 2002).

3.2.2 Paramètres chimiques

À partir des résultats obtenus, nous avons constaté que la valeur de l'indice d'acide est égale à 2,80 mg de KOH/g. La valeur de l'indice d'acide varie selon le stade de maturité de la plante (**Charef et al., 2008**).

Une valeur élevée d'indice d'acide signifie une mauvaise conservation des fruits avant l'extraction d'huile, ou une récolte faite à partir de fruit non mûr (**Djerrou, 2014**). L'indice d'acide d'une huile est considéré comme un bon moyen pour savoir son degré d'altération. Il s'agit d'un critère chimique de fraîcheur et de pureté de l'huile (**Belarbi, 2010**).

L'acidité est le pourcentage d'acide gras exprimé en acide oléique pour la majeure partie des corps gras. Un faible taux d'acidité contribue à la stabilité d'huile face à l'oxydation par l'air. Il est recommandé pour une huile comestible d'avoir un taux d'acidité faible (inférieur à 3,3%, norme imposée par Codex Alimentarius), pour supporter une longue conservation sans détérioration (**Onyeike et al., 2002**).

Un indice de saponification élevé indique que les huiles ont une teneur élevée en triglycérides et sont donc très utiles en cosmétologie (**Gharby et al., 2015**).

L'indice de saponification renseigne sur la masse moléculaire moyenne des acides gras entrant dans la composition des huiles. La masse molaire des acides gras est inversement proportionnelle à l'indice de saponification d'un acide gras (**Mordret, 1992**). Plusieurs recherches ont été effectuées pour l'évaluation de l'indice de saponification d'huile des graines de figue de barbarie, obtenue par plusieurs méthodes d'extraction. Pour notre huile extraite par la pression à froid, son indice de saponification est égal à 186,63 mg de KOH (**Gharby et al., 2015**).

3.3 Activité antimicrobienne d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica*

Les effets antibactérien et antifongique d'huile ont été évalués par la méthode d'aromatogramme vis-à-vis de six souches bactériennes et trois champignons.

3.3.1 Activité antibactérienne

Les résultats montrent que l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* avéré inactif contre *Escherichia coli* ATCC, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC, *Bacillus spizizenii* ATCC et *Staphylococcus aureus* ATCC. Ces bactéries possèdent un potentiel de résistance très élevé. Les bactéries à Gram positif sont de plus en plus sensibles par rapport aux bactéries à Gram négatif. La différence dans les couches externes de ces bactéries, dont les bactéries Gram positives indépendamment de la membrane des cellules, possèdent une couche additionnelle qui se compose des phospholipides, des protéines et des lipopolysaccharides. Cette membrane est imperméable à la plupart des molécules, ce qui traduit la résistance des autres souches testées

(Turkmen et al., 2007). La membrane externe des bactéries Gram positives est très chargée. Elle agit comme une barrière aux huiles végétales (Chouitah, 2011).

Pour les bactéries à Gram négatif, les protéines qui se trouvent dans la membrane externe sont désactivées avant qu'elles atteignent la membrane cytoplasmique et le cytoplasme (Fujisawa et al., 2009).

Escherichia coli ATCC 25922, bactérie Gram négative développe aussi une résistance vis-à-vis d'un certain nombre d'huiles (Delamare et al., 2007). D'autre part, cette bactérie est très sensible à d'autres huiles telle que l'huile d'argan (Bouhdid, 2005).

L'efficacité antibactérienne d'huile des graines *d'Opuntia ficus indica* peut s'expliquer par sa richesse en phytostérols et en bêta-sitostérol. Il a été décrit que ce stérol peut inhiber la croissance de certains micro-organismes tels que *Pseudomonas aeruginosa* ATCC et *Bacillus spizizenii* (Ogbe et al., 2015).

L'activité antibactérienne de cette huile peut être attribuée principalement à son constituant majoritaire, comme les composants terpéniques qui sont particulièrement actifs contre les cellules microbiennes car ils sont solubles dans les milieux aqueux et ils provoquent des dégâts sur les parois cellulaires des microorganismes (Fillippi et al., 2006). Les alcools possèdent une activité bactériostatique (Hogg et al., 2005).

Les polyphénols, tels que les tannins, et les flavonoïdes comme l'épigallocatechine, la catéchine, la myricétine, la quercétine et lutéoline sont des substances antibactériennes importantes (Askun et al., 2009).

Selon l'échelle de l'évaluation de l'activité antimicrobienne, une souche bactérienne est considérée comme étant résistante aux agents antibactériens lorsque le diamètre d'inhibition égal à 0 mm (Djenadi, 2011).

En terme d'activité antibactérienne, c'est le linalool qui s'est montré le plus efficace et a inhibé 17 bactéries telles que : *Enterococcus faecalis*, *Escherichia coli*, *Bacillus spizizenii* et *Staphylococcus aureus* (Peana et al., 2002).

3.3.2 Activité antifongique

L'activité biologique d'une huile est liée à sa composition chimique. Le pouvoir antifongique d'huile des graines de figue de barbarie pourrait être attribué à la présence des composants classés dans la liste des constituants à activité antifongique tels que: la myristicine, le curcumine, le caryophyllène, l'élemicine, le pinène, le terpinène et le terpinolène à différentes proportions (Duke, 2009).

L'activité antifongique des huiles peut se faire selon deux mécanismes différents : certains constituants provoquent la fuite des électrolytes et l'épuisement des acides aminés et des sucres,

et l'autre peuvent être insérés dans les lipides membranaires, par conséquent il y a perte des fonctions membranaires (**Suppakul et al., 2003**).

L'action antifongique d'huile d'*Opuntia ficus indica* vis-à-vis *Candida albicans* est due à une augmentation de la perméabilité de la membrane plasmique suivie d'une rupture de celle-ci entraînant une fuite du contenu cytoplasmique et donc la mort de la levure (**Cox et al., 2000**).

Candida albicans est responsable chez l'homme de nombreuses infections fongiques notamment au niveau des muqueuses digestives et gynécologiques (**He et al., 2007**).

L'activité antifongique d'une huile végétale dépend largement de la nature et de la concentration de ses composés majoritaires (**Lu et al., 2013**).

3.4 Activité antioxydante

L'huile des graines de figue de barbarie sicilienne *Opuntia ficus indica* a la capacité de réduire le DPPH, cette activité antioxydante due aux composés phénoliques (**Prior et al., 2005**).

Par rapport à d'autres études, nos résultats sont en accord avec ceux obtenus par Chougui et ses collaborateurs en 2013, concernant des extraits des graines de trois espèces différentes d'*Opuntia ficus indica* dans lesquelles les pourcentages d'inhibition racinaire de la DPPH sont plus élevés dans le polyphénol et les fractions riches en flavonoïdes plus précisément que dans l'autre variété.

Cela semble être cohérent avec d'autres résultats de la littérature, où le mécanisme d'interaction entre les antioxydants et le radical DPPH dépend de la conformation structurale de l'antioxydant, et ce dernier interagit avec le radical DPPH en réduisant un nombre égal de groupes hydroxydes portés par le radical DPPH (**Sánchez, 2002 ; Molyneux, 2004**).

L'acide ascorbique, tocophérols, flavonoïdes et les tanins ce sont des molécules antioxydantes qui réduisent et décolorent le DPPH en raison de leur capacité à céder l'hydrogène (**Pooter et al., 1986**).

Les interactions synergiques entre les différents constituants d'une huile végétale sont à l'origine d'un pouvoir antioxydant beaucoup plus important (**Ruberto et Barrata, 2000 ; Vardar et al., 2003**).

Les antioxydants sont considérés comme des réducteurs et inactivateurs des oxydants (**Siddhuraju, 2007**). Le pouvoir réducteur d'un composé peut servir comme un indicateur significatif de son activité antioxydante potentielle (**Bougandoura, 2013**).

3.5 Analyse d'huile d'*Opuntia ficus indica* par CG/MS

L'huile obtenue par la pression à froid des graines d'*Opuntia ficus indica* a été analysée par CG/MS. Cette analyse a permis d'identifier 18 composés bioactifs qui possèdent d'intéressantes actions inhibitrices des microorganismes pathogènes. L'activité antimicrobienne est due soit à un ou plusieurs constituants d'huile des graines de figue de barbarie.

Les composés majoritaires dans notre huile, sont présentés par: acide phtalique, acide gras mono-insaturé, acide gras polyinsaturé et d'autres composants (45,04%, 18,56%, 16,69% et 19,71%, respectivement).

L'influence des conditions climatiques et les conditions du sol sur la composition de l'huile végétale a été établie dans d'autres plantes médicinales telles que *millepertuis* et *thym* (**Antonio, 2011**).

Les graines d'*Opuntia ficus indica* sont une source précieuse d'acides gras insaturés essentiels. Les acides gras poly-insaturés sont bien connus pour leur importance dans le domaine de la nutrition et les usages en industrie pharmaceutique (**Chougui et al., 2013**).

Conclusion et Perspectives

Conclusion

Les huiles végétales sont des huiles insolubles dans l'eau qui représentent des différentes qualités de la matière grasse. Ces huiles sont considérées comme une source d'énergie, car la matière grasse apporte des calories en grand nombre. Elles sont caractérisées par la présence des acides gras insaturés, des acides gras mono-insaturés, des lipides, des vitamines et composées mineures. Les huiles végétales sont extraites à partir des plantes oléagineuses, soit des graines, fruits ou racines. Parmi les nombreux exemples d'huiles végétales, on trouve l'huile des graines de figue de barbarie.

L'objectif de notre étude est de déterminer les caractéristiques organoleptiques (aspect, odeur et couleur), les paramètres physico-chimiques (pH, indice de réfraction, indice d'acide, indice de saponification et indice d'ester), ce qui permet de mettre en évidence la qualité d'huile des graines de figue de barbarie et d'évaluer les activités antibactérienne, antifongique, antioxydante et l'analyse par la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM).

Les caractéristiques organoleptiques d'huile extraite par pression à froid des graines d'*Opuntia ficus indica* ont montré que cette huile est limpide et de couleur jaune claire, avec une odeur très légère. L'étude des caractères physicochimiques a révélé que cette huile est acide (pH=4,5 et A=1,40%) et ses indice de réfraction, indice d'acide, indice de saponification et indice d'ester sont égal à 1.469, 2.80 mg KOH/g, 182.32 mg KOH/g et 179,52 mg KOH/g, respectivement.

Les activités antibactérienne et antifongique de notre huile végétale vis-à-vis des microorganismes pathogènes, ont été confirmées par l'apparition des halos clairs autour des disques. Les résultats montrent que les souches bactériennes *Klebsiella pneumoniae* et *Enterococcus faecalis* sont les plus sensibles à l'huile végétale des graines de figue de barbarie avec un diamètre d'inhibition qui varie entre 23 mm et 25 mm, respectivement. L'huile végétale a exercé *in vitro* une activité inhibitrice importante sur les bactéries à Gram positif que les bactéries à Gram négatif. L'effet antagoniste vis-à-vis *Candida albicans* était en ordre croissant selon la concentration de l'huile utilisée dans notre travail (5 mm, 12mm, 15mm, 23mm et 25 mm).

L'activité antioxydante d'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* est évaluée par la méthode du radical libre DPPH. La concentration nécessaire pour réduire 50 % du radical DPPH est égale $IC_{50} = 0.55 \mu\text{g /ml}$, tandis que l'acide ascorbique. Ce qui confirme que l'efficacité antioxydante de cette huile est supérieure à celle de l'acide ascorbique.

L'utilisation de la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (CG/SM) dans l'analyse qualitative et quantitative des constituants d'huile végétale a permis d'identifier 18 composés, les constituants majoritaires sont: acide phtalique (45,04%), acides gras mono-insaturés (18.56%) et acide gras polyinsaturé (16.69%). Les résultats de notre travail

nous ont permis d'affirmer que l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* pourrait être une source potentielle des composés naturels bioactifs.

Perspectives

L'huile extraite des graines d'*Opuntia ficus indica* a des bonnes activités antimicrobienne et antioxydante. Les résultats pourraient nous guider vers d'autres études plus approfondies.

Les études complémentaires pourront être envisagées:

- Développer les utilisations d'huile des graines de figue de barbarie dans le domaine de médecine thérapeutique et des produits cosmétiques à base naturelle.
- Améliorer le spectre d'étude en étudiant l'huile des graines d'*Opuntia ficus indica* dans différentes régions de Algérie à des fins comparatives.
- Élargir l'éventail des tests antimicrobiens et l'étude des autres activités biologiques tels que : anti-inflammatoires, antidiabétique, anticancéreuses et antvieillessement.
- Exploitation de l'huile des graines de figue de barbarie dans l'industrie agroalimentaire en remplaçant les additifs chimiques de conservation par les additifs naturels.

**Références Bibliographiques
Et Webographiques**

Références Bibliographiques et webographique

- **Abdeldjalil. M-C, (2016).** Effets cicatrisants de produits à base d'huile de lentisque (*Pistacia lentiscus* L.) sur les brûlures expérimentales chez le rat. Thèse de doctorat : Sciences vétérinaires. Université des Frères Mentouri Constantine 1. 77p.
- **Actu-Environnement, (2003).** Reproduction interdite sauf accord de l'Éditeur ISSN N°2107-6677 (consulte le 31/05/2022)
- **Adams. R.P,(2007).** Identification of essential oil components by gas chromatography /mass spectrometry, 4th ed, Allured Publishing: Carol Stream, IL, USA.
- **Addou. S, (2017).** Etude des paramètres physico-chimiques et organoleptiques de l'huile d'olive de la variété Siguoise dans la région de Tlemcen , thèse de Doctorat en technologie des industrie agro-alimentaire , univesité de Tlemcen.
- **Addou.S, (2017).** Etude des paramètres physico-chimiques et organoleptiques de l'huile d'olives de la variété Siguoise dans la région de Tlemcen , mémoire de master en technologie des industrie agro-alimentaire , univesité de Tlemcen .
- **AFNOR, (1996).** Jus de fruits et légumes : spécification et méthodes d'analyse.2éme édition. Tour Europe-92049 Paris la Défense Cedex. ISBN 2-12-197621-3.155p
- **AFNOR, (2000).** Huiles essentielles. Tome1 – Echantillonnage et méthode d'analyse édition. PARA Graphic.
- **Aguirre. J-A, Valiente-Banuet. J-R, (2006).** Reproductive biology of Opuntia : A review. Journal of Arid Environments, 64: 549-589.
- **Akrout.A, Eljami.H, Amouri.S, Neffati.M, (2010).** Screening of Antiradical and antibacterial activities of essential oils of Artemisia campestris L .,Artemisia herba-alba Assoand Thymus capitatus Hoff .et link Wild in the Southern of Tunisia .Recent Research in Science and Technology.Vol.2.N (1).
- **Andreu. L, Nonce - Jáuregui .A, Carbonell - Barrachina .Á, Legua .P, Hernández .F, (2017).** Antioxydant propretés and chemique caractérisation of Sapins *Opuntia ficus-indica* Mill. Cladodes and fruits, Journal of the Science of Food and Agriculture, p98.
- **Andrews.J-M, (2001).** The Development of the BSAC standardized method of disc diffusion testing. J. Antimic. Chemo., 48 (1): 29-42.
- **Angulo-Bejarano.P, Martínez-Cruz.O, Paredes-López. O, (2014).**Phytochemical content, nutraceutical potential and biotechnological applications of an ancient Mexican plant: nopal (*Opuntia ficus indica*). Current Nutrition & Food Science 10. 196-217p.
- **Antonio.J-D, Luiz.C-A, Cassia.G-M,Cleber.J-S, Celia. R-A, Antonio.L-P, (2011).** Seasonal Variation in the Chemical Composition and Antimicrobial Activity of Volatile Oils of Three Species of *Leptospermum* (Myrtaceae) Grown in Brazil. Molecules, 16: 1181-1191.
- **Arba .M, (2000)** .Techniques de valorisation industrielle des figues de barbarie. In : Le cactus l'*Opuntia* à fruit comestible appelé communément figuier de barbarie. Acte

de la deuxième journée nationale sur la culture du cactus. El Kalaa des Sragna. Maroc.p.8-14.

- **Arba. M, (2009).** *Le cactus opuntia*, une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc. Culture, Itinéraire Technique et Productivité, 4, p215-223.
- **Askun.T, Tumen. G, Satil. F, Ates. M, (2009).** *In vitro* activity of methanol extracts of plants used as spices against *Mycobacterium tuberculosis* and other bacteria. Food.Chem. p 16.
- **Association Française de Normalisation, (1986)**, Recueil de norme française, Huiles essentielles, AFNOR, Paris, AFNORNFT75-006.
- **Association Française de Normalisation: AFNOR (1984).** Recueil de normes françaises des corps gras, graines oléagineuse, produits dérivés, 3ème édition, Paris.
- **Athamena. S, Chalghem. I, Kassah-Laouar. A, Laroui. S, Khebri.S, (2010).** Activité antioxydante et antimicrobienne d'extraits de *cuminum cyminum* L. Lebanese science journal 11(1), 69-81.
- **AURA Industrie, (2022).** Distillation des plantes pour la production d'huiles essentielles et d'hydrolat" refractometre huiles essentielles.
- **Bahorun. T, Gressier. B, Trotin. F, Brunet. C, Dine. T, Luyckx. M J, Vasseur. M, Cazin. J, Cazin. C et Pinkas. M, (1996).** Oxygens pecies scavenging activity of phenolic extracts from haw thorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations. Arznei. Forschung, 46.
- **Balentine.C-W, Crandall.P-G, O'Bryan.C-A, Duong.D-Q, Pohlman.F-W, (2006)** .The pre- and post-grinding application of rosemary and its effects on lipid oxidation and color during storage of ground beef. Meat Science. 73: 413-421
- **Barlow. S, (1990)** .Toxicologique aspects of antioxydants used as food addives. **In:** Food antioxydants, Hudson B.J.F.Ed, Elseveir. Amsterdam, p. 253-307.
- **Bassil. A-M, Brunet. P, Dybal. E, Georges. C, (2011).** Comment optimiser l'extraction d'une huile essentielle ? . TPE. Instituts Stanislas. Nice, France.
- **Bayer. E, Butler. K.P, Finkenzeller X. et Grau I. (1990).** Guide de la flore méditerranéenne, caractéristique, habitat, distribution et particularité de 536 espèces. Ed Delachaux et niestlé, p 116. 18.
- **Benabid. A, (2000).** Flore et écosystèmes du Maroc : Evaluation et préservation de la biodiversité. Ed Ibis Press, p73.
- **Benattia. F K ,(2017).** Analyse et application des extraits de pépins de figues de barbarie. Thèse de doctorat : Chimie bio-organique et thérapeutique. Algérie, Tlemcen. Université AboubekrBelkaid. 5-20p.
- **Bendoukhanr. M, (2017)** .Etude de l'activité antioxydante de gingembre « *Zingiber officinale* ». Mémoire doctorat en Sciences Biologiques Spécialité : Biochimie Moléculaire et Santé.
- **Benkaddouri .A, (2011).** "Etude des huiles essentielles de l'*Opuntia ficus indica* Région de Mascara." Chimie Organique pp : 22-23.

- **Bhira.O, (2012).** Potentialités thérapeutiques d'*Opuntia ficus indica* au Maroc et en Tunisie. Thèse de doctorat : Pharmacie. Université Mohammed 5, Rabat, Maroc. 29p.
- **Botineau. M, (2010).** Botanique Systématique et appliquée des plantes à fleurs. Ed TEC & DOC : Lavoisier, p 356.
- **Boudjellaba. S, Yassa. A, (2012).** Activité antioxydante des graines de quelques variétés de figue de barbarie (*Opuntia ficus indica*) thèse de doctorat. Université Abderrahmane Mira. Bejaia, Algérie.
- **Bougandoura. N et Bendimerad .N, (2013).** Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja Calamintha Ssp. Nepeta (L.) Briq. Natu. Techno, 9: 15 p.*
- **Bouhdid.S, Idaomar.M, Zhiri.A, Baudoux.D, Senhajiskli.N,Abrini.J, (2005) .** L'effet antibactérien *in vitro* de l'huile essentielle d'*Origanum compactum* vis-à-vis des souches d'origines cliniques. *Nouvelles Tendances dans l'Ingénierie Biomédicale. 11: 142-149.*
- **Boujnah. M, (2000).** L'utilisation du cactus dans l'alimentation: Actes de la deuxième journée nationale sur la culture du cactus; El Kalaa des sraghna, 30 Mais 1988.
- **Boullard, B, (2001).** Dictionnaire des Plantes médicinales du monde : croyance et réalités. Ed Estem, p 377.
- **Bouwman. E, (2005)** The oxidativ edrying of alkyd paint catalysed by metal complexes. *Coord Chem Rev 249(17-18):1709-1728.*
- **Bouzoubaâ. Z1, Essoukrati. Y, Tahrouch. S, Hatimi. A, Gharby. S et Harhar. H, (2014).** Etude physico-chimique de deux variétés de figuier de barbarie ('Achefri' et 'Amouslem') du Sud marocain. *Les technologies de Laboratoire. 8: 137-144.*
- **Breitmaier. E, (2006).** Terpènes: Flavors, Fragrances, Pharmaca, Pheromones. Weinheim : Wiley. 214p.
- **Bruneton .J, (1993).** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, Edition Tee & Doc, Lavoisier, Paris, P (420-431).
- **Bruneton. J, (1999).** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. 3ème édition, Ed. TEC et DOC, Paris.
- **Bugaret. F, (2010).** Cactus et plantes succulentes du monde. Ed Quæ, p 115.
- **Burt. S, (2004).** Essential oils: the potential review. antibacteria l'properties applications in and foods a *International Journal of Food Microbiology. 94:223-253.*
- **Çakaloğlu. B, Özyurt. V-H et Ötleş. S, (2018).** Cold press in oil extraction. A review.,*Ukrainian Food Journal, 7 .*
- **Cardenas. M, SernaSaldivar. S,VelazcodelaGarza. J, (1998).** Efecto de la ingestion de nopal crudo y cocido (*Opuntia ficus indica*) en el crecimiento y perfil de colesterol total, lipoproteina y glucosa en sangre de ratas, *Archivos Latinoamericanos de Nutricion, 48, 316-323.*
- **Cavalli. J-F, (2002).** Caractérisation par CPG/IK, CPG/SM et RMN du carbone-13 d'huiles essentielles de Madagascar, Thèse université de Corse Pascal Paoli.
- **Chaaben. H, Motri. S, Ben Selma. Z et Khantouche. L, (2015).** Comparaison des Huiles des Graines du Laurier, de Pen d'Alep et de Figuier de Barbarie. *Journal of*

Environmental Science, Toxicology and Food Technology .Volume 9, Issue 11 Ver. I (November). 30-33p.

- **Chao. S-C, Young. D-G. Oberg. G-J, (2000).** Screening for Inhibitory Activity of Essential Oils on Selected Bacteria, Fungi and Viruses. J. Essent. OilRes., 12: 639-649.
- **Charef.M, Yousfi.M, Saidi.M, Stocker.P, (2008).** Determination of the Fatty Acid Composition of Acorn (*Quercus*), *Pistacia lentiscus* Seeds Growing in Algeria. Springer link. J. Am. Oil Chem. Soc., 85: 921-924.
- **Chikhi. I, (2013).** Composition chimique et activites biologiques des extraits de cinq plantes aromatiques et medicinales de l'ouest d'Algérie, Thèse de Doctorat université de Tlemcen.
- **Chougui.N, Sahi.Y, Belkacemi.M,(2013).** Comparative study between the different compartments of *Opuntia ficus indica* L. Inside Food Symposium, Leuven, Belgium.
- **Chouitah.A,(2011).**Composition chimique et activité antibacterienne des huiles essentielles des feuilles de *Glycyrrhiza glabra* .Thèse de doctorat Université d'Oran p:17-18.
- **Colombo.F-M, Lancas.J-H,Yariwake, (2006).** Determination of flavonoids in cultivated sugarcane leaves, bagasse, juice and in transgenic sugarcane by liquid chromatography-UV detection, Journal of Chromatography A 1103, 118-124.
- **Couic-Mariner.F, Lobstein. A, (2013).** "Composition chimique des huiles essentielles."Actualité pharmaceutique 52(525): 22-25.
- **Couplan. F et Styner. E, (1994).** Guide des plantes sauvages comestibles et toxiques. Ed Delachaux et niestlé, p 37.
- **Cox. S-D, Mann. C-M, Markham. J-L, Bell. H-C ,Gustafson. J-E, Warmington. J-R et Wyllie S-G, (2000).** The mode of antimicrobial action of the essential oil of *Melaleuca Alternifolia (teatreeoil)*. Journal of Applied Microbiology, 88, 170–175.
- **Cuyckens.F, Claeys.M ,(2004).** Mass spectrometry in the structural analysis of flavonoids, Journal of Mass Spectrometry 39 (4), 1-15
- **Delamare. A-P,Ivete.A, Luciana.A-S, Sergio.E, (2007).**Antibacterial activity of the essential oils of *Salvia officinalis* L. and *Salvia triloba* L. cultivated in south Brazil. Food Chemistry 100 : 603-608.
- **Descheemaeker. K, Provoost. C, (2002).**L'impact de la nutrition sur la sante. Developpement recents . 5. Anvers, Belgique : Garant. 57p.
- **Djerrou.Z, (2014).** Anti-hypercholesterolemie effect of *Pistacialentiscus* fatty oil in egg yolk-fed rabbits: a comparative study with *simvastatin*. Elsevier, Chinese J. Natur. Med., 12(8): 0561-0566.
- **Dubeux. J-R,Ferreira dos Santos. M-V, Andrade Lira. M, Cordeiro dos Santos. D, Farias. I , Lima. L.E & Ferreira, R.L.C, (2006).**Productivity of *Opuntia ficus indica* un de different N and P fertilization and plant population in north .east Brazil. Journal of Arid Environment. 67: 357- 372.

- **Duke. J, (2009).** Phytochemical and ethno botanical database. USDA- ARS- NGRI, Belsville Agricultural research center (<http://www.Ars-grin.gov/duke/www.ars-grin.gov>).
- **El Kalamouni. C, (2010).** Caractérisation chimiques et biologiques d'extraits de plantes aromatiques oubliées de Midi-Pyrénées. Thèse de Doctorat. Université de Toulouse. 263p
- **Ennouri. M, Fetoui. H, Bourret. E, Zeghal. N, Attia. H, (2005).** Evaluation of some biological parameters of *Opuntia ficus indica*. 1. Influence of a seed oil supplement eddiet on rats., *Bioresour Technol*, 97 : 1382–1386.
- **Exarchou.Y-C, Fiamegos.T-A, VanBeek.C, Nanos.J, Vervoort, (2005).** Hyphenate de chromatographic techniques for the rapid screening and identification of antioxidants in methanoli cextracts of pharmaceuti callyused plants, *Journal of Chromatography*.
- **Fahn. A, (1988).** Tansley Review No. 14 Secretory tissues in vascular plants. *New Phytol* 108 : 229 - 257.
- **Filippi. J-J, Lanfranchi. D-A, Prado. S, Baldovini. N, Meierhenrich. U-J, (2006)** .Composition, distribution and antibacterial activity of the essential oil of *Achillea ligustica* All. from Corsica. - *J. Agric. Food Chem.*, vol 54, p 6308-6313.
- **Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), (2018).** et le Centre International Pour la Recherche Agricole dans les Zones Arides (ICARDA).
- **Fouzia. D, (2011).** Memoire Online, Contribution à l'étude de l'activité antimicrobienne du genévrier (*Juniperus phoenicea*): essai des huiles essentielles et composés phénoliques Université a Mira de Béjaia Algérie - Master en biologie option biochimie appliquée .
- **Galati. E-M, Tripodo. M-M, Trovato. A, d'Aquino. A, Monforte. M-T, (2003).** Biological activity of *Opuntia ficus indica* cladodes II: Effect on experimental.
- **Gharby.S, Harhar.H, Charrouf.Z, Bouzobaa.Z, Boujghagh.M, Zine.S, (2015).** Physicochemical composition and oxidative stability of *Opuntia ficus indica* seed oil from Morocco, *Acta Horti* , , 1067: 83–88.
- **Gildo. P, (2006).** Précis de phytothérapie, Larousse Encyclopedie MEMO, Edition Alpen , p 3-4.
- **Guzman et al, (2003).** In: Reyes-Aguero, J.A.; Aguirre, J.R. & Valiente-Banuet, A. 2006. Reproductive biology of *Opuntia* : A review. *Journal of Arid Environments*, 64: 549-589.
- **Guzman. P, Ecker. J, (2003).** Genome-Wide Insertional Mutagenesis of *Arabidopsis thaliana*.
- **H.C.D.S, (1994).** Haut commissariat au développement de la steppe, L'*opuntia* ; technique de mise en place et d'exploitation. INA.
- **Habibi.Y, (2004).** Contribution à l'étude morphologique, ultra structurale et chimique de la figue de barbarie. Les polysaccharides pariétaux: characterization et modification chimique autre. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, Français. p 33 ,34.

- **Hadj Sadok.T, (2010).** Composition chimique des jeunes cladodes *d'opuntia Ficus Indica* et possibilité de valorisation alimentaire. INA. Thèse de doctorat.
- **He. M, Du. M, Fan. M et Bian. Z, (2007).** In vitro activity of *eugenol* against *Candida albicans* biofilms. *Mycopathologica* 163,137-143.
- **Hernández-Urbiola.M, Esther. P-T, Mario. R-G, (2011).** Journal internationale de recherche environnementale et de santé publique 8 (5) . Rapports de citations de revues 2019 . Web of Science (Science ed), 1287-1295
- **Hogg. J-W, Terhune.S-J, Pichitakul. N, (2005).** Essential oils and the irconstituents. IX. The oils of *Ocimumsa nctum* and *Ocimum basilicum* from Thailand. *FlavorInd.*, Jan.vol 3 p. 47-49.
- http://exercices.jeblog.fr/bienfaits-de-la-figue-de-barbarie-p368615?fbclid=IwAR0M5g_DCr2YDSVBI43moccUuQtJh7NIInmvDMPCdFnScWANoI5_23a_ueqQ(Consulté le23/02/2022).
- <http://tai-team.fr/fr/equipement/co2-supercritique>(Consulté le 15/04/2022)
- <https://french.alibaba.com/product-detail/Laboratory-Pilot-Plant-Soxhlet-Extraction-Chamber-60577727011.html>(Consulté le 15/04/2022)
- <https://www.atlasbig.com/fr-fr/pays-par-production-de-figues>(Consulté le14/04/2022).
- <https://www.espaceagro.com/entree.asp?origine=/voir.asp@@@@@id=352951>
- https://www.espaceagro.com/semence-graine-plant/fournisseur-de-graine-de-figue_i352951.html?fbclid=IwAR0MfqvvyjROABw8E8ru5K8FdIGmeCcUS_jnE4W BhOmfgYHTrhN0nltCP9_Y(Consulté le23/02/2022).
- <https://www.freepng.fr/png-2z6mu0/>(Consulté le14/04/2022).
- <https://www.futura-sciences.com/planete/> (Consulté le14/04/2022).
- https://www.shutterstock.com/fr/fr.450134134?fbclid=IwAR3mZSdb6_JMCLKITnvUP1h3Aj2z3M7ptiq8ikrjy5ieQNi_4EcpX61uEZk(Consulté le23/02/2022).
- <https://www.amazon.fr/Aromaroc-Huile-barbarie-biologique>(Consulté le21/06/2022).
- **Hubert. J, (2006).** Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de soja. Etude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines, Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, Ecole Doctorale des Sciences Ecologiques, Vétérinaires, Agronomiques et Bioingénieries, Spécialité : Qualité et sécurité des aliments.
- **Inglese . P, Mondragon. C, Nefzaoui. A, Saenz. C, (2018).** Ecologie, Culture Et utilisations du figuier de barbarie. organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture et le centre international pour la recherché agricole dans les zones arides rome. pp. 208.
- **ISO 7660, (1983)(fr),** Huiles essentielles — Détermination de l'indice d'ester des huiles contenant des esters difficilement saponifiable.
- **Jacques.K, Francis.H-M, (2012).** La connaissance des huiles essentielles : qualilogie et aromathérapie Entre science et tradition pour une application médicale raisonnée. Springer-Verlag France, Paris.

- **Jamali. F, Harirforoosh. S, Asghar. W, (2013).** Journal of Pharmacy & Pharmaceutical Sciences 16 (5), 821-847.
- **Jean Michel. H,(2006)** .Huiles essentielles et médecine. Aromathérapie. Thèse de doctorat Département de Biologie, Faculté des sciences pp84–92.
- **Kabas.O,Ormerzi.A, &Akinci. I, (2006).**Physical properties of *cactus* par (*Opuntia ficus indica*) grown wild in Turkey. Journal of Food Engineering, 73: 198-202.
- **Keibeck.J, (2013).**Les huiles végétales .paris :Quotidien malin
- **Keller. A-L, Girard .C, Chaumont. J-P, (2009).** *Opuntia ficus indica* (L.) Mill, le figuier de barbarie ou nopal, une plante aux multiples usages. UFR des sciences médicales et pharmaceutiques de Besançon, pp 24.
- **Kenny.L, (1997).** Le figuier de barbarie : Espèce fruitière d'intérêt secondaire cultivé au Maroc ; le figuier de barbarie importance économique et conduite technique .Bulletin réalisé à l'institut Agronomique et Vétérinaire Hassen II. Rabat.
- **kolli.M ,(2016)** Composition chimiques et activités biologiques des huiles essentielles de quelques espèces de *carum montanum* Benth.at Hook .et *Daucus gracilis* Stem Universities stife 1 p 03 Thèse de doctorat
- **Krifa. O, (2019).**market screening huile des gries, de figuier de barbarie 28, Avenue du Lac du Nord, Les Jardins du Lac, Tunisia .
- **Kunle. O, Okogun. J, (2003).** Antimicrobial activity of various extracts and carvacrol from *Lippia multiflora* leaf extract phytomedicine.
- **Lafferty. F, Stauffer. D-B, (1994).** Wiley Registry of Mass Spectral Data, 6th ed. Mass spectrometry library search system Bench Top/PBM, version 3.10d. Palisade Co. Newfield.
- **Lamarti. A, Badoc. A, Deffieux. G, Carde J -P, (1994).** Biogénèse des monoterpènes I-localisation et sécrétion. Bull. Soc. Pharm. Bordeaux, 133 :6978.
- **Laouer. H, (2004).** Inventaire de la flore médicinale utilisée dans les régions de Sétif, de Bejaia, de Msila et de Djelfa, composition et activité antimicrobienne des huiles essentielles d'*Ammoi de spusilla* et de *Magydari spastinacea*. Thèse de Doctorat d'état, Département de Biologie, Faculté des sciences, UFA de Sétif.
- **Lardy.J-M, Haberkorn.V, (2007).** "L'aroma thérapeutique et les huiles essentielles." Kinési thérapie, la Revue 7(61): 14-17.
- **Laurain.M, Dominique C-M, Françoise A-Z, Louisa (2022).** Huile essentielle de Matricaire" Actualités Pharmaceutiques 61 613 PP : 49-52.
- **Le Minor. L,Véron.M, (1989).** Bactériologie médicale. 2e édition. Paris: Médecine-Sciences Flammarion, Print.
- **Lecerf, J-M, (2011).** Les huiles végétales : particularités et utilités. Médecine des maladies Métaboliques, 5,257-262.
- **Lee.B, Hyun J-E, Li D-W, Moon Y-I, (2002).** Effects of *Opuntia ficus indica* var. Saboten stem on gastric damage in rats. Arch Pharm Res, 25:67-70.
- **Lion. P-H, (1955).**Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.
- **Loupy. A, (2006).** Microwaves in Organic Synthesis. 2^{ème} Ed.Tome I et II. Wiley-VCH, Weinheim, 1303 p.

- **Lu. M, Han. Z, Xu. Y, Yao.L, (2013).** Effects of essential oils from Chinese indigenous aromatic plants on mycelial growth and morphogenesis of three phytopathogens. *Flavour Fragr. J.* 28, 84–92.
- **Luicitla. A et Lgunez .R, (2006).** Etude de l'extraction de métabolites secondaires de différentes matières végétales en réacteur chauffé par induction thermomagnétique directe, Thèse de l'Institut National Polytechnique de Toulouse, France.
- **Luque de Castro.M-D, Garcia-Ayuso.L-E, (1998).** Soxhlet extraction of solid materials: an outdated technique with a promising innovative future. *Analy. Chim. Act.*, 369 : 1-10.
- **Mhirit O, Habid A , 1989** L'arganier, une espèce fruitière à usage multiple. Informations Forestière Continuer,Thème «l'arganier ».Stationde Recherches Forestières, Mars 1989. Rabat.13-17, P : 6-8
- **Mabrouk.A, Abbas.Y,Fakiri.M, Benchekroun.M, El Kharrassi.Y, El Antry-Tazi.S, El Mzouri(E1), (2016).** Caractérisation phénologique de différents écotypes de cactus (*Opuntia spp.*) Marocains sous les conditions édapho-climatiques de la région de Chaouia-Ouardigha Phenological characterization among Moroccan ecotypes of cactus (*Opuntia spp.*) under soil. INRA-Centre Régional de la Recherche Agronomique, B.P. 589, Settat, Maroc. pp. 1396-1405.
- **Madrpm,(1998).** La culture de cactus ; situation actuelle et perspectives de son développement. MADRPM DVP Rabat.
- **Mannoubi . I, Barrek. S, Skanji. T, Zarrouk. H, (2008).** Etude de la composition de la fraction volatile des graines du figuier de Barbarie. *Journal de la société chimique de Tunisie.* 10: 61-67.
- **Mendez.M, Rodriguez.P, Ruiz.J, Mourales.A-D, Castillo.F, Castillo.H, etAguilar C-N, (2012).**Antibacterial activity of plant extracts obtained with alternative organic solvents against food-borne pathogen bacteria. *Industrial crops and products* 37: 445-450.
- **Metcalf.C-R, Chalk. L, (1950).**Anatomy of the dicotyledones. The Clarendon (ed). Vol. II.
- **Molyneux.P, (2004).** The use of the stable free radical DiPhenylPicrylHydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songk la nakarin. Journal of Science and Technology.* 26(2), 211-219.
- **Mordret.F, (1992).** Analyse des corps gras In Manuel des corps gras. Tec .Et Doc. Lavoisier (Ed). Paris. pp : 1147-1182.
- **Mouden. M, Boujnah. M, Mbarki. M, Rakib.E-M, Badoc. A, Douira.A, (2012).** Effet de deux méthodes d'extraction et de la période de récolte sur le rendement en huile des graines de figes de barbarie. *Bull. Soc. Pharm,* 151(1-4). Bordeaux, France. 7-14p.
- **Mulas. M, Mulas. G, (2004).** Potentialités d'utilisation stratégique des plantes des genres *Atriplex* et *Opuntia* dans la lutte contre la désertification. (SMAP).Environmental Action Programme Université des études de SASSAR. 112-128 pp.

- **Neffar.S, (2012).** Etude de l'effet de l'âge des plantations de figuier de Barbarie (*Opuntia ficus indica*) sur la variation des ressources naturelles (sol et végétation) des steppes Algériennes de l'Est : Cas de Souk-ahras et Tébessa. Thèse de Doctort Université Badji Mokhtar, Annaba. pp. 132.
- **Nitièma. Y-S, Son. G, Yé. S, Nébié. R-C, (2012).** Optimisation des paramètres d'extraction à froid de l'huile d'*azadirachta indica* A.juss et effet sur quelques caractéristiques chimiques de l'huile extraite biotechnol agron soc environ 16(4) :423-428.
- **Nopal .Guadalajara. Jalisc , (1993) .opuntia spp.:** una alternativa ecologica productiva para las zonas aridas y semiaridas. Universidad de Guadalajara, Facultad de Ciencias Biológicas,. Ciencia - Academia de la Investigación Científica, México, Vol. 44 Núm. 3 Sep, Pág. 339-350]
- **NORME FRANÇAISE HOMOLOGUEE NF T60-204 (1985).** Détermination de l'acidité
- **NORME FRANÇAISE HOMOLOGUEE NF T60-206 (1968).** Détermination de l'indice de saponification
- **Novais .M-H, Santos.I, Mendes.S, Pinto-Gomes.C (2004) .**[Studies on pharmaceuticalethnobotany in arrabidanaturalpark \(Portugal\)](#) .Journal of ethno pharmacology 93 (2-3), p183-195.
- **Ogbe. R-J, Ochalefu. D-O, Mafulul. S-G, Olaniru. O-B, (2015).** A review on dietary phytosterols: their occurrence, metabolism and health benefits, Asian Journal of Plant Science & Research, vol. 5, no. 4, pp. 10-21.
- **OkanOyman. Z, Ming. W, VanderLinder. R, (2003).** Oxidation of model compound emulsions for alkyd paints under the influence of cobalt drier. Prog Org Coat 48(1):80- 91 Van Gorkum R.
- **Ollé.M, (2002).** Direction de la concurrence, de la consommation et de repression des fautes 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.
- **Osuna-Martínez. U, Reyes-Esparza. J, Rodríguez-Fragoso. L, (2014).** Cactus (*Opuntia ficus indica*): A Review on its Antioxidants Properties and Potential Pharmacological Use in Chronic Diseases: Natural Products Chemistry & Research. Vol. 2.
- **Ouaar. D, Megherbi - Benali. A, Gerard. J, Lotte.S, Toumi - Benali.F, (2018).** Actes des 7 e journées scientifiques du GDR 3544 Sciences du Bois Version provisoire.
- **Paris. M, Hurabielle. M, (1981).** Abrégé de matière médicale (pharmacognosie) Tome. Ed. Masson p.339.
- **Park.E-H, Kahng. J-H, Sang.H.L.K.H, Shin.K-H, (2001).** Anti-inflammatory principle from *cactus*. Fitoterapia, 72(3), 288-290.

- **Peana. A-T, Moretti.M-D, (2002).** Chemical composition and antimicrobial action of the essential oils of salvia de soleana and S. sclarea. *Planta Med. Crop & Food Research Report* vol . 447 p 752-754.
- **Piga, (2004).**Cactus pear, a fruit of nutraceutical and functional importance. *J. Prof. Assoc. Cactus. Dev.*, 6, 9-22.
- **Pimienta. B-E, (1995).**An overview of genetic resources for *Opuntia* production in Mexico. *Journal de PACD. Proceeding.* 13-22 p.
- **Pntta, (2000).** Transferte de technologie en agriculture la dref / derd N 75 p68.
- **Ponce. A-G,Fritz. R, Del-Valle.C, Roura S-I, (2003).**Antimicrobial activity of essential oils on the native microfora of organic Swisschard. *Lebensmittel- Wissens chaftund -Technologie*, 36: 679-684.
- **Pooter.H-L, Schamp.N, (1986).**Comparaison of the volatils composition of some *Calamintha satureja* species. In : *Progress in essential oil research.* Edition E-J. Brunk, Walter De Gruyter. Berlin. ,p.139-150.
- **Prior.R-L,Wu.X, Schaich.K, (2005).**Standar dized methods for the determination of antioxidant capacity and phenolics in foods and dietary supplements. *J. Agr. Food. Chem*, 53:4290-4302.
- **Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture (PNTTA)(2000).**"valorisations du figuier de barbarie en élevage " N °68 P 4.
- **Pushpa.S-P, Hattarki.S-A, Bhat.K, (2013)** .Evaluation of the efficacy of green tea *catechins* as an adjunct to scaling and root planing in the management of chronic periodontitis using PCR analysis: A clinical and microbiological study.
- **Rahal. S, (2004).** Chimie des produits naturels et des êtres vivants. O.P.U. Edition. p.162.
- **Rahili.G, (2002).** Les huiles essentielles et leurs intérêts. La forêt algérienne n°4. Institut national de la recherche forestière. Bainem Alger.
- **Ramadan M-F, Mörsel. J-T, (2003).** Oil cactus pear (*Opuntia ficus indica*), *Food Chem*, 82 : 339–345.
- **Rasooli.I, Fakoor. M-H, Yadegarinia. D, Gachkar. L, Allameh.A, Rezaei.M, (2008).** Antimycotoxigenic characteristics of *Rosmarinus officinalis* and *Trachyspermum copticum* L. essential oils. *Inter.J.Food. Microbiol.*, 2008, 122 :135-139.
- **Rasoul, Afsharifar, Alireza, Izadpanah, Keramat, Aminlari, Mahmoud, (2017).** Purification et caractérisation d'une protéine antivirale de cladode de figue de barbarie (*Opuntia ficus-indica* (L.) Miller) *Protection des cultures.*
- **Reynolds. N, Brien. F, McGoey. N, (2003).***Journal canadien de physiologie et pharmacologie*, Volume 81, Collaborateurs Conseil national de recherches du Canada, Société canadienne de physiologie et Société de pharmacologie du Canada Éditeur Conseil national de recherches du Canada 81 (5), 476-484.
- **Ruberto.G, Barrata.M-T, (2000).** Antioxidant activity of selected essential oil components in two lipid model systems. *Food Chemistry*, 69, 167-174.

- **Sallé.J-L, (1991).** « Les huiles essentielles », synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie. Editions. Frison-Roche, Paris,21.
- **Sánchez-Moreno.C, (2002).**Review: Methodsused to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. *Food .Sci .Technol. Int*, 8:121-137.
- **Sanschagrín. D, (2017).** La Beauté sans scalpel : Tout sur les soins et techniques d'aujourd'hui. *kebijakan privasi* : Lanore édition. 60-70p.
- **Schweizer. M, (1997).** Docteur Nopal le médecin du bon dieu. Paris, France : Aloe Plantes et Beauté. 19 p.
- **Schweizer. M, (1999).** Aloe, Plantes et Beauté, France. Ed APB ; pp81.
- **Siddhuraju.P, Becker.K, (2007).**The antioxidant and free radical scavenging activities of processed cowpea (*Vigna unguiculata* ,L. Walp.) seed extracts. *Food.Chem.*, , 101:10-19.
- **Smith.I, (2017).** L'huile de figue de barbarie : l'atout anti-âge et beauté des cheveux. Femme actuelle. Disponible sur : <https://www.femmeactuelle.fr/beaute/soinsbeaute/huile-de-figue-de-barbarie-l-atout-beaute-exotique-2046846> (Consulté le :21/05/2022).
- **Somaie.S, Kariminik.A, Hasanabadi.Z, (2013).** Antimicrobial activity of methanol extract of *Opuntia stricta* F. *Intern.Rese. J. Appl. Bas. Scien*,7 : 907-910.
- **Stintzing.F.C et Carle.R, (2005).**Cactus stems (*Opuntia spp*) : Areview on theirchemistry, technology, and uses. *Mol. Nutr. Food. Res.*, 49, 175-194.
- **Suppakul.P,Miltz.J, Sonneveld.K, Bigger.S, (2003).**Antimicrobial properties of Basil and its possible application in food packaging. *J.Agric. Food Chem.*, 51: 3197-3207 .
- **Tenscher.E, Anton.R, Lobstein. A, (2005).** Plantes aromatiques. Épices, aromates, condiments et huiles essentielles. Ed. Tec et Doc. Pp 3 - 50 / 121 -124.
- **Thormar. H, (2011).** Lipides and essential oils as antimicrobial agents. Wiley. 315p.
- **Three Farmers,(2014).** Extraction par pression à froid. The last from three farmers. Disponible sur : <https://threefarmers.ca/extraction-par-pression-a-froid/> (Consulté le : 21/03/2022).
- **Turkmen.N, Velioglu.Y-S, Sari.F, Polat.G,(2007).**Effect of extraction conditions on measured total polyphenol contents and antioxidant and antibacterial activities of black tea. *molecules.*, 12: 484-496.
- **Vardar-Unlu.G, Candan.F, Sokmen.A, Daferera.D, Polissiou.M, Sokmen.M, Donmez.E, Tepe.B, (2003).** Antimicrobial and antioxidant activity of the essential oil and methanol extracts of *Thymus pectinatus* Fisch. & Mey var *pectinatus (Lamiaceae)*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 63-67.
- **Vaughan. J-G, (1970).**Seed anatomy and feed microscopy. Dans *Research in plant anatomy*, pp. 35-43.
- **Vermeulen.N, (2002).** L'Encyclopédie des plantes d'intérieur. Ed Maxi- Livres, p 225.

- **Wilkinson. J-M, (2006).**Methods for testing the antimicrobial activity of extracts. Chapter VIII.pp.157-165. In Ahmad I., Aqil F. and Owais M. modern phytomedicine : Turning.
- **Wolfgang.L, Podlech. D,(1989).** Gros plan sur les plantes de méditerranée. Ed Nathan, p 84.
- **Yildirim.A, Mavi.A, Kara.A, (2001).** Determination of antioxidant and antimicrobial activities of *Rumex crispus* L. extracts. Journal of Agricultural and food Chemistry. 49 (8): 4083-4089.
- **Yousfi.S, (2000).** Rapport bibliographique sur les *Opuntias* et bilan de quelques études effectuées en Algérie. INRA. Alger.

Annexe

Annexe 1: Matériel et équipements.

Matériel pour les analyses physicochimiques et microbiologiques :
a) Etuve (37°C, 30°C).
b) Autoclave.
c) Papier indicateur de pH.
d) Spectrophotomètre UV visible.
e) Vortex.
f) Balance.
g) Bec bunsen.
h) Reflux.
i) Refractomètre.

Verreries, instruments et matériel en plastique
a) Boîtes Pétrie
b) Tubes à essai
c) Burette
d) Pipette Pasteur
e) Seringues de 5ml et 10 ml
f) Micropipettes de 100 µl et de 1000 µl
g) Parafilm
h) Masque
i) Aluminium
j) Cuvettes de spectrophotomètre.
k) Eppendorf tube
l) Ecouvillon
m) Erlenmeyer
n) Flacons stériles.



Figure 35 : Matériel utilisé dans les analyses microbiologiques et physicochimiques.

Annexe 2: Produits biochimiques

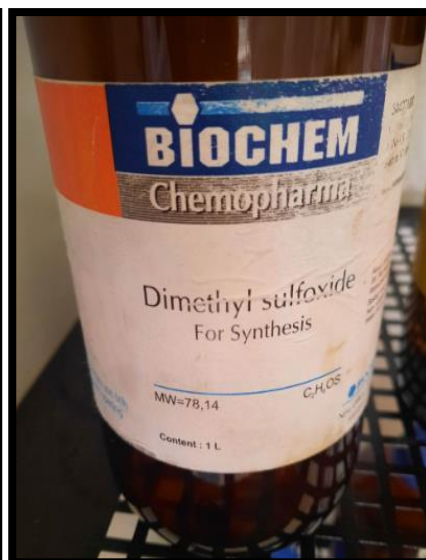
Produits biochimiques
a) Eau distillée
b) Ethanol
c) 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH)
d) Hydroxyde de potassium (KOH)
e) Chlorure d'hydrogène (HCl)
f) Diméthylsulfoxyde (DMSO)



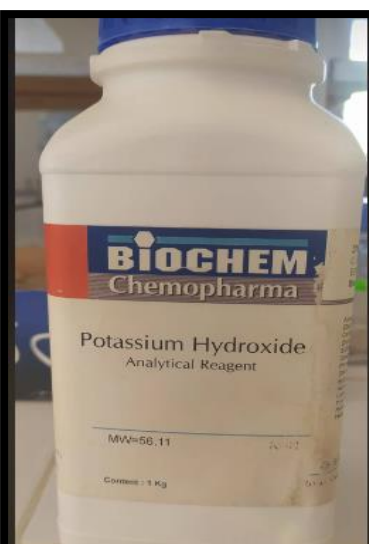
Eau distillée



Ethanol



Diméthylsulfoxyde

Chlorure d'hydrogène
HClHydroxyde de potassium
KOH**Figure 36:** Produits biochimiques utilisés.

Annexe 3 : Compositions des milieux de culture
Milieux pour dénombrement et d'enrichissement**a) Gélose nutritive (pH = 7)**

Extrait de viande	1g
Extrait de levure	2g
Peptone	5g
Chlorure de sodium	5g
Agar	150g
pH = 7	

b) Bouillon nutritif (pH=7.2)

Extrait de viande	05g
Peptone	10g
NaCl	05g

c) Gélose Mueller-Hinton (pH = 7,4 +/- 0,2)

Hydrolysate acide de caséine (peptone)	17,5 g
Extrait de viande.....	2,0 g
Amidon.....	1,5 g
Calcium.....	20 à 25 mg
Magnésium.....	10 à 12,5 mg
Agar.....	15,0 g

d) Gélose Sabouraud (pH = 6,0)

Peptone.....	10 g
Glucose massé.....	20 g
Agar-agar.....	15 g
Dextrose	40.0 g
Digestion pancréatique de caséine.....	10 g

Annexe 4: Résultat d'activité antimicrobienne

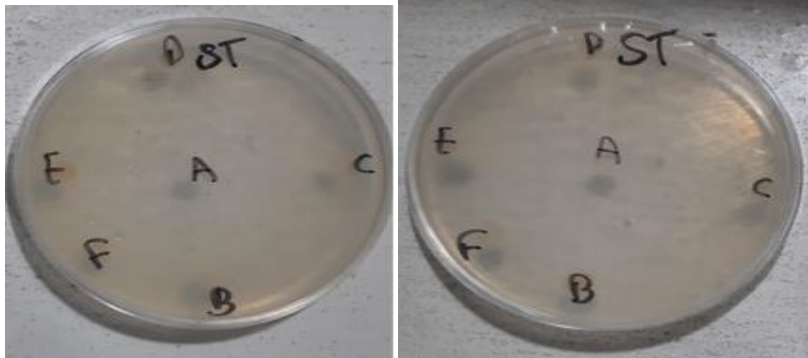
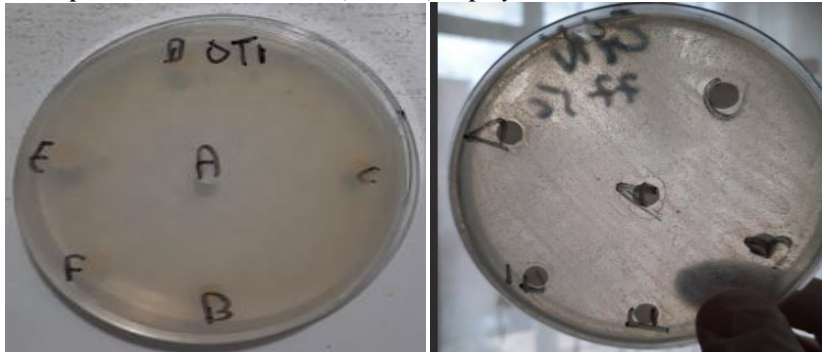
(*Bacillus spizizenii* ATCC 6633)(*Staphylococcus aureus* ATCC 6538)(*Escherichia coli* ATCC 25922)(*Pseudomonas aeruginosa* ATCC 7756)

Figure 37 : Boîtes de Pétri qui n'ont pas donné des zones d'inhibition.

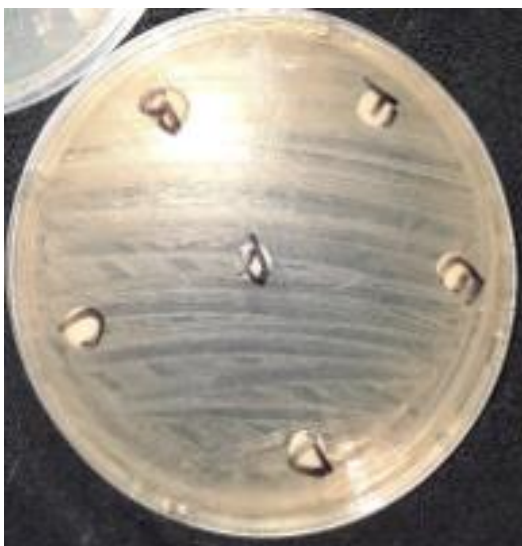
*Microsporm canie* 1893*Microsporm canie* 1815

Figure 38 : Boîtes de Pétri qui n'ont pas donné des zones d'inhibition.