

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLICUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عمّار ثليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOAT
كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES
Département Des Sciences de la matière

Mémoire de MASTER

Domaine : Sciences de la matière
Filière : Chimie
Option : Chimie organique appliquée

Par :

KACI Brahim

THEME

Etude de l'activité antioxydante des extraits lipidiques et phénoliques des figues de Barbarie locale

Soutenu publiquement devant le jury composé de:

<i>Mr. DJERIDANE Amar</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Président</i>
<i>Mr. BENALIA Mohamed</i>	<i>M.A.A</i>	<i>Examineur</i>
<i>Mme. HAMIA Chahrazed</i>	<i>M.A.A</i>	<i>Rapporteur</i>

Année Universitaire 2013/2014

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

À mes très chers parents.

À mes chers sœurs et frères ainsi que leurs petites familles

À toute ma famille.

À mes collègues et amis.

***R** emerciement*

Mes remerciement tout d'abord à notre Dieu qui m'a permis d'arriver à ce jour

*Ce travail a été entrepris aux seins du laboratoire de recherche à l'université de Amar Telidji de Laghouat je remerci Monsieur **Mohamed Yousfi** directeur de ce laboratoire pour avoir mis à ma disposition tout le matériel nécessaire pour mener à bien ce travail.*

*J'exprime mes remerciements à Madame **HAMIA Chahrazed** pour m'avoir encadré et dirigé ce travail, pour l'aide qu'elle m'a apportée et pour l'intérêt constant qu'elle n'a cessé d'accorder pour l'orientation de ce travail.*

Mes vifs remerciements vont à l'adresse de tous les membres du jury pour avoir accepté de lire et de critiquer le présent travail.

*Je tiens également à remercier les enseignants Monsieur: **Mohamed Benalia**, Monsieur **Amar Djeridane**, Monsieur **Guenane Hamid** et M^{lle} **Aicha Hamdi** pour les conseils et le soutien moral.*

Mes remerciements vont aussi à tous mes amis et mes collègues pour les moments sympathiques qu'on a passé ensemble.

J'aimerais enfin exprimer mon éternelle reconnaissance à toute ma famille, pour m'avoir constamment soutenu durant mes études et notamment dans les moments difficiles.

Liste des notations

AFNOR	Association Française de NORmalisation
AG	Acide gras
BHA	Butylhydroxyanisole
DPPH	2,2-diphenil-1-picrylhydrazyl
EC₅₀	La concentration nécessaire pour l'inhibition de 50% des radicaux libres
EMAG	Esters méthyliques d'acides gras
I.A	Indice d'acide
I.S	Indice de saponification
mg GA/100g	Milligramme équivalent en acide gallique par 100 gramme de matière sèche
mg Q/100g	Milligramme équivalents en quercétine par 100 gramme de matière sèche
mg VE/g	Milligramme équivalent en vitamine E par gramme d'huile
mg/g	Milligramme par gramme
mg/l	Milligramme par litre
PI	Pouvoir d'inhibition
VEAC	Vitamine E antioxydant capacity

Liste des figures

Figure 1: Figuier de Barbarie	03
Figure 2: Séchage des fruits de figuier de Barbarie	05
Figure 3: Les rendements des huiles des figues de Barbarie	13
Figure 4: Courbe d'étalonnage de l' α -tocophérol	15
Figure 5: Les rendements des polyphénols de tourteaux délipidées	17
Figure 6: Courbe d'étalonnage de l'acide gallique	17
Figure 7: Courbe d'étalonnage de la quercétine	18
Figure 8: Courbes représentant la variation des pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations des extraits lipidiques dans le test du DPPH	20
Figure 9: Courbes représentant la variation des pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations des extraits phénoliques dans le test du DPPH	21
Figure 10: Courbes représentant la variation des pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations des antioxydants standards dans le test du DPPH	22
Figure 11: La variation de la teneur en EC_{50} en fonction de la teneur en tocophérols et phénols totaux	23
Figure 12: Courbe représente l'activité antioxydantes de la vitamine E par le test du Phosphomolybdate	24
Figure 13: La variation de la capacité réductrice en fonction de la teneur en tocophérols totaux	25

Liste des tableaux

Tableau 1: Taxonomie d' <i>Opuntia ficus indica</i>	04
Tableau 2: Réactifs chimiques utilisés	05
Tableau 3: L'aspect, la couleur et le rendement d'huile de figue de Barbarie	12
Tableau 4: L'indice d'acide et l'indice de saponification de l'huile de figue de Barbarie	13
Tableau 5: Composition en acides gras des huiles de figues de Barbarie	14
Tableau 6: Quantité des tocophérols totaux dans les extraits lipidiques	15
Tableau 7: Etat physique, couleurs et rendements des extraits phénoliques	16
Tableau 8: Teneur en phénols totaux et en flavonoïdes de tourteaux délipidées	18
Tableau 9: Le pouvoir d'inhibition EC ₅₀ des différents extraits en (g/l)	22
Tableau 10: La capacité réductrice des différents extraits en VEAC (mg/g)	24

Résumé

L'huile des figues de Barbarie (*Opuntia ficus indica*) de la Wilaya de Laghouat a été extraite et analysée. Ses propriétés chimiques à savoir l'indice d'acidité et la valeur de l'indice de saponification, appartiennent à la fourchette des huiles végétales alimentaires. L'analyse des esters méthyliques d'acides gras, montre que l'huile contient des acides gras habituels: Oléique, Linoléique, Palmitique et Stéarique. Les tocophérols totaux et les phénols totaux ont été quantifiés et leur activité antioxydante a été testée par deux tests de référence (DPPH et Phosphomolybdate). Les résultats obtenus ont indiqué que l'huile est riche en tocophérols, et les tourteaux délipidés contiennent un matériel important en composés phénoliques. En outre, leur pouvoir antiradicalaire s'est montré le plus important, et la capacité réductrice des ions molybdène hexavalent a montré que les extraits lipidiques sont de bons réducteurs.

Mots clés: *Opuntia ficus indica*, acides gras, tocophérols, composés phénoliques, activité antioxydante.

Abstract

The oil of prickly pears (*Opuntia ficus indica*) of the Wilaya of Laghouat was extracted and analyzed its chemical properties such as the acid value and the saponification value, the found values belong to range of food vegetable oils. The analysis of methyl esters of fatty acids, shows that oil contains usual fatty acids: oleic, linoleic, palmitic and stearic. Total tocopherols and the total phenols were quantified and their antioxydant activity was tested by two tests (DPPH and Phosphomolybdate). The results indicated that oil rich in tocopherols, and the oil cakes contains a significant material in phenolic compounds. Besides, their capacity antiradical was shown most significant, and the reducing capacity of the ions hexavalent molybdenum showed that the lipid extracts are good reducers.

Key words: *Opuntia ficus indica*, fatty acids, tocopherols, phenolic compounds, antioxydant activity.

ملخص

تم استخراج زيت التين الشوكي (*Opuntia ficus indica*) لولاية الأغواط وقد تم تحليل خصائصها الكيميائية كمؤشر الحموضة و مؤشر التصبن. أشارت النتائج بأن زيت التين الشوكي تنتمي إلى مجموعة الزيوت النباتية الغذائية. كما أظهرت نتائج تحليل استرات الميثيل للأحماض الدهنية بأن الزيت تحتوي على الأحماض الدهنية المعتادة : حمض الأوليك، حمض اللينوليك، حمض البالمتيك و حمض ستريك. قمنا بتقييم النشاط المضاد للأكسدة بالاختبارين (DPPH و الفوسفوموليبيدات) للمستخلصات الدهنية و المركبات الفينولية وقد أشارت النتائج المتحصل عليها بأن الدهون غنية بالتوكوفيرول. والحبوب منزوعة الدسم تحتوي على مواد هامة من المركبات الفينولية إلى جانب ذلك، أثبتت قدرتها المهمة في تعديل الجذور الحرة، و أظهرت المستخلصات الدهنية قدرتها الكبيرة في إرجاع أيونات سداسي الموليبيدينوم.

الكلمات المفتاحية: *Opuntia ficus indica*، الأحماض الدهنية، التوكوفيرول، المركبات الفينولية، الفعالية المضادة للأكسدة.

Tableaux des matières

Liste des notations

Liste des tableaux

Liste des figures

I. Introduction générale	01
II. Matériel et méthodes	03
II.1. Matériel	03
II.1.1. Matériel végétal	03
II.1.1.1. Origine et diffusion	03
II.1.1.2. Classification	04
II.1.1.3. Utilisation médicinale	04
II.1.2. Réactifs chimiques	05
II.2. Méthodes	06
II.2.1. Extraction des lipides totaux	06
II.2.2. Mesure de l'indice d'acide et l'indice de saponification	06
II.2.3. Analyse des acides gras	07
II.2.4. Dosage des tocophérols totaux	08
II.2.5. Extraction des composés phénoliques	09
II.2.6. Quantification des composées phénoliques	09
II.2.6.1. Dosage des phénols totaux	09
II.2.6.2. Dosage des flavonoïdes	10
II.2.7. Evaluation de l'activité antioxydante des composées phénoliques	10
II.2.7.1. Test du DPPH	10
II.2.7.2. Test du phosphomolybdate	11
III. Résultats et discussion	12
III.1. Teneur en huile	12
III.2. Mesure de l'indice d'acide et l'indice de saponification	13
III.3. Analyse des acides gras	13

III.4. Taux des tocophérols totaux	15
III.5. Quantification des composées phénoliques	16
III.5.1. Dosage des phénols totaux	16
III.5.2. Dosage des flavonoïdes	17
III.6. Evaluation de l'activité antioxydante	19
III.6.1. Test du DPPH	19
III.6.2. Test du phosphomolybdate	24
IV. Conclusion générale	26
V. Références Bibliographiques	28
VI. Annexe	30

I. Introduction générale

Depuis longtemps, L'homme et les plantes vivent côte à côte. Il est habitué à consommer différentes espèces de plantes, qui sont bien souvent appréciées pour leurs qualités aussi bien médicales que nutritives. A cet effet un grand nombre des plantes médicinales possèdent des propriétés biologiques très intéressantes, qui trouvent application très largement répandue dans divers domaines à savoir en médecine, pharmacie, cosmétologie et l'agriculture (**Bérubé, 2006**).

A l'origine, la nature constituée essentiellement de végétaux, servaient d'alimentation aux animaux et aux hommes peuplant la terre. Mais à coter de cette fonction nutritionnelle, l'homme découvrit bien d'autres fonctions que pouvaient lui procurer ces plantes ; médicinales, l'entretien de l'environnement, économique et industrielle.

Aujourd'hui, l'organisation mondiale de la santé estime que 80 % des populations africaines se soignent avec des remèdes naturels, et 25% du médicament produit et commercialisée dans le monde provient des plantes médicinales (**Benkaddouri. A, 2011**).

Les biomolécules dans les fruits et les légumes ont attiré une grande attention qui s'est principalement concentrée sur leur rôle dans l'empêchement des maladies aiguës et chroniques. L'importance de beaucoup de plantes comme bon marché normal sources des polyphénols et comme nourriture favorisant la santé humaine est bien établi. Conformé à cette notion, figues de Barbarie, un indigène d'arbre de Cactaceae vers le Mexique et de là où il était répandu dans toutes les régions arides et semi-arides, Elle est largement présenté dans le paysage rural en plantations plus au moins régulière autour des villages, pour la lutte contre les effets de la sécheresse, elle porte un intérêt particulier grâce à ses diverses utilisations en tant que source de produits pharmaceutiques. Qu'à l'alimentation du cheptel et la production de fruits, elle est considérée comme une réserve vivante d'eau, ce qui justifie l'affinité particulière du dromadaire vis-à-vis de cette plante. De plus, les fruits ont une valeur nutritive comparable à celle des fruits juteux de type poire, pommes, abricots, oranges, etc. Ils sont considérés comme une bonne source de vitamine C (**Moulay, 2012**).

Le figuier de Barbarie guérirait d'un tas de maladies. Il réduirait le taux de cholestérol, diminuerait la sensibilité à l'insuline, guérirait un ulcère (**Benkaddouri. A, 2011**).

C'est cette importance économique et tous ce qui précède nous ont amené à s'intéresser et à se rapprocher d'avantage de cette miraculeuse plante dans ce modeste travail comme étude d'un certain nombre de constituants de l'huile extraite des fruits de figue de Barbarie, dont le nom latin est "*Opuntia ficus indica*", et connue chez la population par le nom vernaculaire "Kermus Ennsara". Dans notre étude, nous avons récolté les fruits durant le mois de Septembre 2013 de la Wilaya de Laghouat.

En premier lieu, nous étudions la fraction lipidique de l'huile extraite des fruits et nous effectuons des analyses physico-chimiques qui caractérisent les huiles végétales alimentaires. Nous étudions la composition qualitative et quantitative de l'huile en acides gras. Puis, nous avons quantifié la composition de l'huile en tocophérols totaux. Nous aborderons aussi le contenu en composés phénoliques dans les tourteaux délipidés.

Nous terminerons cette étude par l'évaluation de l'activité antioxydante en adoptant deux tests chimiques qui sont une analyse d'estimation au moyen du DPPH de la capacité des extraits végétaux à piéger les radicaux libres et la capacité réductrice des ions molybdène hexavalent à l'aide de test du phosphomolybdate.

II. Matériel et méthodes

II.1. Matériels

II.1.1. Matériel végétal

II.1.1.1. Origine et diffusion

Le figuier de Barbarie originaire des régions arides et semi-arides du Mexique et le sud des Etats unis, qui a été introduite en Europe et en Afrique du Nord vers le 16ème siècle par les expéditeurs.

Le Nopal c'est le nom mexicain de la plante, vient du nom Nochtli en nahuatl, langue classique des Aztèques. *Opuntia*, son appellation savante, vient du latin Opuntius, d'Oponte (**Schweizer, 1997**), C'est une plante robuste qui peut mesurer jusqu'à 5 mètres de hauteur, avec un tronc épais et ligneux. Ses articles aplatis en forme de raquettes (cladodes) de couleur vert mat, ayant une longueur de 30 à 50 centimètre et une largeur de 15 à 30 centimètre, sont couverts de petites aréoles, d'épines et de glochides blancs. Ses fleurs, marginales sur le sommet des cladodes, sont hermaphrodites, de couleur jaune et deviennent rougeâtres à l'approche de la sénescence de la plante. Ses fruits sont des baies charnues ovoïdes ou piriformes pourvues d'épines. Ils sont généralement verdâtres ou jaunes à maturité. La pulpe est toujours juteuse de couleur jaune-orangé, rouge ou pourpre, parsemée de nombreuses petites graines (**Figure 1**) (**Feugang et al, 2006**)



Figure 1: Figuier de Barbarie

Environ 1500 espèces de cactus sont dans le genre *opuntia* et sont distribuées en Europe, pays méditerranéens, l'Afrique, les Etats-Unis du sud-ouest, le Mexique nordique et d'autres secteurs. Il a été introduit d'abord en Espagne et plus tard au 16eme siècle au Nord et au Sud de l'Afrique. Il s'est diffusé rapidement dans le bassin méditerranéen et s'y est naturalisé au point de devenir un élément

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

II.1.1.2. Classification

L'*Opuntia ficus indica* est parmi les cactées, celle qui a la plus grande importance agronomique, tant pour les fruits comestibles que pour les raquettes qui peuvent être utilisées comme fourrage ou comme légumes.

Tableau 1: Taxonomie d'*Opuntia ficus indica* (Brian, 1930)

Taxonomie	<i>Opuntia ficus indica</i>
Règne	Plantae
→ Sous règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
→ Sous classe	Caryophyllidae
Ordre	Caryophyllales
Famille	Cactaceae
→ Sous-famille	Opuntioideae
Tribu	Opuntieae
Genre	Opuntia
Espèce	ficus indica (L.)

II.1.1.3. Utilisation médicinale

Comme pour de nombreux légumineux et fruits, les plantes de cactus ont aussi été rapportées pour être salubre à la santé où leurs effets ont été démontrés dans le traitement de plusieurs maladies.

En Australie et en Afrique du Sud, l'effet hypoglycémique des "Nopalitos" est utilisé dans le traitement des diabètes non dépendants de l'insuline. Une étude récente a prouvé qu'une supplémentation des régimes des rats avec l'huile de graines de cactus diminuent la concentration en glucose de sérum, qui est lié à une formation de glycogène dans le foie et le muscle squelettique. (Ennouri, 2006).

Ils ont des effets anticancéreux aussi ; Les études les plus récentes suggèrent que l'extrait de fruit de poire de cactus

- inhibe la prolifération des cellules cancéreuses du cerveau, de l'ovaire et de vessie *in vitro*

- supprime la croissance de tumeur chez les souris ayant un cancer ovarien *in vivo*. (Feugang et al, 2006).

Lee et Kim (2002) ont démontré que les raquettes de figuier de Barbarie ont d'excellentes activités antioxydants. De nombreuses études *in vitro*, ont démontré l'effet bénéfique des composés phénoliques incolore et des bétalaines (Nefzaoui et al, 2008).

Dans notre étude, nous avons récolté les fruits de figuiers de Barbarie durant le mois de Septembre 2013 de la Wilaya de Laghouat. Les fruits sont épluchés puis conservés à -4°C jusqu'à leur analyse.



Figure 2 : Séchage des fruits de figuier de Barbarie

[(a) fruits épluchés, (b) fruits séchés]

II.1.2. Réactifs chimiques

Tous les produits utilisés dans ce travail sont d'un grade analytique élevé (**Tableau 2**).

Tableau 2: Réactifs chimiques utilisés

Produit	Firme
Sodium en morceaux ; acide chlorhydrique 37% ; Methanol	Riedel de Haën
Hexane ; Ethanol ; acide gallique ; quercétine ; réactif de folin-ciocalteu	Sigma Aldrich
le Sulfate de sodium anhydre (Na ₂ SO ₄) ; gel de silice ; Di-éthyléther ; Hydroxyde de potassium; acétate d'éthyle	VWR Prolabo
Chloroforme	Scharlan
Butanol	Biochem
BHA (Butylhydroxyanisole), vitamine E (α -tocophérol)	Fluka

II.2. Méthodes

II.2.1. Extraction des lipides totaux

Après avoir sécher les graines des fruits de figuiers de Barbarie, elles sont ensuite finement broyées. Dans notre travail nous avons choisi trois systèmes de solvant. 125 g de la poudre obtenue est macérée dans 300 ml d'hexane pendant vingt-quatre heures à température ambiante. La même procédure se refait dans le système de solvant (chloroforme/méthanol) (2/1 : V/V) (Folch J et al, 1957) et (chloroforme/méthanol/hexane) (2/1/1 : V/V/V).

L'extrait est filtré puis le résidu est repris pour une deuxième fois dans le même volume de solvant pendant vingt-quatre heures à température ambiante. Après séchage par de sulfate de sodium anhydre et évaporation du solvant sous pression réduite à l'aide d'un rota vapeur, les huiles récupérées sont pesées puis sont conservées à 4°C jusqu'à leur analyse.

Les tourteaux délipidées obtenus après l'extraction d'huile sont conservés pour l'étude des polyphénols.

II.2.2. Mesure de l'indice d'acide et l'indice de saponification

Nous avons déterminé quelques indices chimiques qui caractérisent les matières grasses, tel que l'indice de saponification (I.S) et l'indice d'acide (I.A), nous avons utilisé les normes AFNOR (Association Française de Normalisation) (AFNOR, 1984).

- **L'indice d'acide (I.A)**

L'indice d'acide d'un corps gras est la quantité de potasse exprimée en milligramme nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras.

La détermination de l'indice d'acide est réalisée en utilisant la norme (AFNOR NFT60-204). Une quantité de masse bien précise d'huile est solubilisée dans 10 ml de chloroforme. La solution organique est ensuite dosée par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 0,05N jusqu'au virage de l'indicateur coloré utilisé. L'indice d'acide est calculé par la relation suivante :

$$I. A = \frac{56.1 \times V \times C}{m}$$

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 de la prise d'essai d'huile en gramme

56,1 : masse molaire de KOH

- **L'indice de saponification (I.S)**

Il correspond au nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour la saponification d'un gramme de corps gras. La détermination de l'indice de saponification est réalisée en utilisant la norme (AFNOR. NF T60-206) en suivant les étapes suivantes :

Une quantité d'un gramme d'huile est saponifiée à reflux par 20 ml de KOH éthanolique (0,1N) pendant une heure. L'excès du KOH est neutralisé par de l'acide hydrochlorique (HCl) (0,1N) en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions sans l'huile. L'indice de saponification est calculé par la relation suivante :

$$I.S = \frac{N. (V_0 - V). 56.1}{m}$$

I.S : Indice de saponification

V₀ : volume de HCl en ml dans le test à blanc en ml

V : volume de HCl en ml nécessaire pour neutraliser l'excès de la potasse

m : masse d'huile prise en gramme

N : la normalité de la solution potassique.

56,1 : masse molaire de KOH.

II.2.3. Analyse des acides gras

Les acides gras (AG) n'existent pratiquement pas à l'état libre dans les cellules et les tissus, mais combinés sous sont des acides organiques à longue chaîne, généralement à nombre pair d'atomes de carbone (14 à 30 atomes) possédant une seule fonction carboxylique et une chaîne carbonée (queue) conférant à la plupart forme d'esters. Ce des lipides leurs propriétés d'insolubilité dans l'eau et leur consistance grasseuse ou huileuse. Ces acides gras, généralement non ramifiés, différents entre eux par la longueur de leur chaîne, la présence et le nombre et la position de leurs doubles liaisons (Guignard. J.L, 1985).

Les acides gras peuvent être analysés sous forme libre, mais généralement se sont analysés qu'après leurs transformations en leurs esters méthyliques (EMAG), qui sont plus volatils. (Cocallemen. S et al, 1988).

Les techniques de préparation des esters méthyliques sont relativement nombreuses, dans ce travail les EMAG sont préparer par méthanolyse au méthylate de sodium, réaction de deux étapes :

- Saponification en présence d'une solution méthanolique de méthylate de sodium 0,5% suivie d'une méthanolyse après séparation à l'eau l'extraction des ester se fait par l'hexane ; La phase organique est récupérée est lavée six fois par l'eau jusqu'à la neutralisation, après séchage par sulfate de sodium anhydre.
- La purification des EMAG se fait après évaporation de l'hexane sous pression réduite puis purifier dans une colonne capillaire où la phase stationnaire est le gel de silice et l'éluant est le chloroforme, ici la partie saponifiable est récupérée.

Après évaporation du chloroforme sous pression réduite les EMAG sont récupérés dans 3 ml de diéther puis conservés au frais jusqu'à leur analyse.

L'analyse des EMAG est réalisée par chromatographie en phase gazeuse (CPG). Les conditions opératoires sont les suivantes :

- appareil : chromatographe Chrompack CP 9002
- détecteur : détecteur à ionisation de flamme (FID) de température de 250°C
- injecteur : injecteur SPLIT 1/100 de température de 250°C
- quantité injectée : 0.8 µl
- colonne : capillaire PEG (polyéthylène glycol) de 30 m de longueur et 0.32 mm *25 UM de diamètre et 0.25 µl d'épaisseur
- Four : programmation de température est de 150°C (3 mn) 4°C/mn à 220°C (20mn)
- gaz vecteur : Azote

II.2.4. Dosage des tocophérols totaux

Nous avons adopté la méthode de dosage colorimétrique d'Emmerie-Engel (**Emmerie. A et Engel. C, 1939**). Cette méthode est basée sur la réaction d'oxydoréduction entre les tocophérols et le fer ferrique (Fe^{3+}) qui est réduit en fer ferreux (Fe^{2+}). Ce dernier, en présence de réactifs spécifiques comme l'orthophénanthroline, forme un complexe rouge-orangé stable dont le coefficient d'extinction molaire à 510 nm est très élevé.

Une quantité d'huile brute de chaque échantillon a été diluée dans l'éthanol. 1 ml de chaque dilution est additionné à 1 ml d'*ortho*-phénanthroline et 0,5 ml d'une solution de $FeCl_3$. Le mélange est incubé à

l'obscurité pendant 5 minutes et la lecture de l'absorbance à 510 nm est effectuée contre un blanc en employant un spectrophotomètre de type SHIMADZU UV-1601.

La concentration en tocophérols totaux de chaque extrait a été calculée par rapport à une courbe d'étalonnage de l' α -tocophérol. La réalisation de cette courbe est faite en adaptant le mode opératoire suivant : Une solution de 0,06 g/l de l' α -tocophérol est préparée dans l'éthanol, elle est diluée pour obtenir des solutions de concentration allant de 0,005 g/l à 0,06 g/l.

II.2.5. Extraction des composés phénoliques

10 g des tourteaux délipidées sont macérés dans 100 ml d'un mélange hydro-alcoolique de méthanol-eau (8/2) (V/V) pendant vingt-quatre heures, à température ambiante à l'obscurité. L'extrait est filtré puis le résidu est repris pour une deuxième fois avec un volume de 50 ml du même mélange hydro-alcoolique. Après évaporation du méthanol de l'extrait brut, la phase aqueuse ainsi obtenue est ensuite lavée avec un même volume d'acétate d'éthyle. L'extrait organique ainsi obtenu est évaporé à sec sous vide après séchage par le sulfate de sodium anhydre. Les résidus récupérés sont pesés puis solubilisés dans 15ml de méthanol. Les extraits ainsi obtenus sont conservés au réfrigérateur avant d'être analysés.

II.2.6. Quantification des composés phénoliques

II.2.6.1. Dosage des phénols totaux

Le dosage des phénols totaux a été effectué par une méthode adaptée de Singleton et Ross avec le réactif de folin-Ciocalteu (**Serg Weinman et al, 2004**), qui lors de l'oxydation des phénols l'acide phosphomolybdate et l'acide phosphotungstate, sont réduits en oxydes bleus de molybdène (Mo_8O_{23}) et tungstène (W_8O_{23}).

250 μl de chaque extrait ont été introduits à l'aide d'une micropipette dans des tubes à essai, suivis de l'addition de 1 ml du réactif de Folin-Ciocalteu (10 fois dilué). Après incubation pendant 5 minutes, 1ml de carbonates de sodium Na_2CO_3 à 20% ont été ajoutées, puis les solutions ont été secouées immédiatement et sont maintenues à l'obscurité pendant 30 minutes à température ambiante. L'absorbance de chaque solution a été déterminée à 760 nm contre un blanc sur un spectrophotomètre de type SHIMADZU UV-1601. La teneur en composés phénoliques de chaque extrait a été calculée à partir d'une courbe d'étalonnage de l'acide gallique et exprimée en milligrammes par 100 gramme de matière sèche équivalent en acide gallique.

II.2.6.2. Dosage des flavonoïdes

La quantification du contenu en flavonoïdes est estimée par la méthode de Lamaison et Carnat (**Djeridane et al, 2006**) en utilisant le tri chlorure d'aluminium $AlCl_3$ comme réactif, lors de la réaction le tri chlorure d'aluminium forme un complexe très stable avec les groupements hydroxyles OH des phénols. Ce complexe jaune absorbe la lumière visible à une longueur d'onde de 430 nm.

500µl de chaque extrait est dilué par 500µl de méthanol, puis est mélangé avec 1 ml d'une solution aqueuse de 2% de chlorure d'aluminium. Après incubation à l'obscurité pendant 20 minutes, l'absorbance du mélange est mesurée à 430 nm contre un blanc en employant le même spectrophotomètre pour le dosage précédent. Les teneurs en flavonoïdes des extraits ainsi préparés ont été calculées à partir de la courbe d'étalonnage de la quercétine choisie comme étalon et exprimée en milligrammes par 100 gramme de matière sèche équivalent en quercétine.

II.2.7. Evaluation de l'activité antioxydante des composées phénoliques

II.2.7.1. Test du DPPH

Le 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyle (DPPH) est un radical stable et présente une absorption spécifique à 517 nm qui confère une couleur violette. Lorsque le DPPH est réduit par un capteur de radicaux, sa couleur disparaît (**Chevalley I, 2000**). La réduction du radical libre DPPH \cdot par un antioxydant peut être suivie par spectrophotométrie UV-Visible, en mesurant la diminution de l'absorbance provoquée par la présence des extraits phénoliques.

1ml de chaque extrait est additionné à 1ml d'une solution de DPPH (250µM) préparée dans l'éthanol dans le cas des extraits lipidiques et dans le méthanol lorsqu'il s'agit de l'extrait phénolique de tourteaux délipidées. Le mélange réactionnel a été secoué immédiatement, puis il est maintenu à l'obscurité pendant 30 minutes à une température ambiante pour que la réaction s'accomplisse. L'absorbance du milieu réactionnel a été mesurée à 517 nm contre un blanc. Nous avons également, testé la vitamine C, la vitamine E et le BHA des antioxydants commerciaux pris comme antioxydants de référence. Les mesures des densités optiques de chaque solution d'extrait à différentes dilutions nous ont permis de calculer le paramètre EC_{50} qui indique le pouvoir antioxydant d'un composé ou d'un extrait et qui est défini comme étant la concentration de l'extrait exprimée en mg/ml nécessaire pour balayer 50% du radical DPPH. La valeur d' EC_{50} de chaque extrait est déduite à partir des équations des courbes de la variation du pourcentage de pouvoir d'inhibition PI% en fonction de la concentration de chaque extrait.

La capacité de nettoyer le radical de DPPH a été calculée par l'équation suivante

$$PI\% = \frac{A_1 - A_2}{A_1} \times 100$$

A_1 : absorbance du contrôle (solution du DPPH sans extrait).

A_2 : absorbance en présence d'extrait.

II.2.7.2. Test du phosphomolybdate

Le test du phosphomolybdate est un essai direct qu'on emploie principalement pour mesurer la possibilité et la puissance des antioxydants non enzymatique. Il dépend de la réduction du Molybdate (VI) au Molybdate (V) avec la formation d'un complexe vert détectable dans le visible à 695 nm (**Pilar Prieto et al, 1999**).




Ce test a pour but d'évaluer le statut antioxydant, par la mesure du pouvoir réducteur des extraits dans une réaction colorimétriques d'oxydoréduction. En effet, introduire dans un tube 200µl de chaque extrait dilué est ajouté à 2ml du réactif phosphomolybdique composé de (28 mM de phosphate de sodium, 4 mM de molybdate d'ammonium et 0,6 M d'acide sulfurique). Les tubes ont été ensuite bien fermés puis incubés à un bain marie à une température de 70 °C pendant 90 min. Après refroidissement, l'absorbance est mesurée à 695 nm contre un blanc. Nous avons exprimé les valeurs en milligramme équivalent vitamine E par gramme de matière sèche et par gramme d'huile

III. Résultats et discussions

III.1. Teneur en huile

Les huiles obtenues ont une odeur agréable, présentent un aspect visqueux de couleurs différentes marron à jaune avec des rendements qui varient entre 5,21 et 13,64 % (**Tableau 3**).

Tableau 3: L'aspect, la couleur et le rendement d'huile des figes de Barbarie

Echantillon	Aspect	Couleur	Rendement d'extraction (%)
Chloroforme/méthanol	Visqueux	 Marron foncé	13,64
Chloroforme/méthanol/hexane	Visqueux	 Marron foncé	8,18
Hexane	Liquide	 Marron jaunâtre	5,21

D'après les résultats il est clair que le système de la méthode de Folch (chloroforme/méthanol) donne le rendement le plus important (13,64%), l'extraction par le système de solvant chloroforme/méthanol/hexane présente un rendement de 8,18% et le solvant hexane renferme la plus petite valeur qui égale à 5,21% (**Figure 3**).

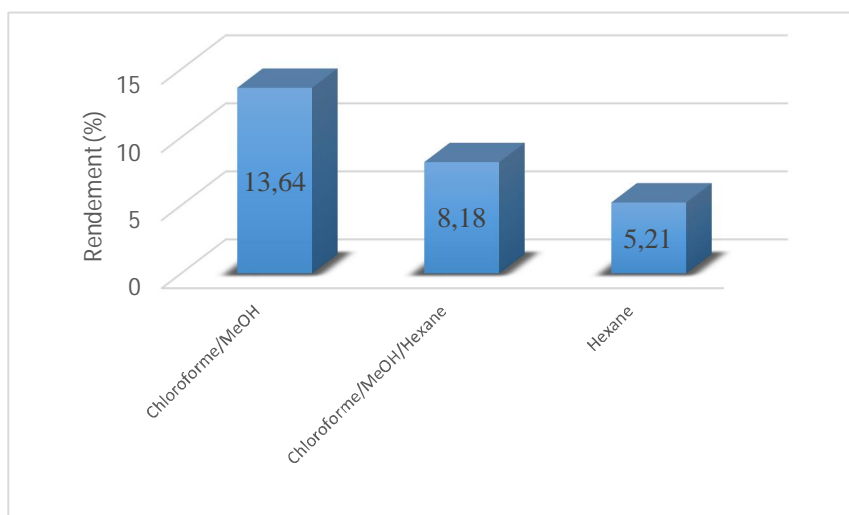


Figure 3: Les rendements des huiles de figue de Barbarie

III.2. Mesure de l'indice d'acide et l'indice de saponification

Nous avons choisi l'huile de la fraction hexanique pour la mesure de l'indice d'acide et l'indice de saponification. Les valeurs obtenues sont résumés dans le **Tableau 4**.

Tableau 4 : L'indice d'acide et l'indice de saponification de l'huile de figue de Barbarie

Indices	Valeurs
I.A	3,74 ± 0,003
I.S	179,80 ± 0,06

L'huile de figes de Barbarie montre une teneur élevée en acide (3,74). Ce qui prouve leurs richesses en acides gras libres. Cette valeur est comparable à celle d'autre résultat obtenu à travers des études réalisées sur l'huile de graines *Opuntia ficus indica* de Tunisie (1,27), La valeur de l'indice de saponification, déterminée en tant que 179,80, est inférieure à celle du tournesol, et de l'huile de maïs (El Mannoubi. I et al, 2009) pour lesquels la gamme moyenne de la valeur de saponification est 191-250.

III.3. Analyse des acides gras

Les résultats de l'analyse chromatographique de nos extraits sont présents dans le **Tableau 5** qui indique les proportions relatives des différents acides gras obtenues.

Tableau 5: Composition en acides gras des huiles de figue de Barbarie

Composition		Chloroforme/MeOH	Chloroforme/MeOH/ hexane	Hexane	El Mannoubi,I
Acides gras	(%)				
C14:0	Myristique	1,06	0,23	0,25	0,11
C16:0	Palmitique	10,65	10,60	10,42	12,76
C16:1	Hypogéique	0,92	1,00	0,94	0,75
C17:0	Margarique	4,98	0,07	0,44	/
C18:0	Stéarique	8,00	3,11	2,65	3,20
C18:1	Oléique	14,37	17,90	17,45	16,41
C18:2	Linoléique	49,24	62,87	65,90	60,69
C18:3	Linoléinique	5,90	2,07	1,49	/
C20:0	Arachidique	1,88	0,45	/	0,30
C20:1	Gondoïque	/	0,42	/	0,26
ΣAGS		26,57	14,46	13,76	16,71
ΣAGI		70,43	84,26	85,78	83,12

Nous observons que l'huile du fruit de figes de Barbarie contient six acides gras habituellement rencontrés dans les huiles végétales. Il s'agit en l'occurrence des acides : Palmitique, Oléique et Linoléique fortement représentés et des proportions faibles en acides : Myristique, Stéarique et Linoléinique. Ces huiles sont caractérisées par leurs richesses en acides gras insaturés qui varient entre 70,43 et 85,78% des acides gras totaux. On note aussi une valeur assez importante du taux des acides gras saturés et en particulier de l'acide Palmitique 10,42 à 10,65%. Il ressort de ces résultats que l'huile de figes est une huile de type Oléique-Linoléique; L'acide Linoléique était le composant principal dans toutes les huiles avec 49,24 à 65,90%, suivi des acides Oléiques de 14,37 à 17,90%. L'acide Myristique, Hypogéique, Margarique et Linoléinique sont aussi détectés dans toutes les huiles mais avec des proportions très faibles. L'acide Arachidique est détecté dans les deux extraits chloroforme/méthanol et chloroforme/méthanol/hexane dont les proportions varient de 0,45 à 1,88%. Egalement, on a remarqué que la fraction chloroforme/méthanol/hexane, est la seule qui contient l'acide Gondoïque avec une proportion de 0,42%.

Ces résultats sont semblables à ceux d'une recherche récente par I. El Mannoubi et al, 2009. La différence observée est dans les teneurs en acides gras insaturés et notamment dans les deux acides majoritaires Oléique et Linoléique, comparativement à la fraction chloroforme/méthanol. Et l'absence d'acide Margarique et Linoléinique, par contre ils sont détectées dans nos huiles. Cette différence peut-

être due à l'origine des espèces étudiées ou aux conditions de climat d'une part ou bien aux conditions opératoires telles que le mode d'extraction et les méthodes de préparation des EMAG.

III.4. Taux des tocophérols totaux

La teneur en phénols totaux dans les échantillons d'huile a été alors calculée à partir de la courbe d'étalonnage de l' α -tocophérol (**Figure 4**).

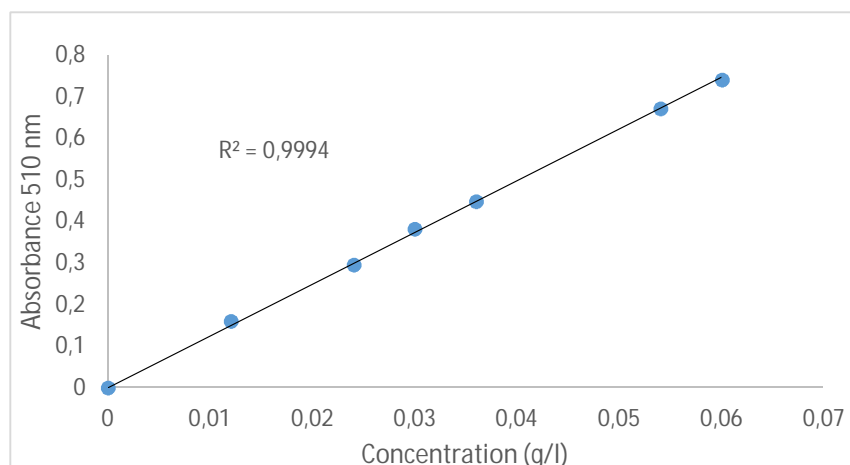


Figure 4: Courbe d'étalonnage de l' α -tocophérol

Les résultats sont exprimés en milligramme équivalent en α -tocophérol par gramme d'huile. Les résultats obtenus sont présentés dans le **Tableau 6**.

Tableau 6: Quantité des tocophérols totaux dans les extraits lipidiques

Echantillon	Teneur en tocophérols totaux (mg VE /g)
Chloroforme/méthanol	8,561
Chloroforme/méthanol/hexane	9,247
Hexane	3,677




Il est constatable que la quantité des tocophérols totaux dans l'extrait chloroforme/méthanol/hexane est plus importante par rapport aux autres extraits. Par contre, l'extraction par l'hexane représente le plus faible teneur allant de 3,677mg/g d'huile en équivalent en α -tocophérol, cela est dû certainement au solvant apolaire comparant avec l'hexane d'extraction à savoir le chloroforme/méthanol et chloroforme/méthanol/hexane, utilisé pour avoir les lipides totaux.

On remarque aussi qu'il existe de valeur en tocophérols totaux dans l'extrait chloroforme/méthanol/hexane plus élevés que leur rendement : 8,18% contre 9,247mg/g d'huile en équivalent en α -tocophérol par contre l'extrait chloroforme/méthanol qui possède un rendement 13,64% contre 8,561mg/g d'huile en équivalent α -tocophérol, cette différence est dû peut être à l'existence de d'autres substances dans l'extrait chloroforme/méthanol/hexane non phénoliques qui peuvent réduire les ions Fe^{+3} en Fe^{+2} .

III.5. Quantification des composées phénoliques

Les extraits phénoliques obtenus présentent généralement un aspect visqueux de couleur jaune vert avec des rendements qui varient entre 0,50 et 2,03%. (Tableau 7).

Tableau 7: Etat physique, couleurs et rendements des extraits phénoliques

Echantillon	Aspect	Couleur	Rendement d'extraction (%)	Concentration (g/l)
Chloroforme/méthanol	Pâteux	 Jaune	0,52	3,47
Chloroforme/méthanol/hexane	Pâteux	 Jaune	0,50	3,4
Hexane	Pâteux	 Jaune vert	2,03	13,8

Il est clair que la plus importante quantité a été trouvée dans les tourteaux délipidés par l'hexane comparativement aux autres systèmes de solvant (**Figure 5**).

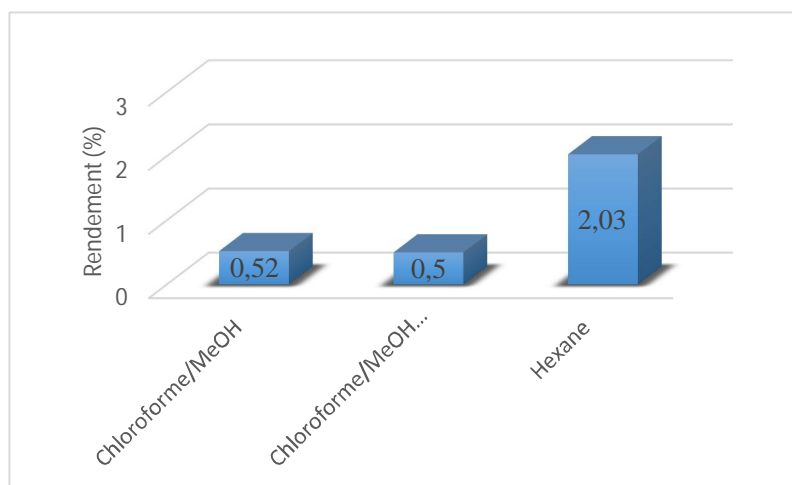


Figure 5: Les rendements des polyphénols des tourteaux délipidés

III.5.1. Dosage des phénols totaux

La teneur en composés phénoliques de chaque extrait de tourteaux délipidés a été alors calculée à partir de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (**Figure 6**) et exprimée en milligramme équivalent en acide gallique par 100 gramme de matière sèche. Les résultats obtenus sont présentés dans le **Tableau 8**.

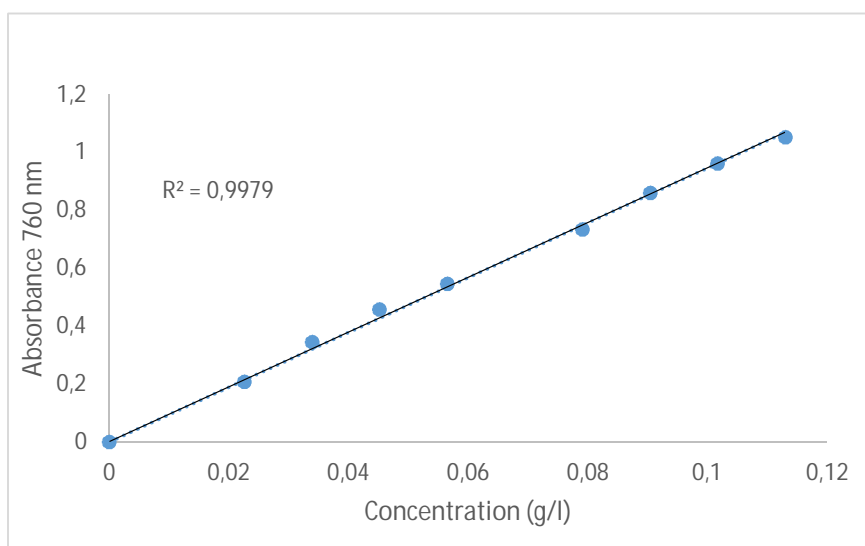


Figure 6: Courbe d'étalonnage de l'acide gallique

III.5.2. Dosage des flavonoïdes

En revanche, la quantification des flavonoïdes dans nos extraits a été déterminée en utilisant la relation numérique de la courbe d'étalonnage de la quercétine (**Figure 7**).

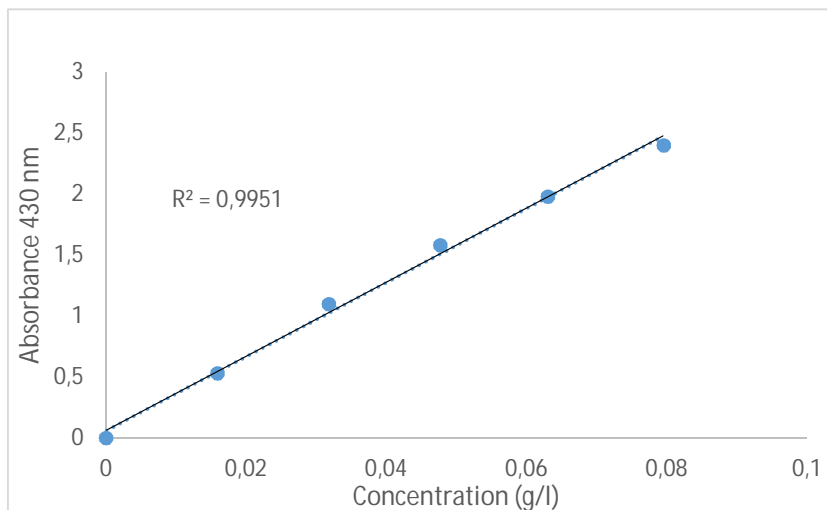


Figure 7: Courbe d'étalonnage de la quercétine

Les résultats obtenus exprimés en milligramme équivalents en quercétine par 100 gramme de matière sèche sont regroupés dans le **Tableau 8**.

Tableau 8: Teneur en phénols totaux et en flavonoïdes de tourteaux délipidés

Echantillon	Teneur en phénols	Teneur en flavonoïdes
	totaux (mg/100g) équivalent en acide gallique	(mg/100g) équivalent en quercétine
Chloroforme/méthanol	9,76	13,80
Chloroforme/méthanol/hexane	9,40	14,27
Hexane	16,18	14,78

D'après la synthèse de l'ensemble des résultats obtenus lors de la quantification des phénols totaux, on observe que la teneur de ces composés varie entre 9,40 et 16,18 mg GA/100g de matière sèche. Les taux des composés phénoliques les plus élevés ont été détectés pour les extraits de tourteaux délipidés par l'hexane. Tandis que, les teneurs stables sont remarquées pour les extraits de tourteaux délipidés

par les autres systèmes de solvant (**Tableau 8**). En outre, nous avons enregistré que l'extrait de tourteaux délipidées par l'hexane a donné un rendement plus important en résidu sec (**Tableau 7**). Il a offert aussi une teneur importante en phénols totaux. Mais si on compare les teneurs en flavonoïdes de nos échantillons on remarque qu'ils sont voisines entre 13,80 mg Q/100g de matière sèche. Ces résultats pourront être expliqués par le fait que la polarité des solvants d'extraction influent sur le type de composés extraits.

Dans notre travail, le dosage du contenu en flavonoïdes a été déterminé spectrométriquement par la méthode du chlorure d'aluminium, nous avons remarqué que le teneur des flavonoïdes dans l'extrait de tourteaux délipidées par l'hexane est inférieure à celle de phénols totaux, mais par contre les teneurs dans les autres extraits sont supérieures à celles des phénols totaux ce qui n'est pas raisonnable. Cette différence pourra être due aux phénols standards utilisés pour la préparation des courbes d'étalonnage ou même aux méthodes choisies pour le dosage.

L'inconvénient majeur de ce test que le réactif de Folin-Ciocalteu n'est pas spécifique aux composés phénoliques, il réagit avec tous les autres composés qui contiennent un groupement OH comme les sucres, les protéines et les pigments par ce qu'une telle extraction ne donne pas que les composés phénoliques. Pour cela les valeurs obtenues des teneurs en composés phénoliques totaux ne reflètent pas les quantités réelles de ces substances dans les tourteaux investiguées car il y a plusieurs facteurs qui influent sur le rendement d'extraction en l'occurrence, le type, l'acidité et le volume du solvant, la température et le temps du contact avec la matière première ainsi que le mode d'extraction (**Dopico-García et al, 2007 ; El Akrem Hayouni et al, 2007 ; Silva EM et al, 2007 ; Giorgia Spigno et al, 2007**).

III.6. Evaluation de l'activité antioxydante

III.6.1. Test du DPPH

La méthode de DPPH a été largement appliquée pour estimer l'activité antioxydante ces dernières années (**Simona De Marino et al, 2007 ; Letitia M et al, 2007 ; Inga Klimczak et al, 2007**), mais ses applications doivent être effectuées de telle façon que l'activité antioxydante soit liée à la structure de la molécule antioxydante. De même, dans le cas d'un mélange complexe, la présence présumée au moins d'un principe actif dans l'extrait devrait être identifiés pour pouvoir travailler en termes d'équivalences de la molécule de DPPH.

Le DPPH[•] est initialement violette, se décolore lorsque l'électron célibataire s'apparie Cette décoloration vers jaune pâle lors de sa réduction (capté par les produits testés). Ce test permet alors d'obtenir des informations sur le pouvoir antiradicalaire direct de différentes substances phénoliques de nos extraits. Il est donc prévu à fournir un lien avec les réactions ayant lieu dans un système d'oxydation, tel que l'autoxydation d'un lipide ou de toute autre substance insaturée.

Les mesures des densités optiques en présence de chaque solution d'extrait à différentes dilutions nous ont permis de calculer le paramètre EC₅₀ qui représente la concentration d'antioxydant nécessaire pour diminuer 50% du taux des radicaux libres. Alors, l'approche la plus simple dans l'interprétation des données, est de tracer le pourcentage d'inhibition en fonction de la concentration de l'antioxydant, développant une gamme de concentrations qui donne des taux d'inhibition compris entre 20 et 80 %. Les figures suivantes représentent la variation du pouvoir antioxydant (PI%) en fonction de la concentration de chaque extrait lipidique (**Figure 8**) et chaque extrait phénolique (**Figure 9**).

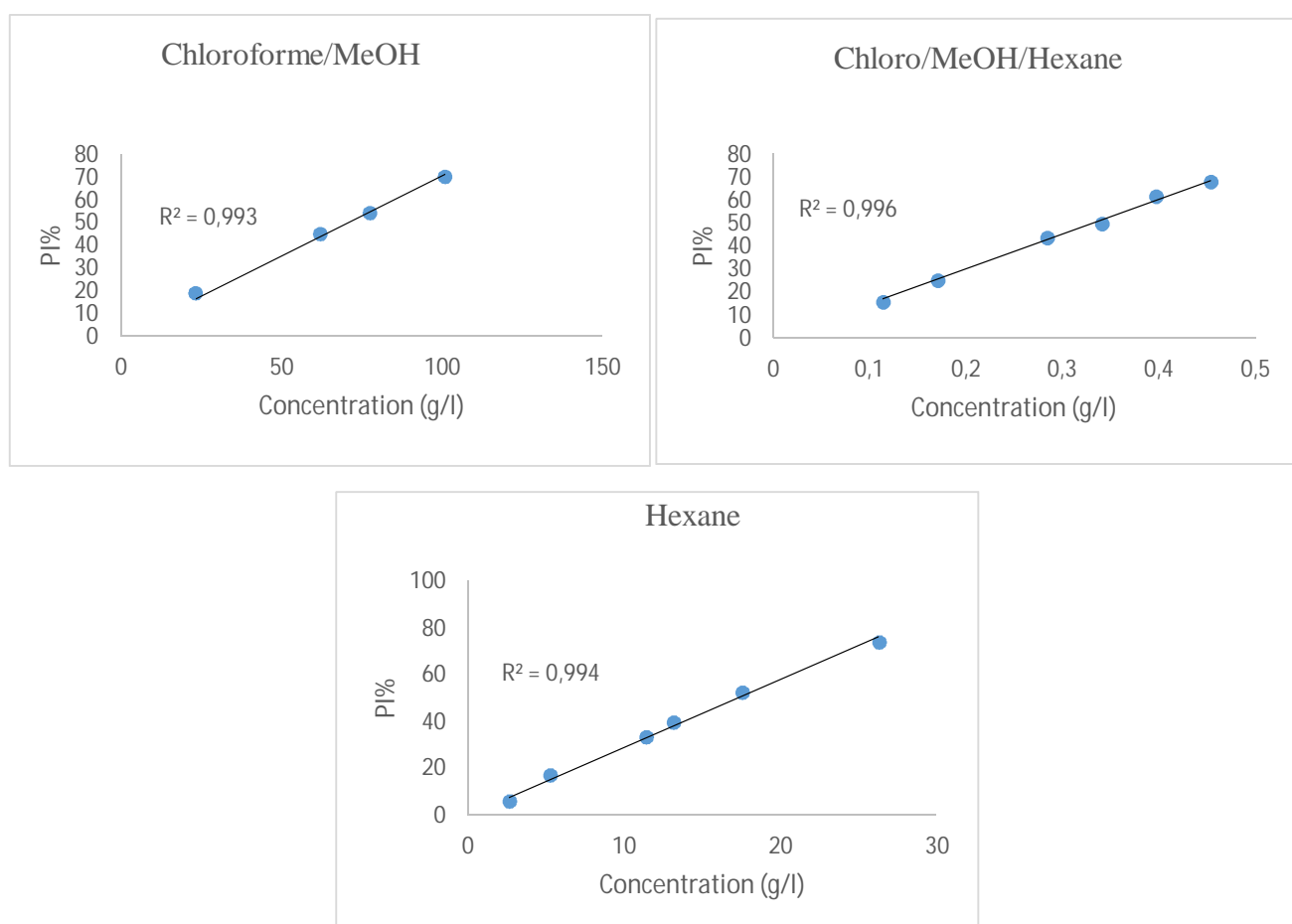


Figure 8: Courbes représentant la variation des pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations des extraits lipidiques dans le test du DPPH.

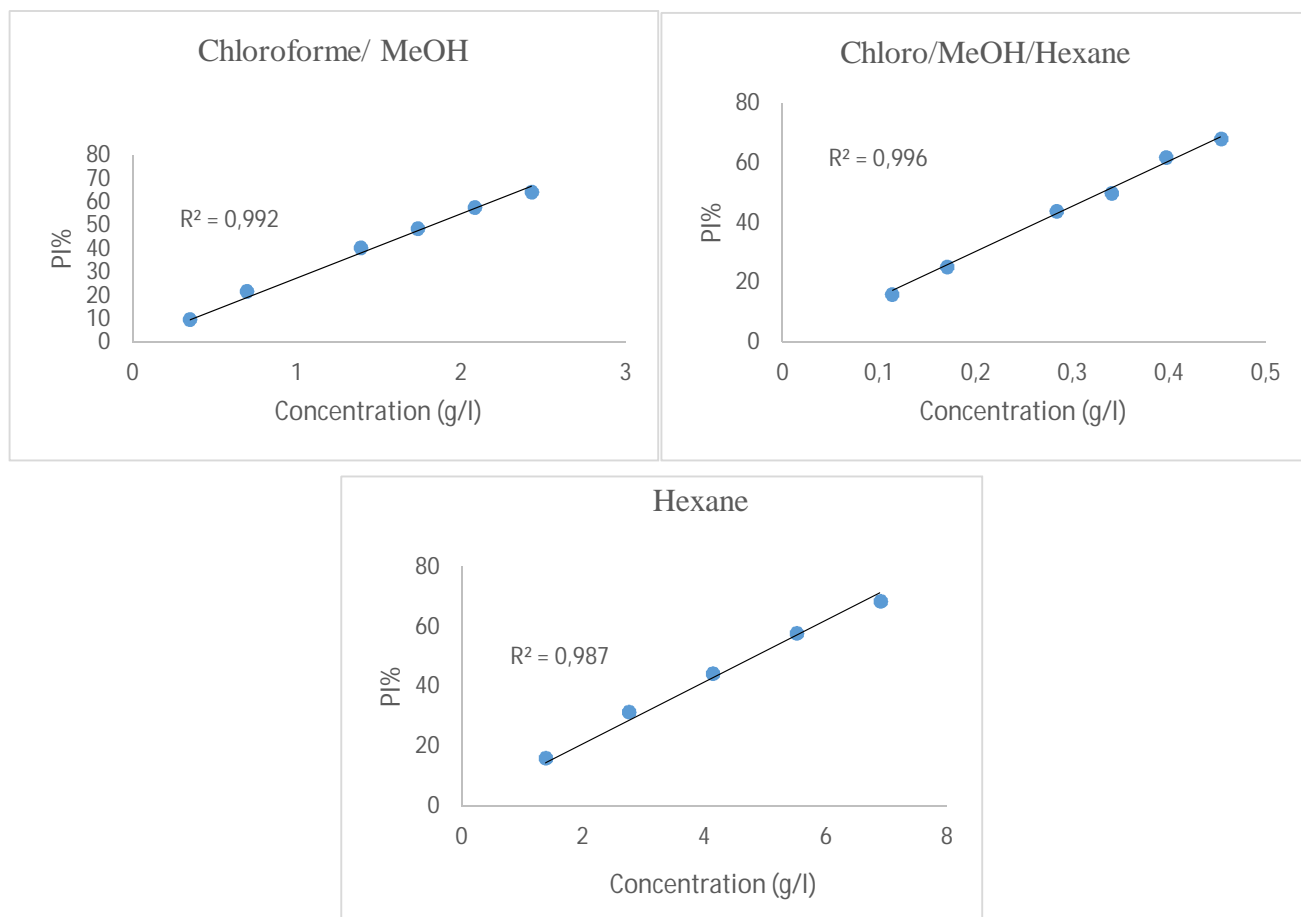


Figure 9: Courbes représentant la variation des pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations des extraits phénoliques dans le test du DPPH.

Nous avons utilisé l'acide ascorbique, l' α -tocophérol et le BHA comme contrôles positifs doués des activités antioxydantes très actifs. La capacité anti radicalaire de ces références a été calculée à partir les tracés figurant la variation de leurs taux d'inhibitions en fonction de leurs concentrations (**Figure 10**).

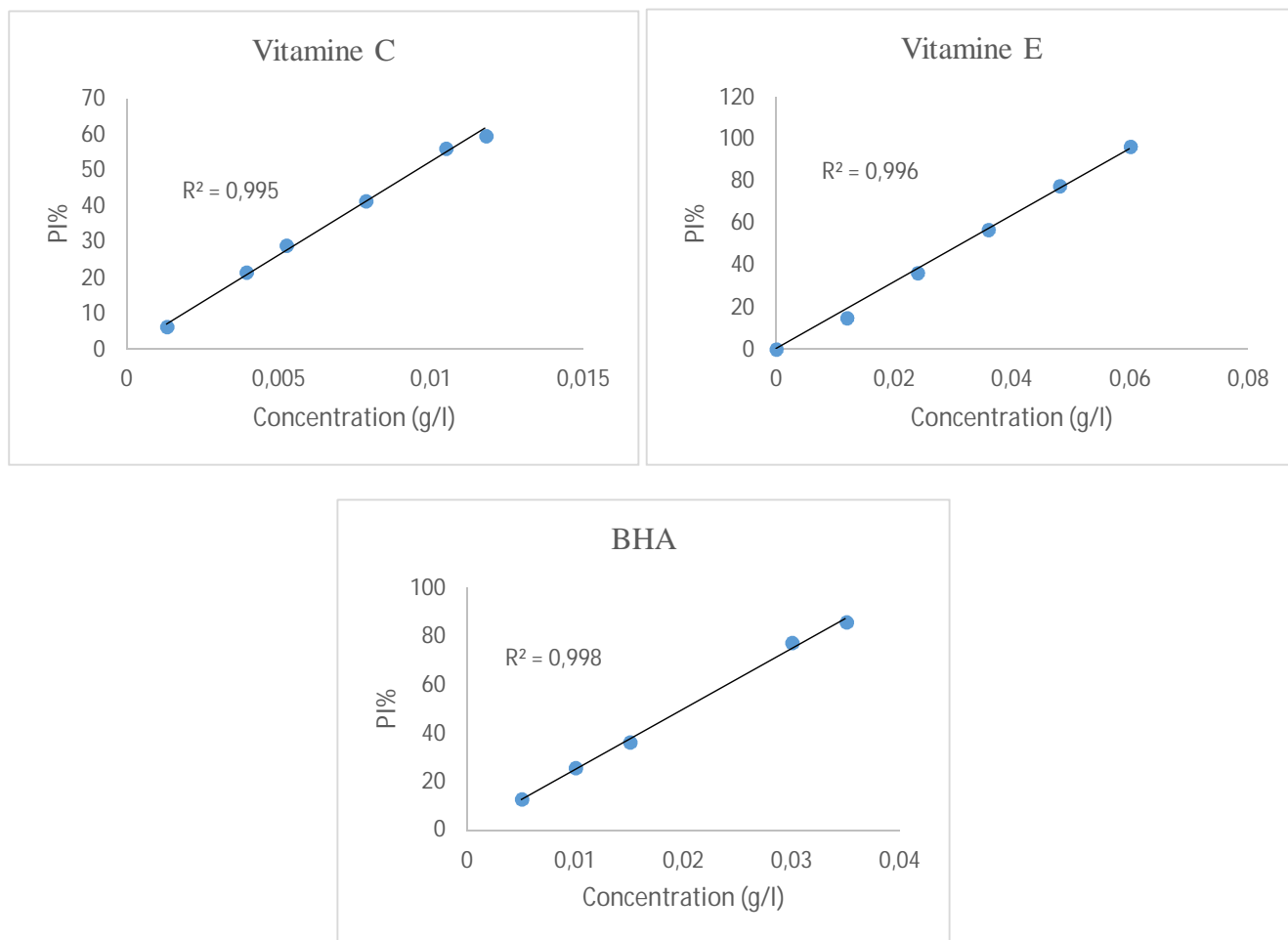


Figure 10: Courbes représentant la variation des pourcentages d’inhibition en fonction des concentrations des antioxydants standards dans le test du DPPH.

D’après les valeurs obtenues d’EC₅₀, on aperçoit que tous antioxydants testés découvrent des activités anti radicalaires semblables. Mais comparativement aux extraits, il est clair que ces antioxydants de référence ont un statut anti radicalaire très élevé. Les résultats obtenus de ces essais (EC₅₀) sont regroupés dans le **Tableau 9**.

Tableau 9: Le pouvoir d’inhibition EC₅₀ des différents extraits et standards en (g/l)

Echantillon	EC ₅₀ extrait lipidique (g/l)	EC ₅₀ extrait phénolique (g/l)
Chloroforme/méthanol	70,661	1,813
Chloroforme/méthanol/hexane	11,448	0,330
Hexane	17,196	4,830
Vitamine C		0,009
Vitamine E		0,031
BHA		0,020

Nos résultats confirment que tous ces extraits ont un pouvoir antioxydant trop inférieur à la vitamine C, la vitamine E et le BHA car doués d'un pouvoir antioxydant élevé et très important. On peut constater aussi qu'à la lumière de ces résultats, que les extraits lipidiques des différents échantillons ont affiché un pouvoir antiradicalaire faible allant de 11,448 au 70,661 g/l. Nous constatons également que l'extrait lipidique chloroforme/méthanol/hexane marque un pouvoir antiradicalaire le plus élevé par rapport aux autres extraits lipidique, s'est révélé le plus riche en tocophérols ; et pour les extraits phénoliques qui sont la plus importants varient entre 0,330 et 4,830 g/l. La valeur la plus élevée est observée pour l'extrait phénolique de tourteaux délipidées par le système de solvant chloroforme/méthanol/hexane. Tandis que, l'extrait lipidique chloroforme/méthanol donné un statut antiradicalaire faible, ceci peut être expliqué par la présence de molécules lipidiques et l'absence de composés phénoliques.

Nous avons essayé de trouver une corrélation entre les valeurs d' EC_{50} d'extraits lipidiques et les teneurs en α -tocophérol (**Figure 11**) mais on a obtenu des coefficients de corrélation très faible ($R^2 = 0,1$). La seule explication de cette indépendance affirme que l'activité antioxydante dépend essentiellement du nombre des structures précises d'un groupement hydroxyles, mais nous avons pris l'extrait complet qui contient plusieurs composés phénoliques. De plus, nous avons enregistré une bonne corrélation linéaire entre les valeurs d' EC_{50} des extraits phénoliques et les teneurs en phénols totaux ($R^2 = 0,92$)

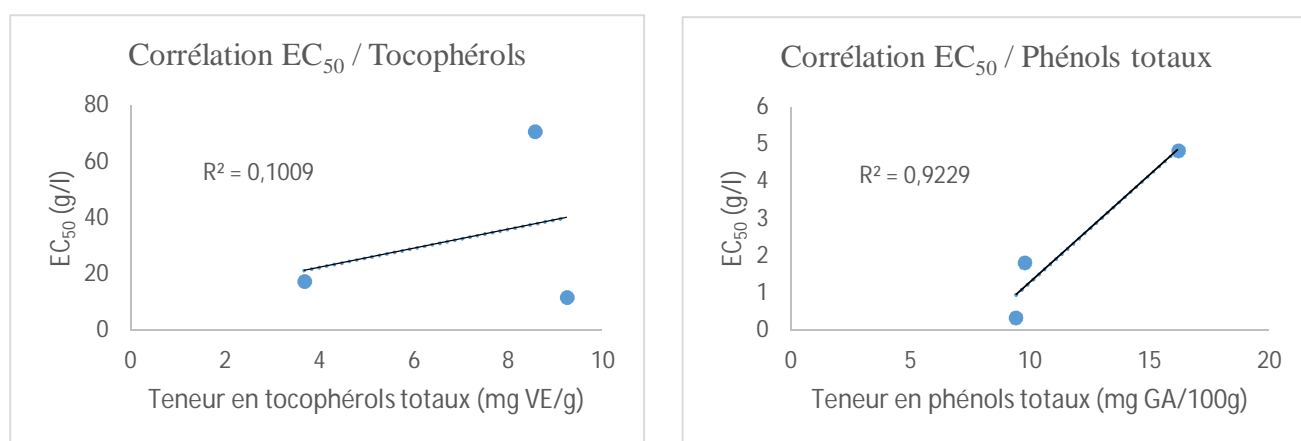


Figure 11 : La variation de la teneur en EC_{50} en fonction de la teneur en tocophérols et phénols totaux

III.6.2. Test du phosphomolybdate

Le teste de phosphomolybdate est entrepris pour révéler le pouvoir réducteur des extraits lipidiques et phénoliques des fruits de figuier de Barbarie. Les valeurs de capacité réductrice obtenues sont exprimées en milligramme équivalent à la vitamine E par gramme de matière sèche et par gramme d'huile à partir de la courbe réalisée avec la vitamine E (**Figure 12**).

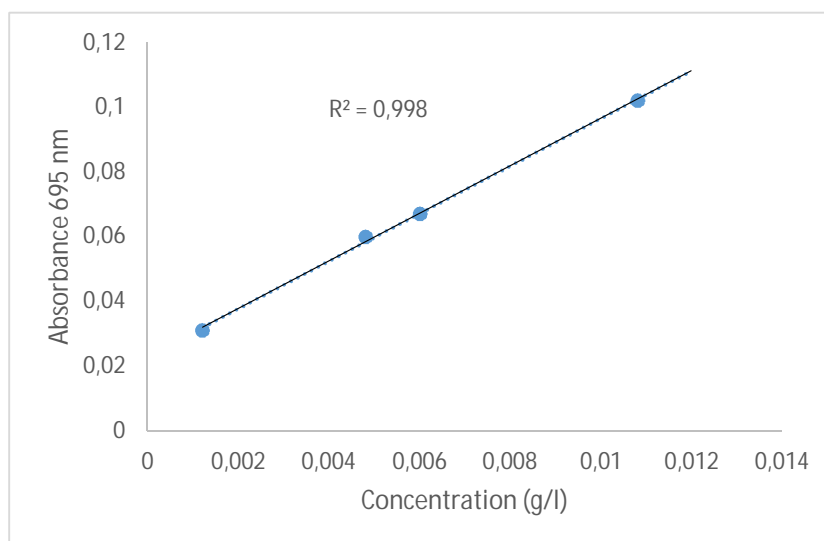


Figure 12: Courbe représente l'activité antioxydantes de la vitamine E par le test du Phosphomolybdate

Le **Tableau 10** montre toute l'activité réductrice d'extrait différent d'*Opuntia ficus indica* par le test de phosphomolybdate

Tableau 10: La capacité réductrice des différents extraits en VEAC (mg /g)

Echantillon	Extraits lipidiques	Extraits phénoliques
	VEAC (mg/g d'huile)	VEAC (mg/g de matière sèche)
Chloroforme/méthanol	10,079	0,289
Chloroforme/méthanol/hexane	14,934	0,143
Hexane	21,184	0,234

Par l'analyse de ces résultats, on remarque que les différents extraits lipidiques et phénoliques ont des activités réductrices très différentes comprises entre 0,143 et 21,184 VEAC (mg/g). Plus la concentration de l'extrait augmente, plus le pouvoir réducteur augmente. Les extraits phénoliques représentent l'activité antioxydante la plus faible. L'ensemble des extraits lipidiques étudiés révèle des propriétés antioxydantes moyennement intéressantes ce qui se manifeste par des valeurs élevées de concentrations antioxydants standards. Ainsi, nous remarquons que les valeurs obtenues 10,079 à

21,184 VEAC (mg/g d'huile) sont les plus élevées pour l'extrait lipidique de l'hexane par rapport aux autres extraits, En effet, le meilleur pouvoir réducteur est probablement attribué à la teneur en tocophérols par une corrélation de ($R^2 = 0,71$) (**Figure 13**).

Mais les extraits phénoliques des tourteaux délipidées sont les moins actifs 0,143 à 0,289 VEAC (mg/g de matière sèche). Par contre, parmi les extraits phénoliques des tourteaux, le système chloroforme/méthanol représente l'extrait le plus actif avec 0,289 VEAC (mg/g de matière sèche) et le moins actif été les tourteaux délipidées par chloroforme/méthanol/hexane avec une valeur de 0,143 VEAC (mg/g de matière sèche).

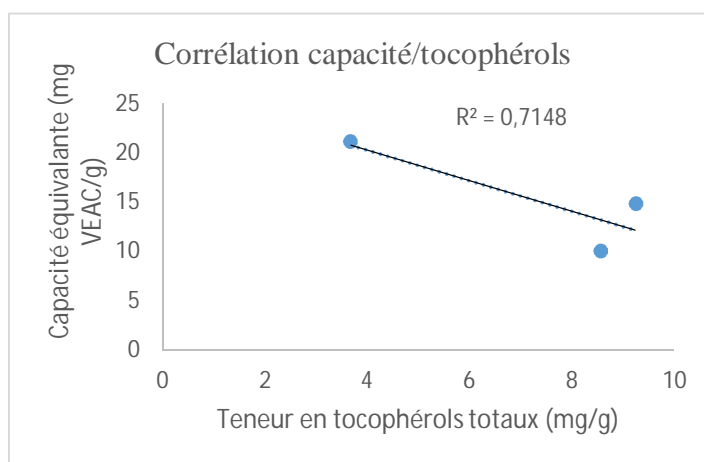


Figure 13 : La variation de la capacité réductrice en fonction de la teneur en tocophérols totaux

IV. Conclusion générale

L'objet de notre travail est porté sur l'étude des composés lipidique et les composés phénoliques d'*Opuntia ficus indica*, en utilisant différents systèmes de solvants d'extraction.

Au début, nous avons déterminé les principaux indices chimiques de l'huile extraite à partir des fruits. Les valeurs de ces indices sont très proches de celles d'autres huiles végétales alimentaires.

L'huile renferme les acides gras habituels rencontrés dans le règne végétal. L'huile de figues est riche en acides gras insaturés (70,43 à 85,78%) représentés par les acides Oléique et Linoléique. Cette teneur est assez importante en acides gras insaturés, représente d'un point de vue alimentaire un intérêt certain. La présence de l'acide Linoléique en faible quantité (1,49 à 5,90%) présente que l'huile de figues est peu susceptible de s'oxyder ou de se polymériser pendant la conservation, l'utilisation ou une transformation éventuelle. L'huile de l'*Opuntia ficus indica* renferme également une quantité importante d'acides gras saturés (13,76 à 26,57%).

Puis, nous avons quantifié et évalué le potentiel antioxydant des différents extraits lipidiques et phénoliques de ce fruit. Le dosage des tocophérols totaux se fait par rapport à l' α -tocophérol, et le dosage des phénols totaux a été réalisé par la méthode de Folin- Ciocalteu, en utilisant l'acide gallique comme étalon. Tandis que l'évaluation des composés flavonoïdiques par rapport à la quercétine est avec le test de trichlorure d'aluminium.

L'estimation des tocophérols totaux des différentes classes lipidiques par la méthode d'Emmrie et Engel montrent que la teneur de l'huile des graines de fruits des figues de Barbarie en tocophérols totaux des différents systèmes de solvants d'extraction est importante dans le système chloroforme/méthanol/hexane. Par contre, le système hexane représente le plus faible teneur allant de 3,677mg/g à 9,247mg/g d'huile en équivalent α -tocophérol.

L'extraction des composés phénoliques à partir des tourteaux délipidées a été réalisée par le système de solvant: Méthanol/eau 8/2:V/V. La quantification des phénols totaux dans les trois systèmes de solvant indique que les teneurs les plus importantes sont présentent dans les tourteaux délipidée par l'hexane (16,18 mg GA/100g). Les valeurs des quantités de flavonoïdes obtenus sont comprises entre 13,80 et 14,78 mg Q/100g de matière sèche.

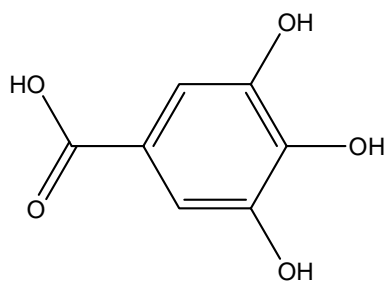
Le deuxième aspect, qui a été mis en évidence du pouvoir antioxydant des extraits lipidiques et phénoliques, a été réalisé par deux tests chimiques. Pour le premier test du DPPH, nous avons noté que les extraits phénoliques des tourteaux délipidées possèdent un potentiel antioxydant important par rapport aux extraits lipidiques, caractérisé par l'extrait phénolique de chloroforme/méthanol/hexane (0,330 g/l). Par contre, dans le second test phosphomolybdate, la partie la plus prometteuse est l'activité de l'extrait lipidique d'hexane (21,184 VEAC mg /g d'huile).

Les fractions des huiles chloroforme/méthanol/hexane et hexane ont les proportions les plus importants des acides gras insaturés 84,26 et 85,78%, ainsi, elles sont caractérisées par une activité antiradicalaire et réductrice assez important.

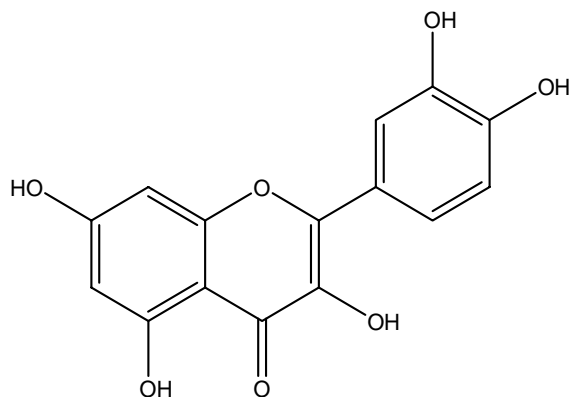
En fin, l'ensemble de ces résultats obtenus ne constitue qu'une première étape dans la recherche de substances de source naturelle biologiquement active. Des essais complémentaires seront nécessaires pour confirmer les performances mises en évidence. Ce travail mérite une continuité.

- **Arba M.** Le cactus, *Opuntia*, une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc. « Symposium International « Agriculture durable en région Méditerranéenne (AGDUMED) », Rabat, Maroc, 14-16 mai 2009. (2009).
- **Association Française de Normalisation (AFNOR)** Recueil de normes françaises des corps gras, graines oléagineuse, produits dérivés, 3^{ème} édition, (1984)
- **Benkaddouri Abderrahim.** Etude des huiles essentielles de *l'Opuntia ficus-indica* Région de Mascara, université d'Oran (thèse magister). (2011)
- **Bensalem H., Nefzaoui A and Bensalem L.** Supplementation of *Acacia cyanophylla* Lindl foliage-based diets with barley or shrubs from arid areas (*Opuntia ficus indica* f. *inermis*) and *Atriplex nummularia* L.) on growth and digestibility in lambs. *Animal Feed Sciences and Technology*. (2002), Vol 96, 15-30.
- **Bérubé-Gagnon J.** Isolation et identification de composés antibiotiques des écorces de *Picea mariana*. Mémoire de l'université de Québec. (2006).
- **Brian R.** De l'opuntia dans les états anxieux, Paris. (1930).
- **Chevalley I.** Contribution à l'étude phytochimique des *Saxifracées* : isolement d'antioxydants à partir de *Saxifraga stellaris* L. et *Saxifraga cuneifolia* L. et d'un composé antifongique de *Ribes rubrum* L. Thèse Doctorat, Lausanne, (2000), 175.
- **Cocallemen S, Farines M, Faill H, Soulier and J Morin O.** "Study of the seed oil of eggplant, *Solanum melongena* (L), Solanaceae", *Revue Française des Corps Gras*, 35(3), (1988), 105-10.
- **Djeridane A, Yousfi M, Nadjemi B, Boutassouna D, Stocker P and Vidal N.** Antioxidant activity of some Algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds *food chem.* (2006), 97, 654-660.
- **Dopico-García M.S, Valentão P, Guerra L, Andrade P.B and Seabra R.M.** Experimental design for extraction and quantification of phenolic compounds and organic acids in white "Vinho Verde" grapes. *Analytica Chimica Acta*, (2007), Vol 583 (1), 15-22.
- **El Akrem Hayouni, Manaf Abedrabba, Marielle Bouix and Moktar Hamdi.** The effects of solvents and extraction method on the phenolic contents and biological activities in vitro of Tunisian *Quercus coccifera* L. and *Juniperus phoenicea* L. fruit extracts. *Food Chemistry*, (2007), Vol 105 (3), 1126-1134.
- **El Mannoubi I, Barrek S, Skanji T, Casabianca H and Zarrouk H.** Characterization of *Opuntia ficus indica* seed oil from Tunisia. (2009), Vol 45(5), 521–524.
- **Emmerie A and Engel C.** "Colorimetric détermination of tocopherol (vitamin E). II. Adsorption experiments" *Rec. Trav. Chim*, (1939), Vol 58, 283-289.

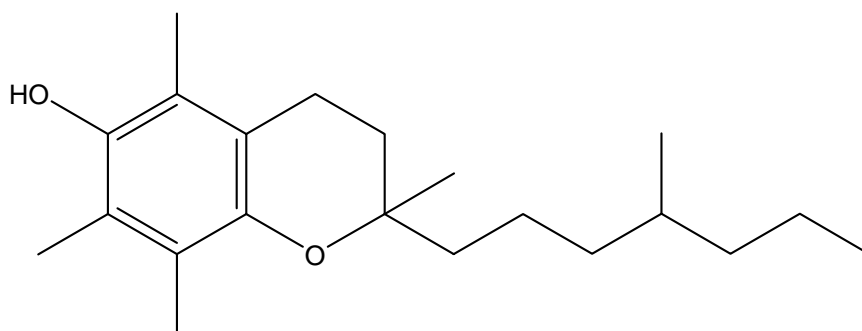
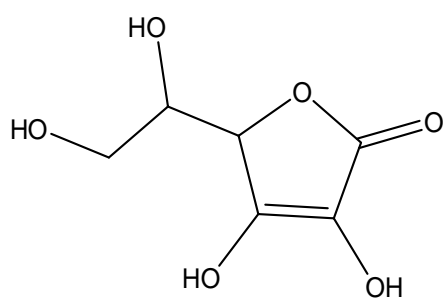
- **Ennouri M, Fetoui H, Bourret E, Zeghal N, Guermazi F and Attia H.** Evaluation of some biological parameters of *Opuntia ficus indica*. 1. Influence of a seed oil supplemented diet on rats. *Bioresource Technology*. (2006), Vol 97, 2136–2140.
- **Feugang J M, Konarski P, Zou D, Stintzing F C and Zou C.** Nutritional and medicinal use of Cactus pear (*Opuntia* spp.) cladodes and fruits. *Frontiers in Bioscience*. (2006), Vol 11 2574-2589.
- **Folch J, Lees M and Sioane-Stanley GA.** A simple method for isolation and purification of total lipids from animal tissues. *J Biol Chem*, (1957), 497-509
- **Giorgia Spigno, Lorenza Tramelli and Dante Marco De Faveri.** Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics. *Journal of Food Engineering*, (2007), Vol 81 (1), 200-208.
- **Guingnard J.L.** Abrégé de Phytochimie, Ed .Masson, Paris (1985), 25-29
- **Inga Klimczak, Maria Malecka, Mirosława Szlachta and Anna Gliszczynska-Świgło.** Effect of storage on the content of polyphenols, vitamin C and the antioxidant activity of orange juices. *Journal of Food Composition and Analysis*, (2007), Vol 20 (3-4), 313-322.
- **Letitia M McCune and Timothy Johns.** Antioxidant activity relates to plant part, life form and growing condition in some diabetes remedies. *Journal of Ethnopharmacology*, (2007) Vol 112 (3), 461-469.
- **Moulay Amine El Hadoumi.** Valorisation du figuier de barbarie pour une utilisation comme biocarburants et/ou biosurfactants. (2012).
- **Nefzaoui A, Nazareno M and El Mourid M.** Review of Medicinal uses of Cactus Cactusnet, Issue, (2008), 3-17.
- **Pilar Prieto, Manuel Pineda and Miguel Aguilar,** Spectrophotometric Quantitation of Antioxidant Capacity through the Formation of a Phosphomolybdenum Complex: Specific Application to the Determination of Vitamin E. *Analytical Biochemistry*, (1999), Vol 269, 337–341
- **Schweizer Marc.** Docteur Nopal, Le médecin du bon dieu. Edition APB (Aloe Plantes et Beauté). Paris (France), (1997).
- **Serg Weinman et Pierre Mehule** toute la biochimie dunod, Paris, (2004)
- **Silva E.M, Rogez H and Larondelle Y.** Optimization of extraction of phenolics from *Inga edulis* leaves using response surface methodology *Separation and Purification Technology*, (2007) Vol 55 (3,1), 381- 387.
- **Simona De Marino, Fulvio Gala, Nicola Borbone, Franco Zollo, Sara Vitalini, Francesco Visioli and Maria Iorizzi.** Phenolic glycosides from *Foeniculum vulgare* fruit and evaluation of antioxidative activity. *Phytochemistry*, (2007), Vol 68 (13), 1805-1812.



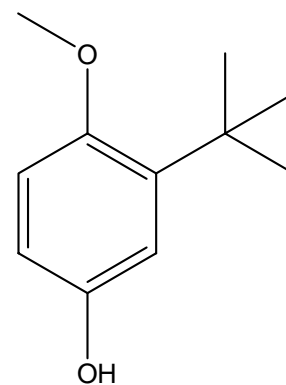
Acide gallique



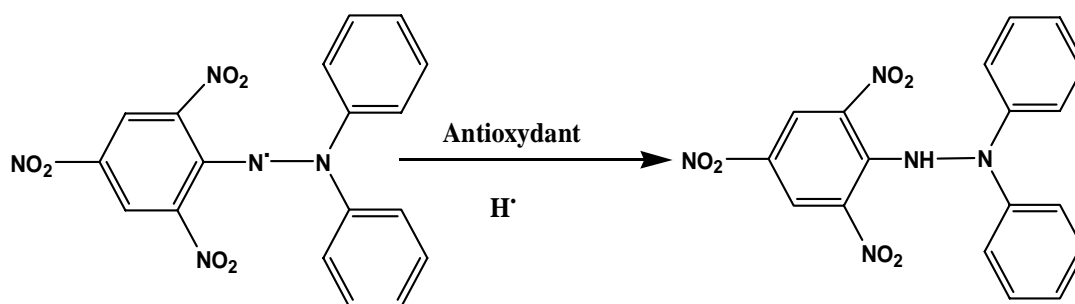
Quercétine

 α -tocophérols (vitamine E)

Acide ascorbique (vitamine C)



Butylhydroxyanisole (BHA)

Réduction de radical libre DPPH[•] en présence d'antioxydant