

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés
Laboratoire de Biomathématiques, Biophysique, Biochimie et Scientométrie (3BS)

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie pharmaceutique

Présenté par

BOURIHANE Karima & BOUTALEB Lynda

Thème

Valorisation des cladodes de figuier de barbarie par l'optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques avec une méthode innovante (micro-onde)

Soutenue le 29/09/2022

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
Mme ACHAT Sabiha	MCA	Université de Bejaia	Présidente
Mme SMAIL Leila	MAA	Université de Bejaia	Examinatrice
Melle BRAHMI Fatiha	MCA	Université de Bejaia	Encadrante
Melle OUFIGHOU Amira	Doctorante	Université de Bejaia	Co- Encadrante

Année Universitaire : 2021/2022

REMERCEMENT

Au nom de Dieu clément et miséricorde Dieu le grand merci lui revient, pour l' aide, la volonté qu'il nous a donné pour surmonter tous les obstacles durant nos années d'études et de nous avoir éclairé notre chemin afin de réaliser ce modeste travail.

Nos chaleureux remerciements vont à Madame Brahmi Fatiha pour avoir accepté la lourde tâche d'être encadreur de ce mémoire. Nous la remercions de nous avoir guidés pas à pas à travers ses conseils pertinents et sa disponibilité. Ce modeste travail témoigne de sa confiance et de son soutien dans les moments les plus difficiles. Qu'elle trouve ici l'expression de notre reconnaissance et de notre profond respect. Sans oublier notre Copromotrice Mademoiselle OufighOUAmira pour son aide et sa patience

Tous nos remerciements s'adressent aux lecteurs attentifs de ce manuscrit qui nous ont fait l'honneur de juger ce travail.

A Madame ACHAT Sabiha. : Maître de conférences A à l'université de Bejaïa pour l'intérêt qu'elle porte à ce travail et pour sa disponibilité à présider le jury ;

A Madame SMAIL Leïla: MAA A à l'université de Bejaïa pour avoir accepté d'évaluer ce travail en dépit de ses nombreuses autres obligations.

A toute l'équipe de laboratoire 3BS, à l'équipe d'entreprise Beauté and Bio pour leurs réception chaleureuse.

Je dédie ce modeste travail

Je remercie chers parents, que nulle dédicace ne peut exprimer mes sincères sentiments, pour leur patience illimitée, leur encouragement continu, leur aide, en témoignage de mon profond amour et respect pour leurs grands sacrifices.

Mes très chers frères et sœurs, pour leurs aides et encouragements à toute ma famille.

Je remercie particulièrement, mon fiancé Sofiane pour son aide un grand merci pour lui.

À tous mes copines Tania, Yasmina, Lynda et Yasmine

Sans oublier mon binôme, Karima

À tous ceux que j'aime.

Merci !

LYNDA, B

Je dédie ce modeste travail

A toi ma chère maman, Malika

A toi mon cher papa, Omar

*Qui n'ont jamais cessés, de formuler des prières à mon égard, de
me soutenir*

et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.

A vous mes chers frères Bilal & Smail

A toi ma unique chère sœur Nissa et ton fiancée Loucif

*Pour votre soutien moral et conseils précieux tout au long de mes
études.*

A ma chère copine Tinhinane

Pour ton entente et ta sympathie.

A toi ma chère Hanane

Qui m'a aidée et supportée dans les moments difficiles.

A vous chères cousines Leïla et Rania

Pour votre soutien

A mes chères amies : Katia, Tinhinane, Safou et yasmîna

Sans oublier mon binôme, Lynda

A toute ma famille,

A tous mes autres amies,

A tous ceux que j'aime et ceux qui m'aiment.

Merci !

KARIMA, B

LISTE DES ABREVIATIONS

AAT : ActivitéAntioxydant Totale

ABTS : 2,2-azinobis (acide 3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique).

AFNOR : Association Française de Normalisation

AOAC: The Association of Official Analytical Chemists

Cd :Teneur en cendres

CPT : ComposésPhénoliques Totaux

DPPH: 2,2-diphényl-2-picryl-hydrazyl

EAG: Equivalent Acide Gallique

EBSA : Equivalent Albumine Sérique Bovine

ECA: Equivalent Catéchine

EGlu : Equivalent Glucose

EQ: Equivalent Quercitrine

FAO : Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture

FRAP : Pouvoir antioxydant par réduction ferrique.

HDL: High Density Lipoprotein

IC₅₀ : Concentration Inhibitrice 50%

LDL: Low Density Lipoprotein

MAE : Extraction Assisté par micro-onde

MS : Matière sèche

MSR : Méthodologie de Surface de Réponse

OFI: *Opuntia ficus indica*

LC/MS: Chromatographie Liquid Couplé a la Spectrométrie de Masse

LISTE DES FIGURES

Figure N°01 : Distribution géographique du figuier de barbarie dans le monde.....	3
Figure N°02 : Forme épineuse et inermes d' <i>Opuntia ficus indica</i> (A: forme inerme/ B: forme épineuse).....	4
FigureN°03 : Schéma d'une coupe transversale de la raquette d' <i>Opuntia</i>	7
Figure N°04 : Composition en monosaccharides non cellulosiques des cladodes de <i>l'Opuntia ficus indica</i>	9
Figure N°5 : Structure du mucilage des cladodes de <i>l'Opuntia ficus indica</i>	12
Figure N° 06: Raquettes d' <i>Opuntia ficus indica</i> à l'état frais.....	21
Figurer N°07: Photographie d'appareil de MAE utilisé lors de l'extraction de composés phénoliques.....	25
Figure N°08 : Structure du DPPH' et sa réduction par l'antioxydant RH.....	28
FigureN°09 : Processus de réduction du radical ABTS ^{•+} en présence d'un antioxydant.....	30
Figure N°10 : Graphique de valeur observée en fonction de valeur prévue pour la teneur en CPT.....	37
Figure N°11 : Graphiques de surfaces de réponse des cladodes de cactus.....	40
Figure N°12 : Profileur de prévision avec la désirabilité maximale.....	41
Figure N°13 : Pouvoir discriminant par descripteur, des quatre produits préparés.....	45
Figure N°14 : Coefficients des modèles des crèmes codées A, B, C et D.....	46
Figure N° 15: Spider graphe de l'analyse sensorielle des crèmes A, B, C et D.....	48
Figure N°16 : Courbe de niveau et carte des préférences des crèmes à base de poudre de cladodes de cactus.....	49

LISTE DES TABLEAUX

Tableaux N°I : Caractéristiques des différentes parties d' <i>Opuntia ficus indica</i>	05
Tableau N°II : Utilisations de figuier de barbarie.....	06
Tableau N°III: Principaux composants des cladodes du figuier de Barbarie.....	08
Tableau N°IV : Composition des cladodes en acides organique.....	09
Tableau N°V: Composition en acides aminés dans les cladodes du figuier de barbarie.....	10
Tableau N°VI : Composition en acides gras dans les cladodes du figuier de barbarie.....	11
Tableau N°VII : Composition en polyphénols des cladodes de l' <i>Opuntia ficus-indica</i>	11
Tableau N°VIII: Analyses physico-chimiques de base de la poudre de cladode d'espèces <i>Opuntia ficus-indica</i>	33
Tableau N°IX: Valeurs expérimentales et prédites de CPT (mg EAG/100 g MS) des cladodes de figuier de barbarie.....	36
Tableau N°X: Analyse des défauts d'ajustement pour les CPT de cladode de cactus.....	37
Tableau N°XI : Analyse des défauts d'ajustement pour les CPT de cladode.....	38
Tableau N° XII : Analyses biochimiques du cladode d'espèce <i>Opuntia ficus-indica</i> concernent: tannins condensés, flavonoïde.....	41
Tableau N° XIII : Résultats de l'activité antioxydante réalisée pour l'extrait optimisé de cladodes.....	42
Tableau N°XIV: Moyennes ajustées par produit.....	47
Tableau N°XV : Pourcentage de juges satisfaits pour chaque objet.....	48

Table des matières

Introduction.....	1
-------------------	---

Partie théorique

Chapitre I: Généralités sur le figuier de barbarie

I. Fiquier de barbarie	3
I.1. Origine et distribution géographique.....	3
I.2. Fiquier de barbarie en Algérie.....	3
I.3. Composition chimique	6
I.4. Intérêts et utilisations de figuier de barbarie	6
I.5. Etude des cladodes de cactus (raquettes)	6
I.5.1. Morphologie.....	6
I.5.2. Composition chimique des raquettes	7

Chapitre II: Intérêts des cladodes de figuier de barbarie

II.1. Introduction.....	13
II.2. Importance économique et écologique	13
II.2.1. Importance écologique	13
II.2.2. Importance économique	13
II.3. Importance pharmaceutique.....	15
II.4. Importance cosmétologique	18
II.5. Importance environnementale.....	19
II.6. Autres utilisations	19

Partie expérimentale

Matériel et Méthodes

I. Matériel	21
I.1. Matériel végétal.....	21

I.1.1. Traitement du matériel végétal	21
II. Méthodes.....	22
II.1. Caractérisation physico-chimique de cladodes du figuier de barbarie	22
II.1.1. Détermination de la teneur en eau	22
II.1.2. Détermination du potentiel d'hydrogène pH.....	22
II.1.3. Détermination du degré Brix	23
II.1.4. Détermination de taux de cendres	23
II.1.5. Dosage des protéines	23
II.1.6. Dosage des sucres totaux	24
II.2. Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques.....	25
II.2.1. Procédure d'extraction assistée par micro-ondes.....	25
II.3. Dosage des molécules bioactives.....	26
II.3.1. Dosage des polyphénols totaux.....	26
II.3.2. Dosage des flavonoïdes totaux.....	26
II.3.3. Dosage des tanins condensés.....	27
II.4. Détermination de l'activité anti-oxydante	27
II.4.1. Activité scavenger du radical DPPH'	27
II.4.2. Activité antioxydante totale (AAT).....	28
II.4.3. Pouvoir réducteur de fer.....	29
II.4.4. Activité scavenger du radical ABTS ^{•+}	29
II.5. Préparation d'une crème hydratante naturel à base de poudre de cladode de cactus ..	30
II.5.1. Etapes de la préparation	31
II.6. Etude statistique	31

Résultats et discussion

I. Evaluation de la composition et de quelques caractéristiques physico-chimiques	33
II. Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques de cladodes	35
II.1. Construction du plan d'expérience	35
II.2. Modèle globale.....	37
II.3. Manque d'ajustement.....	37
II.4. Modèle mathématique.....	38
II.5. Effet des facteurs.....	38
II.6. Représentation spatiale et analyse des modèles de surface de réponse	39
II.7. Validation expérimentale du modèle	40
III. Analyses phytochimiques	41
IV. Activité antioxydante	42
V. Analyse sensorielle des crèmes cosmétiques hydratantes	44
V.1. Pouvoir discriminant par descripteur "attribut sensoriel"	45
V.2. Coefficient des modèles.....	45
V.3 Moyennes ajustées par produit	47
V.4. Cartographie externe de préférence (PREFMAP)	48
Conclusion& perspectives.....	50

Introduction

Introduction

L'utilisation des plantes médicinales par l'Homme est une pratique antique que la recherche médicale moderne redécouvre ces dernières années avec un intérêt grandissant dans différents domaines (**El Hachimiet al., 2017**). Le retour marqué aux produits naturels considérés comme ayant très peu d'effets indésirables et l'envie de consommer «Bio» sont à l'origine du regain d'intérêt aux plantes. En effet, les études épidémiologiques ont constamment démontré que la consommation régulière d'aliments à base de plantes riches en composés phénoliques est associée à une réduction du risque des maladies chroniques telles que les maladies cardiovasculaires, l'obésité, le diabète etc. (**Kris-Etherton et al., 2002**).

L'Algérie est un vaste territoire riche en flore et encore vierge. Toutes ces plantes qu'il recèle représentent une bonne source en principes actifs pour les secteurs médico-pharmaco-cosmétiques.

Le figuier de Barbarie (*Opuntia ficus indica* (L.)), en fait un exemple typique de cette fortune végétale encore délaissée localement suite aux attitudes d'ignorance dont la communauté connaisseuse y participe pour une grande part. Ces cactus sont de véritables survivants à la sécheresse et aux conditions drastiques des climats arides et semi-arides, grâce à leurs capacités adaptatives étonnantes incluant des mutations morphologiques jumelées à des métamorphoses physiologiques et métaboliques. Dès lors, ces plantes font l'objet des projets de développement agricole et de programmes d'aménagement rural dans d'autres pays (**Arbaet al., 2000**).

Afin d'étudier les extraits de biomolécules des cladodes du figuier de Barbarie, il existe une variété de moyens utilisés pour tirer bénéfice et exploiter leurs composants. Les cladodes sont utilisés soit frais, soit sous forme de poudre sèche. Les étapes de préparation varient légèrement en fonction du type de l'échantillon (**Nharingo et Moyo, 2016**).

Les méthodes d'extraction peuvent varier de méthodes conventionnelles aux méthodes innovantes qui présentent plusieurs avantages (simplicité d'installation, gain de temps, de solvants, et d'énergie, utilisation de solvants amis de l'environnement...) (**Spigno et De Faveri, 2009**).

Dans cette étude nous nous sommes intéressées au genre *Opuntia* de la famille des Cactacées, et plus précisément aux cladodes de l'espèce *ficus indica*. L'objectif principal de notre travail est d'une part d'optimiser les conditions d'extraction des composés phénoliques de cladodes en utilisant le microonde, qui assure la facilité et la rapidité d'extraction par

Introduction

rapport aux méthodes conventionnelles. D'autres part, l'élaboration d'une crème cosmétique à base de la poudre de ces cladodes.

Le contenu de ce mémoire est présenté en deux parties : une partie théorique sur la description de figuier de barbarie, ainsi que la composition générale de cladodes, plus l'intérêt des cladodes et leurs domaines d'applications. Une autre partie expérimentale concerne les matériels et méthodes utilisés dans ce travail, et les résultats obtenus et discussion.

Partie théorique

Chapitre I

I. Fiquier de barbarie

I.1. Origine et distribution géographique

Le figuier de Barbarie (*Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.) appartient à la famille des Cactaceae, son appellation scientifique vient des latins opuntias d'oponte ; nom de la ville grecque (Schweizer, 1997). Le nom commun est le cactus qui vient du mot grec « kaktos », il signifie : la plante épineuse (Defelice, 2004). Selon Schweizer (1997), la plante peut porter un nom différent selon l'idiome local : Nopal, Tuna, Chardon d'Afrique, Pricklypear, El-tinchoki et autre.

Le genre *Opuntia* est originaire du Mexique, figure d'ailleurs sur l'ensemble du drapeau Mexicain (Schweizer, 1997 ; Noble, 2002). Il a été introduit d'abord en Espagne au 15^{ème} siècle et plus tard, au 16^{ème} siècle, au Nord et au Sud de l'Afrique et il s'est ensuite diffusé rapidement dans le bassin méditerranéen (Habibi, 2004). Il est développé sur la partie ouest de la méditerranée : sud de l'Espagne, le Portugal et l'Afrique de Nord (la Tunisie, l'Algérie et le Maroc) (Figure N° 01) (Bensalem et al., 2002 ; Arba et al., 2009).

En Algérie la répartition géographique de l'*Opuntia* n'est pas bien déterminée, il est retrouvé partout sous forme sauvage ou cultivée, depuis les régions côtière jusqu'aux zones arides et semi-aride (Bouayad, 2012).



Figure N°01 : Distribution géographique du figuier de barbarie dans le monde (Orwa et al., 2009).

I.2. Fiquier de barbarie en Algérie

Les espèces de cactus les plus largement répandues dans les pays du Maghreb, sont *Opuntia dillenii*, *Opuntia vulgaris*, *Opuntia compressa* et *Opuntia ficus indica*. Cette dernière est la principale espèce qui produit les fruits comestibles (Arba et al., 2000). Deux formes

Chapitre I : Généralités sur le figuier de barbarie

d'*Opuntia ficus indica* poussent dans plusieurs steppes Algériennes: une inerme et une épineuse Chaouch et Abdul-Hussain (2008).

- **Les formes inermes** : appelées « el karmouslahlou » en Kabylie. Il est souvent domestiqué et cultivé sur des surfaces limitées. Sa culture est en raison de ces caractéristiques : fruits plus gros et plus juteux que ceux de la variété épineuse, raquettes dépourvues d'épines souvent utilisées en tant que fourrage pour le bétail (Arba et al., 2000).
- **Les formes épineuses** ou « el karmous el kares » en Kabylie. Est la variété la plus répandue grâce à sa résistance à la destruction par le bétail. Il forme des barrières infranchissables aux animaux sauvages (Arba et al., 2000).

Une variabilité à tous les niveaux (cladodes, fruits, épines et graines) est présentée par les deux formes de l'*Opuntia ficus indica* inerme (A) et épineuse (B) (Figure N° 02) (Gaspar dos Reis, 2018).

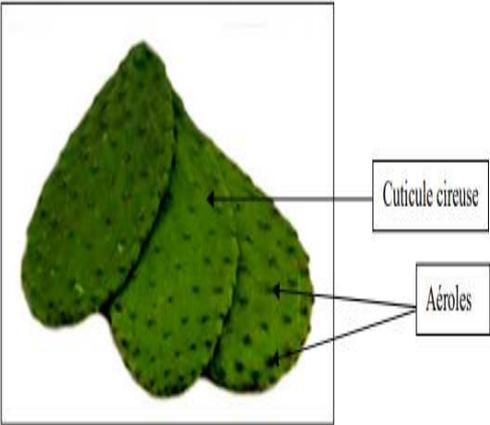


Figure N°02: Forme épineuse et inermes d'*Opuntia ficus indica* (A: forme inerme/ B: forme épineuse) (Gaspar dos Reis, 2018).

Les cactacées ou cactées sont des végétaux phanérogames, angiospermes, dicotylédones (Schweizer, 1997). Le figuier de barbarie, est une plante succulente résistante à la sécheresse et aux conditions les plus hostiles, il appartient à la famille des cactaceae qui comprend environ 1500 espèces (Neffar, 2012). Les caractéristiques d'*Opuntia ficus indica* sont présentées dans le **Tableau N° I**.

Chapitre I : Généralités sur le figuier de barbarie

Tableaux N°I : Caractéristiques des différentes parties d'*Opuntia ficus indica*.

Compartiments	Descriptions	Photographies(Habibi, 2004)
<p>Appareil racinaire</p>	<p>L'appareil racinaire est superficiel, il facilite l'absorption des eaux souterraines dans les sols de faibles consistances (Chougui et al., 2015).</p>	
<p>Cladodes (appelées raquettes)</p>	<p>Sont de forme aplatie, de 30à40 cm de long, dont la surface est parsemée d'alvéoles.Ellessont recouvertes d'une cutine qui limite la transpiration et les protège contre les prédateurs. Ils sont couverts de petites aréoles, d'épines et de glochides blancs(Feugang et al.,2006).</p>	
<p>Fleurs</p>	<p>Se trouvent sur la face la plus exposée au soleil, sont hermaphrodites, de couleur jaune ou orange, deviennent rougeâtres à l'approche de la sénescence de la plante (Habibi, 2004).</p>	
<p>Fruits</p>	<p>Présentent une variabilité de couleur (blanc, jaune, rouge, violet et brune), de taille, de forme(ovoïde, ronde, elliptique,allongée) (Chougui, 2014).</p>	
<p>Graines</p>	<p>De formes plates, plus au moins réniformes ou lenticulaire. Sont dures, indigestes, mais riches en vitamine (Schweizer, 1997).</p>	

I.3. Composition chimique

Il est à signaler que les différentes parties d'*Opuntia ficus-indica*: cladodes, fruits et fleurs contiennent essentiellement une grande quantité d'eau et sont riches en minéraux tels que le calcium, magnésium, potassium, phosphore et cuivre. Elles sont également une excellente source de protéines, y compris les acides aminés essentiels, en particulier la proline et la sérine (Nerd, 1991 ; Habibi, 2004). Les fibres de figuier de barbarie se présentent sous forme de lignine, de cellulose, d'hémicellulose, de pectine, de mucilages et de gommeset comme la plupart des fibres végétales de qualité, régularisent le transit intestinal. Les vitamines A, B1, B2, B3 et C, présentes naturellement dans le figuier de barbarie (Schweitzer, 1997).

I.4. Intérêts et utilisations de figuier de barbarie

Le figuier de barbarie est parmi les plantes les plus utilisées dans différents domaines notamment en médecine traditionnelle (Tableaux II).

Tableau N°II : Utilisations de figuier de barbarie (Inglese et al., 1995).

Air commercial	Usages spécifiques
Production alimentaire	Fruit, jus de fruits, extraction d'huile des graines.
Production d'énergie	Alcool, biomasse fraîche.
Aliment de bétail	Fourrage, déchets de fruits.
Usage médical	Fleurs comme diurétiques, cladodes et mucilages pour le diabète.
Usage agronomique	Fixation du sol, source d'eau complémentaire, brise-vent.
Colorants	Bétalanineset acide carminique.

I.5. Etude des cladodes de cactus(raquettes)

I.5.1.Morphologie

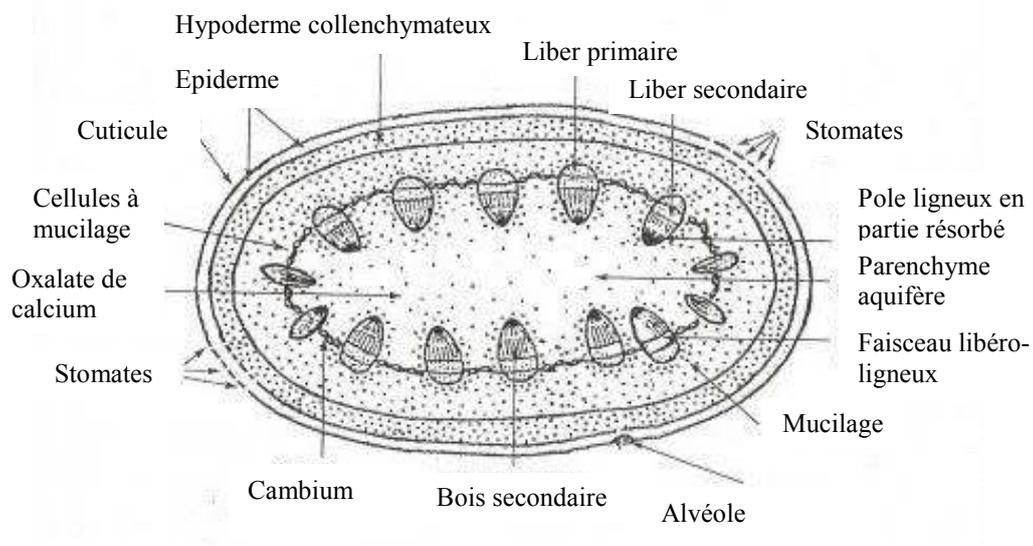
Le terme feuilles de figuier de barbarie est fréquemment utilisé dans la littérature pour désigner les segments de tiges aplaties de la plante qui remplacent les feuilles dans leurs

Chapitre I : Généralités sur le figuier de barbarie

fonctions. Ces tiges de cactus, les raquettes de cactus ou cladodes sont les termes corrects, synonyme de « nopales »(Anderson, 2001).

Les glochides sont composées de 100% de cellulose cristalline. Les micro fibrilles de cellulose sont de 0,4 mm de longueur et de 6 à 10 μm en diamètre, et sont parallèlement ancrées dans une matrice d'arabinose. Celle-ci est en présente sous forme de gel solide, tissé et serré avec la cellulose(Waldron et al., 1996).

Une coupe transversale du cladode est illustrée en **Figure N°03**. L'épiderme des cladodes a deux couches : le chlorenchyme et une autre couche interne, qui est formée par un cylindre de globules blancs, appelé parenchyme (tissu de base) et contiennent de la chlorophylle au sein du chlorenchyme (tissu de cortex).Ce dernier est recouvert d'épines (feuilles modifiées) et poils ou trichomes multicellulaires, qui forment l'aréole et qui est une caractéristique des membres de la famille des cactacées. Leur fonction principale est le stockage de l'eau. Dans le chlorenchyme et le parenchyme, il y a des cellules mucilagineuses qui stockent le mucilage. Ces cellules particulières sont plus abondantes dans le parenchyme (Sepulveda et al., 2007).



FigureN°03 : Schéma d'une coupe transversale de la raquette d'Opuntia (Schweizer, 1997).

I.5.2. Composition chimique des raquettes

Les teneurs en eau des raquettes fraîches varient de 80 à 90%. Les raquettes sont réputées être riches en minéraux essentiellement le calcium et les oxalates et en mucilage.Elles sont riches en acides aminés, en vitamines et en stérols (Aragona et al., 2018).Les cladodes sont aussi une source de fibres, d'acides gras polyinsaturés et de

Chapitre I : Généralités sur le figuier de barbarie

composés phénoliques (Filannino et al., 2016). Les principaux composants des cladodes de l'*Opuntia ficus indica* sont mentionnés dans le **tableau N°III**.

Tableau N°III: Principaux composants des cladodes du figuier de Barbarie (Stintzing et Carle, 2005).

Composants	Matière séchée (g/100g)	Poids frais (g/100g)
Eau	-	88-95
Glucides	64-71	3-7
Fibres	19-23	1-2
Protéines	4-10	0,5-1
Lipides	1-4	0,2

○ Minéraux

Le potassium est le principal minéral, il occupe 60% de la teneur totale en cendres (166 mg/100 g de poids frais), suivie par le calcium (93 mg/100 g de poids frais), sodium (2 mg/100g de poids frais) et le fer (1,6 mg/100 g de poids frais) tandis que le magnésium n'a pas été détecté (Munoz DeChaves et al., 1995). D'autres études ont démontré que la composition minérale est de 50 mg /100g de poids sec, 18-57 mg /100g de poids secs pour le potassium, 11-17 mg /100 g pour le calcium et magnésium, suivie du manganèse (62-103 µg /g), du fer (59-66 µg /g), du zinc (22 à 27 µg /g) et du cuivre (8-9 µg /g). Encore une fois, ces valeurs doivent être considérées comme approximatives puisque les teneurs en minéraux varient avec les espèces, le site de culture et l'état physiologique du tissu de cladode. Il est à noter que le calcium joue un rôle crucial dans la rétention d'eau des tissus succulents (Stintzing et Carle, 2005).

○ Glucides

Les glucides constituent un total de 36% à 37% de l'ensemble du poids sec des cladodes. La teneur en glucides est comprise entre 64 et 71g /100g de poids sec. Des variations peuvent être dues aux facteurs agronomiques et environnementaux ainsi que l'âge du cladode. Les jeunes cladodes sont plus riches en glucides (Ginestra et al., 2009; Ribeiro et al., 2010). La composition en sucre individuels est donnée dans la figure N°04.

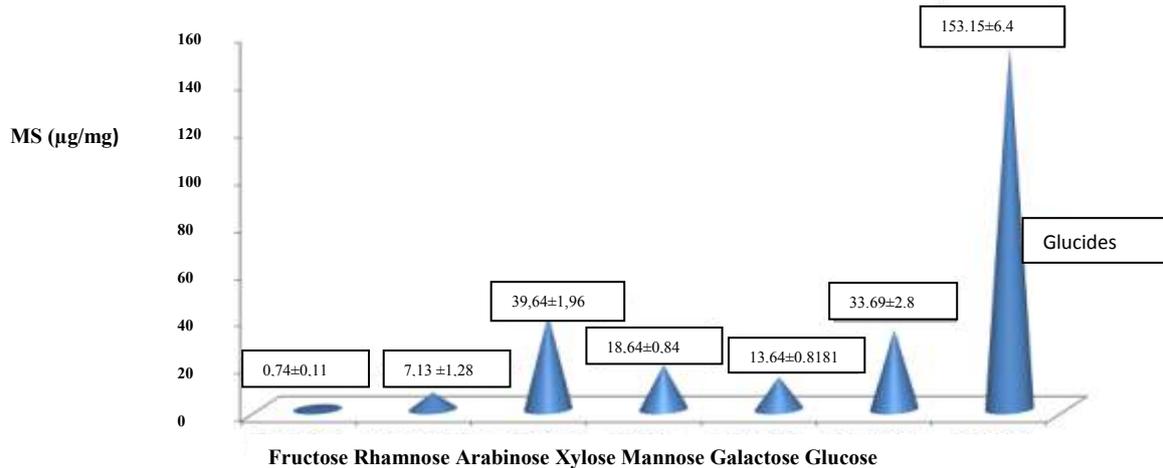


Figure N°04 : Composition en monosaccharides non cellulosiques des cladodes de *l'Opuntia ficus indica* (Ginestra et al., 2009).

○ Acides organiques

L'acide malonique et l'acide citrique représentent respectivement 36 et 178 mg/100g de poids frais. En revanche, les cladodes âgées ne contiennent plus d'acide malonique. Les acides tartrique et succinique ont été trouvés seulement en état de traces (Teles et al., 1986). La composition en acides organique est affectée par la période de récolte comme le montre le tableau N° IV.

Tableau N°IV : Composition des cladodes en acides organiques (Stintzing et Carle, 2005).

Acide organique	Poids frais (g/100g)
	6 h (du matin)
Acide oxalique	35
Acide malique	985
Acide citrique	178
Acide malonique	36
Acide succinique	Traces
Acide tartrique	Traces

Chapitre I : Généralités sur le figuier de barbarie

○ Acides aminés

Il existe 18 acides aminés compris dans les cladodes du figuier de barbarie (**Bruchner et al., 2003**). La teneur en protéines est de 11g/100g de poids frais ou de 0,5g/100g de poids sec (**Teles et al., 1997**). Les principaux acides aminés sont la glutamine, suivie par la leucine, la lysine, la valine, l'arginine, la phénylamine et l'isoleucine (**El-Mostafa et al., 2014**). Les proportions des différents acides aminés sont illustrées dans le tableau N° V.

Tableau N°V: La composition en acides aminés dans les cladodes du figuier de barbarie (**Bruckner et al., 2003**).

Acides aminés	Poids frais (mg/100g)
Alanine	0,6
Arginine	2,4
Asparagine	1,5
Acide asparaginique	2,1
Acide glutamique	2,6
Glutamine	17,3
Glycine	0,5
Histidine	2,0
Isoleucine	1,9
Leucine	1,3
Lysine	2,5
Méthionine	1,4
Phénylalanine	1,7
Serine	3,2
Thréonine	2,0
Tyrosine	0,7
Tryptophane	0,5
Valine	3,7

○ Acide gras

L'acide oléique, l'acide palmitique, l'acide linoléique et l'acide linoléique représentent plus de 90% des acides gras totaux. Les acides linoléiques et linoléiques constituent les principaux acides gras polyinsaturés (67,7%) (**Abidiet al., 2009**). Les pourcentages d'acides gras dans 100 g de matière sèche de cladodes sont donnés dans le tableau N° VI.

Chapitre I : Généralités sur le figuier de barbarie

Tableau N°VI: Composition en acides gras dans les cladodes du figuier de Barbarie (Abidi et al., 2009).

Acides gras	Matièresèche (g/100g)
C12 :0	1,33
C14 :0	1,96
C16 :0	13,87
C16 :1	0,24
C18 :0	3,33
C18 :1	11,16
C18 :2	34,87
C18 :3	33,23
C20 :0	-
C22 :0	-
C22 :1	-
C24 :0	-

○ Vitamines, caroténoïdes et chlorophylles

La teneur totale de la vitamine C (acide ascorbique et déhydroascorbique) dans 100 g de matière fraîche s'élève à 22 mg, celle de β -carotène varie de 11,3 à 53,5 μ g, et les concentrations en thiamine, riboflavine et niacine sont de 0,14, 0,6 et 0,46 mg, respectivement (Mohammer et al., 2006).

○ Composés phénoliques

Parmi les acides phénoliques qui ont été détectés : l'acide férulique, l'acide *p*-coumarique, l'acide 4-hydroxybenzoïque, l'acide caféique, l'acide salicylique, et l'acide gallique. Les flavonoïdes détectés sont la rutine, l'iso-quercitrine, la nicotiflorine et la narcissine (Guevara-Figueroa et al., 2010). Les quantités de ces différents composés phénoliques sont illustrées dans le tableau N° VII.

Tableau N°VII : Composition en polyphénols des cladodes de l'*Opuntia ficus-indica* (El-Mostafa et al., 2014).

Polyphénols	Matière sèche (mg/100mg)
Acide gallique	0,64-2,37
Coumarique	14,08-16,18
3,4-dihydroxybenzoïque	0,06-5,02
4-hydroxybenzoïque	0,5-4,72
Acide férulique	0,56-34,77
Isoquercétine	2,29-39,67
Isorhamnetin-O-glucide	4,59-32,21
Nicotiflorine	2,89-146,5
Rutine	2,36-26,17
Narcissine	14,69-137,1

Chapitre I : Généralités sur le figuier de barbarie

○ Mucilage

Le mucilage de cladodes de cactus peut avoir plusieurs applications alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques comme épaississement, gélification et agents émulsifiants, agent d'encapsulation, matrices filmogènes et il a récemment été proposé comme agent cicatrisant muco-protecteur et cutané (**Gheribi et al., 2019**). En outre, il a été rapporté qu'il a un potentiel comme agent de coagulation-floculation pour la bio-remédiation des eaux usées (**Madera-Santana et al., 2018**).

Une molécule de mucilage d'*Opuntia ficus indica* peut contenir plus de 30 000 sous-unités ou résidus de sucres, c'est un hétéro-polysaccharide avec un PM de $2,3 \times 10^4$ à $4,3 \times 10^6$ daltons. Ce mucilage est acide (pH= 4,5 à 5,7) à structure largement ramifiée (**Blanca et al., 2018**). La teneur en mucilage dépend fortement des espèces de cactus, de l'organe concerné, de son âge ou de sa maturité, des conditions climatiques et la période de récolte (**Gheribi et al., 2019**).

Le modèle de mucilage d'*Opuntia ficus indica* consiste en une alternance de résidus de rhamnose et d'acide galacturonique, liés aux chaînes latérales composées de trois résidus de galactose. Les sucres arabinose et xylose sont des branches du galactose de chaînes latérales comme le montre la figure N°5 (**Rodríguez-González et al., 2014**).

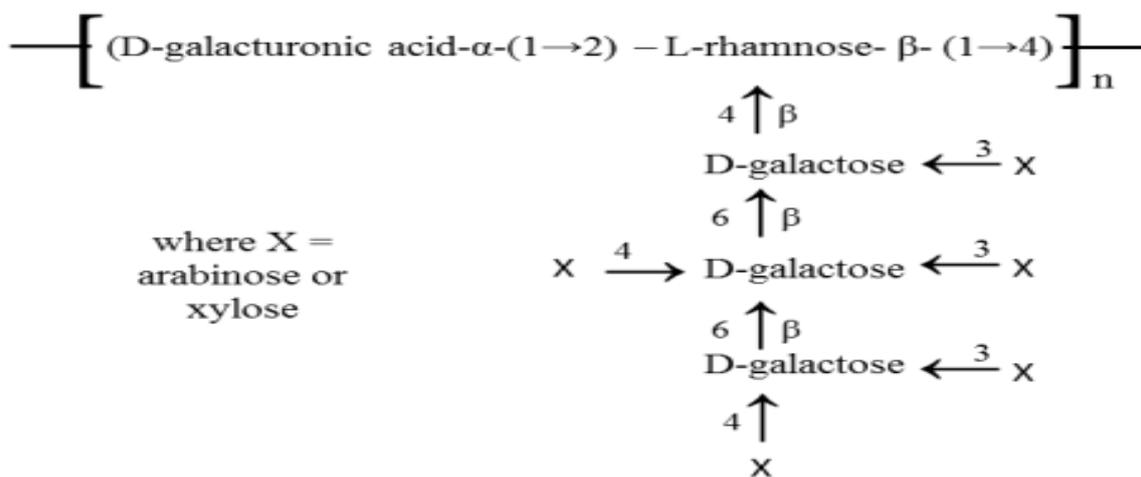


Figure N°5 : Structure du mucilage des cladodes de l'*Opuntia ficus indica* (**Rodríguez-González et al., 2014**).

Chapitre II

II.1. Introduction

La recherche concernant le figuier de Barbarie a augmenté au cours des deux dernières décennies due à son importance économique qui est liée à son utilisation comme nourriture et fourrage ainsi qu'à son potentiel nutraceutique. De nombreuses études indiquent son utilisation que ça soit en industries agroalimentaires, médicales ou bien pour le traitement des eaux usées (**Angulo-Bejarano et al., 2014**).

Toutes les composantes du cactus (fleurs, raquettes, fruits) présentent de multiples intérêts (**Boudjellaba et Yassa, 2012**). Néanmoins, nous accorderont une attention particulière aux cladodes. Dans ce chapitre nous allons développer les utilisations potentielles des cladodes, notamment par le mucilage et les polyphénols contenus, du figuier de Barbarie ainsi que d'autres intérêts et les domaines d'application correspondants. Certaines applications concernant le fruit et la fleur sont également brièvement citées.

II.2. Importance économique et écologique

II.2.1. Importance écologique

Les opuntias peuvent être considérer comme des cultures qui pourraient tolérer les changements climatiques et permettent donc de mettre en valeur des terres marginales, infertiles et sèches. Ils sont connus par leur tolérance à la sécheresse et leurs adaptations aux conditions désertiques (**Anonyme, 2000**). Le cactus est utilisé pour lutter contre l'érosion hydrique et éolienne. Il résiste au feu et peut être utilisé comme obstacle à la propagation des incendies (**Chougui et al., 2013**).

L'utilisation du cactus pour la protection et la mise en valeur des sols dans les régions arides et semi-arides a été démontrée dans la région de Milpa-Alta en Mexique (**Arba, 2009**). Cette région a été complètement défrichée pour y introduire des cultures fourragères telles que le maïs (**Russel, 1986**).

II.2.2. Importance économique

La première importance économique de cette plante repose sur la production de fruits comestibles. Ils sont principalement consommés frais ou transformés en boissons (nectars, jus), confitures ou marmelades. Cette transformation alimentaire génère une grande quantité de sous-produits (graines et écorces) (**Habibi, 2004**). Les graines du fruit donnent une huile comestible qui présente un haut degré d'insaturation (**Ramdan et Morsel, 2003**). Cette huile

Chapitre II : intérêts des cladodes de figuier de barbarie

des graines constitue l'huile la plus chère au monde avec un tarif de 1000 euros par litre (**Mazari et al., 2021**).

Traditionnellement, les cladodes de cactus contribuaient considérablement à l'alimentation humaine au Mexique (**Stinzing et al., 2005**). Les jeunes raquettes (Nopal ou Nopalitos) de 10-15 cm de longueur sont consommées comme légumes (**Stinzing et al., 2004; Guevara-Figueroa et al., 2010**), et sont utilisées pour la préparation de confitures (**FAO, 2018**). Le fraisage de cladodes après avoir enlevé les épines et haché les feuilles donne un jus et un nectar (**Mazari, 2021**).

Les cladodes sont également fortement employés dans l'industrie alimentaire, ils sont utilisés pour leurs propriétés de gélification (**Ammar et al., 2012**), leurs mucilages sont employés comme agents d'épaississement (**Stinzing et al., 2001**). Les cladodes sont aussi séchés, moulus et tamisés pour l'obtention d'une farine qui sera utilisée pour préparer des biscuits, pâtisseries, soupes et desserts, dans la panification, cette farine est acceptable, elle permet de préparer de meilleurs produits de boulangerie (**Nobel, 2002**), des desserts et dans certains pays, en particulier le Mexique des céréales pour le petit déjeuner ou des tortillas. Elle peut aussi être utilisée dans la production de compléments alimentaires (comprimés, tablettes etc.) (**Malaz, 2021**).

La production de fourrage pour le bétail, représente la deuxième importance économique du cactus dans le monde. L'utilisation du figuier de barbarie dans l'alimentation du bétail dans les zones arides et semi-arides est connue depuis très longtemps. Il est utilisé pour cette fin sous forme de fruit non accepté par l'Homme, des pelures des raquettes une fois débarrassées de leurs épines coupées en petits morceaux et mélangées avec autres aliments de bétail (**Arba, 2009**).

Les raquettes du cactus sont appréciées par le bétail car elles sont riches en eau, en fibres, en protéines et en éléments minéraux (**Nefzaoui et Ben Salem, 2000 ; Le Houerou, 2002**). Leur consommation permet d'améliorer la saveur du lait et la couleur du beurre. Cependant au Nord-est du Brésil (**Mulaset Mulas, 2004**).

Les plantations constituent aussi un habitat pour la faune domestique ou sauvage. C'est une source mellifère importante pour l'apiculture durant la période de floraison (**Anonyme, 2019**).

II.3. Importance pharmaceutique

Plusieurs effets thérapeutiques et nutraceutiques des cladodes et des fruits d'*Opuntia* spp. ont été reportés (Angulo-Bejarano et al., 2014). Bakari et al. (2016) ont rapporté que les extraits de poudre de cladodes sont connus pour leurs propriétés médicinales telles que le traitement auxiliaire de l'obésité et des troubles gastro-intestinaux ou cardiovasculaires ainsi que l'abaissement du taux de cholestérol. En outre, cette poudre est utilisée depuis de nombreuses années dans l'industrie pharmaceutique pour la fabrication d'extraits de mucilage gastro-protecteurs et de capsules et de comprimés pour contrôler l'obésité et le diabète.

Bakari et al. (2017) ont également rapporté que les extraits de poudre de cladodes présentent un potentiel nutritionnel en tant que conservateur naturel prometteur et substitut aux homologues synthétiques et donc à consommer dans une alimentation saine.

Pour obtenir un effet de satiété dans le cadre d'un régime amaigrissant, il existe sur le marché beaucoup de compléments alimentaires sous forme de gélules à base de cladodes du figuier et qui sont absorbées environ 15 à 30 min avant un repas (Mazari, 2021). Uebelhack et al. (2014) ont rapporté que l'administration de comprimés contenant 500 mg de fibres de cactus par des sujets sains a augmenté l'excrétion de graisse fécale sans effet indésirable notable pendant la période d'étude. La prise d'un tel complément alimentaire de nopal peut aider certaines personnes à perdre environ un kilogramme par semaine.

Les propriétés attribuées au figuier de barbarie sont nombreuses et diverses parmi lesquelles nous avons choisi les plus importantes :

○ Rétention d'eau

Les protéines végétales dont le figuier de barbarie est abondamment pourvu aident le corps à éliminer l'excès aqueux de certains tissus cellulaires, diminuant ainsi la rétention d'eau, dont la cellulite représente l'une des conséquences les plus fâcheuses (Schweizer, 1997).

○ Nettoyage du colon

Le figuier de barbarie contient des fibres alimentaires « solubles » facilitant le transit, mais il contient également des fibres « non-solubles » c'est-à-dire « inassimilables », qui absorbent l'eau des déchets, accélérant en douceur le transit tout en régulant ses mouvements (Schweizer, 1997).

Chapitre II : intérêts des cladodes de figuier de barbarie

○ **Anxiolytique**

Par sa capacité, tout à fait remarquable de rééquilibrer le système nerveux, le Nopal est un tranquillisant naturel, apportant calme et sérénité à un organisme stressé. Des chercheurs ont suggéré que ce serait à la berbérine et à un autre alcaloïde encore indéterminé qui est découvert de traces dans la plante que cette action bienfaisante est attribuée (**Schweizer, 1997**).

○ **Fortifiant**

Chez les aztèques, les femmes enceintes consommaient le Nopal sous toutes ses formes car il était considéré comme le meilleur des fortifiants et un excellent galactogène, durant le temps de leur grossesse est lorsqu'elles allaitent leur enfant, il est une tradition bien établie chez les femmes de certaines tribus indiennes de boire du jus de figue ou, lorsque la saison de fructification est passée, une décoction de fleurs séchées ou de racines *d'Opuntia ficus indica* (**Schweizer, 1997**).

D'importants groupes alimentaires élaborent du lait et des yaourts enrichis au Nopal destinés aux jeunes mères tandis que des laboratoires réputés préparent des comprimés de Nopal à partir d'extraits de plantes fraîches, que prescrivent avec succès de très grands thérapeutes (**Taleb et Hattab, 2015**).

○ **Digestion, fonction hépatique**

L'association des fibres végétales du Nopal et de l'effet protecteur de son mucilage parvient à brider la production excessive d'acidité et préserve la muqueuse gastro-intestinale. Cet effet tampon tempère la naissance des colites, ces douloureuses inflammations du colon éprouvées par les intestins fragiles, le Nopal agit comme un amortisseur du pH de l'estomac et de l'intestin (**Schweizer, 1997**). En particulier, il a été montré que les cladodes régulent à la fois la masse corporelle et la glycémie, ce qui permettra de traiter les troubles gastro-intestinaux et d'hyperlipidémie (**Osuna-Martínez et al., 2014**).

○ **Anti lithiasique**

Le test de l'activité anti lithiasique a montré que les extraits n-butanolique de la fleur ont un meilleur effet inhibiteur vis-à-vis de la formation de composés oxalo-calcique que celui de la raquette (**Taleb et Hattab, 2015**).

Chapitre II : intérêts des cladodes de figuier de barbarie

○ **Hyperglycémie**

Le Nopal, par sa forte teneur en fibres régularise et freine l'assimilation des molécules de sucre tant au niveau de l'estomac que de l'intestin ce qui induit une diminution du taux de sucre dans le sang. Certaines enzymes faisant partie de sa structure chimique agiraient comme une insuline naturelle (**Taleb et Hattab, 2015 ; Angulo-Bejarano et al., 2014**).

○ **Hyperlipidémie**

De par sa teneur élevée en fibres et en gommes, le Nopal est réputé pour son action bénéfique d'interception des graisses dans l'estomac et dans l'intestin, abaissant ainsi les niveaux de cholestérol et de lipides dans le sang à leurs proportions normales. Ceci améliore la microcirculation artérielle et veineuse. Il contribue à la prévention des problèmes cardiaques en régulant la tension. D'autres recherches sur la niacine (vitamine du groupe B3), présente dans le Nopal ont démontré qu'elle a pour effet de transformer le mauvais cholestérol (LDL) en bon cholestérol (HDL) (**Taleb et Hattab, 2015**). Les niveaux de glucose à jeun ont significativement diminué ainsi que le cholestérol total et le cholestérol à lipoprotéines de basse densité (LDL), suite à la consommation des cladodes d'*O. humifusa* (**Angulo-Bejarano et al., 2014**).

○ **Artériosclérose (durcissement des artères)**

Les acides aminés et les fibres, en particulier le principe antioxydant des vitamines A et C que contient Nopal ont pour effet de diminuer le risque de détérioration des parois artérielles et la formation de plaquettes graisseuses, des chercheurs indépendants spécialisés en ethnomédecine ont remarqué que des populations de la tiers-monde habituées à consommer des figes de barbarie semblaient préservées de l'artériosclérose et l'artérite (**Taleb et Hattab, 2015**).

○ **Effet sur la mémoire**

Les effets du Nopal sur la mémoire à long terme ont été étudiés. Selon **Kim et al. (2010)**, l'utilisation d'un extrait n-butanolique d'un cultivar d'*O. ficus-indica* (SabotenMakino) pendant 7 jours sur des souris a augmenté de manière significative le temps de latence dans la tâche d'évitement passif par rapport aux témoins. De plus, d'autres facteurs neurotrophiques ont augmenté après 7 jours d'administration de l'extrait butanolique. Par conséquent, l'administration de cet extrait pourrait améliorer la mémoire à long terme.

Chapitre II : intérêts des cladodes de figuier de barbarie

○ Effet sur les os

Des études montrent qu'en raison de sa haute teneur en calcium et magnésium, les cladodes peuvent aider à augmenter la densité osseuse (**Kang et al., 2012**).

○ Effet antioxydant

Les antioxydants sont des substances endogènes ou exogènes capables de neutraliser ou de réduire les dommages causés par les radicaux libres dans l'organisme. Également, les antioxydants permettent de faire en sorte que nos produits alimentaires conservent leur goût, couleur et demeurent longtemps comestibles (**Wang et al., 2003**).

Les antioxydants exogènes comprennent majoritairement les vitamines C et E, les caroténoïdes et les composés phénoliques (**Valko et al., 2006**).

En tant qu'antioxydants, les polyphénols renforcent nos défenses naturelles en protégeant les constituants tissulaires lipides et autres macromolécules) contre le stress oxydant, le vieillissement cellulaire, de nombreux travaux suggèrent que les polyphénols participent à la prévention des maladies chroniques associées, telles que cancers, maladies cardio-vasculaires ou dégénératives, l'ostéoporose (**Scalbert, 2004 ; Visioli et al., 1999**).

L'estimation de l'activité antioxydant de six cultivars d'*O. ficus-indica*, poussant dans la méditerranée espagnole, a été analysée sur les cladodes (jeunes et adultes) et les fruits (peau et pulpe) de cette espèce. Selon les méthodes de DPPH (1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl) et ABTS (2,2'-azino-bis(3-éthylbenzothiazoline-6-sulphonique acide), la peau des fruits présente un effet antioxydant plus élevé que les cladodes. Les jeunes cladodes montrent une capacité antioxydant importante par la méthode de FRAP (ferricreducingantioxidant power) (**Andreu et al., 2018**).

II.4. Importance cosmétologique

Il est le secteur le plus demandeur de la figue de barbarie grâce à la richesse de ses raquettes, de son fruit et de ses graines en vitamines, notamment E, et en oligo-éléments (**Agroligne, 2016**). Depuis des décennies, le figuier de barbarie est utilisé par les femmes berbères et indiennes du continent américain pour ses vertus cosmétiques. Les femmes berbères utilisaient l'huile pour cicatriser et pour protéger leur peau du vent brûlant du désert (**Benattia, 2017**).

Le mucilage des cladodes est utilisé dans la fabrication des shampoings, de revitalisants de visage et de lotions pour le corps, savons, gels capillaires et protecteurs solaires, des assouplissants des cheveux, des crèmes dermiques et des laits hydratants. Il est

Chapitre II : intérêts des cladodes de figuier de barbarie

également utilisé depuis longtemps par les femmes rurales au Maroc pour assouplir leurs cheveux (Arba, 2009). Aussi, les extraits de la plante remplacent avantageusement la graisse de baleine dans la préparation des crèmes et des pommades. Le principal intérêt de ces dernières est leur effet antiride (Bhira, 2012).

II.5. Importance environnementale

Les cladodes du figuier de Barbarie ont été impliqués, assez récemment, dans le traitement des eaux usées (Bouaouine, 2017). La plupart des travaux réalisés concernent soit le traitement de l'eau par les techniques les plus simple à petit échelle (coagulation floculation en standards jar-test) ou bien en utilisant un procédé qui s'est avéré avantageux et efficace qui est l'électrocoagulation-électroflotation (Adjeroud et al., 2015 ; 2018 ; 2020 ; Djerroud et al., 2018).

Plusieurs auteurs ont reporté l'efficacité du mucilage d'*Opuntia ficus-indica* pour l'activité antimicrobienne, pour la réduction des métaux (As, Cd, Cu et Fe), pour l'élimination de colorants, ainsi que pour l'élimination de la turbidité (Buttice et al., 2010 ; Fox et al., 2012 ; Torres-Bustillos et al., 2013).

Ces travaux considèrent que le mucilage d'OFI a le potentiel de remplacer le Fe ou l'Al dans le processus de coagulation floculation, et donc peut être utilisé comme coagulant naturel afin de remplacer les flocculant chimiques conventionnellement utilisés en industries (Adjeroud-Abdellatif et al., 2020). En outre, d'après Bouaouine et al. (2018), les composants du cladode probablement les tannins sont la capacité d'agir comme bio-coagulants.

II.6. Autres utilisations

La pulpe de cladodes est utilisée dans la production de bioéthanol (Stintzing et al., 2005) et comme matière première pour la production du biogaz par fermentation naturelle (Arba, 2009). Le mucilage des cladodes du figuier de Barbarie est aussi utilisé comme superplastifiant naturel dans les mortiers et les produits alimentaires, et comme adhésif pour la chaux (León-Martínez et al., 2010). La poudre et mucilage des cladodes d'*Opuntia ficus indica* sont utilisés comme un bio-polymère dans le conditionnement des boues et offrent un système enzymatique utile pour la transformation de colorants textiles toxiques (Rebah et al., 2017). L'extrait organique de cladodes intervient dans la protection contre la corrosion dans les aciers industriels (Mandujano-Ruiz et al., 2018). Mucilage et jus de cladodes ont un effet positif sur la fermentation du lait et la croissance des bactéries lactiques et

Chapitre II : intérêts des cladodes de figuier de barbarie

probiotiques (Hadj Sadok et al., 2008). De plus, les *Opuntiaspp.* ont d'application en phytothérapie vétérinaire (Viegi et al 2003).

Partie pratique

Matériel & Méthodes

Matériels & Méthodes

Le travail expérimental de ce mémoire a été effectué au sein du laboratoire de recherche 3BS de l'université de Bejaia durant la période comprise entre avril et juillet de l'année 2022. L'objectif de cette présente étude est la valorisation des cladodes du figuier de barbarie par optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques par une méthode innovante (micro-onde) et l'élaboration d'une crème cosmétique à base de la poudre de ces cladodes.

I. Matériel

Les produits chimiques, réactifs, solvants organiques, et sels utilisés sont donnés en annexe I et les appareils et matériels utilisés en annexe II.

I.1. Matériel végétal

Les cladodes de la plante *Opuntia ficus indica* (Figure N° 06) utilisées dans cette étude ont été récoltées dans la Vallée du Soummam (Bejaia) en mois de Janvier de l'année 2022.



Figure N° 06: Raquettes d'*Opuntia ficus indica* à l'état frais.

I.1.1. Traitement du matériel végétal

La partie de la plante d'*Opuntia ficus indica* étudiée (cladodes) a été lavée avec l'eau distillée, coupée en dés et séchée dans l'étuve à 40°C sous ventilation avec la vérification de la stabilité du poids de la matière au cours du séchage. Ensuite, la matière sèche est broyée délicatement en poudre très fine et tamisée pour avoir une poudre dont le diamètre des particules est $\leq 250 \mu\text{m}$. La poudre récupérée est conservée dans des flacons ambrés et à 4°C.

II. Méthodes

II.1. Analyse physico-chimique de cladodes du figuier de barbarie

Plusieurs méthodes physicochimiques ont été employées pour caractériser le coproduit étudié (cladodes du figuier de barbarie).

II.1.1. Détermination de la teneur en eau

○ Principe

C'est la quantité d'eau exprimée en pourcentage contenue dans un composé liquide ou solide (Noui, 2007).

○ Mode opératoire

La teneur en eau est déterminée pour un échantillon de 10 g introduit dans une étuve à 105°C jusqu'à l'obtention d'une masse constante (Noui, 2007).

La teneur en eau par rapport à la masse humide est calculée par la formule suivante:

$$W_{mh} = (m_i - m_f) / m_i \times 100$$

Où: W_{mh} : masse, en gramme, humide

m_i : masse, en gramme, initiale

m_f : masse, en gramme, finale (après dessiccation).

La matière sèche totale est le résidu sec restant après séchage à 105°C. Elle comprend à la fois les matières en suspension et les résidus dissouts.

Elle est exprimée par la formule ci-dessous :

$$\text{Matière sèche (\%)} = 100 \% - W_{mh}$$

II.1.2. Détermination du potentiel d'hydrogène pH

○ Principe

C'est la détermination en unité de pH de la différence du potentiel existant entre deux électrodes plongées dans le produit objet de la mesure (AOAC, 1990).

○ Mode opératoire

Un volume d'eau distillée (10 mL) est ajouté à 1 g de poudre. Le mélange est agité pendant 30 minutes et soniqué pendant 3 minutes, pour avoir une meilleure homogénéisation. La sonde du pH mètre est introduite dans un volume d'échantillon suffisamment important pour permettre l'immersion des électrodes. La valeur de pH se lit directement sur l'appareil (Norme ANFOR : V 50-108).

II.1.3. Détermination du degré Brix

○ Principe

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

○ Mode opératoire

Une quantité de poudre (1g) été ajoutée à 10 mL d'eau distillée, le mélange a subit une agitation pendant 20 minutes puis une filtration, et une goutte est placée sur la surface du prisme du refractomètre à température ambiante puis la valeur indiquée est lue(AFNOR 1970).

II.1.4. Détermination de taux de cendres (NF EN 1135 1994)

○ Principe

Cette méthode est basée sur la destruction totale de toutes les particules charbonneuses et la pesée de la matière minérale restante (Hireche, 2013).

○ Mode opératoire

Une quantité de poudre (2 g) est mise dans une capsule (M1) qui est placée dans un four à 550°C pendant cinq heures jusqu'à obtention des cendres blanches (couleur grise, claire ou blanchâtre). Une fois les capsules sont retirées du four, elles sont placées dans le dessiccateur pour les refroidir, puis pesées (M2).

La matière organique est exprimée par la formule suivante:

$$\text{MO \%} = (\text{M1} - \text{M2} / \text{P}) \times 100$$

La teneur en cendre (cd) est calculée comme suit:

$$\text{Cd (\%)} = 100 - \text{MO\%}$$

Où:MO: teneur en matière organique en %.

M1: Masse initiale « masse de la capsule + prise d'essai ».

M2: Masse finale « masse de la capsule + cendres ».

P: masse de la prise d'essai.

II.1.5. Dosage des protéines

○ Principe

La méthode de **Bradford (1976)** est un dosage colorimétrique très sensible pour déterminer la concentration des protéines dans un échantillon. Elle repose sur la formation d'un complexe entre le bleu de Coomassie G-250 et les protéines en solution. Ce complexe est quantifiable au spectrophotomètre à 595 nm. Le bleu de Coomassie se lie surtout aux

résidus arginine, tryptophane, tyrosine, histidine, et phénylalanine des protéines(**Redjadj, 2014**).

- **Mode opératoire**

Pour l'extraction, 1g de la poudre a été ajouté à 50 mL d'eau distillée, le mélange a subit une agitation pendant 30 minutes puis une filtration.

Le dosage est réalisé après avoir préparé la solution du réactif de Bradford, en faisant dissoudre 10 mg de Coomassie brillant bleu G-250 dans 5 mL d'éthanol à 95%. Puis, 10 mL d'acide phosphorique à 85% ont été ajoutés. Le mélange a ensuite été ajusté à 100 mL lorsque le colorant a été complètement dissous. La filtration a été effectuée deux fois à l'aide d'un papier filtre Wattman n ° 1 juste avant son utilisation.

Un volume de 100µL d'échantillon est ajouté à 3 mL de réactif de Bradford. Le mélange est laissé incubé pendant 5min à l'obscurité après agitation puis les densités optiques ont été mesurées à 596 nm à l'aide d'un spectrophotomètre, les concentrations sont déterminées par référence à une gamme étalon à base de BSA préparée dans les mêmes conditions (**Genette, 1981**).

II.1.6. Dosage des sucres totaux

- **Principe**

La méthode utilisée est celle décrite par **Dubois et al. (1956)**. Les sucres simples, oligosaccharides, polysaccharides et leurs dérivés réagissent avec le phénol et l'acide sulfurique concentré et donnent une coloration jaune-orange. La réaction est sensible, la coloration reste stable pendant plusieurs heures(**Dubois, 1956**).

- **Mode opératoire**

L'extraction est effectuée en ajoutant 2g de poudre à 50 mL de solution d'éthanol à 80 %, le mélange a subit une agitation pendant 30 minutes puis une filtration.

Le dosage est réalisé en mélangeant 2mL de l'échantillon avec 1 mL d'une solution poly-phénolique (5%) et 5mL d'acide sulfurique concentré (95%). L'ajout d'acide sulfurique constitue une étape clé de cette manipulation, il doit se faire très rapidement, puisque la réaction qui se produit entre le phénol et l'acide sulfurique est quasi-instantanée. Après agitation par vortex, les tubes sont incubés au bain-Marie à une température entre 25 et 30°C pendant 20 min puis refroidis sous eau. La densité optique est mesurée à 485 nm (**Dubois, 1956**).

Les valeurs obtenues sont traduites en concentration par référence à un courbe étalon de D-glucose préalablement établie de concentrations allant de 20-100 µg/mL.

II.2. Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques

II.2.1. Procédure d'extraction assistée par micro-ondes

L'extraction assistée par micro-ondes (MAE) à partir de cladodes a été réalisée dans un système de four à micro-ondes. L'appareil était équipé d'un système de contrôle numérique du temps d'irradiation et de la puissance micro-ondes (cette dernière était réglable linéairement de 100 à 900 W). Le four a été modifié (**FigureN° 07**) afin de condenser les vapeurs générées lors de l'extraction dans l'échantillon.



Figurer N°07: Photographie d'appareil de MAE utilisé lors de l'extraction de composés phénoliques.

Pour l'optimisation de la procédure d'extraction assistée par micro-ondes, les paramètres influençant le procédé d'extraction ont été sélectionnés (concentration du solvant, puissance, ratio et temps). Une quantité de 0,5 g de poudre de cladodes de figuier de barbarie a été placée dans un ballon contenant des quantités d'éthanol- eau. La suspension a été extraite à différentes concentrations de solvant, différentes puissances, et différents ratio et temps. Les extraits ont été séparés par centrifugation à 3500 tr/ min pendant 15 min, et stockés à 4 °C jusqu' à utilisation. Un nombre de 30 essais a été réalisé avant d'obtenir l'optimum, puis une extraction dans les conditions optimales obtenues par MSR a été réalisée. Pour les expériences de l'optimisation MSR et de validation du modèle, le rendement en CPT été pris en considération.

II.3. Dosage des molécules bioactives

II.3.1. Dosage des polyphénols totaux

○ Principe

Le réactif de FolinCiocalteu, mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$), est réduit en présence de polyphénols en un mélange d'oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (MO_8O_{23}). La coloration bleue produite est proportionnelle au taux des composés phénoliques présents dans le milieu réactionnel (**Lapornik et al., 2005**).

○ Mode opératoire

Le dosage des phénols totaux est effectué par la méthode au Folin-Ciocalteu décrite par **Singleton et Rossi (1965)** rapportée par **Škerget et al. (2005)**. Un volume d'extrait (250 μ L) est mélangé avec 1,25 mL du réactif de Folin-Ciocalteu puis additionnés de 1mL de carbonate de sodium (7,5%). Après 30 minutes d'incubation, l'absorbance est mesurée à 760nm.

La teneur en composés phénoliques est exprimée en mg équivalent d'acide gallique par 100 grammes de MS d'échantillon, par référence à une courbe d'étalonnage obtenue avec de l'acide gallique utilisé comme standard.

II.3.2. Dosage des flavonoïdes totaux

○ Principe

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner avec le groupement CO, un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium. Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

○ Mode opératoire

La détermination de la teneur en flavonoïdes de l'extrait est effectuée par la méthode colorimétrique décrite par **Arvouet-Grand et al. (1994)**. Brièvement, 1mL d'extrait dilué dans le méthanol ; ainsi que le flavonoïde standard (quercétine) préparé dans le méthanol sont ajoutés à 1 mL d' $AlCl_3$ (2%). Après 10 minutes de réaction à température ambiante en obscurité. L'absorbance est lue à 415 nm.

II.3.3. Dosage des tanins condensés

○ Principe

Les quantités des tanins condensés sont estimées en utilisant la méthode à vanilline. En milieu acide, les tanins condensés se dépolymérisent et, par réaction avec la vanilline, se transforment en anthocyanidols de couleur rouge, mesurables par spectrophotométrie à 550nm (Sun et al., 1998).

○ Mode opératoire

Chaque extrait (50 µL) à différentes concentrations est mélangé avec 1500 µL de la solution vanilline/méthanol (4%, *m/v*). Les tubes sont agités, ensuite 750 µL d'acide chlorhydrique concentré (HCl) sont additionnés. Le mélange est laissé réagir à température ambiante pendant 20min. La lecture de l'absorbance est réalisée à l'aide d'un spectrophotomètre contre un blanc à 550 nm.

Une courbe d'étalonnage est réalisée en parallèle dans les mêmes conditions opératoires en utilisant la catéchine comme contrôle positif à différentes concentrations. Les résultats sont exprimés en milligramme équivalent catéchine par gramme de matière sèche (Ali-Rachedi, 2018).

II.4. Détermination de l'activité anti-oxydante

Afin d'évaluer l'activité antioxydant des composés phénoliques, quatre tests ont été réalisés (le test de DPPH, Activité antioxydant totale (AAT), le pouvoir réducteur de fer (FRAP) et le test de réduction du radical (ABTS)).

II.4.1. Activité scavenger du radical DPPH[•]

○ Principe

Le radical libre DPPH[•] (2,2'-diphényl-1-picrylhydrazyl) est stable au cours du temps et possède un électron non apparié sur un atome d'azote ce qui lui confère la capacité de produire des radicaux libres donnant à la solution une couleur violette foncée. En présence d'un antioxydant le radical DPPH[•] est réduit formant ainsi un produit stable de couleur jaune mesurable par spectrophotométrie à 517 nm (Maataoui et al., 2006) (Figure N°08).

Les résultats obtenus sont exprimés en IC₅₀ qui est calculées graphiquement en utilisant les graphes tracés des absorbances en fonction de différentes concentrations testées.

II.4.3. Pouvoir réducteur de fer

○ Principe

Le pouvoir réducteur de fer est la capacité des antioxydants à réduire le fer ferrique (Fe³⁺) en fer ferreux (Fe²⁺). Les extraits qui possèdent un potentiel réducteur réagissent avec le ferricyanure de potassium (Fe³⁺) pour former le (Fe²⁺), qui réagit à son tour avec le chlorure ferrique (FeCl₃) pour donner un complexe mesurable à 700 nm (**Jayanthi et Lalitha, 2011**).

○ Mode opératoire

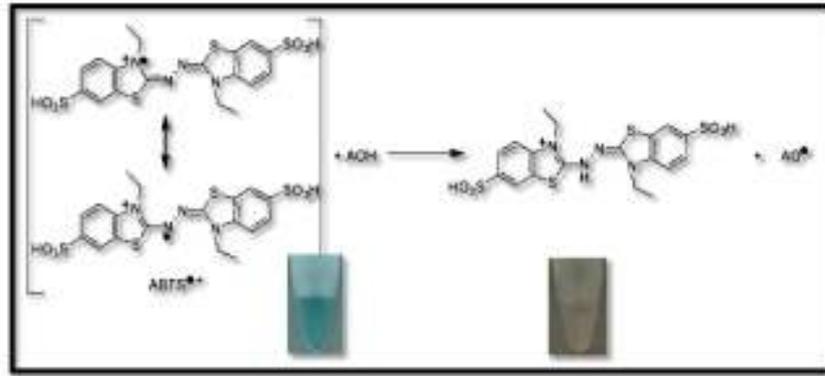
Le pouvoir réducteur des extraits est mesuré suivant la méthode décrite par **Oyaizu(1986)** modifiée. Le tampon phosphate (0,2 mL ; 0,2 M (pH = 6,6)) et 1 mL de K₃Fe(CN)₆ (1 %) sont ajoutés à 1 mL d'échantillons. Le mélange résultant est incubé à 50 °C pendant 20 min, suivi par l'addition de 1 mL d'acide trichloroacétique (10%). Le mélange est centrifugé à 3000 rpm pendant 10 minutes. Le surnageant (1 mL) est mélangée avec l'eau distillée (1 mL) et 0,2mL de FeCl₃ (0,1mL). La lecture de l'absorbance du milieu réactionnel est lue à 700 nm contre un blanc semblablement préparé.

La courbe d'étalonnage est utilisée pour déterminer la concentration effective à 50% (IC₅₀), qui est une concentration qui permet d'obtenir une absorbance de 0,5.

II.4.4. Activité scavenger du radical ABTS^{•+}

○ Principe

L'activité antioxydant totale d'une molécule est déduite de sa capacité à inhiber le radical ABTS^{•+}, obtenu à partir de l'ABTS : sel d'ammonium de l'acide 2,2'-azinobis-(3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique). L'obtention du radical cation résulte du contact de l'ABTS avec une enzyme de peroxydation (peroxydase metmyoglobine) (**Miller et Rice-Evans, 1997**) ou (horseradishperoxidase) (**Arnao et al., 2001**) en présence de H₂O₂ ou d'un oxydant (dioxyde de manganèse) (**Benavente-Garcia et al., 2000**) ou ion persulfate (**Re et al., 1999**). Le radical ABTS^{•+}, en contact avec un donneur de H[•] conduit à l'ABTS^{•+} et à la décoloration à 734 nm de la solution bleue verte. La formation et le piégeage du radical ABTS^{•+} par un antioxydant donneur de H[•] est due à un arrachement d'un électron e⁻ à un atome d'azote de l'ABTS(**Figure N°09**)(**Lien et al., 1999**). Cette méthode est capable de déterminer à la fois les propriétés antioxydants hydrophiles (en milieu tamponné) et lipophiles (en milieu organique) (**Cano et al.,2002**).



FigureN°09. Processus de réduction du radical ABTS^{•+} en présence d'un antioxydant (Re et al., 1999).

○ Mode opératoire

La solution d'ABTS^{•+} préparé par mélange de 7 mM d'ABTS et de 2,45mM de persulfate de potassium incubé pendant 12-16h à l'abri de la lumière et à température ambiante et avec agitation avant l'utilisation. La solution d'ABTS est diluée avec l'éthanol jusqu'à l'obtention d'une absorbance de $0,7 \pm 0,02$ à 734 nm. Un volume de 1,9 mL de la solution d'ABTS est additionné à 100 μ L de l'extrait à différentes concentrations. Après l'incubation pendant 7 min à l'obscurité et à température ambiante, la réaction de réduction de la solution d'ABTS à 734 nm est mesurée. Le pouvoir anti-radicalaire de l'extrait est exprimé en pourcentage d'inhibition du radical ABTS^{•+} :

Pourcentage d'inhibition du radical ABTS^{•+} = $(\text{AbsContrôle} - \text{AbsExtrait} / \text{AbsContrôle}) \times 100$

L'activité antioxydant est exprimée ensuite par la détermination d'IC₅₀, sachant que l'IC₅₀ est la concentration d'extrait nécessaire pour l'obtention de 50% de la forme réduite du radical ABTS^{•+} (Brahmi et al., 2015).

II.5. Préparation d'une crème hydratante Naturel à base de poudre de cladode de cactus

En collaboration avec l'entreprise « Beauté and bio », nous avons préparé des échantillons d'une crème hydratante naturel à base de la poudre des cladodes de figuier de Barbarie.

Les ingrédients utilisés pour préparer la crème hydratante sont :

- La poudre de cladode du cactus
- L'huile de paraffine
- Eau distillé

- Emulsifiant naturel
- Conservateur

II.5.1. Etapes de la préparation

Pour préparer 100g de crème hydratante naturel, 30g de phase huileuse (huile de paraffine) ont été d'abord mélangés avec 6g d'emulsifiant naturel dans un récipient, puis le mélange est chauffé sans ébullition au bain-Marie (**Annex N°III**), un autre récipient contenu 65g de la phase liquide soit eau distillé est chauffée en parallèle.

Une fois que le contenu des deux récipients est chaud, il est retiré du bain-Marie et mélangé doucement en commençant par l'huile de paraffine, puis l'eau distillée. Un fouet ou un batteur est utilisé pour bien mélanger les ingrédients afin d'homogénéiser les constituants de la crème hydratante, puis le mélange est laissé refroidi puis divisé en quatre échantillons et différentes concentrations de poudre de cladodesont été mélangés à trois échantillons, en laissant un blanc sans ajouter de la poudre (contrôle). A la fin, le conservateur est ajouté à la crème qui est placée dans des boites propres bien stérilisées dans un autoclave (**AnnexeN°III**).

II.6. Etude statistique

Toutes les données expérimentales ont été centrées à l'aide de trois mesures. La procédure de régression de surface de réponse du logiciel JMP (statisticalanalysis) a été utilisée pour analyser les données expérimentales. Les données expérimentales ont été ajustées à un modèle polynomial de second ordre et des coefficients de régression ont été obtenus.

La vérification du model,les conditions optimales pour l'extraction des CPT dépendant de la composition du solvant, de la puissance, du ratio et du temps d'extraction ont été obtenues à l'aide des équations prédictives de MSR. Les valeurs expérimentales et prédites ont été comparées afin de déterminer la validité du modèle.

Un questionnaire d'évaluation sensorielle (**Annexe IV**)de quatre échantillons de crème hydratante codés **A, B, C et D** a été distribué à des experts pour évaluer leur différentes caractéristiques, et d'attribuer une note de 1 à 9 pour chaque caractéristique et chaque échantillon selon leur préférence.

Résultats & Discussion

I. Evaluation de la composition et de quelques caractéristiques physico-chimiques

La composition des cladodes varie en fonction des facteurs édaphiques, du site de culture, des saisons et de l'âge de la plante (**Retamal et al., 1987**). Par conséquent, les valeurs respectives varient à la fois entre les espèces et les variétés et ne doivent pas être considérées comme des valeurs absolues (**Rodriguez-Felix, 2002**).

Les résultats des analyses physico-chimiques de base sur le cladode de figuier de barbarie (*Opuntia ficus-indica*) concernent le brix, la teneur en eau, la teneur en cendre et le pH sont donnés par le tableau ci-dessous :

Tableau N°VIII: Analyses physico-chimiques de base de la poudre de cladode d'espèces *Opuntia ficus-indica*.

Paramètres physicochimiques	Résultats obtenues
Teneur en eau (%)	93,63±0,36
Ph	6,69±0,01
Degré Brix (°Brix)	4,75 ±0,07
Taux de cendre(%)	23,54±0,51
Sucres totaux (g EGlu/100 g)	0,09±0,01
Protéines (g EBSA/100 g)	0,044 ±0,001

○ Teneur en eau

La valeur de la teneur en eau trouvée dans notre étude est de $93,63 \pm 0,36$ %, en général, la teneur en eau des cladodes est comprise entre 88 et 95% (**Murillo-Amador et al., 2002**).

Chiteva et Wairagu (2013) et **Chouguietal.(2013)** ont donné des teneurs entre 87,4 et 89 %. La variation de la teneur en eau peut être attribuée au facteur variétal, au degré de maturation, aux caractéristiques pédoclimatiques et aux conditions de stockage.

○ Potentiel d'hydrogène pH

Le pH des cladodes d'*Opuntia ficus indica* étudiées est légèrement acide. Il est de $6,69 \pm 0,01$. Il rentre dans la gamme donnée pour la population mexicaine dont les valeurs varient de 6,4 à 7,1 (**Pimienta Barrios, 1994**). Par contre, pour les variétés d'*Opuntia ficus indica* originaires du Mexique et de l'Argentine, les valeurs de pH sont plus acides et varient de 5,8 à 6,2 (**Felker et al., 2005**).

Résultats & discussion

La variation du pH est due principalement à la différence des conditions climatiques et au processus de maturation (**Bezzala et al.,2005**). En plus l'acidité augmente la nuit et diminue pendant la journée,ou elle varie significativement en fonction de l'heure de la journée (**Inglse, 2018**).

○ **Degré Brix**

Dans notre étude, le taux de Brix trouvé pour la figue de barbarie est de $4,75 \pm 0,07\%$.**Bouzoubaà et al. (2014)** ont trouvé une valeur élevée de 10,40 % et **Chougui et al. (2013)** signalent également un Brix un peu élevé qui varie de 12 à 17% pour les figues de barbarie de la région de Bejaïa. Des valeurs aussi plus élevées sont rapportées pour les variétés cultivées au Mexique et en Argentine, qui s'étendent de 11,86 à 16 % (**Felker et al., 2005 ; Yahia et Mondragon-Jacobo, 2011**).

○ **Taux de cendres**

Le taux de cendres de cladodes trouvé dans cette étude est de $23,54 \pm 0,51\%$ de MS, cette valeur est supérieur légèrement à celle trouvée par **Nefzaoui el al. (1995)**(20% MS).

Cette mesure des minéraux présents dans le nopal dépend du sol, du climat et des facteurs génétiques (**Athamena, 2009; Gaouar, 2011**).

○ **Teneur en sucres totaux**

La teneur en sucres totaux de cladodes est de $0,09 \pm 0,01$ g EGlu/100 g MS. Cette valeur est inférieure par rapport aux résultats donnés par **Bouzoubaà et al. (2014)**, avec des valeurs allant de 13,5 à 15, 87% pour différentes variétés d'*Opuntia ficus indicadu* Maroc.

Cette variabilité marquée en sucre totaux s'interprété par l'augmentation de leur production durant le développement des cladodes, les conditions environnementales et la diversité inter-espèces (**Rodriguez-Felix et Cantxell, 1988, El Kharrassi, 2015**). Il est à noter aussi que le taux de sucre est soumis à des changements diurnes (**Stintzing et Carl, 2005**).

○ **Le taux en protéines**

Le taux de protéines des cladodes étudiés est de $0,04 \pm 0,01$ g EBSA/100 g par rapport à la matière sèche. Il est faible par rapport aux résultats d'**El Kharrassi(2015)** qui varient entre 4,65 et 14,22% pour les cladodes matures. La richesse en protéines est régie par la fertilisation azotée et l'âge des cladodes, à côté des différences significatives entre et au sein des espèces (**Stinzing et Carle, 2005, El kharrassi, 2015**).

II. Optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques de cladodes

L'optimisation de l'extraction des CPT à partir des cladodes est étudiée en utilisant la méthodologie de surface de réponse (MSR). Cette dernière permet d'étudier l'influence de chacun des paramètres (solvant, temps, puissance et ratio) et d'analyser l'interaction entre ces facteurs.

La méthode de surface de réponse nécessite trois étapes :

1. La construction du plan expérimental.
2. La modélisation de la réponse.
3. Les représentations graphiques.

II.1.Construction du plan d'expérience

L'optimisation de l'extraction des antioxydants des cladodes de figuier de barbarie par la MSR est étudiée suivant le modèle de box-Wilson se basent sur la maximisation des composés phénoliques totaux (CPT) comme de variable de réponse.

Quatre paramètres (variables indépendantes), la concentration du solvant (éthanol0-40%), la puissance (100-900 W), le temps d'irradiation (120-180 s) et le ratio (20-40) sont étudiés. Les gammes (les extrémités inférieures et supérieures) de chaque variable indépendante sont déterminées en se basant sur les observations des études préliminaires. Les niveaux des facteurs, les valeurs mesurées et prédites de teneur en CPT sont regroupés dans le **Tableau N°IX**. Les résultats montrent que la concentration en CPT des extraits est comprise entre 3578,25 et 1607,10 en mg/100g.

Le graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues (**Figure N°12**) montre que les valeurs des modèles concordent avec les réponses mesurées ; toutes les valeurs des CPT appartiennent à l'intervalle de confiance.

L'analyse de variance (ANOVA) permet de calculer un paramètre statistique très utile qui est le coefficient de détermination (R^2). Ce paramètre statistique est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées par la somme de carrés des réponses mesurées. Le coefficient de détermination renseigne sur la qualité du modèle si cette grandeur se rapproche de 1.

Résultats & discussion

Tableau N°IX: Les valeurs expérimentales et prédites de CPT (mg EAG/100 g MS) des cladodes de figuier de barbarie.

Configuration	Solvant (%)	Puissance (W)	Temps (s)	Ratio (g/mL)	PPT expérimentales	PPT prévus
--++	0	900	120	40	3169,81	3280,95
-+--	0	900	120	20	2415,09	2221,94
0000	20	500	150	30	2287,02	2367,81
A000	40	500	150	30	2044,87	2064,46
---+	0	900	180	20	1607,10	1673,72
0000	20	500	150	30	2347,56	2367,81
0000	20	500	150	30	2401,37	2367,81
+++-	40	900	180	20	1798,00	1760,58
+-+-	40	900	120	20	2051,05	2127,89
+--+	40	100	120	40	3063,26	3087,46
a000	0	500	150	30	2287,02	2211,23
++++	40	900	180	40	2796,89	2752,99
+--+	40	100	180	20	2317,43	2297,11
000a	20	500	150	20	2397,34	2463,21
+---	40	100	120	20	2397,34	2321,46
00A0	20	500	180	30	1748,90	1671,70
0000	20	500	150	30	2502,27	2367,81
00a0	20	500	120	30	1856,52	1877,52
000A	20	500	150	40	3578,25	3456,18
----+	0	100	120	40	3507,21	3467,86
----	0	100	120	20	2339,62	2474,34
0000	20	500	150	30	2313,93	2367,81
+---+	40	100	180	40	3107,66	3224,04
---+	0	100	180	20	2286,35	2269,08
++-+	40	900	120	40	3018,87	2959,37
----+	0	900	180	40	2894,56	2893,67
---+	0	100	180	40	3409,54	3423,53
0a00	20	100	150	30	3188,38	3051,90
0A00	20	900	150	30	2609,89	2690,17
0000	20	500	150	30	2186,12	2367,81

Si le R^2 se rapproche de 1, le modèle exprime une forte puissance d'explication. Si par contre R^2 se rapproche de 0 le modèle présente une faible capacité d'explication. Le coefficient de détermination de 0,97 pour le modèle des CPT, confirme et indique de hautes significativités de modèle de réponse. En d'autre terme, la puissance d'explication de modèle de CPT est de 97 %.

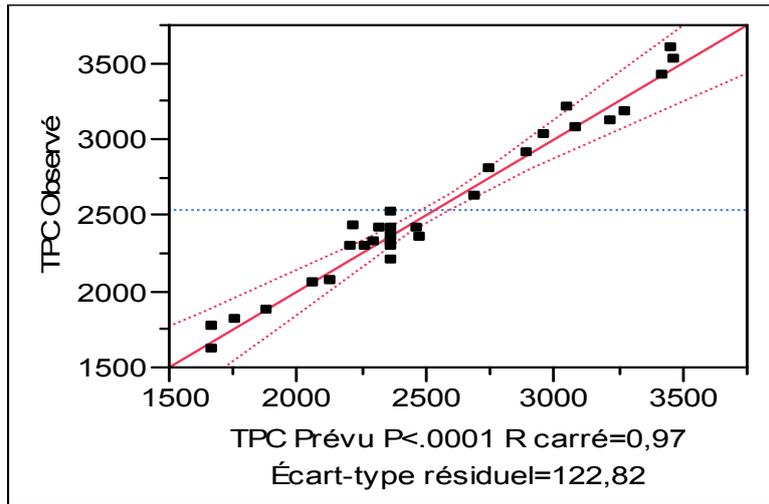


Figure N°10: Graphique de valeur observée en fonction de valeur prévue pour la teneur en CPT.

II.2. Modèle globale

L'analyse de la régression de modèle CPT indique que le carré de moyenne de modèle est supérieur au carré de moyenne de résidus (**Tableau N° X**). Par ailleurs, les rapports de Fisher indiquent de valeur de 37,6481 pour le modèle de CPT, correspondant à de probabilité de 0,0001. D'après ce résultat, nous pouvons conclure que le modèle exprime de forte significativité vis-à-vis des réponses expérimentales des CPT.

Tableau N°X: Analyse des défauts d'ajustement pour les CPT de cladode de cactus

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Modèle	14	7950278,8	567877	37,6481
Résidus	15	226257,2	15084	Probe. > F
Total	29	8176536,0		<,0001

* Valeurs statistiquement significatives ($P < 0,05$)

II.3. Manque d'ajustement

Le **tableau N°XI** indique des rapports des carrés de moyenne de défaut d'ajustement et d'erreur pure (Rapport F) de 1,4737 correspondant aux probabilité de 0,3502. Ce qui indique que le défaut d'ajustement de modèle n'est pas significatif. Lorsque le test de défaut d'ajustement est non significatif, le modèle est jugé bon. A partir de défaut d'ajustement, le modèle quadratique de CPT est de fortes puissances d'explication des résultats expérimentaux et est jugé bon.

Résultats & discussion

Tableau N°XI: Analyse des défauts d'ajustement pour les CPT de cladode

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Manque d'ajustement	10	168937,77	16893,8	1,4737
Erreur pure	5	57319,45	11463,9	Prob. > F
Erreur totale	15	226257,22		0,3502
				R carré max.
				0,9930

* Valeurs statistiquement significatives (P < 0,05)

II.4. Modèle mathématique

Les effets des quatre paramètres (X_1 : concentration du solvant, X_2 : puissance, X_3 : temps d'irradiation et X_4 : le ratio) ainsi que leurs interactions sur les réponses d'extraction des CPT des cladodes de figuier de barbarie.

Connaissant les valeurs du coefficient de a_0 , les coefficients linéaires, les coefficients des interactions et quadratiques de chaque facteur, ces valeurs sont rapportées dans la fonction des CPT, le modèle mathématique postulé (équation 1) est un modèle polynomial de second degré présenté par la relation suivante :

$$\text{CPT} = 2367,81 - 180,8615X_2 - 102,9085X_3 + 496,48539X_4 - 85,73807X_2X_3 + 503,2249X_2^2 - 593,1999X_3^2 + 591,8806X_4^2 \dots\dots\dots(1)$$

II.5. Effet des facteurs

○ **Effet linéaire**

L'équation 1 montre que les facteurs qui influencent d'une manière hautement significative sur l'extraction des CPT par MAE est la concentration du constante avec une probabilité $P < 0,0001$; puissance X_2 avec une probabilité $p < 0,0001$; temps X_3 avec une probabilité $p < 0,0029$ et le ratio X_4 avec une probabilité $p < 0,0001$.

○ **Effet quadratique :**

L'effet quadratique X_2^2 (puissance*puissance), X_3^2 (temps*temps), X_4^2 (ratio*ratio) influencent d'une manière significative sur la teneur en CPT avec des probabilités respectivement de $P < 0,0001$; $p < 0,0001$ et $p < 0,0001$.

○ Effet d'interaction

L'interaction $X_2 * X_3$ (puissance*temps), est significative sur l'extraction des CPT avec une probabilité de $P < 0,0137$. Alors que, les interactions $X_1 * X_2$ (solvant*puissance), $X_2 * X_4$ (puissance*ratio) ; $X_3 * X_4$ (temps*ratio) ne sont pas significatives.

II.6. Analyse des modèles de surface de réponse

La meilleure façon d'exprimer l'effet de toute variable indépendante sur l'extraction des CPT est de générer des tracés de réponse de surface des modèles, qui ont été réalisés en faisant varier deux variables dans la plage expérimentale à l'étude et en maintenant l'autre variable à son niveau central (niveau 0) (Lu et al., 2011 ; Ghoreishi et Heidari, 2013).

La **figure N°11-A** illustre la représentation tridimensionnelle des effets de la concentration du solvant (X_1) et de la puissance d'irradiation (X_2) sur l'extraction CPT des cladodes de figuier de barbarie. La concentration du solvant exerce un effet significatif sur la teneur en CPT. L'examen de graphique n'a pas montré l'existence des niveaux de concentration optimaux pour la CPT. Ceci est dû à l'absence de l'effet quadratique de la concentration du solvant. L'estimation du coefficient pour le terme quadratique de la concentration du solvant est plus élevé à la fois pour les CPT et par rapport au terme quadratique de puissance d'irradiation. Ces résultats ont été également corroborés par les résultats de l'ANOVA.

La polarité joue un rôle important dans l'extraction des antioxydants. L'augmentation de la concentration d'éthanol provoque une diminution de sa polarité, ce qui favorise l'extraction des composants moins polaires (Cheok et al., 2012). En outre, l'augmentation de la concentration de l'éthanol favorise la dégradation des membranes cellulaires qui améliore la perméabilité du solvant dans la matrice solide (Vatai et al., 2009). Néanmoins, à une très forte concentration en éthanol, la polarité résultante est inappropriée pour l'extraction d'antioxydants.

Les effets de la concentration du solvant (X_1) et du temps d'irradiation (X_3) sur l'extraction du CPT sont représentés dans le **Figure N°11-B**. D'après la figure, la concentration du solvant et le temps d'irradiation affectent fortement l'extraction des antioxydants. L'examen de graphe de la **figure N°11-B** n'a pas montré l'existence des niveaux optimaux de concentration pour le CPT. Cela est dû à l'absence de l'effet d'interaction de la concentration du solvant et du temps d'irradiation. L'estimation des coefficients d'interaction de la concentration du solvant et du temps d'irradiation n'étaient pas

Résultats & discussion

statistiquement significatifs pour les CPT. Cependant, l'interaction entre les deux facteurs a été observée pour le CPT. Ces résultats sont également appuyés par les résultats de l'ANOVA.

Les effets de la concentration du solvant (X_1) et de ratio (X_4) sur l'extraction du CPT sont représentés dans le **Figure N°11-C**. D'après la figure, la concentration du solvant et le ratio ont un impact sur l'extraction des CPT. L'examen de graphe de la **figure N°11-C** n'a pas montré l'existence des niveaux optimaux de concentration pour le CPT. Cela est dû à l'absence de l'effet d'interaction de la concentration du solvant et de ratio.

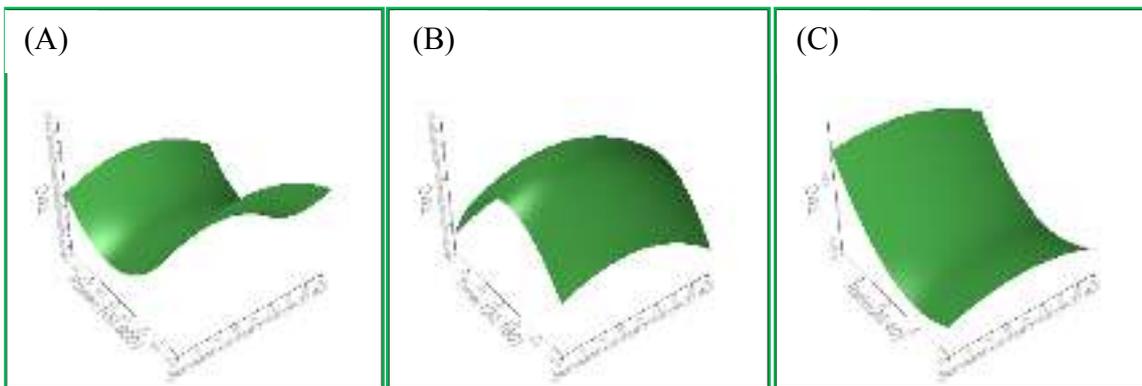


Figure N°11 : Graphiques de surfaces de réponse des cladodes de cactus

II.7. Validation expérimentale du modèle

Afin de vérifier la capacité prédictive du modèle, les conditions optimales ont été déterminées en utilisant la désirabilité maximale (**Figure N°12**). Ces conditions ont été utilisées pour l'extraction des CPT. Les résultats des conditions optimales, pour obtenir la plus grande teneur en composés phénoliques totaux maximale, sont 14% pour la concentration de l'éthanol, 100 Watt pour la puissance d'irradiation, 150 s pour le temps d'irradiation et 40 mL/g pour le ratio. Dans ces conditions optimales, la valeur prédite était de 4146,774 mg EAG/100 g pour les CPT. Ce résultat prédit est en accord avec la valeur expérimentale pour le CPT (3924,52 mg EAG /100g MS).

Résultats & discussion

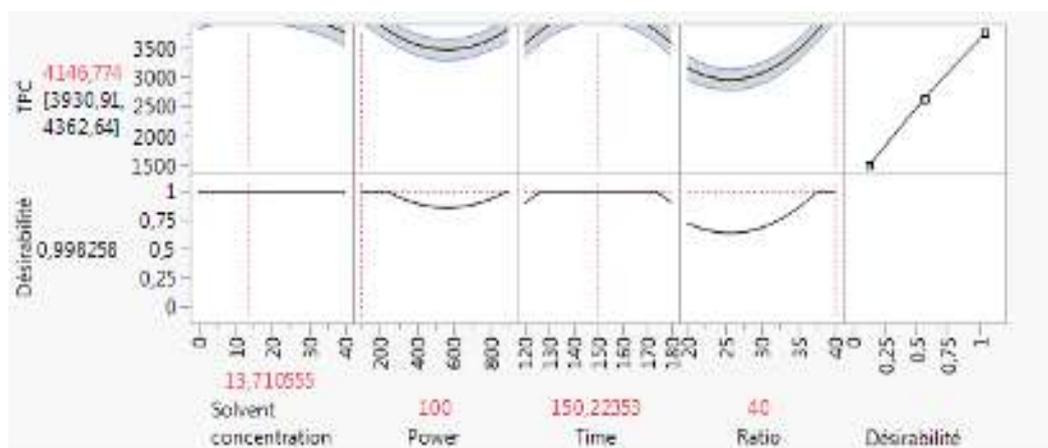


Figure N°12 : Profileur de prévision avec la désirabilité maximale.

III. Analyses phétochimiques

Les résultats des analyses phétochimiques d'extrait de cladodes optimisé sont illustrés dans le tableau suivant :

Tableau N° XII : Analyses phétochimiques du cladode d'espèce *Opuntia ficus-indica* concernent: tannins condensés, flavonoïde.

Paramètres	Résultats
Polyphénols totaux (mg EAG/100 g MS)	3924,52 ± 75,86
Flavonoïdes (g EQ/100 g MS)	0,048 ± 0,0011
Tanins (mg ECA/100 g MS)	477,028 ± 28,06

○ Polyphénols totaux

La valeur obtenue pour les polyphénols totaux est de 3924,52 ± 75,86 mg EAG/100 g MS. Cette valeur ne rentre pas dans la gamme rapportée par **Cardador-martinez et al. (2011)** dont les résultats varient de 337 à 460 mg EAG/ g MS. De même, **Halmi et al. (2015)** ont trouvé une valeur inférieure qui est de 35,2 ± 0,64 mg EAG/g, en analysant les extraits aqueux de la poudre de cladodes de figuier de barbarie

La teneur phénolique d'une plante dépend d'un certain nombre de facteurs intrinsèques (génétiques) et extrinsèques (conditions climatiques, les pratiques culturelles, la maturité et la récolte) (**Pods edek, 2007**).

Résultats & discussion

○ Flavonoïdes totaux

La valeur obtenue pour les flavonoïdes est de $0,048 \pm 0,0011$ g EQ/100 g MS. Cette valeur est proche à celles rapportées par **Cardador-Martínez et al.(2011)** et qui sont comprises entre 0,046 et 0,05 g ECa/100 g MS.

Il est à noter que, la teneur en flavonoïdes est souvent exprimée en différents standards équivalents (quercétine, rutine, catéchine). En outre, la teneur en flavonoïdes des cladodes du figuier de barbarie varie entre les cultivars, mais dépend surtout de la période de collecte car elle est fortement corrélée aux conditions environnantes (**Maataouiet al., 2006; Alves et al., 2017**).

○ Tanins condensés

La moyenne des tannins condensés évalués dans cette étude est de $477,028 \pm 28,06$ mg ECA/100g MS. Une teneur de 0,07 mg/g poids frais dans les cladodes entiers est rapportée par **Haj Sdok et al. (2008)**.

La différence en quantité de tanins dans les nopals serait liée à la période de collecte, sachant que leur production est stimulée par le stress climato-pédologique (sécheresse, sol, UV, prédation) (**Skadhaageet al., 1997; Chentliet al., 2015**).

IV. Activité antioxydante

L'utilisation de plusieurs tests antioxydants complémentaires est utile afin d'évaluer le potentiel antioxydant des extraits (**Ksouri et al., 2009**). La mise en évidence du pouvoir antioxydant de l'extrait optimisé de cladodes a été réalisée par quatre techniques chimiques (le piégeage du radical libre DPPH^{*}, la capacité antioxydant totale (AAT), la réduction de fer, et l'activité scavenger du radical ABTS^{**} et les résultats obtenus sont consignés dans le tableau suivant :

Tableau N° XIII : Résultats de l'activité antioxydants réalisée pour l'extrait optimisé de cladodes.

Tests antioxydants	La moyenne des IC ₅₀ (mg/mL)
DPPH	150,71±8,13
AAT	4,08 ± 0,1
FRAP	26,67±0,25
ABTS	79,55±13,32

Résultats & discussion

○ **Activité scavenger du radical DPPH***

L'activité anti-oxydante d'extrait est exprimée en IC_{50} , qui est déterminée graphiquement à partir des droites représentant les pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations croissantes de l'extrait. Les résultats obtenus pour le test de DPPH, exprimés en termes de concentration inhibitrice de 50% des radicaux (IC_{50}), sont présentés dans **l'annexe N°VI**.

Lee et al. (2002) ont signalé une IC_{50} pour l'extrait des cladodes Coréens avec une inhibition complète du radical DPPH* à 15 $\mu\text{g/mL}$ qui est très faible par rapport à la valeur ($150,71 \pm 8,13 \text{ mg/mL}$) révélé dans cette étude.

Cette variation peut expliquer que l'activité antioxydant des extraits dépend essentiellement du taux de polyphénol et flavonoïdes accumulés durant le cycle végétatif de la plante (**Bourda et al., 2001**), il peut également être attribué à la méthode d'extraction et au type de solvant utilisé.

○ **Activité antioxydant totale (AAT)**

Le test de l'AATest contrairement aux autres tests d'évaluation de l'activité antioxydant est une méthode quantitative qui permet d'évaluer la capacité antioxydant totale d'un extrait (**Cherfia et al., 2020**). La capacité antioxydant totale d'extrait étudié est estimée à partir de la moyenne de différentes équations des courbes d'étalonnages (**Annexe N°VI**).

À partir de ces équations, nous avons pu déterminer que l'extrait de cladodes de figuier de barbarie révèle une activité antioxydant totale égale à $4,08 \pm 0,1 \text{ mg/mL}$.

L'AAT d'un extrait éthanolique de fleurs d'*Opuntia ficus indica* a été évaluée par **Brahmi et al. (2022)** mais ils ont exprimé les résultats en équivalent trolox ($80,8 \pm 4,17 \mu\text{mol ET/g PS}$).

Selon **Fidrianny et al. (2015)**, la capacité antioxydant totale pourrait être liée au contenu phénolique total, y compris les acides phénoliques.

○ **Pouvoir réducteur de fer**

Dans ce test, la présence d'antioxydants dans l'extrait de cladodes d'*Opuntia* réduit la forme ferrique du fer (complexe Fe^{3+} /ferricyanure) dans la solution jaune initiale, à la forme ferreuse (Fe^{2+}) qui change la solution en différentes nuances de vert et bleu (Bleu de Prusse de Perl), en fonction du pouvoir réducteur de chaque extrait (**Amarowicz et al., 2004**). Ainsi, la réaction réductrice est évaluée en surveillant l'augmentation de la couleur bleue à 700 nm.

Résultats & discussion

Une absorbance plus élevée indique un pouvoir réducteur plus élevé, ce qui reflète une activité anti-oxydante plus haute (**Jayaprakash et al., 2001; Chung et al., 2002; Mabrouki et al., 2015**).

La valeur d'IC₅₀ du FRAP trouvée pour l'extrait étudié est de 26,67±0,25 mg/mL qui est plus élevée par rapport à celle observée pour l'acide ascorbique par **Benyagoub et al. (2015)** (IC₅₀= 0,063 ± 0,002 mg/mL).

D'après **Brand-Williams et al. (1995)** la nature des composés phénoliques pourrait être un facteur qui influe sur son potentiel antioxydant.

○ **Activité scavenger du radical ABTS^{•+}**

La capacité antioxydant est principalement liée aux composés capables de lutter contre la formation de radicaux libres. L'ABTS est un test largement utilisé pour déterminer la capacité antioxydant des aliments et évalue leur capacité à donner des atomes d'électrons et d'hydrogène. La valeur d'IC₅₀ d'extraits été calculée en vue de déterminer la concentration qui réduise 50% des radicaux libres.

Il a été proposé que les aliments et les extraits de plantes crus avec des valeurs d'IC₅₀ < 50 µg/mL exercent une grande capacité antioxydant (**Figueroa-Pérez et al., 2018**).

La valeur obtenue est des 79,55±13,32 mg/mL > 50µg/mL ce qui donne une activité antioxydant faible pour l'extrait de cladode étudié.

V. Analyse sensorielle des crèmes cosmétiques hydratantes

L'analyse sensorielle comprend une variété d'outils puissants et sensibles pour mesurer les réponses humaines aux aliments et autres produits (**Drake, 2007**). Ce test a permis de déterminer les caractéristiques de profil sensoriel de notre produit. Pour cela, quatre types de produits parmi les différents essais effectués ont été sélectionnés et seront notés sur une échelle de 1 à 9 pour évaluer l'intensité de chaque descripteur.

Les quatre produits à comparer sont formulés avec les mêmes ingrédients (eau distillé, huile de paraffine, émulsifiant naturel, poudre de cladode et un conservateur).

- Crème 1 (A): à base de 0,5% de poudre de cladodes.
- Crème 2 (B) : à base de 0,25% de poudre de cladodes.
- Crème 3 (C) : à base de 1,25% de poudre de cladodes.
- Crème 4 (D) : à base 0% de la poudre de cladodes (contrôle).

V.1. Pouvoir discriminant par descripteur “attribut sensoriel”

Ce test permet de représenter les attributs sensoriels des produits testés par un des experts, classés par ordre de p-value du plus discriminant au moins discriminant, et les résultats sont présentés dans la figure N°13 ci-dessous.

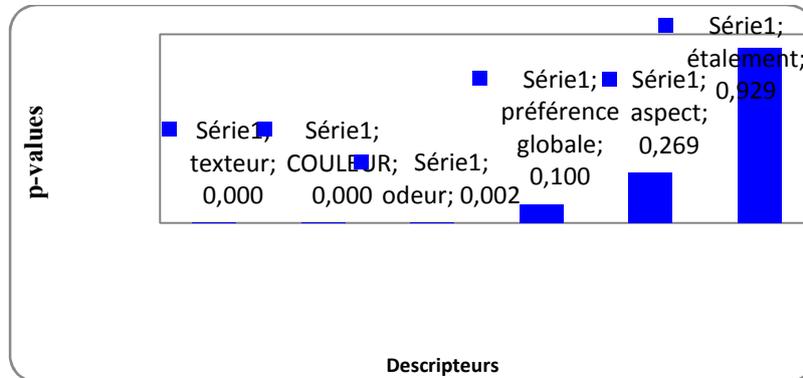


Figure N°13 : Pouvoir discriminant par descripteur, des quatre produits préparés.

La figure N°13 présente les descripteurs ordonnés du plus discriminant au moins discriminant pour les quatre produits préparés de la crème. A partir de ces résultats, il est noté que les attributs ‘texture’, ‘couleur’ et ‘odeur’, sont les descripteurs les plus discriminants, c’est-à-dire que les sujets d’expert ont constaté une grande différence au niveau de ces attributs sensoriels pour les quatre crèmes. C’était l’un des facteurs les plus importants dans le choix d’un produit.

L’attribut ‘aspect’, est un pouvoir discriminant moins fort, ce qui s’explique par l’existence des mineurs différences entre les produits de crème en ce qui concerne cet attribut. Alors que, le descripteur ‘étalement’ est le moins discriminé ce qui explique que les membres des experts n’ont pas constaté de différences entre les échantillons au niveau de ces descripteurs.

V.2. Coefficient des modèles

Pour chaque descripteur et chaque produit de ce test, les coefficients du modèle ont été sélectionnés. Les résultats des coefficients du modèle sont présentés dans les figures ci-dessous 16 (A, B, C et D), ci-dessous.

Résultats & discussion

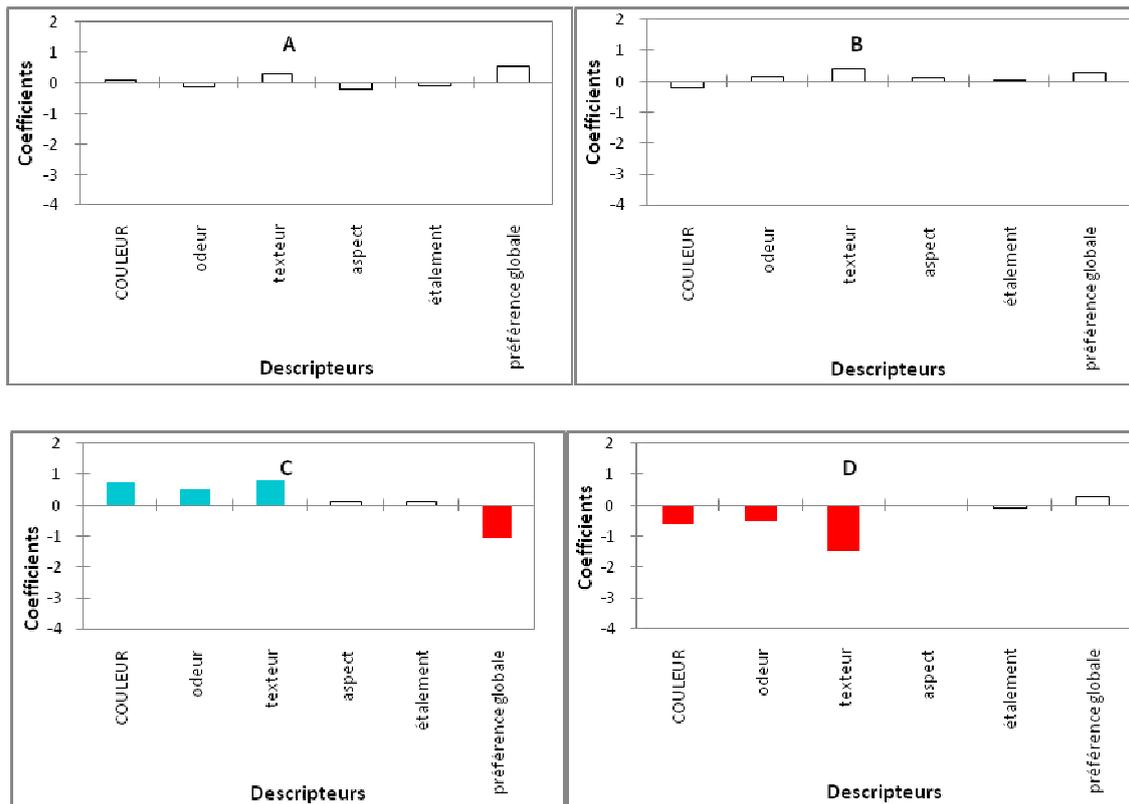


Figure N°14 : Coefficients des modèles des crèmes codées A, B, C et D.

Les représentations graphiques, mentionnées ci-dessus permettent de visualiser et de définir l'appréciation /non appréciation des descripteurs (attributs sensoriels) des produits de crèmes testées par des experts comme suit :

- En couleur bleu, les coefficients dont les caractéristiques sont significativement positives, ce qui signifie que les attributs sensoriels ont été appréciés ;
- En couleur rouge, les coefficients dont les caractéristiques sont significativement négatives, ce qui signifie que les caractéristiques n'ont pas été appréciées ;
- En couleur blanche, les coefficients dont les attributs sensoriels ne sont pas significatifs, ce qui signifie que les attributs sensoriels n'ont pas été appréciés.

A partir de résultats obtenus, la crème codée en C est caractérisée par sa "couleur", son "odeur", et sa "texture" (en couleur bleu dans le graphique), ce qui signifie que ces descripteurs ont été appréciés par les experts. Contrairement au descripteur "préférence globale" ; qui est représenté en rouge, ce qui signifie qu'il n'a pas été apprécié par les jurys experts. Le reste des descripteurs telles que "étalement" et "aspect", sont en blanc, cela montre qu'ils n'ont pas été détectés par l'ensemble des experts.

Résultats & discussion

Concernant la crème en D, elle est caractérisée par “odeur, couleur et texture” qui sont présentés en rouge, ce qui signifie qu’elle n’a été pas appréciée par les jurys experts. Les autres descripteurs tels que “aspect, étalement, préférence globale” sont en blanc, cela montre qu’ils n’ont pas été détectés par les experts.

Les crèmes codé en A et B sont caractérisées par les attributs “couleur, odeur, aspect, texture, étalement, préférence globale” qui sont désignés en blanc, cela montre qu’ils n’ont pas été détectés par les experts.

V.4. Moyennes ajustées par produit

Le but de ce test est de définir une moyenne ajustée calculée pour chaque couple descriptif du produit. Les résultats moyens après ajustement du produit sont présentés dans le tableau N°XIV.

Tableau N°XIV: Moyennes ajustées par produit.

	Odeur	Etalement	Couleur	Texteur	Aspect	préférence globale
C	2,500	1,700	2,600	3,500	1,500	5,550
B	2,100	1,600	1,600	3,100	1,500	6,900
A	1,800	1,500	1,900	3,000	1,200	7,150
D	1,400	1,500	1,200	1,200	1,400	6,900

Le tableau permet de faire ressortir les moyennes quand les différents produits et caractéristiques (attributs sensorielles) sont croisés.

Les résultats des moyennes ajustées par produit sont représentés comme suit :

- Les cellules en bleu sont les moyennes qui sont significativement supérieures à la moyenne globale, et donc les descripteurs ont un effet discriminant significativement positif sur le produit.
- Les cellules en rouge sont les moyennes qui sont significativement inférieures à la moyenne globale, et donc les descripteurs ont un effet discriminant significativement négatif sur le produit.
- Les cellules en blanc sont les moyennes qui ne sont pas significatives, et donc les descripteurs n’ont aucun effet discriminant sur les produits.

Résultats & discussion

Ces notes obtenues sont illustrées dans la figure N° 15 suivante :

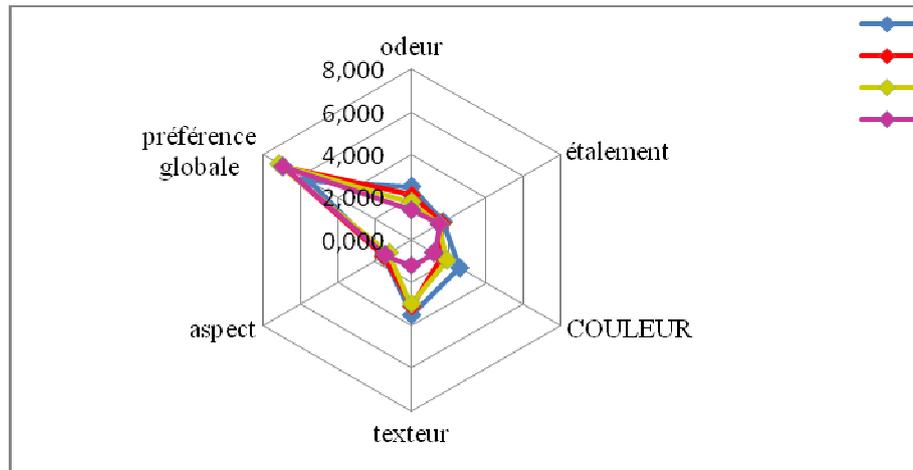


Figure N° 15: Spider graphe de l'analyse sensorielle des crèmes A, B, C et D.

Le tableau N°XIV montre que y'en a des moyennes des notes qui sont différentes comme y'en a d'autres qui sont identiques pour les quatre échantillons. Cependant, certaines moyennes sont assez proches comme pour le cas des échantillons B et C concernant l'odeur (2,100 et 2,500) et l'étalement (1,600 et 1,700).

V.5. Cartographie externe de préférence (PREFMAP)

En analyse sensorielle, le principe de la cartographie des préférences est d'établir un espace multidimensionnel, qui représente la carte des références, les courbes de niveau et le tableau de pourcentage des juges satisfaits pour chaque produit (Tableau N°XV).

Tableau N°XV : Pourcentage de juges satisfaits pour chaque objet.

Objet	%
A	63%
B	25%
C	13%
D	75%

Résultats & discussion

La figure suivante illustre la courbe des niveaux et la carte de préférence.

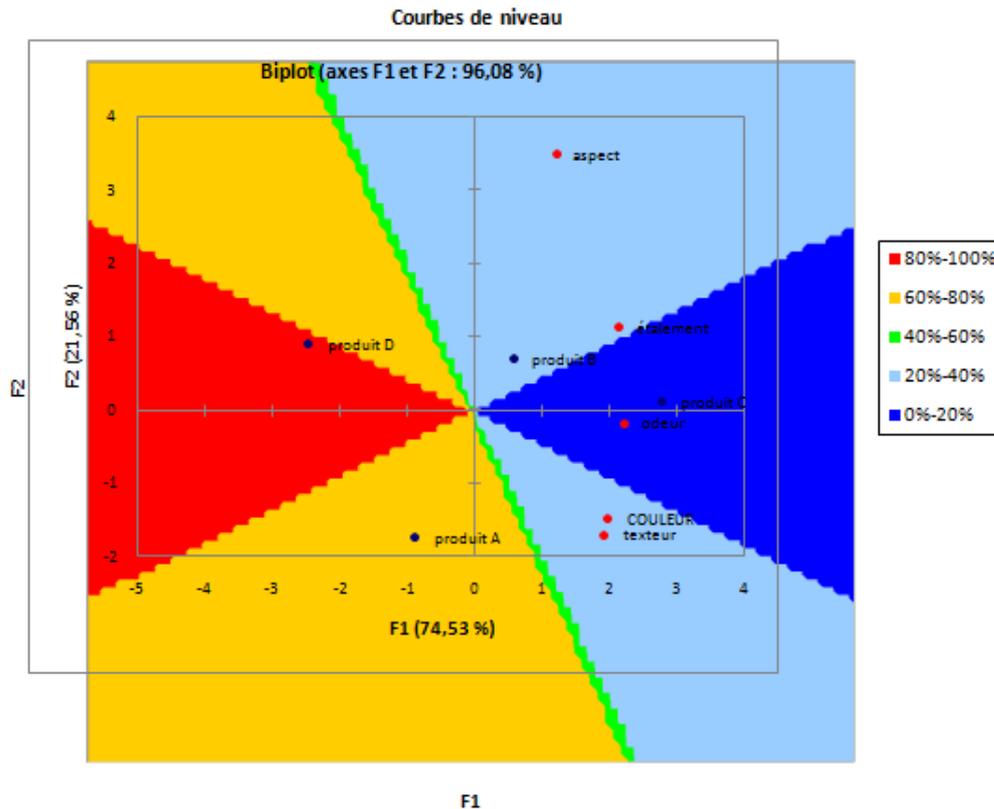


Figure N°16 : Courbe de niveau et carte des préférences des crèmes à base de poudre de cladodes de cactus.

D'après les résultats obtenus (figure N°16), la crème D est la plus appréciée, 75% des juges ont préféré cet échantillon ; suivie de la crème A (63%). La crème B est appréciée uniquement par 25% des juges, cela est dû à son étalement qui ne se fait pas bien sur la peau et son aspect hétérogène. La crème C est la moins appréciée et seulement 13% des juges ont apprécié cette crème, cela est dû à son odeur forte, sa couleur foncée, et sa texture granuleuse.

Conclusion & perspectives

Conclusion & perspectives

Dans n'autre travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de la composition phénolique et des propriétés anti-oxydantes des cladodes de l'espèce *Opuntia ficus indica*. C'est un cactus qui a l'aptitude de vivre avec une faible quantité d'eau et de supporter une longue période de sécheresse ce qui explique la teneur en eau % est de $93,63 \pm 0,36$ retrouvée dans l'échantillon. La teneur en cendres % a été plus importante pour les cladodes ($23,54 \pm 0,51$). Le potentiel d'hydrogène pH est de $6,69 \pm 0,01$ et le degré de Brix ($^{\circ}$ Brix) est de $4,75 \pm 0,07$.

Un plan d'expérience qui fait appel à la méthodologie de la surface de réponse a été utilisé pour optimiser les conditions expérimentales en analysant l'influence de : Solvant de concentration, la puissance, le temps et le ratio et le facteur de réponses les polyphénols totaux. Les résultats obtenus ont montré que les cinétiques de réaction suivent un modèle polynomial de second ordre.

L'optimisation des conditions d'extraction par micro-onde des polyphénols totaux nous a permis d'avoir les meilleures conditions de leur extraction qui sont de : une concentration en éthanol de 14%, une puissance de 100 W, un temps de 150 s et un ratio de 1/40 g/ml.

L'analyse de l'extrait optimisé a donné la teneur des composants essentiels pour avoir une caractérisation globale du cladode. Les analyses effectuées sont : teneur en polyphénols ($3924,52 \pm 75,86$ mg EAG/100 g MS), flavonoïdes ($0,048 \pm 0,0011$ g EQ/100 g MS), tannins condensés ($477,028 \pm 28,06$ mg ECA/100 g MS), protéines ($0,044 \pm 0,001$ g EBSA/100 g), et sucres totaux ($0,09 \pm 0,01$ g EGlu/100 g).

Afin de valoriser le cladode, une analyse qui prend de plus en plus d'ampleur dans le monde médical et cosmétique a été réalisée et qui est l'activité anti-oxydante. Le pouvoir des antioxydants naturels du cladode à piéger les radicaux libres a été testé selon quatre méthodes : DPPH, FRAP, ABTS et AAT. Les résultats sont exprimés en IC_{50} (mg/mL) et sont comme suit : DPPH ($150,71 \pm 8,13$), FRAP ($26,67 \pm 0,25$), ABTS ($79,55 \pm 13,32$) et AAT ($4,08 \pm 0,1$).

Une crème cosmétique hydratante pour mains est préparée à différentes concentrations de la poudre de cladodes (0,25 ; 0,5 et 1,25%) et les résultats des analyses sensorielles ont révélé que 75% des juges ont préféré la crème préparée sans poudre de cladodes, suivie de celle préparée à base de 0,5% de la poudre (63%).

Conclusion & perspectives

En perspectives, il serait intéressant de compléter ce travail par :

- L'identification de la composition phénolique de l'extrait optimisé par des méthodes performantes telle que la LC/MS.
- L'optimisation des conditions d'extraction de d'autres composants et par d'autres techniques.
- L'évaluation de d'autres activités biologiques telles que l'activité antimicrobienne, anti-inflammatoire, antidiabétique....
- L'analyse complète des crèmes cosmétiques hydratants naturelset leur control de qualité.
- L'élaboration de d'autres produits cosmétiques à base de cladodes de figuier de barbarie.

Annexes

Annexe I : Produits chimiques, réactifs, solvants organiques, et sels utilisés

- Persulfate de potassium ($K_2S_2O_8$) (2,45 mM)
- Tampon phosphate(NaH_2PO_4) (0,2 M) (pH = 6,6)
- Ferricyanure de potassium ($K_3Fe(CN)_6$) (1 %)
- Acide trichloroacétique ($C_2HCl_3O_2$)(10%)
- Chlorure ferrique ($FeCl_3$)
- Acide sulfurique(H_2SO_4) (0,6 M)
- Phosphate de sodium(Na_3PO_4) (28 mM)
- Molybdate d'ammonium($(NH_4)_2MoO_4$) (4 mM)
- DPPH• ($1 \cdot 10^{-3}$ mM)
- Catéchine
- Vanilline
- Chlorhydrique concentré (HCl)
- Aluminium chloride($AlCl_3$) (2%).
- Quercétine
- Acide gallique
- Folin-Ciocalteu
- Glucose
- BSA
- Coomassie brillant bleu G-250
- Acide phosphorique (H_3PO_4) (85%)
- L'huile de paraffine
- Emulsifiant naturel

Annexe II : Appareils et matériels utilisés

Matériels
Papier filtre (wattman)
Spatule (petit et grand format)
Parafilm
Micropipettes
Bechers
Cuves du spectrophotomètre
Tubes a imolise
Eprouvettes
Embouts jaunes et bleus
Fioles
Balons

Appareils
Micro-onde
Bain-Marie
Agitateur non chauffante
Congélateur et Réfrigérateur
Spectrophotomètre
Centrifugeuse (grande et petite)
Balance de précision
Four à moufle
Etuve ventilée
Etuve simpl
Vortex
pH metre
Réfractomètre

Annexe III : Photographie des étapes de préparation de la crème hydratante naturel



Annexe IV : Questionnaire d'évaluation sensorielle

Questionnaire d'évaluation sensorielle de quatre échantillons de crème hydratante

Sexe :

- **Femme :**
- **Homme :**

Age :

Date :

Quatre échantillons de crème hydratante codés **A**, **B**, **C**, et **D** vous sont présentés, il vous est demandé d'évaluer différentes caractéristiques, et d'attribuer une note de 1 à 9 pour chaque caractéristique et chaque échantillon selon votre préférence sur l'échelle suivante :

1. Couleur :

- 1 : Claire
- 2 : Moyenne
- 3 : Foncé

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

Attribuez une note de 1 à 9 pour chaque échantillon selon votre préférence par rapport à la couleur :

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

2. Odeur :

- 1 : Faible
- 2 : Moyenne
- 3 : Forte

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

Attribuez une note de 1 à 9 pour chaque échantillon selon votre préférence par rapport à l'odeur :

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

3. Texture :

- 1 : Très lisse
- 2 : Lisse
- 3 : Moyenne
- 4 : Granuleuse
- 5 : Très granuleuse

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

--	--	--	--

Attribuez une note de 1 à 9 pour chaque échantillon selon votre préférence par rapport à la texture :

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

4. Aspect

- 1 : Homogène
- 2 : Hétérogène

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

Attribuez une note de 1 à 9 pour chaque échantillon selon votre préférence par rapport à l'Aspect :

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

5. Etalement

- 1 : Bon
- 2 : Excellent
- 3 : Mauvais

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

Attribuez une note de 1 à 9 pour chaque échantillon selon votre préférence par rapport à l'étalement :

Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

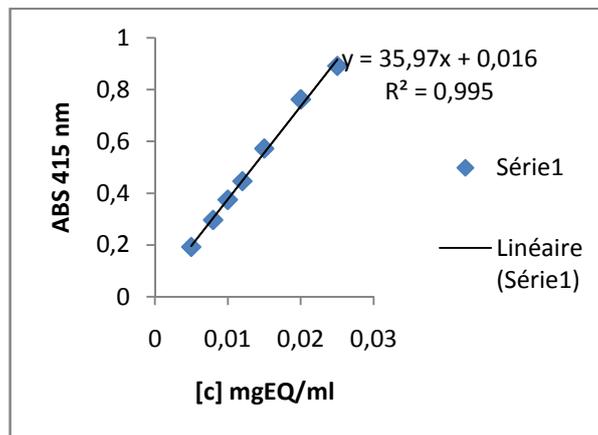
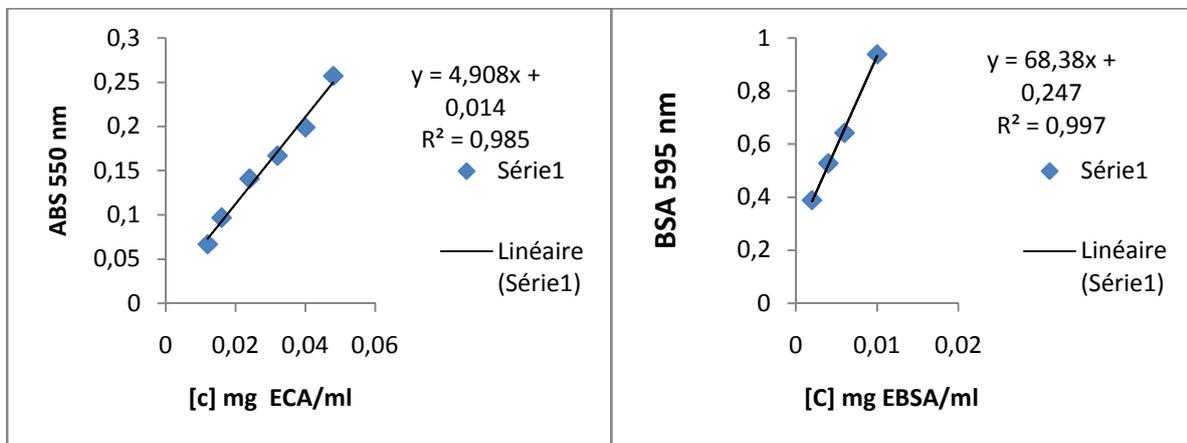
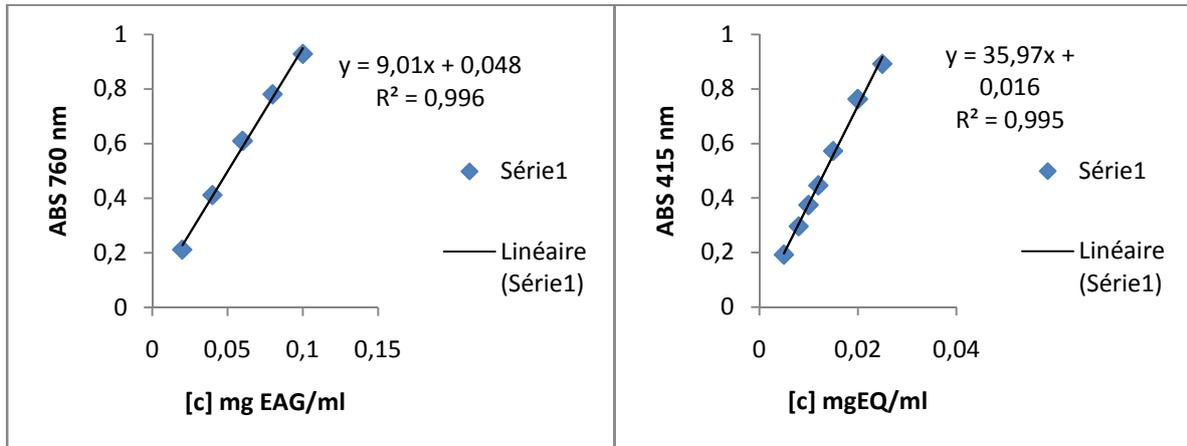
6. Quels est l'échantillon préféré vous :

Attribuer une note de 1 à 9 pour chaque échantillon selon votre préférence sur l'échelle

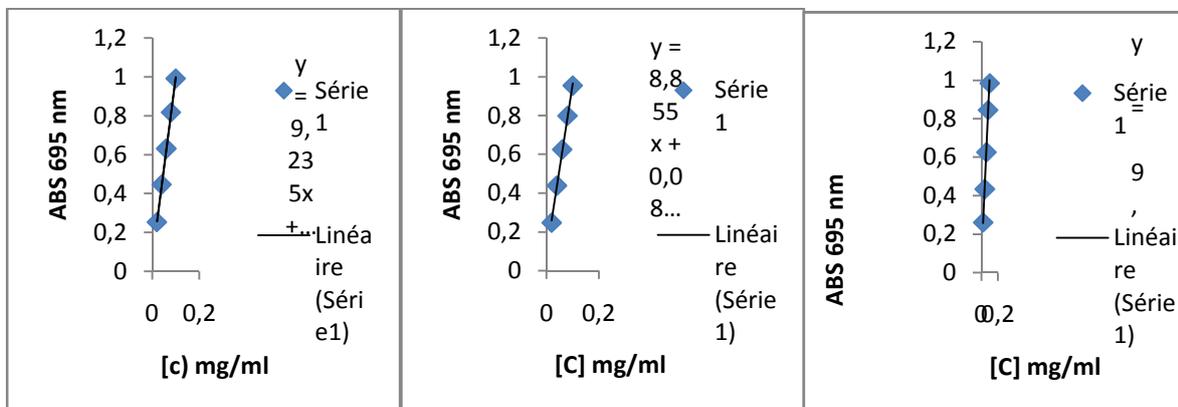
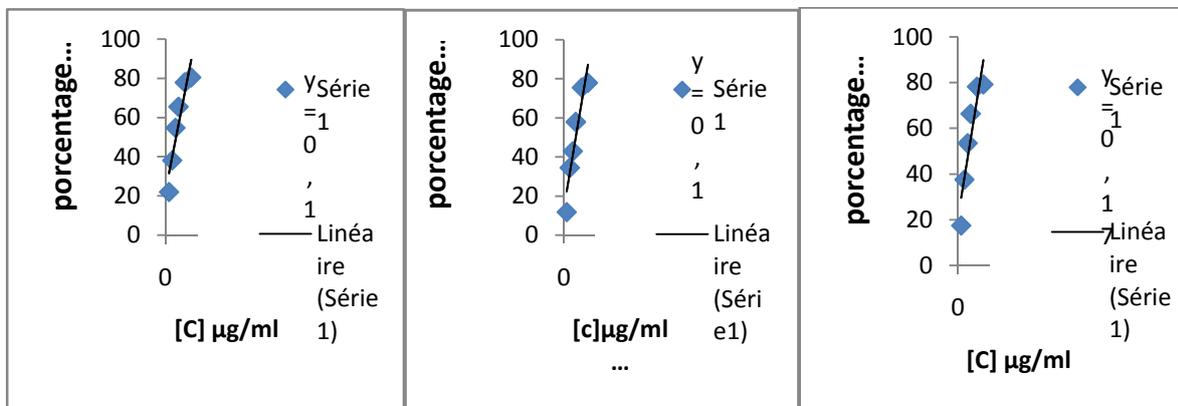
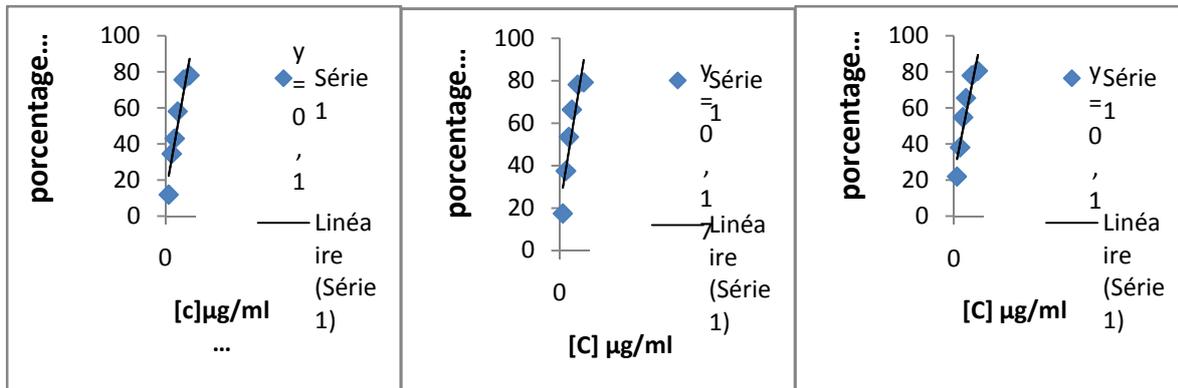
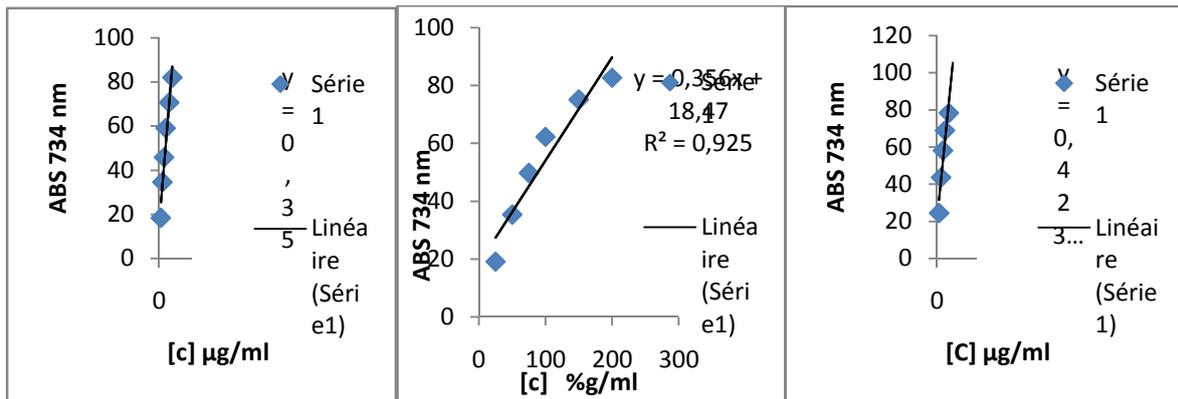
Echantillon A	Echantillon B	Echantillon C	Echantillon D

« Merci pour votre participation »

Annexe V : Courbes d'étalonnages d'acide gallique, quercétine, catéchine, BSA et le glucose.



Annexe VI : Courbes pour la détermination des IC₅₀



Liste des références

- Abidi, S., Salem, H. B., Vasta, V., & Priolo, A. (2009).** Supplémentation en orge ou cactus sans épine (*Opuntia ficus indica* f. inermis) cladodes sur la digestion, la croissance et la composition en acides gras intramusculaires chez les moutons et les chèvres recevant du foin d'avoine. *Small Ruminant Research*, 87(1-3), 9-16.
- Arba, M. (2009, May).** Le cactus opuntia une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc. In Actes du Symposium International AGDUMED-durabilité des systèmes de culture en zone méditerranéenne et gestion des ressources en eau et en sol (pp. 14-16). Rabat: Cana Print.
- Adjeroud N., Dahmoune F., Merzouk B., Leclerc J.P., Madani. (2015).** Improvenet of electrocoagulation-electroflotation treatment of effluent by addition of *Opuntia ficus-indica* pad juice. *Separation and purification Technology*. 144 : 168-176.
- Adjeroud N., Elabbas S., Merzouk B., Hammoui Y., Felkai-Haddache L., Remini H., Leclerc J.P., Maddani K. (2018).** Effect of *Opuntia ficus-indica* mucilage en copper removal from water by electroagulation-electrofolotation technique. *Journal of Electroanalytical Chemistry*. 811 : 26-36.
- Adjeroud-Abdellatif N., Hammoui Y., Boudria A., Agzb S., Choulak F., Leclerc J.P., Merzouk B., Madani K. (2020).** Effect of natural coagulant extract from *Opuntia ficus-indica* cladode on electroagulation-electrofolotation water treatment process. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, doi.org/10.1080/03067319.2020.1804889.
- AFNOR, P. A. A. (1970).** Directives Generates pour le Dosage de l'Azote avec Mineralisation selon la Methode de Kjeldahl. *Norme Française V03-050*.
- Agroligne. (2016).** Mai / Juin. Figue de barbarie, un cactus de richesses, Algérie. Disponible sur : https://www.agroligne.com/IMG/pdf/Agroligne_N_100web.pdf .
- Ali-Rachedi, F., Meraghni, S., Touaibia, N., & Mesbah, S. (2018).** Analyse quantitative des composés phénoliques d'une endémique algérienne *Scabiosa Atropurpurea* sub. *Maritima* L. *Bulletin de la société royale des sciences de liège*.
- Ammar, I., Ennouri, M., Khemakhem, B., Yangui, T., & Attia, H. (2012).** Variation de la composition chimique et des activités biologiques de deux espèces de fleurs d'*Opuntia* à quatre stades de floraison. *Cultures et produits industriels*, 37(1), 34-40.
- Anderson, E. F. (2001).** The cactus family. Timber Press (OR).
- Andreu, L., Nuncio-Jáuregui, N., Carbonell-Barrachina, Á. A., Legua, P., & Hernández, F. (2018).** Antioxidant properties and chemical characterization of Spanish *Opuntia ficus-indica* Mill. cladodes and fruits. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 98(4), 1566-1573.
- Angulo-Bejarano P.I., Martinez-Cruz O., and Paredes- Lopez O. (2014).** Phytochemical Content, Nutraceutical potential and Biotechnological applications of an Ancient Mexican plant : Nopal (*Opuntia ficus-indica*). *Current Nutrition & Food Science*. 10: 196-217.
- Anonyme(2000).** Nouveaux aliments pour les ruminants à base de fruits de cactus. *Transfert Mensuel d'information et de liaison du PNTTA*, n° 176.1.4p.
- Anonyme(2019).** Des agriculteurs à Sidi Fredj, en Algérie, se réjouissent : le figuier de Barbarie a ranimé cette commune autrefois pauvre où beaucoup rêvaient d'émigration.GEO.
- AOAC(1990).** Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, Vol. II, 15th ed. Sec.985.29. The Association: Arlington, VA.

- Arba M., Elaich A., Sarti B., Belbahri L, Boubekraoui A., Ait Hammou A., Zemmouri A., Sbaa H., 2000.** Valorisation du figuier de barbarie en élevage, Bull. Mens. Inf. et de liaison du PNTTA, 68 :1-4.
- Arba M. 2009.** Le cactus *Opuntia*, une espèce fruitière pour une agriculture durable au Maroc.(Ed.) Rabat. Agriculture durable en région Méditerranéenne (Agdumed). Maroc : Symposium international.Pp. 14-16.
- Aragona, M., Lauriano, E. R., Pergolizzi, S., & Faggio, C. J. N. P. R. (2018).** *Opuntia ficus-indica* (L.) Miller as a source of bioactivity compounds for health and nutrition. *Natural product research*, 32(17), 2037-2049.
- Arnao, M. B., Cano, A., & Acosta, M. (2001).** The hydrophilic and lipophilic contribution to total antioxidant activity. *Food chemistry*, 73(2), 239-244.
- Arvouet-Grand, A., Vennat, B., Pourrat, A., & Legret, P. (1994).** Standardization of propolis extract and identification of principal constituents. *Journal de pharmacie de Belgique*, 49(6), 462-468.
- Arvouet-Grand et al. (1994)** Antioxidant activity of phenols and flavonoids contents of aqueous extract of *Pelargonium graveolens* origin in the North-East Morocco. *Aspects of Medicine*, 31: 495–502.
- 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.
- Bakari, S., Daoud, A., Felhi, S., Smaoui, S., Gharsallah, N., & Kadri, A. (2017).** Analyse immédiate, composition minérale, contenu phytochimique, activités antioxydantes et antimicrobiennes et étude GC-MS de divers extraits solvants de cladode de cactus. *Food Science and Technology*, 37, 286-293.
- Benyagoub, E., Nabbou, N., & Moghtet, S. (2015).** Propriétés anti radicalaires d'une plante saharienne *Anastaticahierochuntica* L. issue d'une région de l'extrême Sud-Ouest algérien. *Revue des Bioressources*, 5(2).
- 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 Aboubekr Belkaid. 5-20p.
- Benavente-Garcia, O., Castillo, J., Lorente, J., Ortuño, A. D. R. J., & Del Rio, J. A. (2000).** Antioxidant activity of phenolics extracted from *Olea europaea* L. leaves. *Food chemistry*, 68(4), 457-462.
- Bensalem H.L. (2002).** Supplementation of *Acacia cyanophylla* Lindl foliage-based diets with barley or shrubs from arid areas (*Opuntia ficus-indica* f. *Inermis*) and *Atriplexnum mularia* L.) on growth and digestibility in lambs. *Animal Feed Sciences and Technology*, 96:15-30.
- Bezzala, A. (2005).** "Essai d'introduction de l'arganier (*Argania spinosa* (L.) Skeels) dans la zone de M'doukel et évaluation de quelques paramètres de résistance à la sécheresse." Mémoire. Magistère en Sciences Agronomiques. Option: Forêt et conservation des sols. Université El Hadj Lakhdar Faculté des Sciences-Batna. Algérie. 143p.
- Bhira O. (2012).** Potentialites thérapeutique d'*Opuntia ficus-indica* au Maroc et en Tunisie. Thèse du Doctorat Université Mohammed faculté de médecine et de pharmacie Rabat, Maroc. Pp. 83.
- Blanca, P., Lazalde, R., Gabrielan, M., Velazquez, S., and Vanessa, Sánchez-De La Rosa, A. P. R. A. L. Z. (2018).** Evaluation of the genotoxicity and cytotoxicity of *opuntia ficus-indica* mucilage through the micronuclei test in vivo in the mouse blood. *Clin Pharmacol Toxicol*, an open access journal, 12(1) :17–29.

- Bouaouine, O., Baudu, M., Khalil, F., Chtioui, H., & Zaitan, H. (2017).** Comparative study between Moroccan cactus and chemicals coagulants for textile effluent treatment. *J Mater Environ Sci*, 8, 2687-2693.
- Bouaouine O., Bouryen I., Khalil F., baudu M. (2018).** Identification of functional groups of *Opuntia ficus-indica* involved in coagulation process after its active part extraction. *Environmental Science and Pollution Research*. 25 : 11111-11119
- Bouayad N.(2012).** Écologie, systématique et phénologie, de l'Opuntia, possibilité d'utilisation dans le développement et la préservation de la biodiversité. Mémoire de Magister en écologie et environnement. Université des Sciences et de la Technologie « Houari Boumediene », Algérie.
- Boudjellaba S, Yassa A. (2012).** Activité antioxydante des graine de quelque variée de figuier de barbarie (*Opuntia ficus-indica* L.) de la région de Bejaia , Mémoire de fin de cycle en vue de l'obtention de diplôme d'ingénieur d'état de contrôle de qualité et analyse. Pp.58.
- Boughaleb F, Mahmou M, Abdellaoui R, Yahia B, Zaidi S, Nasri N (2019).** Effect of long-term storage on phenolic composition, antioxidant capacity, and protein profiles of *Calicotome villosa* subsp. *intermedia* seeds. *Journal of foodbiochemistry*. DOI : 10.1111/jfbc.13093.
- Boulekbache, L. (2005).** Profil GC-MS des polyphénols d'une plante médicinale: *Eucalyptus globulus*. Mémoire de Magister. Université de Bejaïa. p, 71.
- Bourda el al.(2000)** Burda, S., Oleszek, W., 2001. Antioxidant and antiradical activities of flavonoids. *J. Agric. Food. Chem.* 49, 2774–2779.
- Bouzoubaa Z, Essoukrati Y, Tahrouch S, Hatimi A, Gharby S, Harhar H.(2014).** Phytochemical study of prickly pear from southern Morocco. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Science*. les technologies de laboratoires, 8, N°34.
- Bradford, M. M. (1976).** Une méthode rapide et sensible pour la quantification de quantités de microgrammes de protéines utilisant le principe de la liaison protéine-colorant. *Biochimie analytique*, 72(1-2), 248-254.
- Brahmi, F., Blando, F., Sellami, R., Mehdi, S., De Bellis, L., Negro, C., ... & Makhlouf-Boulekbache, L. (2022).** Optimisation des conditions d'extraction assistée par ultrasons des composés phénoliques d'*Opuntia ficus-indica* [L.] Mill. fleurs et comparaison avec les procédures conventionnelles. *Cultures et produits industriels*, 184, 114977.
- Brahmi, F., Boulekbache-Makhlouf, L., Yalaoui-Guellal, D., Chibane, M., & Madani, K. (2014).** Comparative study on the antioxidant effect of aqueous and ethanolic extracts of *Mentha pulegium* L. grown at two different locations. *PhytoChem & BioSub Journal*, 8(3), 138- 149. doi: 10.163.pcbsj/2014.8.3.138.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M. E., & Berset, C. L. W. T. (1995).** Utilisation d'une méthode de radicaux libres pour évaluer l'activité antioxydante. *LWT-Food science and Technology*, 28(1), 25-30.
- Brückner, H., & Westhauser, T. (2003).** Détermination chromatographique des acides aminés L et D dans les plantes. *Acides aminés*, 24(1), 43-55.
- Burda, S., & Oleszek, W. (2001).** Activités antioxydantes et antiradicales des flavonoïdes. *Journal of agricultural and food chemistry*, 49(6), 2774-2779
- Buttice A.L., Joyce M Stroot., Daniel V Lim., Peter G Stroot and Norma A. (2010).** Removal of sediment and bacteria from water using green chemistry. *Environ. Sci. Technol.* 44: 3414-3519.
- Chaouche F.Z., et Abdul-Hussain M.S.(2008).** Agricultura-Stiinta si practica n°1-2 : 65-66.

- Cano, A., Alcaraz, O., Acosta, M., & Arnao, M. B. (2002).** Détermination de l'activité antioxydante en ligne : comparaison de l'activité antioxydante hydrophile et lipophile à l'aide du test ABTS⁺. *Rapport Redox*, 7(2), 103-109.
- Cardador-Martínez, A., Jiménez-Martínez, C., and Sandoval, G. (2011).** Revalorization of cactus pear (*Opuntia spp.*) wastes as a source of antioxidants. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 31, 782-788.
- Casimir, M. N. (2016).** Valorisation du Fihamy ou *Ficus grevei* en cosmétique, conception d'une gamme de produits cosmétiques à base de Fihamy ou *Ficus grevei* ; Mémoire de fins d'études en vue de l'obtention du Diplôme d'ingénieur Agronome de Grade Master ; Parcours Génie des Procédés et Technologies de Transformation ; Mention Industries Agricoles et Alimentaires ; Ecole Supérieure des Sciences Agronomiques ; Université d'Antanan Arivo ; 208 pages
- Cheok, C.Y., Chin, N.L., Yusof, Y.A., Talib, R.A., Law, C.L.(2012).** Optimization of total phenolic content extracted from *Garcinia manihottiana* Linn. hull using response surface methodology versus artificial neural network. *Ind. Crops. Prod.* 40, 247–253.
- Chiteva R et Wairagu N, 2013.** Chemical and nutritional content of *Opuntia ficus-indica* (L.), African Journal of Biotechnology. Vol. 12(21), pp. 3309-331
- Chougui, Djerroud, N., Naraoui F., Hadjal S., Aline K., Zeroual B., and Larbat R. (2015).** Physico-chemical properties and storage stability of margarine *Opuntia ficus-indica* peel extract as antioxidant. *Food chemistry.*, 173 :382-390.
- Chougui N. (2014).** Caractérisation physico-chimique et évaluation du pouvoir antioxydant de variétés de figues de barbarie (*Opuntia ficus-indica* L) de Bejaia. Université de Bejaia.
- Chougui N., Louaileche H., Mohedeb S., Mouloudj Y., Hampmoui A., Tamendjari A. (2013).** Physico-chemical characterization and antioxidant activity of some *Opuntia ficus-indica* varieties grown in North Algeria. *African Journal of Biotechnology*. 12 : 299-307.
- Chung, Y. C., Chang, C. T., Chao, W. W., Lin, C. F., & Chou, S. T. (2002).** Antioxidative activity and safety of the 50 ethanolic extract from red bean fermented by *Bacillus subtilis* IMR-NK1. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(8), 2454- 2458.
- Dubois M., Gilles K.A., Hamilton J.K., Rebers P.A. & Smith E.(1956).** - Colorimetric method for determination of sugar and related substances. *Allal. Chem.*, 28,350-356.
- Defelice, M.S. (2004).** Prickly pear cactus, *Opuntia spp.* Aspinetingling tale. *Weed Technology*. 18:869-877.
- Djerroud N., Adjeroud N., Felkai-Haddache L., Hammoui Y., Remini H., Dahmoune F., Merzouk B., Madani K. (2018).** Enhanced electroagulation-electrofoation for turbidity removal by *Opuntia ficus-indica* cladode mucilage. *Water Environ J.* 32: 321-332.
- El Hachimi, F., Alfaiz, C., Bendriss, A., Cherrah, Y., & Alaoui, K. (2017).** Activité anti-inflammatoire de l'huile des graines de *Zizyphus lotus* (L.) Desf. *Phytothérapie*, 15(3), 147-154.
- El Kharrassi, Y. (2015).** Mise en évidence de la diversité des populations de cactus (*Opuntia spp.*) au Maroc et de la modulation du métabolisme lipidique par des extraits naturels et de phytostérols issues de cactus ou d'huile d'Argan dans les cellules microgliales BV2 (Doctoral dissertation).
- El-Mostafa, K., El Karrassi, Y., Badreddine, A., Andreoletti, P., Vamecq, J., El Kebbaj, M.S., Latruffe, N., Lizard, G., Nasser, B., Cherkaoui-Malki, M. (2014).** Nopal cactus (*Opuntia ficus-indica*) as a source of bioactive compounds for nutrition, health and disease. *Molecules*. 19, 14879–14901.

- Fatiha, B., Didier, H., Naima, G., Khodir, M., Martin, K., Léocadie, K., ... & Pierre, D. (2015).** Phenolic composition, in vitro antioxidant effects and tyrosinase inhibitory activity of three Algerian *Mentha* species: *M. spicata* (L.), *M. pulegium* (L.) and *M. rotundifolia* (L.) Huds (Lamiaceae). *Industrial crops and products*, 74, 722-730.
- Felker, P.; Rodriguez, S. ; Casoliba, R.M. ; Filippini, R. ; Medina, D. et Zapata, R. (2005).** Comparison of *Opuntia ficus-indica* varieties of Mexican and Argentine origin for fruit yield and quality in Argentina. *Journal of Arid Environments*, 60:405-422
- Feugang M.J. (2006).** Nutritional and medicinal use of Cactus pear (*Opuntia* spp.) cladodes and fruits. *Frontiers in Bioscience*. 11,2574-2589.
- Fidrianny, I., Natalia, S., et Insanu, M. (2015).** Antioxidant Capacities of Various Fruit Extracts from three Varieties of Tomato and Correlation with Total Phenolic, Flavonoid, Carotenoid Content. *International Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, 7(4): 283-289.
- Figuroa-Pérez, M. G., Pérez-Ramírez, I. F., Paredes-López, O., Mondragón-Jacobo, C., & Reynoso-Camacho, R. (2018).** Composition phytochimique et analyse in vitro de cladodes nopal (*O. ficus-indica*) à différents stades de maturité. *International Journal of Food Properties*, 21(1), 1728-1742.
- Filannino, P., Cavoski, I., Thlien, N., Vincentini, O., De Angelis, M., Silano, M., Gobbetti, M., and Di Cagno, R. (2016).** Lactic acid fermentation of cactus cladodes (*Opuntia ficus-indica* L.) generates flavonoid derivatives with antioxidant and anti-inflammatory properties. *PloS one*, 11(3) :e0152575.
- Fox D.I., Pichler T., Yeh D.H., Alcantar N.A.(2012).** Removing heavy metals in water : the interaction of cactus mucilage and arsenate (As(V)), *Environ. Sci. Technol.* 46 :4553-4559.
- Gaouar, N. (2011).** Etude de la valeur nutritive de la caroube de différentes variétés Algériennes (thèse de doctorat). Université Belkaid, Tlemcen, Algérie.
- Gaspar dos Reis C.M.(2018).** Characterization and evaluation of Portuguese *Opuntia* spp. Germplasm. Thesis presented to obtain the PhD degree in Biology. University of Évora.
- Genette, I. (1981).** Dosage des protéines par la méthode de Bradford au bleu de Coomassie G 250: problème des interférences, tentative d'automatisation (Doctoral dissertation).
- Gheribi, R., Habibi, Y., and Khwaldia, K. (2019).** Prickly pear peels as a valuable resource of added-value polysaccharide : Study of structural, functional and film forming properties. *International journal of biological macromolecules*, 126 :238–245.
- Ginestra G., Parker M.L., Bennett R.N., Robertson J., Mandalari G., Narbard A., Lo Curto R.B., Bisignano G., Faulds C.B. et Waldron K.W. (2009).** Anatomical, chemical, and biochemical Characterization of cladodes from Prickly Pear (*Opuntia ficus-indica*(L.) Mill.). *Journal of Agriculture Food Chemistry*. 57 (21), 10323-10330.
- Ghoreishi , S. M. , & Heidari , E. (2013) .** Extraction of Epigallocatechin - 3 - gallate from green tea via supercritical fluid technology : Neural network modeling and response surface optimization . *The Journal of Supercritical Fluids* , 74. 128-136.
- Goupy, J. (2006).** Factorial experimental design: Detecting an outlier with the dynamic variable and the Daniel's diagram. *Chemometrics and intelligent laboratory systems*, 80(2), 156-166.
- Guevara-Figueroa T., Jimenez-islas H., Reyes-escogido M.L., Mortensen A. G., Laursenc B.B., Lin L., Leon-rodriguez A., Fomsgaard I.S. et Barba de La Rosa A.P. (2010).** Proximate composition,

phenolic acids, and flavonoids characterization of commercial and wild nopal (*Opuntia* spp.). *Journal of Food Composition and Analysis*, 23, 525–532.

- Hadj Sadok, T., Aid, F., Bellal, M., and Abdul Hussain, M. (2008).** Composition chimique des jeunes cladodes d'*Opuntia ficus indica* et possibilités de valorisation alimentaire. *Agricult Pract Sci J*, 65 :39–48.
- Halmi S. (2015).** Etude botanique et phytochimique, approche biologique et pharmacologique d'*Opuntia ficus indica*, en vue de l'obtention du diplôme de doctorate en science Option Biotechnologie végétale. Université des frères mentouri de Constantine. 185
- HIRECHE. M.(2013).** Dosage des polyphénols de la tomate «agora» et étude de leur pouvoir antioxydant .Mémoire de master. Université Hassiba Ben Bouali de Chleff.
- Inglse, P. (2018).** Ecologie, Culture Et utilisations du Figuier De Barbarie. Food and Agriculture Organization of the United Nations. ISBN: 9789251303443-9251303444- 250 pages.
- Jayanthi, P., et Lalitha, P. (2011).** Détermination du pouvoir réducteur in vitro de l'extrait aqueux d'*Eichhornia crassipes* (Mart.) Solms. *J Pharm Res*, 4, 4003-4005.
- Jayaprakasha, G. K., Singh, R. P., & Sakariah, K. K. (2001).** Antioxidant activity of grape seed (*Vitis vinifera*) extracts on peroxidation models in vitro. *Food chemistry*, 73(3), 285-290.
- Kang, J., Park, J., Choi, S. H., Igawa, S., & Song, Y. (2012).** *Opuntia humifusa* supplementation increased bone density by regulating parathyroid hormone and osteocalcin in male growing rats. *International Journal of Molecular Sciences*, 13(6), 6747-6756.
- Kim, J. M., Kim, D. H., Park, S. J., Park, D. H., Jung, S. Y., Kim, H. J., ... & Ryu, J. H. (2010).** L'extrait n-butanolique d'*Opuntia ficus-indica* var. saboten améliore la mémoire à long terme dans la tâche d'évitement passif chez la souris. *Progrès en neuropsychopharmacologie et psychiatrie biologique*, 34(6), 1011-1017.
- Kris-Etherton, P. M., Hecker, K. D., Bonanome, A., Coval, S. M., Binkoski, A. E., Hilpert, K. F., ... & Etherton, T. D. (2002).** Composés bioactifs dans les aliments: leur rôle dans la prévention des maladies cardiovasculaires et du cancer. *The American journal of medicine*, 113(9), 71-88.
- Ksouri, R., Falleh, H., Megdiche, W., Trabelsi, N., Mhamdi, B., Chaieb, K., Bakrouf, A., Magné, C., and Abdelly, C. (2009).** Antioxidant and antimicrobial activities of the edible medicinal halophyte *tamarix gallica* l. and related polyphenolic constituents. *Food and Chemical toxicology*, 47(8) :2083–2091.
- Lapornik, B., Prošek, M., & Wondra, A. G. (2005).** Comparison of extracts prepared from plant by-products using different solvents and extraction time. *Journal of food engineering*, 71(2), 214-222.
- Lee, J. C., Kim, H. R., Kim, J., & Jang, Y. S. (2002).** Antioxidant property of an ethanol extract of the stem of *Opuntia ficus-indica* var. saboten. *Journal of agricultural and food chemistry*, 50(22), 6490-6496.
- Le Houerou, N.H. (2002).** Cacti (*Opuntia* spp) as a fodder crop for marginal land in the Mediterranean. 581 : 21-46.
- León-Martínez, F. M., Mendez-Lagunas, L. L., & Rodríguez-Ramírez, J. (2010).** Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. *Carbohydrate Polymers*, 81(4), 864-870.
- Lien, E. J., Ren, S., Bui, H. H., & Wang, R. (1999).** Quantitative structure-activity relationship analysis of phenolic antioxidants. *Free Radical Biology and Medicine*, 26(3-4), 285-294.

- Lu , C. L. , Li , Y.M. , Fu , G. Q .. Yang .L. 1. , Jiang ,J. G .. Zhu .L ..Lin , F - L , Chen , J. , & Lin , Q. S. (2011) . Extraction optimisation of daphnoretin from root bark of *Wikstroemia indica*(L.) CA and its anti - tumour activity tests . Food Chemistry , 124 (4) , 1 500-1506.
- Maataoui, B. S., Hmyene, A., & Hilali, S. (2006). Activites antiradicalaires d'extraits de jus de fruits du figuier de barbarie [*Opuntia ficus indica*]. *Lebanese science journal*, 7(1), 3-8.
- Mabrouki, L., Zougari, B., Bendhifi, M., & Borgi, M. A. (2015). Evaluation of antioxidant capacity, phenol and flavonoid contents of *Opuntia streptacantha* and *Opuntia ficus indica* fruits pulp. *Nature & Technology*, (13), 2.
- Madera-Santana, T. J., Vargas-Rodríguez, L., Núñez-Colín, C. A., González-García, G., Peña-Caballero, V., Núñez-Gastélum, J. A., ... & Rodríguez-Núñez, J. R. (2018). Mucilage from cladodes of *Opuntia spinulifera* Salm-Dyck: chemical, morphological, structural and thermal characterization. *CyTA-Journal of Food*, 16(1), 650-657.
- Mandujano-Ruiz, A., Corona-Almazán, E., Herrera-Hernández, H., & Morales-Hernández, J. (2018). *Opuntia ficus-indica* (extrait de Nopal) comme inhibiteur vert pour la protection contre la corrosion dans les aciers industriels. Inhibiteurs de corrosion, principes et applications récentes. Croacia: Intech, 145-158.
- Mazari A., Mahdeb A. (2021). Importance nutritionnelle et agro-économique des produits issus du figuier de barbarie: revue de la littérature 2021 vol.19. N°1, p. 43-63.
- Miller, N. J., & Rice-Evans, C. A. (1997). Factors influencing the antioxidant activity determined by the ABTS⁺ radical cation assay. *Free Radical Research*, 26(3), 195-199.
- Mohammer M., Stintzing F. et Carle R. (2006). Evaluation of different methods for production of juice concentrates and fruit powders from cactus pear. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 275-287.
- Mulas M., Mulas G. (2004). Potentialités d'utilisation stratégique des plantes des genres *atriplex* et *Opuntia* dans La Lutte contre la désertification. Université des Etudes de Sassari Groupe de recherche sur désertification. Pp. 86.
- Munoz De Chavez M., Chavez A., Valles V. et Roldan J. A. (1995). The nopal: a plant of manifold qualities . *World Review of Nutrition and Dietetics*. 77, 109–134.
- Nefzaoui, A., & Salem, H. B. (2002). Forage, fodder, and animal nutrition. *Cacti: Biology and uses*, 199-210.
- Nefzaoui A., Ben Salem, H. (2000). *Opuntia*: A strategic fodder and efficient tool to combat desertification in the Wana region. *FAO Plan production and protection paper 196* : 2-24.
- Nerd, A., Karadi A, Mizhari Y. (1991). Salt tolerance of prickly pear cactus (*Opuntia ficus-indica*). *Plant soil*, 137:201-207.
- Nharingo, T., & Moyo, M. (2016). Application d'*Opuntia ficus-indica* dans la bioremédiation des eaux usées. Un examen critique. *Journal of Environmental Management*, 166, 55-72.
- Noble, P. (2002). *Cacti: Biology and Uses*. Berkeley: University of California Press; Berkeley, California, United States of America.
- Orwa C., Mutua A., Kindt R., Jamnadass R. Simons A. (2009). Agro forestree Database: a tree reference and selection guide version 4.0 <http://www.worldagroforestry.org/af/treedb>

- 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.
- Oyaizu, M. (1986).** Studies on products of browning reaction antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *The Japanese journal of nutrition and dietetics*, 44(6), 307-315.
- Paixao, N., Perestrelo, R., Marques, J. C., & Câmara, J. S. (2007).** Relation entre la capacité antioxydante et la teneur phénolique totale des vins rouges, rosés et blancs. *Food Chemistry*, 105(1), 204-214.
- Prieto, P., Pineda, M., & Aguilar, M. (1999).** Quantification spectrophotométrique de la capacité antioxydante par la formation d'un complexe de phosphomolybdène: application spécifique à la détermination de la vitamine E. *Biochimie analytique*, 269(2), 337-341.
- Ramadane F., Morsel J. (2002).** Oil cactus pear (*Opuntia ficus-indica* L.). *Food Chemistry*; Pp 339-345
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., & Rice-Evans, C. (1999).** Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free radical biology and medicine*, 26(9-10), 1231-1237.
- Rebah, F. B., & Siddeeg, S. M. (2017).** Cactus an eco-friendly material for wastewater treatment: A review. *Journal of Materials and Environmental Sciences*, 8(5), 1770-1782.
- Redjadj, L., & Oubellil, S. (2014).** Evaluation physico-chimique de quelques produits alimentaires commercialisés (Doctoral dissertation, Université Mouloud Mammeri).
- Ribéreau-Gayon, P. (1968).** Les Composés phénoliques des végétaux: par Pascal Ribéreau-Gayon... Dunod.
- Rodríguez-González, S., Martínez-Flores, H. E., Chávez-Moreno, C. K., Macías-Rodríguez, L. I., Zavala-Mendoza, E., Garnica-Romo, M. G., & Chacón-García, L. (2014).** Extraction and characterization of mucilage from wild species of *O. punctata*. *Journal of food process engineering*, 37(3), 285-292.
- Russel C E. (1986).** Cactus ecology and range management during drought. *Proceeding of the symposium on livestock and wild life management during drought* (R D Brown ed). Caesar Kleberg Wildlife researches Institute, Univ. Kingsville, Texas, p.59-69.
- Scalbert, A. (2004).** Fruits et légumes, polyphénols et santé. Laboratoire des maladies métaboliques et micronutriments, INRA, Centre de Recherche de Clermont-Ferrand/Theix, article publié dans le lien suivant : <http://culturesciences.chimie>.
- Schweizer, M. (1997).** Docteur Nopal, le médecin du Bon Dieu. Clamecy ; PARIS (France). Imprimerie Laballery, , 81 p.
- Sepúlveda, E., Sáenz, C., Aliaga, E., Aceituno, C. (2007).** Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *Journal of Arid Environments*. 68, 534–545.
- Singleton, V. L., & Rossi, J. A. (1965).** Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American journal of Enology and Viticulture*, 16(3), 144-158.
- Škerget, M., Kotnik, P., Hadolin, M., Hraš, A. R., Simonič, M., & Knez, Ž. (2005).** Phénols, proanthocyanidines, flavones et flavonols dans certaines matières végétales et leurs activités antioxydantes. *Chimie alimentaire*, 89(2), 191-198.

- Stintzing F.C., Schieber A., Carle R. (2005).** Cactus stems (*Opuntia* spp.): A review on their chemistry, Technology, and uses. *Mol. Nutr. Food Res.* 49: 175-194.
- Spigno, G., & De Faveri, D. M. (2009).** Microwave-assisted extraction of tea phenols: A phenomenological study. *Journal of food engineering*, 93(2), 210-217.
- Sun, B., Leandro, C., Ricardo da Silva, J. M., & Spranger, I. (1998).** Separation of grape and wine proanthocyanidins according to their degree of polymerization. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 46(4), 1390-1396.
- Taleb M., Hattab R. (2015).** Etude phytochimique et l'espèce *Opuntia ficus-indica* de la région de Djelfa Mémoire présenté en vu de l'obtention du diplôme de Master en Chimie organique. Université Ziane Achour de Djelfa. Pp.58.
- Teles F. F. F., Stull J. W., Brown W. H. et Whiting F. M. (1986).** Amino and organic acids of the prickly pear cactus (*Opuntia ficus-indica* L.). *Journal Scientifique Food Agriculture*. 35, 421-425.
- Teles F. F. F., Whiting F. M., Price R. L. et Borges V. E. L. (1997).** Protein and amino acids of nopal (*Opuntia ficus-indica* L.). *Revista Ceres*, 44, 205- 214
- Torres- Bustillos L.G., Carpinteyro-Urban S., Orozco. (2013).** Production and characterization of *Opuntia ficus-indica* mucilage and its use as coagulant-flocculant aid for industrial Wastewaters. *Int. J. Biotechnol. Res.* 3: 38-45.
- Trouillas, P., Calliste, C. A., Allais, D. P., Simon, A., Marfak, A., Delage, C., & Duroux, J. L. (2003).** Propriétés antioxydantes, anti-inflammatoires et antiprolifératives de seize extraits de plantes aquatiques utilisés dans la campagne limousin comme tisanes. *Chimie alimentaire*, 80(3), 399-407.
- Uebelhack, R., Busch, R., Alt, F., Beah, Z. M., & Chong, P. W. (2014).** Effets de la fibre de cactus sur l'excrétion des graisses alimentaires chez les sujets sains: une étude clinique croisée en double aveugle, randomisée, contrôlée par placebo. *Current Therapeutic Research*, 76, 39-44.
- Valko, M., Rhodes, C. J. B., Moncol, J., Izakovic, M. M., & Mazur, M. (2006).** Radicaux libres, métaux et antioxydants dans le cancer induit par le stress oxydatif. *Interactions chimico-biologiques*, 160(1), 1-40.
- Viegi, L., Pieroni, A., Guarrera, P. M., & Vangelisti, R. (2003).** Un examen des plantes utilisées dans la médecine vétérinaire traditionnelle en Italie comme base pour une banque de données. *Journal of Ethnopharmacology*, 89(2-3), 221-244.
- Visioli, F., Romani, A., Mulinacci, N., Zarini, S., Conte, D., Vincieri, F. F., and Galli, C. (1999).** Antioxidant and other biological activities of olive mill waste waters. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(8) :3397-3401
- Waldron, K. W., Parr, A. J., Ng, A., & Ralph, J. (1996).** Cell wall esterified phenolic dimers: identification and quantification by reverse phase high performance liquid chromatography and diode array detection. *Phytochemical analysis*, 7(6), 305-312.
- Wang, L., Yen, J. H., Liang, H. L., & Wu, M. J. (2003).** Antioxidant effect of methanol extracts from lotus plumule and blossom (*Nelumbo nucifera* Gertn.). *Journal of food and drug Analysis*, 11(1), 3.

Résumé

Les orientations de la politique agricole Algérienne, encouragent la valorisation des zones arides et le développement de cultures qui s'adaptent au réchauffement climatique. Le figuier de Barbarie est une plante adaptée au climat aride et semi-aride, mais il reste encore sous-exploité en Algérie. Les cladodes du figuier de Barbarie sont largement consommés au Mexique et elles contiennent des composants bioactifs qui ont des effets bénéfiques pour la santé. Dans cette étude, une méthode d'extraction assistée aux micro-ondes (MAE) a été utilisée pour l'extraction des polyphénols totaux à partir des cladodes de figuier de barbarie. Une application des plans d'expérience est utilisée à fin d'optimiser les conditions d'extraction. L'effet des variables indépendantes (concentration de solvant, temps, puissance des micro-ondes et le ratio) sur la réponse de la teneur en polyphénols totaux, a été évalué en utilisant la méthodologie de surface de réponse (MSR). Les modèles polynomiaux de second ordre obtenus par MRS décrivent d'une manière satisfaisante la méthode d'extraction et les meilleures conditions d'extraction ont été définies (une concentration en éthanol de 14%, une puissance de 100 W, un temps de 150 s et un ratio de 1/40 g/mL). Les analyses physicochimiques et biochimiques ont montré que le cladode étudié est riche en minéraux ($23,54 \pm 0,51\%$), en eau ($93,63 \pm 0,36\%$) et légèrement acide et renferme aussi des teneurs considérables en polyphénol totaux ($3924,52 \pm 75,86$ EAG/100 g), et tanins ($477,028 \pm 28,06$ mg ECA/100 g DM). L'activité antioxydante du cladode a été mesurée par la détermination du pouvoir réducteur de fer ($IC_{50} = 26,67 \pm 0,25$ mg/mL), l'activité scavenger du radical DPPH \cdot ($IC_{50} = 150,71 \pm 8,13$ mg/mL), l'activité scavenger du radical ABTS $^{+\cdot}$ ($IC_{50} = 79,55 \pm 13,32$ mg/mL) et l'activité antioxydante totale ($IC_{50} = 4,08 \pm 0,1$ mg/mL). La poudre de cladode est également exploitée pour élaborer une crème hydratante bio pour les mains et les résultats des analyses sensorielles de différentes crèmes ont montré que 75% des juges ont préféré le contrôle, suivie de la crème préparée à base de 0,5% de la poudre de cladodes (63%).

Mots clés : figuier de barbarie ; cladodes ; composés phénoliques ; optimisation ; crème hydratante.

Abstract

The orientations of the Algerian agricultural policy, encourage the development of arid zones and the development of crops that adapt to global warming. The prickly pear is a plant adapted to the arid and semi-arid climate, but it is still under-exploited in Algeria. Prickly pear cladodes are widely consumed in Mexico and they contain bioactive components that have health benefits. In this study, a microwave-assisted extraction (MAE) method was used for the extraction of total polyphenols from prickly pear cladodes. An application of experimental plans was used to optimize the extraction conditions. The effect of independent variables (solvent concentration, time, microwave power and ratio) on the response of total polyphenol content was evaluated using response surface methodology (MSR). The second-order polynomial models obtained by MRS satisfactorily describe the extraction method and the best extraction conditions have been defined (an ethanol concentration of 14%, a power of 100 W, a time of 150 s and a ratio of 1/40 g/mL). Physicochemical and biochemical analyses showed that the studied cladode was rich in minerals ($23.54 \pm 0.51\%$), in water ($93.63 \pm 0.36\%$) and slightly acidic and also contains considerable amounts of polyphenol ($3924,52 \pm 75,86$ mg EAG/100 g) and tanins ($477,028 \pm 28,06$ mg ECA/100 g DM). The antioxidant activity of the cladode was measured by determining the iron reducing power ($IC_{50} = 26.67 \pm 0.25$ mg/mL), the scavenger activity of the DPPH \cdot radical ($IC_{50} = 150.71 \pm 8.13$ mg/mL), the scavenger activity of the ABTS $^{+\cdot}$ radical ($IC_{50} = 79.55 \pm 13,32$ mg/mL) and the total antioxidant activity ($IC_{50} = 4.08 \pm 0.1$ mg/mL). Cladode powder was also used to develop an hand moisturizer cream and the results of sensory analyses of the samples of the cream showed that 75% of the judges preferred the control sample, followed by the cream prepared with 0.5% of cladodes powder (63%).

Keywords : pricklypear; cladodes, phenolic compounds; optimization; moisturizing cream.