

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA - Béjaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences Alimentaires
Spécialité Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire



Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

*Optimisation d'extraction par sonication
d'un coagulant naturel :
mucilage des raquettes de Figuier de
Barbarie*

Présenté par :

AGAB Salma & CHOULAK Farid

Soutenu le : **25 Juin 2018**

Devant le jury composé de :

M. BOUSSALAH N

M. MADANI K

Mme. ADJEROUD N.

MAA

Professeur

MAB

Président

Encadreur

Examineur

Année universitaire : 2017 / 2018

L'*Opuntia ficus indica* appartient à la famille des cactaceae, connu communément sous le nom du figuier de Barbarie, est une plante originaire du Mexique, actuellement cultivée dans les différents pays du monde(Chougui et al., 2015).

C'est est une espèce adéquate pour une agriculture durable en Algérie grâce à sa résistance à la sécheresse, la lutte contre la désertification, ainsi qu'à son utilisation dans l'alimentation de l'homme et du bétail. La plantation de cactus algérien est d'environ 28000 ha en 2015, ces dernières années, des études ont montré qu'un hectare de la plante au-dessus de l'âge de cinq ans est capable de produire jusqu'à 100 t de cladodes fraîche par an dans les zones à faible pluviométrie(Felkai-Haddache et al., 2016).

Afin de répondre à la demande mondiale croissante de pectine, des études récentes ont exploré divers produits et sous-produits végétaux, y compris les cladodes d'*Opuntia ficus indica*, en tant que sources de perspective de cet additif les chercheurs suggèrent qu'ils pourraient être exploités pour l'extraction de pectines(Chaouch et al., 2016). Sachant que les technologues alimentaires cherchent toujours une alternative source de fibres solubles (gomme, mucilage, pectine, hémicellulose ou polysaccharides), avec de nouvelles propriétés fonctionnelles améliorées(Sáenz et al., 2004)les polysaccharides, ont été utilisés empiriquement pour ajuster et améliorer les propriétés rhéologiques de certains produits(Trombetta et al., 2006). Le mucilage d'OFI est considéré comme une source potentielle d'hydro-colloïdes industriels, des utilisations multiples ont été trouvées pour ce composant comme épaississant alimentaire, émulsifiant alimentaire, super-plastifiant naturel dans le mortier et comme produit alimentaire(Felkai-Haddache et al., 2016).

L'utilisation des techniques d'extractions vertes, évite l'utilisation de solvants organiques de ce fait il est nécessaire de développer un système approprié, sélectif et rentable pour une technologie d'extraction respectueuse de l'environnement(Both et al., 2014; Chemat et al., 2017). L'utilisation des ultrasons pour extraire des composés pourrait être une technique prometteuse, son application a permis d'extraire différents composés, tels que ;protéines, pigments, phénols, arômes, sucres et huiles(Flórez-Fernández and Muñoz, 2018; Kadam et al., 2015). L'extraction des glucides par l' ultrason révèle non seulementune accélération de l'extraction des composés, mais préserve également la structure et les propriétés moléculaires (Zhang et al., 2004).

D'un autre côté, la croissance industrielle et les changements dans les procédés de fabrication ont entraîné la complexité des rejets d'eaux usées dans l'environnement. Plusieurs

processus de traitement traditionnels et/ou nouveaux ont été modifiés et développés pour éliminer les rejets des diverses substances chimiques(cuivre, plomb...)(**Araújo et al, 2005**).

L'électrocoagulation-électroflottation(EC-EF)est une technologie connu par son grand potentiel pour le traitementde l'eau usée qui a la capacité d'éliminer un large spectre de polluantset se présentecomme une nouvelle alternative(**Mollah et al., 2004**).Les coagulants/floculants inorganiques les plus utilisées dans la technologie EC-EF sont l'aluminium et le fer (**Chen, 2004**). Leurs utilisations s'accompagne d'une consommation importante de produits chimiques(notamment l'ajout de coagulants chimiques additionnels) qui conduisent à la production de gros volumes de boues toxiques(**Miller et al., 2008; Nharingo and Moyo, 2016**).

À l'heure actuelle, on s'intéresse de plus en plus à l'utilisation de biomatériaux, respectueux de l'environnement, à faible coût, et une efficacité équivalente ou parfois meilleureà la place des matériaux polluants synthétiques(**Barka et al., 2013**). Certains chercheurs concèdent que le mucilage d'*Opuntia ficus indica* a le potentiel de remplacer le fer ou l'aluminium dans le processus de coagulation–floculation (**Chen, 2004**).Récemment, l'efficacité du jus d'*Opuntia ficus indica* dans l'amélioration de la performance d'élimination de la turbidité dans le procédé EC-EF, avec 15% d'amélioration démontrée après optimisation par méthodologie de surface de réponse (**Adjeroud et al., 2015**). Aussi, l'association du mucilage d'OFI avec l'EC-EF a permis une élimination du cuivre de 100% sous certaines conditions(**Adjeroud et al., 2018**).

L'objective de notre étude est triple :

1/ Valorisation d'un sous-produit qui est la cladode d'*Opuntia ficus indica* en s'intéressant à l'extraction du mucilage vue que la matrice possède un potentielle important de cette substance qui a un intérêt multiple dans plusieurs domaine tels que l'agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique, et dans le traitement des eaux usées.

2/ Optimisation de quelques paramètres d'extraction du mucilage de cladode d'*Opuntia ficus indica* par la méthode d'extraction conventionnelle (EC) et l'extraction assistée par ultrasons (EAU) afin de comparer les résultats obtenus.

3/ Tester l'efficacité du mucilage extrait de la cladode dans le procédé d'électrocoagulation–électroflottation (EC-EF) pour le traitement d'une eau polluéesimulée augel de silice afin d'examiner sa capacité dans l'amélioration du rendement du procédé.

« La valeur d'un homme pour sa communauté dépend avant tout de la mesure dans laquelle ses sentiments ses pensées, ses actes sont appliqués au développement de l'existence des autres hommes »

C'est avec un immense plaisir que nous réservons ces lignes en signe de gratitude et de profonde reconnaissance, en des personnes qui nous ont de près ou de loin contribués à transformer ce modeste travail en une œuvre enrichie de mieux possible pour sa réalisation et son aboutissement, à tous ceux qui nous ont inspirés et pousser à ressortir à chaque fois le meilleur de nous.

Nous tenons à remercier tout particulièrement notre promoteur Mr **MADANIK** pour son soutien, ses précieux conseils de tout ordre, sa disponibilité, son orientation, et sa grande gentillesse tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Nous remercions les membres du jury : Mr **BOUSSALAH.N** et Mme **ADJEROUD.N** d'avoir accepté de consacrer votre temps pour évaluer notre modeste travail.

Sans oublier tout les membres associatifs du laboratoire BBBS, ingénieurs, doctorants et profs.

« Agir avec honnêteté pour le bien de la dignité humaine est l'engagement le plus important dans notre court séjour sur cette planète ». René Geronimo Favaloro

Je dédie ce modeste travail :

A Mon cher père qui m'a beaucoup aidée avec son soutien tout au long de mes études.

A Ma chère mère qui ma entourée avec sa tendresse et qui n'a cessé de prier pour moi.

A mes frères: Akli , Moukrane , Idir et koussailla

A ma soeur : dawiya

A Mon binome farid et toute sa famille

A tous mes amis et mes proches sans exceptions qu'ils soient proche ou loin

A tous mes enseignants du primaire jusqu'au supérieur.

A toute la promotion de qualité des produits et sécurité alimentaire

Salma.

Je dédie ce modeste travail :

*A Mes chers parents qui m'ont beaucoup aidée et encourager tout au
long de mes études.*

A mes sœurs : Fairouz , Hadjira

A Ma binôme Salma et toute sa famille

*A tous mes amis et mes proches sans exceptions qu'ils soient
proche ou loin*

A tous mes enseignants du primaire jusqu'au supérieur.

A toute la promotion de qualité des produits et sécurité alimentaire

Farid.

ANOVA : analyse de variance.

BBBS : biomathématique biochimie biophysique et scientometrie.

C : Celsius.

CE : extraction conventionnelle.

EAU : Extraction assistée par ultrasons.

EC-EF : Electrocoagulation – Electroflottation.

IU : Intensité ultrasons.

Hz : Hertz.

kHz : Kilohertz.

MHz : Mégahertz.

NaOH : Hydroxyde de sodium.

OFI : *Opuntia ficus indic.*

pH : potentiel hydroxyde.

rpm : Rotation per minute.

UV : ultra violet.

V: Voltage.

❖ Liste des figures

Numéro	Titres	Pages
1	Photographie du figuier de Barbarie : espèce <i>Opuntia ficus indica</i>	3
2	Schéma démonstratif de la cavitation ultrasonore	9
3	Schéma du principe d'Electrocoagulation-Electroflottation	13
4	Préparation de l'échantillon de cladode (OFI)	17
5	Extraction conventionnelle du mucilage sur plaque agitatrice	19
6	Sonicateur à sonde (A) et Extraction du mucilage par Ultrasons (B)	20
7	Poudre de mucilage obtenu après séchage à l'étuve	20
8	Protocole d'extraction par ultrasons du mucilage des cladodes d'OFI	21
9	Préparation de l'eau usée synthétique	22
10	Unité expérimentale de l'EC-EF	23
11	Eau usée dans le réacteur EC-EF (avant (a) et (b) après traitement)	24
12	Effet du temps (60, 120 et 180 mn) sur le rendement d'extraction du mucilage d'OFI par la méthode conventionnelle à température ambiante (20 °C).	26
13	Rendement d'extraction du mucilage d'OFI parla méthode conventionnelle à 80°C en fonction des trois temps mentionnés (60, 120 et 180 mn).	27
14	Effet du temps sur le rendement d'extraction du mucilage d'OFI par EAU et sur la température (°C).Amplitude 60 %, ratio (eau : raquette) 1:3	29
15	Rendement d'extraction du mucilage (OFI) par ultrason (fixation de deux paramètre : ratio (1:3) et temps optimal 10 min) en fonction d'amplitude	30
16	Effet de la concentration du mucilage d'OFI sur la turbidité initiale dans le procédé d'EC-EF	34
17	Effet de la concentration du mucilage d'OFI sur le taux d'abattement de la turbidité	35
18	Effet du mucilage (10 mg) sur l'amélioration du taux d'abattement de l'EC-EF	36

❖ Liste des tableaux

Numéro	Titres	Page
1	Classification botanique d' <i>Opuntia ficus indica</i>	3
2	Principaux composants des cladodes d'OFI	4
3	Produits potentiels et sous produits de la figue de barbarie	6
4	Rendements d'extraction du mucilage à partir de l'extraction conventionnelle (à 20 et 80 °C) et de l'extraction par Ultrasons (amplitude 20, 60 et 100 %) à différents temps d'extraction	31

Remerciements

Dédicaces

Liste des abréviations

Liste des figures et tableaux

Introduction générale..... 1

Partie théorique

Chapitre I : Généralités sur le figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*)

I.1 : Origine et distribution géographique de l'*Opuntia ficus indica* 3

I.2. Description botanique 3

I.3. La Cladode (raquette) 4

I.3.1. Composition chimique de la cladode 4

I.3.2. Le Mucilage 4

I.4. Intérêts et utilisations 5

I.4.1. Intérêt nutritionnel 5

I.4.2. Intérêt médicinal 6

I.4.3. Intérêt économique 6

I.4.4. Intérêt écologique 6

I.4.5. Intérêts cosmétologiques 6

I.4.6. Autres domaines d'utilisation de la plante 7

Chapitre II : Extraction assistée par Ultrasons

II.1. Définition des ultrasons 8

II.2. Principe de l'extraction assistée par ultrason 9

II.3. Paramètres influençant la cavitation 10

II.3.1. Température 10

II.3.2. Amplitude 10

II.3.3. Temps 10

II.4. L'avantage de l'extraction assistée par ultrasons 11

Chapitre III : Electrocoagulation-Electroflottation

III.1. Généralités sur l'Electrocoagulation-Electroflottation 12

III.2. Principe du procédé EC-EF 13

III.3. Avantages du procédé d'CE-EF 14

III.4. Inconvénients du processus du CE-EF 15
III.5. Facteurs influençant le procédé d'EC-EF..... 15

Etude expérimentale

Chapitre IV : Matériels et méthodes

IV.1. Matériel végétal..... 16
IV.1.2. Collecte de l'échantillon..... 16
IV.1.3. Préparation de l'échantillon 16
IV.2. Test d'humidité 17
IV.3. Calcul du rendement 18
IV.4. Méthodes d'extraction..... 18
IV.4.1. Extraction conventionnelle (macération/agitation) 18
IV.4.2. Extraction assistée par ultrasons 19
IV.5. Effet du mucilage sur le procédé d'Electrocoagulation-Electroflottation (EC-EF)..... 22
IV.5.1. Préparation de l'eau usée synthétique 22
IV.5.2. Préparation du mucilage..... 22
IV.5.3. L'unité expérimentale de l'EC-EF 22
IV.6. Mesure de la turbidité 24
IV.7. Analyse statistique 24

Chapitre V : Résultats et discussions

V.1. Analyses chimiques 25
V.1.1. Test d'humidité 25
V.1.2. Mesure du pH 25
V.2. Extraction conventionnelle..... 25
V.2.1. Rendement d'extraction du mucilage à température ambiante (20°C) 25
V.2.2. Rendement d'extraction du mucilage à température ambiante (80°C) 27
V.3. Extraction assistée par ultrasons du mucilage d'OFI 28
V.3.1. Optimisation du temps d'extraction du mucilage par EAU 28
V.3.2. Optimisation de l'amplitude pour l'extraction du mucilage par EAU 29
V.4. Comparaison entre la méthode conventionnelle et l'extraction assistée par ultrasons
(EAU) 31
V.5. Effet des concentrations initiales du mucilage 34
Conclusion générale 39

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Introduction générale

L'*Opuntia ficus indica* appartient à la famille des cactaceae, connu communément sous le nom du figuier de Barbarie, est une plante originaire du Mexique, actuellement cultivée dans les différents pays du monde(Chougui et al., 2015).

C'est est une espèce adéquate pour une agriculture durable en Algérie grâce à sa résistance à la sècheresse, la lutte contre la désertification, ainsi qu'à son utilisation dans l'alimentation de l'homme et du bétail. La plantation de cactus algérien est d'environ 28000 ha en 2015, ces dernières années, des études ont montré qu'un hectare de la plante au-dessus de l'âge de cinq ans est capable de produire jusqu'à 100 t de cladodes fraîche par an dans les zones à faible pluviométrie(Felkai-Haddache et al., 2016).

Afin de répondre à la demande mondiale croissante de pectine, des études récentes ont exploré divers produits et sous-produits végétaux, y compris les cladodes d'*Opuntia ficus indica*, en tant que sources de perspective de cet additif les chercheurs suggèrent qu'ils pourraient être exploités pour l'extraction de pectines(Chaouch et al., 2016). Sachant que les technologues alimentaires cherchent toujours une alternative source de fibres solubles (gomme, mucilage, pectine, hémicellulose ou polysaccharides), avec de nouvelles propriétés fonctionnelles améliorées(Sáenz et al., 2004)les polysaccharides, ont été utilisés empiriquement pour ajuster et améliorer les propriétés rhéologiques de certains produits(Trombetta et al., 2006). Le mucilage d'OFI est considéré comme une source potentielle d'hydro-colloïdes industriels, des utilisations multiples ont été trouvées pour ce composant comme épaississant alimentaire, émulsifiant alimentaire, super-plastifiant naturel dans le mortier et comme produit alimentaire(Felkai-Haddache et al., 2016).

L'utilisation des techniques d'extractions vertes, évite l'utilisation de solvants organiques de ce fait il est nécessaire de développer un système approprié, sélectif et rentable pour une technologie d'extraction respectueuse de l'environnement(Both et al., 2014; Chemat et al., 2017). L'utilisation des ultrasons pour extraire des composés pourrait être une technique prometteuse, son application a permis d'extraire différents composés, tels que ;protéines, pigments, phénols, arômes, sucres et huiles(Flórez-Fernández and Muñoz, 2018; Kadam et al., 2015). L'extraction des glucides par l' ultrason révèle non seulementune accélération de l'extraction des composés, mais préserve également la structure et les propriétés moléculaires (Zhang et al., 2004).

D'un autre côté, la croissance industrielle et les changements dans les procédés de fabrication ont entraîné la complexité des rejets d'eaux usées dans l'environnement. Plusieurs

processus de traitement traditionnels et/ou nouveaux ont été modifiés et développés pour éliminer les rejets des diverses substances chimiques(cuivre, plomb...)(**Araújo et al, 2005**).

L'électrocoagulation-électroflottation(EC-EF)est une technologie connu par son grand potentiel pour le traitementde l'eau usée qui a la capacité d'éliminer un large spectre de polluantset se présentecomme une nouvelle alternative(**Mollah et al., 2004**).Les coagulants/floculants inorganiques les plus utilisées dans la technologie EC-EF sont l'aluminium et le fer (**Chen, 2004**). Leurs utilisations s'accompagne d'une consommation importante de produits chimiques(notamment l'ajout de coagulants chimiques additionnels) qui conduisent à la production de gros volumes de boues toxiques(**Miller et al., 2008; Nharingo and Moyo, 2016**).

À l'heure actuelle, on s'intéresse de plus en plus à l'utilisation de biomatériaux, respectueux de l'environnement, à faible coût, et une efficacité équivalente ou parfois meilleureà la place des matériaux polluants synthétiques(**Barka et al., 2013**). Certains chercheurs concèdent que le mucilage d'*Opuntia ficus indica* a le potentiel de remplacer le fer ou l'aluminium dans le processus de coagulation–floculation (**Chen, 2004**).Récemment, l'efficacité du jus d'*Opuntia ficus indica* dans l'amélioration de la performance d'élimination de la turbidité dans le procédé EC-EF, avec 15% d'amélioration démontrée après optimisation par méthodologie de surface de réponse (**Adjeroud et al., 2015**). Aussi, l'association du mucilage d'OFI avec l'EC-EF a permis une élimination du cuivre de 100% sous certaines conditions(**Adjeroud et al., 2018**).

L'objective de notre étude est triple :

1/ Valorisation d'un sous-produit qui est la cladode d'*Opuntia ficus indica* en s'intéressant à l'extraction du mucilage vue que la matrice possède un potentielle important de cette substance qui a un intérêt multiple dans plusieurs domaine tels que l'agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique, et dans le traitement des eaux usées.

2/ Optimisation de quelques paramètres d'extraction du mucilage de cladode d'*Opuntia ficus indica* par la méthode d'extraction conventionnelle (EC) et l'extraction assistée par ultrasons (EAU) afin de comparer les résultats obtenus.

3/ Tester l'efficacité du mucilage extrait de la cladode dans le procédé d'électrocoagulation–électroflottation (EC-EF) pour le traitement d'une eau polluéesimulée augel de silice afin d'examiner sa capacité dans l'amélioration du rendement du procédé.

Partie théorique

CHAPITRE I :

**Généralités sur le figuier de
Barbarie (*Opuntia ficus indica*)**

I.1. Origine et distribution géographique de l'*Opuntia ficus indica*

Le figuier de barbarie, figue d'inde ou figue épineux, est originaire des régions arides et semi-arides du Mexique (Nharingo and Moyo, 2016). Il a été introduit d'abord en Espagne au 15^{ème} et plus tard, au 16^{ème} siècle, au Nord et au Sud de L'Afrique. Ensuite il s'est diffusé rapidement dans le bassin méditerranéen (Habibi et al., 2004). Sa distribution géographique est localisée principalement dans : le Mexique, la Sicile, le Chili, le Brésil, la Turquie, la Corée, l'Australie, l'Argentine et l'Afrique du Nord (Bendhifi et al., 2013).

I.2. Description botanique

Le figuier de barbarie appartient à la famille des Cactacées (Falcão et al., 2013). C'est une grande plante (Figure 1) qui peut mesurer jusqu'à 5 m de hauteur (Habibi et al., 2004), elle possède un tronc épais et ligneux, son organisation est en tiges aplatis, de forme elliptique ou ovoïdale, appelées cladodes (Caruso et al., 2010), et c'est la particularité de cette famille de cactus. Ce sont des végétaux phanérogames, angiospermes, et dicotylédones (Reyes-Agüero and Valiente-Banuet, 2006). Récemment, la diversité phénotypique d'*Opuntia ficus indica* a été étudiée en Algérie; la présence des différences morphologiques d'OFI concernant les épines et les aréoles est due aux variations climatiques (Adli et al., 2017), axe d'étude qui était inconnue jusque-là. La classification botanique d'*Opuntia ficus indica* est rappelée ci-dessous (Tableau 1) (De Filice, 2004) :

Règne	végétale
Classe	Magnoliopsida (dicotylédones)
Ordre	Caryophyllales
Famille	cactaceae
Genre	<i>Opuntia</i>
Espèce	<i>Opuntia ficus indica</i> (L.) Mill



Figure 1. Photographie du figuier de Barbarie : espèce *Opuntia ficus indica*

Tableau 1. Classification botanique d'*Opuntia ficus indica*

L'espèce *Opuntia ficus indica* comprend quatre parties qui sont :

- a) **Appareil racinaire** : L'appareil racinaire est superficiel, il facilite l'absorption des eaux souterraines dans les sols de faibles consistances (Chougui et al., 2015).

- b) Raquette (cladode) :** considérée comme tige et feuille aussi, sa forme est aplatie, elliptique ou ovoïde, de couleur verte, d'une taille variante entre 17 et 38 cm de long sur 12 à 26 cm de large et de 1,1 à 3,1 cm d'épaisseur, couverte de petites aréoles et d'épines (**Feugang et al., 2006**), parfois on ne retrouve pas d'épines et on parle de raquettes inermes (**Angulo-Bejarano et al., 2014**).
- c) Fleur :** se trouvant sur la face la plus exposée au soleil, de couleur jaune ou orange deviennent rougeâtres à l'approche de la sénescence de la plante (**Habibi, 2004**).
- d) Fruit :** variabilité de couleur (vert, jaune, rouge, violet..), de forme (ovoïde, ronde, elliptique, allongée). Composé d'écorce, de jus pulpeux et de graines (**Feugang et al., 2006**).

I.3. La Cladode (raquette)

Les jeunes cladodes sont consommées en tant que légumes en raison de leurs texture tendre et fibreuse, en outre leur valeur nutritive est similaire à celle d'un grand nombre de légumes et feuilles (**Arba, 2009**). Les cladodes d'OFI sont particulièrement riche en polymères des hydrates de carbone, connus sous le nom de mucilage (**Di Lorenzo et al., 2017**).

I.3.1. Composition chimique de la cladode

La composition chimique des cladodes (**Tableau 2**) varie en fonction des facteurs édaphique, l'endroit de la culture, la saison et l'âge de la plante. Par conséquent les teneurs en éléments nutritifs respectifs varient à la fois entre les espèces et les variétés (**Stintzing and Carle, 2005**).

Tableau 2. Principaux composants des cladodes d'OFI (**Stintzing and Carle, 2005**).

Constituant	Matière fraîche (g/100g)	Matière sèche (g/100g)
Eau	88-95	/
Protéines	0,5-1	4-10
matières grasse	0,2	1-4
Cendre	1-2	19-23
Fibres	1-2	18
Carbohydrates	37	64-71

I.3.2. Le Mucilage

C'est une substance polymérique complexe de nature glucidique, avec une structure fortement ramifiée (Sepúlveda et al., 2007). Le mucilage est produit dans les cellules du chlorenchyme (partie externe verte de la cladode) et du parenchyme (partie interne blanche de la cladode) et aide le cactus à retenir l'eau. C'est une matière épaisse et gommeuse, possédant des propriétés tensio-actives uniques dans l'eau qui lui donne la capacité de précipiter des particules et des ions à partir de solutions aqueuses (Sáenz et al., 2004).

a) Composition chimique du mucilage

La nature glucidique du mucilage se caractérise par des proportions variables de L'arabinose, D-galactose, L-rhamnose, D-xylose et l'acide galacturonique, toutefois des minéraux tels que le Ca^{2+} et le K^{2+} , les hydrates de carbone et les fibres alimentaires sont aussi retrouvés dans cette structure complexe et ramifiée. La structure du mucilage (**Annexe I**) est proposée sous la forme de deux fractions hydrosolubles distinctes : L'une est une pectine avec des propriétés gélifiantes avec du Ca^{2+} , et l'autre est un mucilage sans propriétés gélifiantes (Sepúlveda et al., 2007). Aussi, le mucilage est considéré comme une fraction soluble de pectines hautement méthylées ce qui réduit l'action de l'acide poly-galacturonique dans sa capacité de gélification par rapport aux pectines proprement dites qui sont faiblement méthylées (Lefsih et al., 2016).

b) Domaines d'applications du mucilage

Les *Opuntias* à tiges aplaties incluent plusieurs espèces (*O. megacantha*, *O. streptacantha*, *O. albicarpa*, *O. amyclaea*, *O. robusta*, *O. hyptiacantha*, et *O. cochenillifera*) importantes sur le plan agronomique qui sont cultivées pour leurs fruits et comme cultures fourragères. Cependant, l'espèce la plus répandue et la plus importante sur le plan économique est *O. ficus indica* (Caruso et al., 2010).

Le mucilage d'OFI est considéré comme une source potentielle d'hydro-colloïdes industriels, des utilisations multiples ont été trouvées pour ce composant comme épaississant et émulsifiant alimentaire, comme adhésif pour la chaux, comme super-plastifiant naturel dans le mortier et comme produit alimentaire (Felkai-Haddache et al., 2016). Le mucilage est utilisé comme agent mucoprotecteurs en raison de sa capacité à former un réseau moléculaire et à retenir une quantité importante d'eau (Di Lorenzo et al., 2017).

Le mucilage du cactus a été utilisé comme biomatériau durable pour développement des films comestibles (Gheribi et al., 2018). Il a été aussi utilisé comme bio-coagulant dans

le processus d'électrocoagulation-électroflottation afin d'améliorer le rendement d'élimination du trouble et du cuivre en eaux polluées(Adjeroud et al., 2015; Adjeroud et al., 2018).

I.4. Intérêts et utilisations

Ainsi, le cactus est connu pour ses nombreuses utilisations et divers intérêts :

I.4.1 Intérêt nutritionnel

Opuntia ficus indica est utilisé dans l'industrie pour améliorer la qualité de la nourriture en raison de sa teneur assez élevée en fibres. Les cladodes sont transformés en farine pour remplacer la farine de blé dans les cookies (Saenz, 2000). Le cactus est cultivé comme espèce fourragère dans le but d'assurer un stock alimentaire pour le bétail dans le cas d'une situation critique de sécheresse vu la richesse du cladode en eau (Pimienta-Barrios, 1994).

Concernant le fruit, la principale importance nutritionnelle de la figue de barbarie est sa richesse en acide ascorbique, en fibres et en acides aminés(Piga et al., 2003). Comme elle contient aussi un pourcentage élevé de pectines et de fibres(Saleem et al., 2006). Le fruit est utilisé, à la fois, pour l'alimentation humaine et l'alimentation du bétail (Moreno Alvarez et al., 2003) .Concernant la raquette, en période de sécheresse, lorsque les graminées et autres plantes fourragères ne sont plus comestibles, l'OFI reste verte et est utilisée comme une culture d'alimentation d'urgence pour l'élevage du bétail à la fois dans le sud-ouest des États-Unis et au Mexique (Mohamed-Yasseen et al., 1996).

En Algérie, l'incorporation de cladodes OFI dans la nourriture des brebis (ovins) à Tiaret, a satisfait leurs besoins énergétiques, leurs utilisations comme complément alimentaire étaient donc recommandées dans les zones sèches(Louacini et al., 2012).

Tableau 3. Produits potentiels et sous-produits du Fiquier de Barbarie (Moreno Alvarez et al., 2003)

Produits	Sous-produits
Fruits	Jus en poudre
Jus, nectar, pulpe	Pigments
Confiture, purée, gelée	Fibres et mucilages
Sirop, édulcorant	-
Bioéthanol, vin	-
Fruits en conserve	-

I.4.2. Intérêt médicinal

Opuntia ficus indica est l'une des plantes les plus utilisées dans la médecine traditionnelle en raison de son rôle dans le traitement d'un certain nombre de maladies tels que les diarrhées, les coliques et les maux de rein, en outre l'*Opuntia* possède des propriétés antimicrobiennes, anti-oxydantes et anti-inflammatoires (Welegerima et al., 2018). D'autres vertus également ont été attribuées à cette espèce, il s'agit des effets hypoglycémiant, anxiolytiques, et galactogènes et fortifiants chez les femmes allaitant leur enfants (Stintzing and Carle, 2005).

I.4.3. Intérêt économique

La culture du figuier de barbarie ne nécessite pas de sources importantes en eau, ni de traitements antiparasitaires. De plus, le cactus présente de faibles coûts énergétiques pour la culture en implantation spécialisées (Pimienta Barrios et al., 1995).

I.4.4. Intérêt écologique

Le cactus est utilisé pour lutter contre l'érosion et comme obstacle contre les incendies car il résiste aux feux (Chougui et al., 2013). Le cactus est connu pour avoir un effet anti érosion et désertification (Angulo-Bejarano et al., 2014).

I.4.5. Intérêts cosmétologiques

Le jus de raquette est destiné à la fabrication de différents produits cosmétiques comme les shampooing, les lotions, les savons et les crèmes solaires (Cherif Benismail et al., 2000).

I.4.6. Autres domaines d'utilisation de la plante

Au Mexique, le jus de cladode est parfois ajouté au mortier de la chaux, agissant comme liant pour réduire la fissuration et la pénétration de l'eau, et aussi réduire la résistance mécanique du mortier à la chaux (Cárdenas et al., 1998). D'autres travaux incluent l'utilisation de l'OFI dans la bio-fabrication de nanoparticules d'argent (Gade et al., 2010), et encore plus surprenant est son utilisation comme matériau holographique (Olivares-Pérez et al., 2012).

Il existe aussi différentes applications biotechnologiques du genre *Opuntia*, y compris l'isolement enzymatique, la transformation génétique et les techniques de culture tissulaire in vitro (Angulo-Bejarano et al., 2014).

CHAPITRE II :

**Extraction assistée
par Ultrasons**

Historiquement il n'a été démontré que les ondes ultrasonique offrent des perspectives indéniables en chimie jusqu'aux années 50, et pour la première fois le terme « sonochimie » a été utilisé par Neppiras dans le journal de cavitation. Ensuite, depuis les années 1990, l'utilisation des ultrasons a connu un essor considérable, et de nombreux travaux ont montré l'efficacité des ultrasons dans la dégradation de composés organiques contaminants les eaux usées, et pour l'extraction du matériel alimentaire, tel que les lipides des protéines, des huiles essentielles et des composés phénoliques (par exemple : flavonoïdes, acides phénoliques...)(**Seidi and Yamini, 2012**). Mais aussi pour l'extraction de pectines (**Bayar et al., 2017**). Nous nous sommes intéressés à l'extraction du mucilage par EAU car à notre connaissance aucun travail publié n'a été retrouvé sur l'extraction de ce type de polysaccharides par Ultrasons à partir de la raquette de la plante *Opuntia ficus indica*.

Vu la demande accrue de l'utilisation des pectines et du mucilage en industrie, il y a un besoin de développer de nouvelles techniques avec des rendements élevés. Les techniques d'extraction étudiées incluent des extractions physiques utilisant l'eau supercritique (eau sous forte pression et température), des extractions aux microondes et aux ultrasons, et des extractions enzymatiques et des extractions eau-acide (liquide-liquide). Cette dernière méthode est connue comme étant la méthode conventionnelle de l'extraction des pectines, qui malgré ces inconvénients, est le seul procédé industriel(**Bayar et al., 2017**).

L'extraction assistée par Ultrasons (EAU) est très efficace en terme de temps énergétique en terme d'économie, en terme de rendement et en terme de pureté du produit final(**Bayar et al., 2017; Chemat et al., 2017b**). Le procédé d'extraction est réalisé grâce à un appareil appelé sonicateur qui permet de transformer l'énergie électrique en vibration mécanique longitudinale le long d'une sonde, cette dernière permet de détruire les cellules biologiques en suspension(**Prommajak et al., 2014**).

II.1. Définition des ultrasons

Les ultrasons sont des ondes mécaniques qui nécessitent un milieu élastique de propagation. Ils diffèrent des sons par la fréquence de l'onde. Les fréquences audibles pour les êtres humains sont comprises entre 16 et 20 kHz, tandis que les fréquences ultrasonores vont de 20 kHz à 10 MHz. A partir de cette large gamme de fréquence, deux groupes principaux sont distingués et les deux sont utilisés dans l'industrie alimentaire : ultrasons de diagnostic et de puissance (**De Sousa, 2012**).

Les principales caractéristiques des ondes ultrasonores sont ; l'amplitude, la fréquence (Hz), la vitesse, longueur, le rapport de puissance et l'intensité(Medina-Torres et al., 2017).

II.2. Principe de l'extraction assistée par ultrason

L'EAU est une technique dans laquelle l'énergie acoustique et les solvants sont appliqués pour extraire des composés cibles de diverses matrices végétales(Chemat and Khan, 2011). Lorsque les solvants sont soniqués, des ondes sonores de haute intensité sont transmises à travers le milieu liquide, ce qui entraîne des cycles alternés de compression et de décompression, qui à leur tour entraînent des changements de pression, donnant lieu à un phénomène appelé cavitation (**Figure 2**). Ce phénomène se produit lorsque de petites bulles se forment, ces derniers arrivant à un stade donné ne peuvent plus absorber de l'énergie et s'effondrent violemment, produisant un échauffement local intense, des pressions élevées et des forces de cisaillement qui entraînent des courants de micro-projection vers la surface solide, engendrant des effets tels que l'érosion et la dégradation des particules (**Chemat et al., 2017a**).

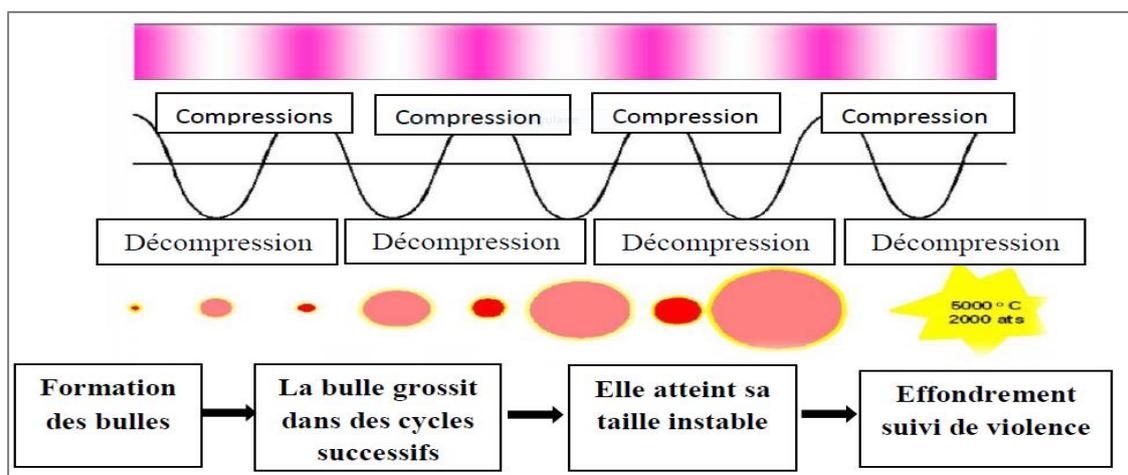


Figure 2. Schéma démonstratif de la cavitation ultrasonore(Mason and Lorimer, 2002)

Ce processus génère l'énergie nécessaire pour créer un effet chimique et mécanique qui favorise la libération des composés solubles du tissu végétal brut par la rupture de la paroi cellulaire, améliorant le transfert de masse et facilitant la pénétration du solvant et la libération des bio composants désirés dans le milieu d'extraction(Sanchez-Madrigal et al., 2017).

II.3. Paramètres influençant la cavitation

La formation des bulles (cavitation) est influencée par plusieurs paramètres, ceux qui sont propres à l'onde (amplitude, intensité, le rapport de puissance, la fréquence et la longueur d'onde, la température), la viscosité de la solution, le temps de traitement, la pression intérieure du milieu ainsi la présence d'impuretés et/ou de gaz dissout...(Saletes et al., 2011)

II.3.1. Température

La température du solvant joue deux rôles dans le traitement par ultrason d'une part, les températures élevées améliorent la diffusion des solutés de la matrice dans le milieu d'extraction et d'un côté les températures basses, augmente la formation des bulles (cavitation) par conséquent l'équilibre entre la diffusion et la cavitation doit être atteint(Flórez-Fernández and Muñoz, 2018).

II.3.2. Amplitude

L'intensité ultrasonique est exprimée en énergie transmise par seconde et par mètre carré de surface émettrice(Tiwari, 2015). Ce paramètre est directement corrélé à l'amplitude du transducteur et par conséquent à l'amplitude de pression de l'onde sonore(Capelo-Martínez, 2009). Avec l'augmentation dans l'amplitude de la pression, l'effondrement des bulles sera plus violent. Pour réaliser la cavitation seuil, une valeur minimale de l'intensité ultrasonique est requise. En ce qui concerne l'extraction, la détermination de l'intensité ultrasonique (IU) est une valeur d'entrée pertinente ayant un impact important sur l'efficacité de l'extraction. L'augmentation de l'IU entraîne généralement une augmentation des effets sonochimiques(Mason and Lorimer, 2002).

II.3.3. Temps

En général le temps est un important paramètre influençant l'extraction solide-liquide, ou le temps de contact entre les deux phases est un paramètre très important à maîtriser. La connaissance de la cinétique permettra d'arrêter le temps d'extraction lorsque le rendement souhaité est atteint et de ne pas continuer l'opération au-delà, ainsi des économies d'énergie et de man d'œuvre seront réalisées(Galvan D'Alessandro, 2013)

II.4. L'avantage de l'extraction assistée par ultrasons

L'EAU se distingue comme une alternative durable, respectueuse de l'environnement qui nécessite un investissement modéré de solvant et d'énergie. En outre, elle est facile à

manipuler, et moins cher sur le plan économique, augmente le rendement d'extraction, et diminue le temps d'extraction, reproductible en raison du fait que cette technologie permet son développement dans des conditions de pression atmosphérique et à température ambiante, ainsi elle peut être appliquée pour obtenir différents composés photochimiques dont les composés phénoliques (Medina-Torres et al., 2017). L'extraction assistée par ultrasons est réglable pour être utilisée avec des solvants polaires et apolaires à différentes températures (Samaram et al., 2015).

CHAPITRE III :

Electrocoagulation-

Electroflottation

III.1. Généralités sur l'Electrocoagulation-Electroflottation

De nos jours l'un des principaux défis auquel l'humanité est confrontée consiste à fournir de l'eau potable à une vaste population, ce qui a généré une croissante demande de nouvelles techniques de traitement des eaux. Il est donc urgent de développer des techniques plus efficaces moins coûteuses et respectueuses de l'environnement, parmi ces techniques novatrices l'Electrocoagulation-Electroflottation(EC-EF) est un procédé connue pour son grand potentiel de traitement des eaux usées, il a la capacité d'éliminer un large spectre de polluants et surpasse les inconvénients des techniques classiques(Nharingo and Moyo, 2016).

Le procédé d'EC-EF fonctionne à base de coagulants synthétiques (aluminium, fer) créés directement dans le milieu après soumission d'un champ électrique, ce dernier produit un phénomène de sédimentation des effluents(Yin, 2010).

Pour l'amélioration du rendement du procédé d'EC-EF et réduire la quantité de boues produites dans le traitement des eaux polluées, il est parfois nécessaire de rajouter des flocculants chimiques externes, en plus des coagulants (Al, Fe) libérés dans le milieu. L'ajout de ces flocculants chimiques contribue à une pollution additionnelle de l'environnement et est toxiques pour la santé humaine(Crini, 2005). Afin de réduire cette pollution, et dans le cadre du développement durable et des biotechnologies, les développements dans la technologie de floculation ont vu l'utilisation de polymères organiques naturels et poly-électrolytes comme flocculant et /ou auxiliaire dans le traitement des eaux usées (Zhang et al., 2006).

Parmi les avantages de ces flocculants naturels on peut citer une haute solubilité dans l'eau, une réduction des quantités de boues toxiques, et ils sont biodégradables(Buttice et al., 2010). Cependant, la combinaison de tels polymères comme coagulant naturel externe avec le procédé d'EC-EF a été réalisée avec le jus et le mucilage extraits des raquettes de la plante *Opuntia ficus indica*(Adjeroud et al., 2015). Toutefois, le jus ou le mucilage d'OFI ont été largement étudiés pour leurs diverses applications industrielles et leurs implications dans les traitements des eaux usées principalement en association avec la méthode standard Jar-test pour l'élimination de métaux lourds(Fox et al., 2012; Gade et al., 2010) de bactéries(Buttice et al., 2010) ou de matières en suspension(Bustillos et al., 2013; Torres and Carpinteyro-Urban, 2012).

III.2. Principe du procédé EC-EF

La théorie du principe de l'électrocoagulation a été discutée par un certain nombre d'auteurs(Mollah et al., 2004). Il est généralement admis que le processus d'électrocoagulation implique trois étapes successives (Chigozie and Joseph, 2014):

- Formation de coagulants par oxydation électrolytique de « l'électrode sacrificielle » : L'anode.
- Déstabilisation des contaminants, polluants, particules en suspension et rupture des émulsions.
- Agrégation des phases déstabilisées pour former des floes.

Toutefois, le procédé d'EC-EF par ces deux mécanismes (électrocoagulation et électroflottation) produit des coagulants *in situ* par dissolution électrique d'ions d'aluminium utilisés comme matériau d'électrode dans notre travail. L'électroflottation, quant à elle, intervient pour faire flotter les floes formés (étape 3).

Il est bien connu qu'une réaction d'oxydation, suite au passage d'un courant électrique, se produit à l'anode qui génère à pH approprié, une large gamme de coagulants et des hydroxydes métalliques qui déstabilisent et agrègent les particules en suspension par précipitation et adsorption des polluants dissous. Par la suite intervient l'hydrogène gazeux libérée de la cathode par réaction de réduction qui aiderait à faire flotter les particules floculées (Barka et al., 2013). La figure suivante présente le principe du procédé d'EC-EF à partir d'électrodes en aluminium:

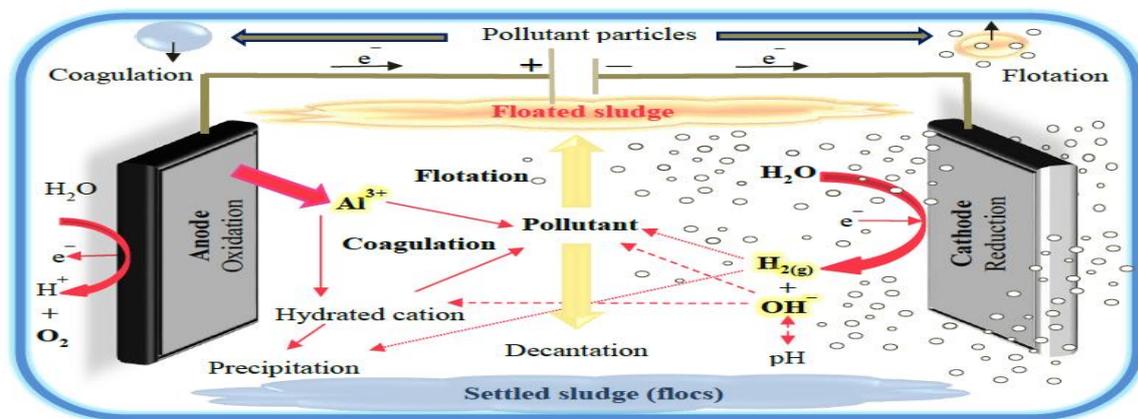


Figure 3 : Schéma du principe d'Electrocoagulation-Electroflottation (Adjeroud et al., 2015)

Lorsque l'aluminium est utilisé comme matériau d'électrode, trois réactions majeures se produisent dans le réacteur électrochimique comme suit (Merzouk et al., 2010) :

- Oxydation du métal à l'anode : $\text{Al} \rightarrow \text{Al}^{3+} + 3\text{e}^- \dots\dots\dots(1)$
- Electrolyse de l'eau à la cathode : $3 \text{H}_2\text{O} + 3\text{e}^- \rightarrow 3/2 \text{H}_2 + \text{OH}^- \dots\dots\dots(2)$
- Hydrolyse des ions Al : $\text{Al}^{3+} + 3\text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Al}(\text{OH})_3 + 3\text{H}^+ \dots\dots\dots(3)$

Dans le cas d'une anode en aluminium, le cation métallique formé est Al^{3+} (Essadki et al., 2008). Les cations métalliques résultants à l'anode forment des complexes avec des ions

hydroxydes (réaction 3) dont l'espèce majoritaire dépend du pH du milieu, ces réactions aboutissent à une multitude de complexes anioniques et cationiques, qui jouent le rôle de coagulant et conduisent à la formation de précipités, puis de floccs facilement éliminables, les complexes formés sont cités ci-dessous (Yilmaz et al., 2005) :

- Les mono complexes tels que Al(OH)^{2+} , Al(OH)_2^+ , Al(OH)_4^-
- Les poly complexes tels que $\text{Al}_2(\text{OH})_2^{4+}$, $\text{Al}_2(\text{OH})_5^+$, $\text{Al}_6(\text{OH})_{15}^{3+}$, $\text{Al}_{13}(\text{OH})_{34}^{5+}$
- Les espèces amorphes et très peu solubles telles que Al(OH)_3 , Al_2O_3

La séparation de matières agglomérées en solution à l'issue de l'adsorption des polluants, peut se réaliser de deux façons :

- Par décantation (Merzouk et al., 2010)
- Par flottation (Moreno-Casillas et al., 2007)

III.3. Avantages du procédé d'CE-EF

L'EC-EF est un procédé innovant dans le traitement des eaux usées industrielles. Il associe divers mécanismes de remédiation (coagulation, floculation et électrochimie) d'où son efficacité (Holt et al., 2005). Il est efficace dans l'élimination de plusieurs types de polluants (polluants organiques solubles naturels ou industriels, colloïdes, matière grasse, matière en suspension, colorants, minéraux et métaux (Chen, 2004) .

Parmi les avantages en faveur de l'électrocoagulation on peut citer les suivants: le procédé s'effectue à température ambiante, simple et rapide à utiliser, à faible cout et respectueux de l'environnement qui ne nécessite pas l'ajout de produits chimiques. En outre l'eau purifiée est potable, claire, incolore et inodore avec une faible production de boues et possibilité d'une automatisation complète. Il n'y a aucune chance de contamination secondaire de l'eau dans ces techniques (Bazrafshan et al., 2015).

III.4. Inconvénients du processus du CE-EF

Les inconvénients majeurs de l'EC concernent principalement la conductivité souvent faible de l'eau polluée, un rajout du chlorure de sodium est généralement nécessaire. Parfois la présence d'ions du calcium et ions du bicarbonate induit la formation des dépôts de carbonate du calcium sur la cathode qui augmente résistance électrique de la cellule le nettoyage et le changement des électrodes peut causer une perte de temps dû à l'arrêt du processus pendant les opérations, puisque les électrodes sont dissoutes dans les eaux usées suite à une oxydation (Mollah et al., 2004).

III.5. Facteurs influençant le procédé d'EC-EF

Plusieurs facteurs peuvent influencer la taille des bulles générées par l'EC-EF tel que la densité de courant, la température, la concentration initiale, le pH du milieu, et la nature de l'effluent(Merzouk et al., 2009).

L'efficacité du traitement augmente significativement avec l'augmentation de la tension électrique. Une plus haute tension peut être attribuée au fait que, à tension électrique élevée la densité du courant au sein de la cellule s'élève également, le taux d'aluminium oxydé augmente, entraînant l'élimination de plus en plus de polluants. En outre, il a été démontré que la densité des bulles augmente et leur taille diminue avec l'augmentation de la densité du courant(Khosla et al., 1991)

Il a été établi que le pH est un facteur opérationnel important influençant la performance des processus EC et EF(Chen, 2004). L'effet de pH sur les eaux usées pendant l'électro coagulation est reflétée par l'efficacité ainsi que la solubilité des hydroxydes métalliques. L'effluent du pH après traitement d'électrocoagulation augmenterait pour des solutions initiales acides, mais diminue pour des solutions initiales alcalines. C'est l'un des avantages de ce processus(Bailey, 1932).

La conductivité de l'eau affecte la tension de la cellule (U) et la consommation d'énergie électrique. Ainsi, l'ajout d'électrolytes employés pour augmenter la conductivité est connue pour réduire la résistance ohmique des eaux usées à traiter(Kobyia et al., 2006). Par ailleurs la consommation d'énergie diminuera car elle dépend de la tension de la cellule (U) et de l'intensité du courant (I).

La distance entre les électrodes utilisées en EC-EF est aussi un paramètre important. Dans l'optimisation de quelques paramètres pour le traitement d'une eau usée de l'industrie textile e la séparation de quelques métaux lourds, (Merzouk et al., 2009)ont testé diverses densités de courant (11,55, 18,6, 35,94, 56,64, 74,07 et 91,5 mA/cm²) avec diverses distances entre les électrodes (1, 2 et 3 cm). Une élimination optimale de 89,54% a été obtenue sans coagulants lorsque la densité de courant était de 11,55 mA/cm², avec la distance de 1cm. Plus les électrodes sont proches plus le procédé est efficace vu que les espèces ioniques libérées de chaque électrode interagissent rapidement pour former les hydroxydes de coagulation.

Etude expérimentale

CHAPITRE IV :

Matériels et méthodes

IV.1. Matériel végétal

IV.1.1. Collecte de l'échantillon

Les raquettes ou cladodes d'*Opuntia ficus indica* sans épines (inermes) ont été récoltées dans la wilaya de Bejaia, au lieu-dit Bir Essalem (nord-est de l'Algérie) pendant le mois de mars 2018.

IV.1.2. Préparation de l'échantillon

Les cladodes d'OFI ont été conservées à froid à 4°C et l'une de ces raquettes a été utilisée après une journée de la récolte. La cladode a été nettoyée par élimination des épines et des tâches noires, puis par rinçage à l'eau de robinet suivi d'eau distillée. Des mesures des dimensions de la cladode ont été notées : longueur 430 ± 3 mm, largeur 196 ± 25 mm et épaisseur 23 ± 5 mm, nombre d'aréoles 155 ± 2.5 et le poids de la cladode est de 1133.83 ± 42 . Ensuite, la raquette a été découpée en forme de bandelette, et l'épiderme externe (cuticule composée de chitine, cellulose...) a été retirée délicatement (Miller et al., 2008) à l'aide d'un couteau de cuisine, cette cuticule pourrait agir comme une barrière à l'extraction de molécules bioactives. Viens ensuite le broyage de la raquette mélangé à de l'eau distillée (ratio 1:3) d'une durée de 50 s dans un mixeur domestique (Moulinex, Masterchef 370 Alencon, France) (Cárdenas et al., 1997; Fox et al., 2012). Le broyat obtenu a été mis dans un bécher de 500 ml et conservé au réfrigérateur à 4°C (Felkai-Haddache et al., 2016). Le protocole de préparation de l'échantillon est illustré à la figure suivante (Figure 4) :

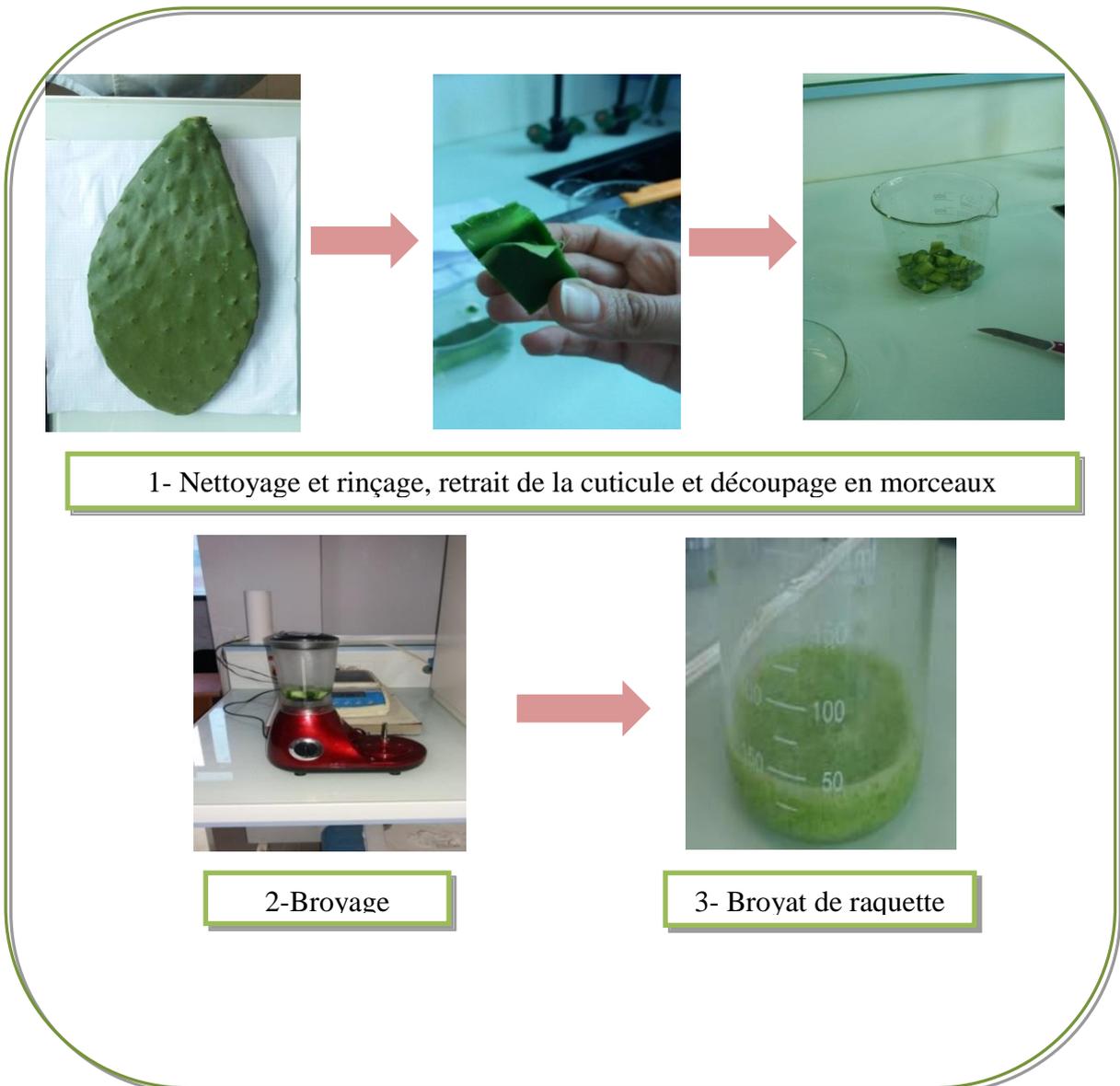


Figure 4. Préparation de l'échantillon de cladode (OFI)
(Photographies prises au laboratoire 3BS)

IV.2. Test d'humidité

La dessiccation est la méthode utilisée pour déterminer le taux d'humidité, où 3 échantillons de 25 g de cladode sont mis dans une étuve à $105 \pm 2^\circ\text{C}$ jusqu'au séchage et

stabilité du poids (> 3 h). Le taux d'humidité est défini comme étant la perte de poids subit lors de la dessiccation qui est calculé par la formule suivante :

$$H (\%) = \frac{M_1 - M_2}{PE} \cdot 100$$

H % : teneur en eau

M₁ : poids de la coupelle + échantillon avant dessiccation

M₂ : poids de la coupelle + échantillon après dessiccation

PE : prise d'essai

La matière sèche (MS) est obtenue comme suit :

$$MS = 100 - H (\%)$$

IV.3. Calcul du rendement

Le calcul du rendement d'extraction dans cette étude vise à déterminer l'efficacité du procédé d'extraction (conventionnelle et aux ultrasons) du mucilage à partir des cladodes d'OFI. Le rendement d'extraction est calculé comme le pourcentage de poids (g) de l'extrait sec du mucilage obtenu à partir de 25 g de cladode séché à l'étuve (Zhang et al., 2007) le Rendement pour chaque extrait a été calculé par la formule suivante :

$$R (\%) = \frac{M}{M_0} \cdot 100$$

R : Rendement exprimé en %.

M : Masse en gramme de l'extrait sec du mucilage séché à l'étuve.

M₀ : Masse en gramme de l'échantillon initial séché à l'étuve (25 g utilisé pour l'extraction).

IV.4. Methodes d' extraction

IV.4.1. Extraction conventionnelle (macération/agitation)

La macération consiste à laisser tremper la matière végétale ou ligneuse dans un solvant organique ou inorganique à température ambiante avec ou sans agitation continue, l'extraction

aura lieu par pénétration du solvant dans les cellules, ce phénomène provoquant leur gonflement et la rupture des liaisons moléculaires de faible énergie. Les extractibles sont alors dissouts et diffusent progressivement des cellules vers le solvant (**Royer et al. 2010**).

➤ Mode opératoire

Le broyat obtenu à base de raquette et d'eau distillée (**Figure 4**) a été mis sur une plaque agitatrice (Velp Scientifica, France) (**Figure 5**), avec une vitesse d'agitation de 300 rpm. Pour l'optimisation des rendements d'extraction, l'extraction conventionnelle a été réalisée à des températures de 20 et 80°C, chacune pendant 60, 120 et 180 minutes, chaque extraction est répétée deux fois. Après agitation le mélange déchargé a été filtré à l'aide d'une passoire domestique pour enlever la pulpe, puis le filtrat récupéré est soumis à une précipitation du mucilage par l'ajout de trois fois le volume d'éthanol 96 % (v/v) (1:3), par la suite le mélange a été stocké à 4°C pendant une nuit (**Matsuhira et al., 2006**).

La récupération du mucilage dans le filtrat à base du jus de cladode et d'éthanol a été réalisée par centrifugation à 5000 rpm pendant 5 mn à 4°C (Sigma 2-16 PK Model, Osterode AM Harzs, Germany) suivi d'un séchage (24 h) dans une étuve aérée (Nuve-FN 400P, Turquie) à 40°C afin d'éliminer l'éthanol, une fois le séchage terminé l'extrait sec a été pesé pour le calcul du rendement.

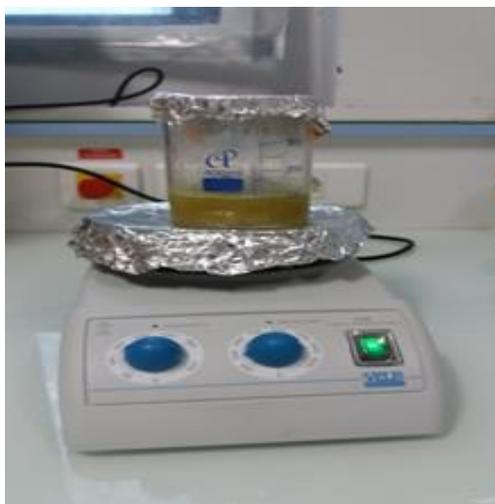


Figure 5. Extraction conventionnelle du mucilage sur plaque agitatrice

IV.4.2. Extraction assistée par ultrasons

De nombreuses études menées sur l'extraction des polysaccharides bioactives de haute qualité à partir de matières végétales, ont exploité la technologie de l'ultrason. Ces études ont prouvé que c'est une méthode d'extraction efficace avec de nombreux avantages tels que

l'augmentation du rendement d'extraction, la réduction d'utilisation du solvant et une réduction de la durée d'extraction (Chen et al., 2012). Pour cela nous avons réalisé des extractions du mucilage aux ultrasons afin de comparer les résultats obtenus à ceux de l'extraction conventionnelle et éventuellement d'améliorer les rendements d'extraction.

➤ **Mode opératoire**

Le mélange raquette eau distillée (1 :3) obtenu pendant la préparation de la matrice (Figure 4) a été soumis à des ondes ultrasonores par un sonicateur à sonde (Bioblock Scientific-Vebra Cell75115) (Figure 6). Pour l'extraction aux ultrasons deux paramètres ont été étudiés afin d'améliorer les rendements d'extractions. Le sonicateur a été réglé à une amplitude de 60 % avec une pulsation de 5 s, pour des extractions réalisées à différents temps (1, 3, 5, 10, 20, 30, 40 et 50 mn), chaque essai est répété deux fois, cette démarche vise à déterminer le temps optimale d'extraction du mucilage.

Ensuite, une fois que le temps d'extraction optimal a été obtenu, la démarche d'extraction a été orientée vers l'optimisation de l'amplitude par variation de celle-ci, ainsi les amplitudes de 20 % et 100 % ont été testées au temps optimal obtenu.

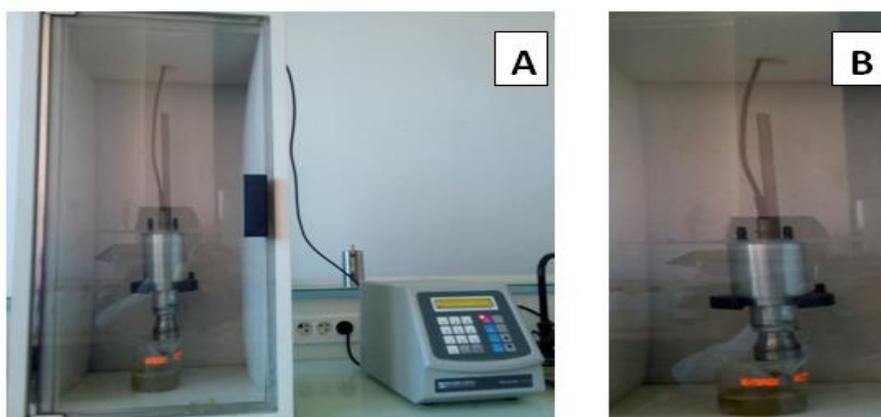


Figure 6. Sonicateur à sonde (A) et Extraction du mucilage par Ultrasons (B)

- La figure suivante montre les poudres obtenues de l'extrait sec du mucilage après extraction conventionnelle ou extraction aux ultrasons :



Figure 7 : Poudre de mucilage obtenu après séchage à l'étuve

La procédure d'extraction par ultrason du mucilage des cladodes OFI est illustrée dans la figure suivante (**Figure 8**) :

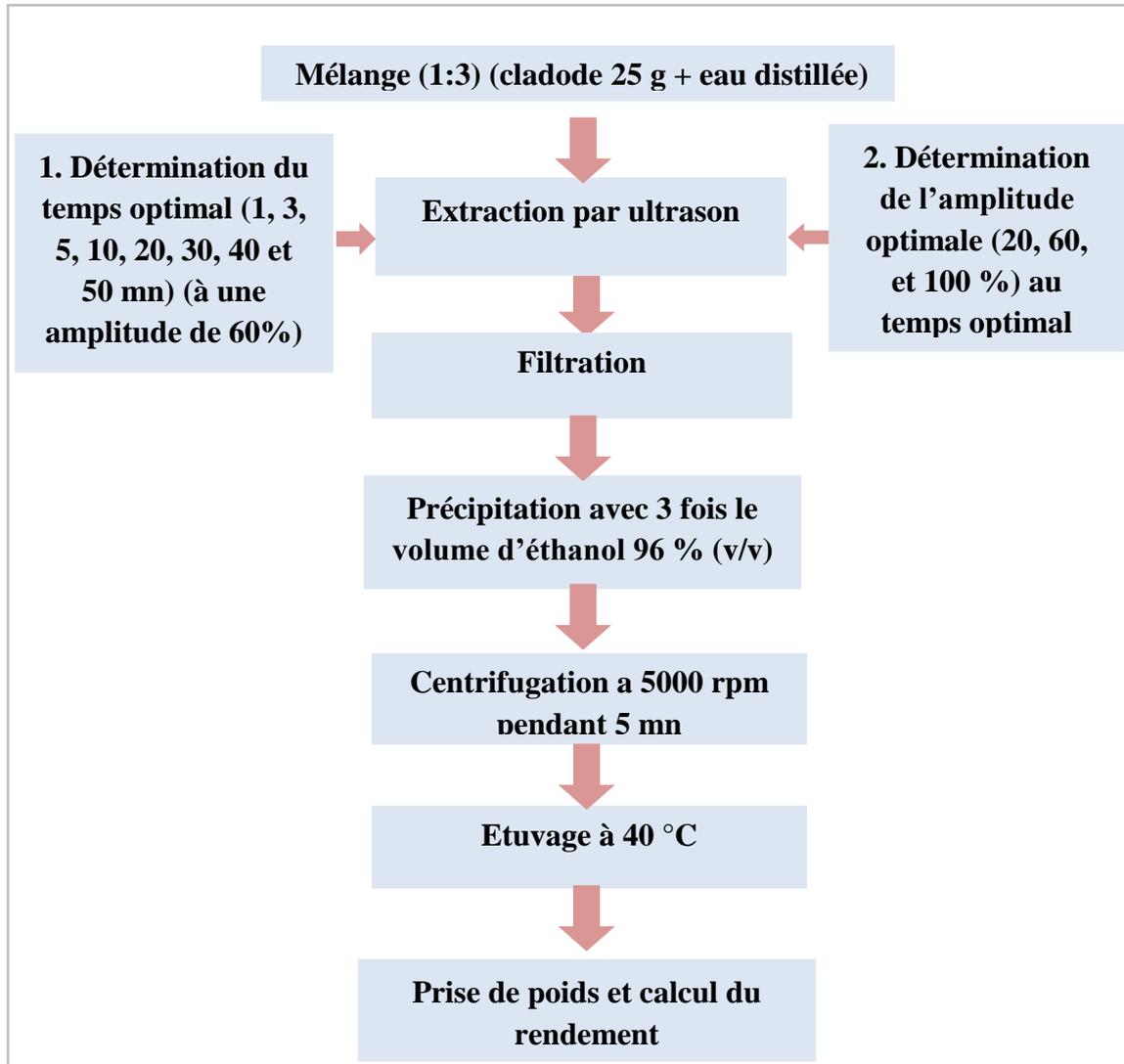


Figure 8. Protocole d'extraction par ultrasons du mucilage des cladodes d'OFI (Dahmoune et al., 2016)

IV.5. Effet du mucilage sur le procédé d'électrocoagulation-électroflottation (EC-EF)

IV. 5.1. Préparation de l'eau usée synthétique

L'eau usée synthétique a été préparée (**Figure 9**) en utilisant 2000 mL d'eau de robinet (afin de bien couvrir les électrodes en aluminium dans l'unité EC-EF), additionnée d'une concentration de 300 mg/L de gel de silice (Woelm Pharma) pour simuler des rejets industriels très troubles (**Merzouk et al., 2009**).

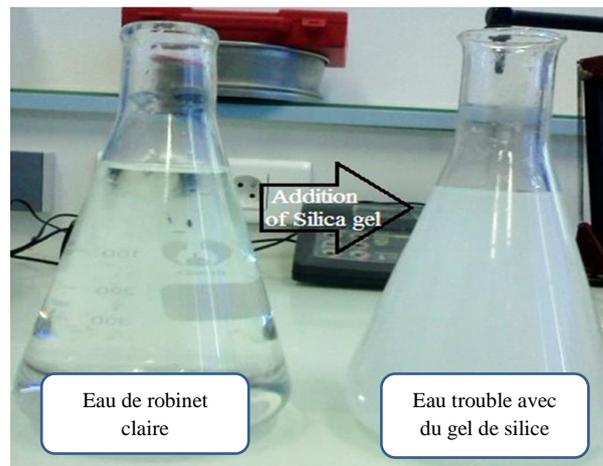


Figure 9. Préparation de l'eau usée synthétique
(Photographie prise au laboratoire 3BS)

IV.5.2. Préparation du mucilage

La procédure débute par la pesée d'une quantité nécessaire du mucilage (extrait de cladode (OFI)) ensuite le mucilage a été dissout dans une solution composée de 18 mL d'eau distillée et de 4 mL de NaOH (1 M), ensuite la solution est agitée à une température ambiante jusqu'à la solubilisation du mucilage (**Adjeroud et al., 2018**).

IV.5.3. L'unité expérimentale de l'EC-EF

L'unité d'EC-EF représentée en (**Figure 10**) consiste en un dispositif de réacteur électrochimique de 4 L, avec deux électrodes en aluminium de forme rectangulaire (27 mm x 17 mm x 1 mm) correspondant à une superficie de 4,59 cm², ces dernières ont été installées verticalement au milieu du réacteur et sont connectées à une alimentation en courant continu (Statron TYP 3217, Allemagne) fournissant 0-30 V (0-10 A). La distance entre les électrodes est de 1 cm (**Merzouk et al., 2010**).

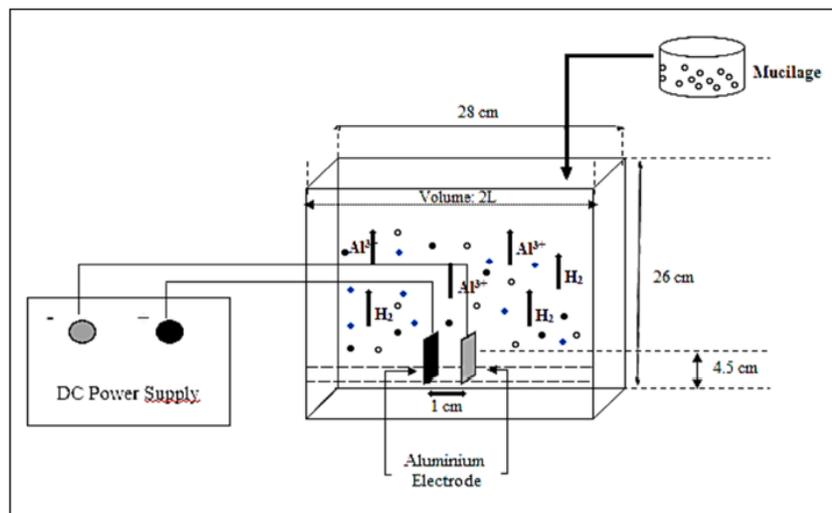


Figure 10. Unité expérimentale de l'EC-EF

➤ **Mode opératoire (Merzouk et al., 2009)**

Une fois que l'unité d'EC-EF est prête à l'emploi avec les conditions précédemment citées, un volume de 2 L d'eau usée synthétique préparée avec le gel de silice est versée puis purifiée dans la cellule électrolytique après avoir mis en marche le générateur de courant. Des prélèvements ont été effectués en respectant une distance de 4.5 cm au-dessus du fond du réacteur, cette manœuvre est répétée à temps régulier entre 0 (avant le fonctionnement du procédé) et 40 mn avec un intervalle de 5 mn. Tous les essais ont été répétés deux fois et réalisés avec des conditions initiales fixes à savoir : pH de la solution de 7,7, un Ampérage du générateur de courant de 0,2 A (densité de courant $34,6 \text{ A/cm}^2$) et une conductivité (k) de 1,4 ms/cm. Par la suite les échantillons récupérés ont été analysés en mesurant la turbidité (voir la dernière section). Le pH et la conductivité de la solution ont été mesurés en utilisant respectivement un pH-mètre EC211 et un conductimètre EC 215 (instruments Hanna, Italie).

Cette même procédure est répétée en respectant les mêmes conditions à une différence près : le rajout du mucilage à différents dosages (5, 10, 15 et 30 mg), cette étape vise à comparer l'efficacité de traitement de l'eau usée par le procédé d'EC-EF sans et avec ajout du coagulant naturel (mucilage) (Adjeroud et al., 2018) modifier.

IV.6. Mesure de la turbidité

La turbidité des échantillons a été déterminée par spectrophotomètre UV-VIS (Spectro scan 50, Japon). La concentration du gel de silice a été estimée à partir d'une longueur d'onde maximale (λ_{\max}) de 740 nm (**voir annexe II**)

Le calcul de l'efficacité d'élimination de la turbidité (TR%) après traitement électrochimique sans et avec mucilage a été effectué en utilisant la formule suivante :

$$TR \% = \frac{C_0 - C}{C_0} \cdot 100$$

C_0 : concentration du gel de silice en (mg/L) avant lancement du procédé EC-EF.

C : concentrations du gel de silice en (mg/L) à différents temps du traitement (temps de prélèvements).

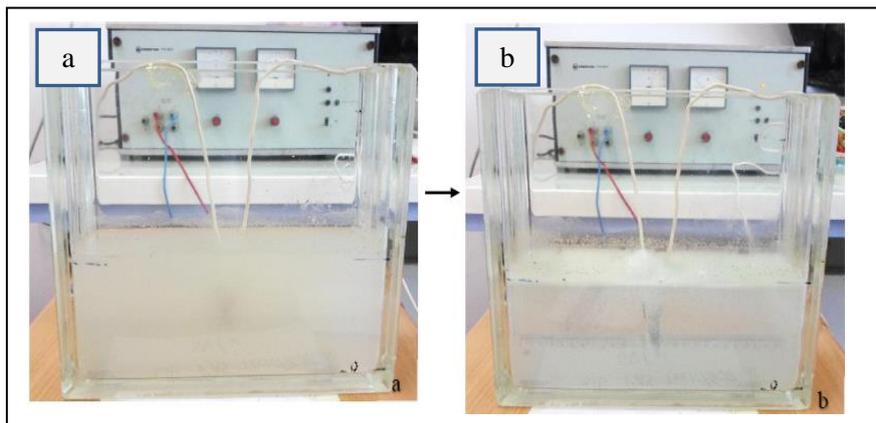


Figure 11. Eau usée dans le réacteur EC-EF (photographie prise au laboratoire 3BS) avant (a) et (b) après traitement

IV.7. Analyse statistique

Toutes les données réalisées sont la moyenne de trois essais. Une analyse descriptive des résultats est réalisée à l'aide du logiciel Microsoft office Excel 2010, afin de déterminer les moyennes et les écarts types. Une analyse de la variance (ANOVA) est appliquée à l'aide du logiciel JMP (procès version 10, SAS, USA) afin de mettre en évidence les différences significatives de rendement d'extraction du mucilage. Le degré de signification des données est pris à la probabilité $p < 0,05$.

CHAPITRE V :

Résultats et discussions

V.1. Analyses chimiques

V.1.1. Test d'humidité

Le taux d'humidité des cladodes d'OFI était de $95,18\% \pm 0,14$. Cette valeur est proche de celle trouvée par (Hadj Sadok et al., 2009; Valente et al., 2010) qui étaient de 93 % et 95 %. La différence peut s'expliquer probablement par les variations des conditions climatiques ainsi que par le stade de maturation ou par des défauts de manipulation.

V.1.2. Mesure du pH

Le pH du jus de cladodes étudiées après broyage était de 4,86. Ce résultat est similaire à celui trouvé par (Hadj Sadok et al., 2009; Rodríguez-Felix and Cantwell, 1988) qui sont de 4,6 et 4,7. Cette différence peut s'expliquer par la nature du type de sol et les variations des conditions climatiques, sans oublier les erreurs de manipulation.

V.2. Extraction conventionnelle

L'extraction conventionnelle a été réalisée par macération dans l'eau et agitation sur plaque agitatrice du broyat de la raquette dont la température a été mesurée par un thermomètre. Cette opération a été réalisée à deux différentes températures : la température ambiante de la pièce et la température de 80 °C et pour chaque température les temps d'extraction ont été variés (60, 120, et 180 mn). Ensuite le mucilage a été précipité par l'éthanol (96 %)

V.2.1. Rendement d'extraction du mucilage à température ambiante (20°C)

La figure suivante présente le rendement de l'extraction conventionnelle du mucilage de la raquette d'OFI à une température ambiante de 20 °C et ne dépassant pas les 22 °C.

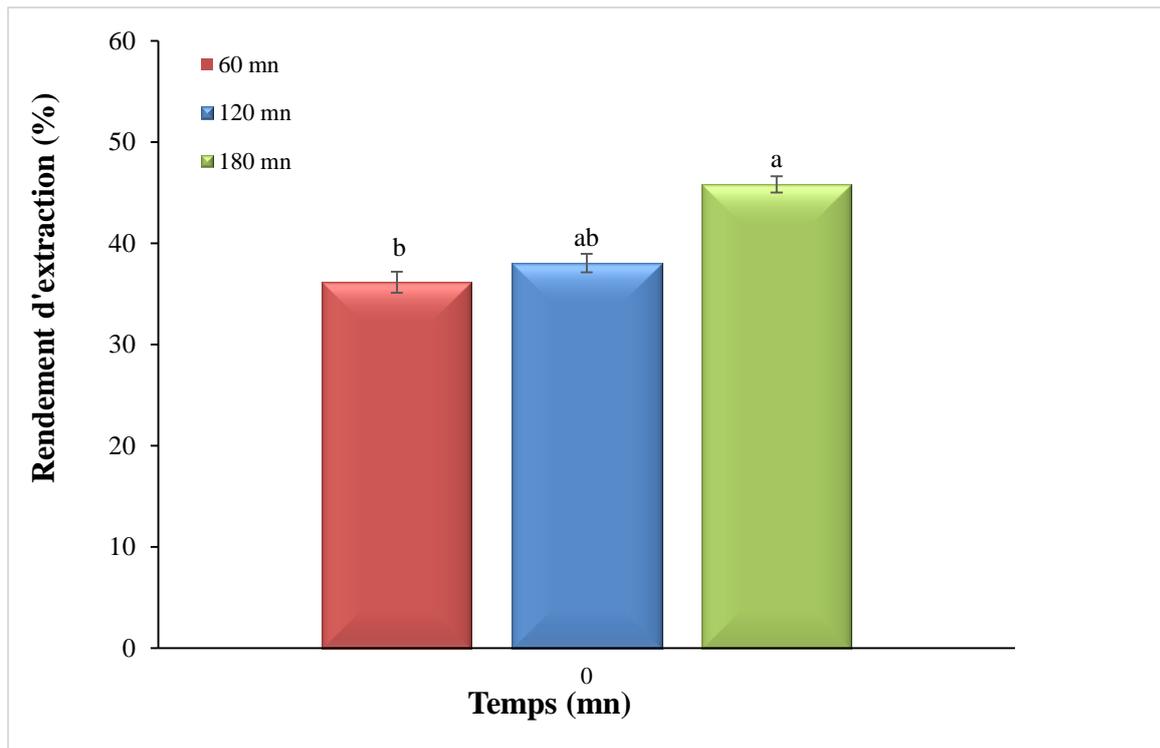


Figure 12. Effet du temps (60, 120 et 180 mn) sur le rendement d'extraction du mucilage d'OFI par la méthode conventionnelle à température ambiante (20 °C). Les valeurs avec les lettres différentes (a, b) sont significativement différentes (Tukey, $p < 0,05$) pour chaque type de traitement

À partir de la **Figure 12**, nous constatons une augmentation du rendement au fil du temps, dont la valeur la plus élevée est de 45,83 % au temps d'extraction de 180 mn. Par conséquent, des rendements d'extraction logiquement plus faibles ont été notés à des temps d'extraction plus courts, avec des valeurs égales à 36,16 et 38,03 % aux temps d'extraction de 60 et de 120 mn, respectivement.

L'analyse statistique montre une différence significative ($p < 0,05$) en terme de rendement d'extraction du mucilage, avec des lettres différentes significatives ($a > b$). Ces lettres sont attribuées pour la comparaison statistique de rendement d'extraction en fonction du temps.

D'après les résultats obtenus, concernant les rendements d'extraction conventionnelle à 20 °C, on peut déduire que l'augmentation de rendement du mucilage dépend de l'augmentation du temps d'extraction, qui a été justifié par une amélioration du rendement de 9,67 % entre 60 et 180 mn comme temps d'extraction.

V.2.2. Rendement d'extraction du mucilage à la température de 80 °C

La figure ci-dessous présente le rendement de l'extraction conventionnelle du mucilage de la raquette d'OFI à la température de 80 °C (maintenu dans une marge de 75 à 80 °C).

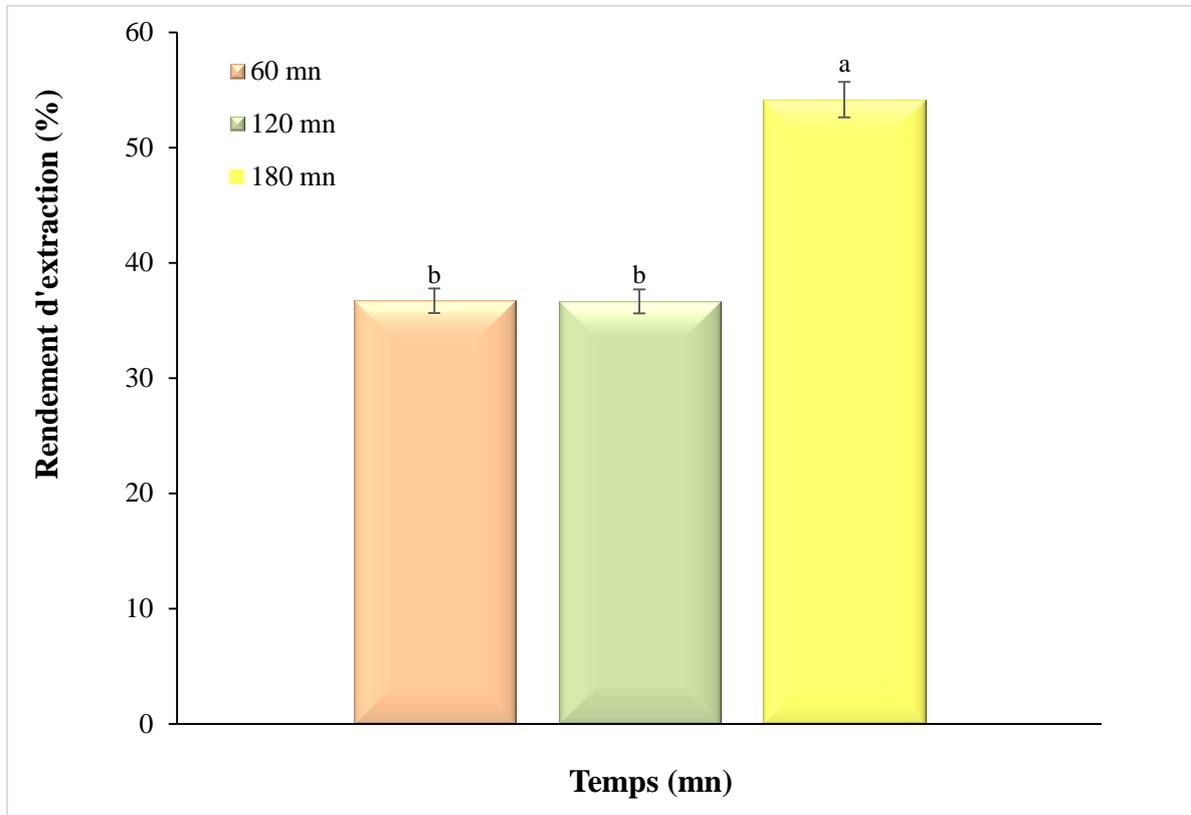


Figure 13. Rendement d'extraction du mucilage d'OFI par la méthode conventionnelle à 80°C en fonction des trois temps mentionnés (60, 120 et 180 mn). Les valeurs avec les lettres différentes (a, b) sont significativement différentes (Tukey, $p < 0,05$) pour chaque type de traitement

On observe à partir de la Figure 13 que la plus grande valeur du rendement est de 54,16 % obtenue après un temps d'extraction de 180 mn. Des valeurs plus faibles et quasiment identiques ont été obtenues au-dessous de 180 mn ; elles sont égales à 36,71 et 36,66 % à 60 et 120 mn, respectivement.

L'analyse statistique révèle qu'il y a une différence significative ($p < 0,05$) vis à vis du rendement d'extraction du mucilage entre les deux premiers temps d'extraction et celui de 180 min. La similitude des rendements d'extraction du mucilage aux temps de 60 et de 120 min est due aux conditions de réalisation de l'expérience qui ont été difficile à exécuter avec précision. Il a été difficile de maintenir la température de 80 °C de façon stable (système de

chauffage non fermé) par rapport à la température ambiante qui régnait, ceci peut donc éventuellement expliquer le résultat du rendement identique obtenu avec tout de même une heure d'intervalle.

On peut dire des Figures 12 et 13 que l'augmentation de la température de 20 à 80 °C a un effet positif sur le rendement d'extraction du mucilage, dont on a obtenu la plus grande valeur à 80 °C (54,16 % à 180 mn) et avec une amélioration du rendement de 8.33 % par rapport à l'extraction réalisée à 20 °C à 180 mn.

V.3. Extraction assistée par ultrasons du mucilage d'OFI

L'extraction assistée par ultrasons (EAU) a été réalisée dans le but d'améliorer le rendement d'extraction du mucilage de l'OFI par rapport aux rendements obtenus lors des extractions conventionnelles effectuées à 20 et 80 °C. Toutefois, deux paramètres ont été optimisés pour ce type d'extraction afin de maximiser les valeurs des rendements d'extraction, à savoir le temps d'extraction (mn) et l'amplitude (%) ces deux paramètres sont liés aux conditions opératoires du sonicateur utilisé et peuvent affecter sensiblement l'effet des ultrasons. Aussi, le temps et l'amplitude d'extraction sont des paramètres importants à optimiser afin de minimiser le coût énergétique du procédé.

V.3.1. Optimisation du temps d'extraction du mucilage par EAU

Pour optimiser le paramètre temps, différents temps d'extraction ont été testés : 1, 3, 5, 10, 20, 30, 40 et 50 mn. La **Figure 14** présente les différents rendements du mucilage obtenus par EAU et les valeurs des températures notées aux différents temps choisis. Deux autres paramètres ont été maintenus aux mêmes valeurs pendant toutes ces expériences, qui sont l'amplitude (60 %) et le ratio du mélange eau (solvant) et raquette broyée pendant l'extraction qui était de 1:3 selon le protocole d'extraction choisi. Plusieurs travaux concernant l'EAU ont montré qu'une amplitude moyenne (entre 20 et 100 %) était idéale pour des rendements optimaux.

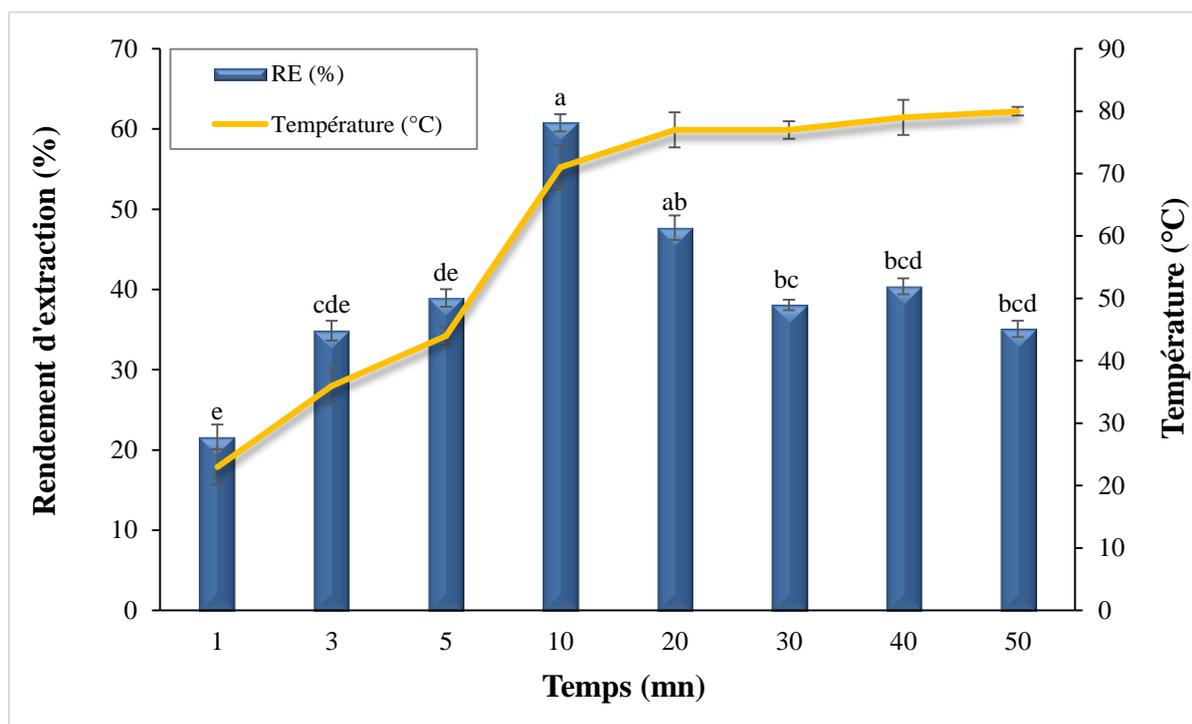


Figure 14. Effet du temps sur le rendement d'extraction du mucilage d'OFI par EAU et sur la température (°C). Amplitude 60 %, ratio (eau : raquette) 1:3. Les valeurs avec les lettres différentes (a, b, c, d et e) sont significativement différentes (Tukey, $p < 0,05$) pour chaque type de traitement

On voit clairement que la cinétique du rendement d'extraction du mucilage augmente de façon spectaculaire jusqu'à atteindre une valeur maximale au temps d'extraction de 10 mn. Ainsi, dès la 1 mn, on a obtenu une valeur de 21,66 % de rendement, d'extraction avec une température enregistrée de $23 \pm 1,53^\circ\text{C}$, puis le rendement d'extraction progresse continuellement avec le temps de traitement jusqu'à atteindre son maximum avec 60,77 % pour un temps optimal de 10 mn où une température de $71 \pm 3,53^\circ\text{C}$ a été obtenue. Au-delà de 10 mn le rendement de mucilage diminue jusqu'à atteindre 35,09% à une durée de 50 mn comme dernier temps d'extraction.

L'analyse statistique révèle qu'il existe une différence significative ($p < 0,05$) en termes de rendement d'extraction du mucilage par EAU en comparant les différents temps d'extraction au temps d'extraction de 10 mn.

V.3.2. Optimisation de l'amplitude pour l'extraction du mucilage par EAU

Une fois que le paramètre temps ait été optimisé à 10 mn, le deuxième paramètre qui est l'amplitude a été étudié. Pour cela trois amplitudes différentes, de 20, 60 et de 100 %, ont

été choisies et variées pour chaque expérience d'extraction ou le temps d'extraction et le ratio eau raquette ont été maintenus à 10 mn et 1:3, respectivement. A la fin de chaque extraction la température de la matrice végétale a été immédiatement mesurée. Le rendement d'extraction du mucilage d'OFI par ultrasons à différentes amplitudes de 20, 60 et 120 % est illustré en **Figure 15**.

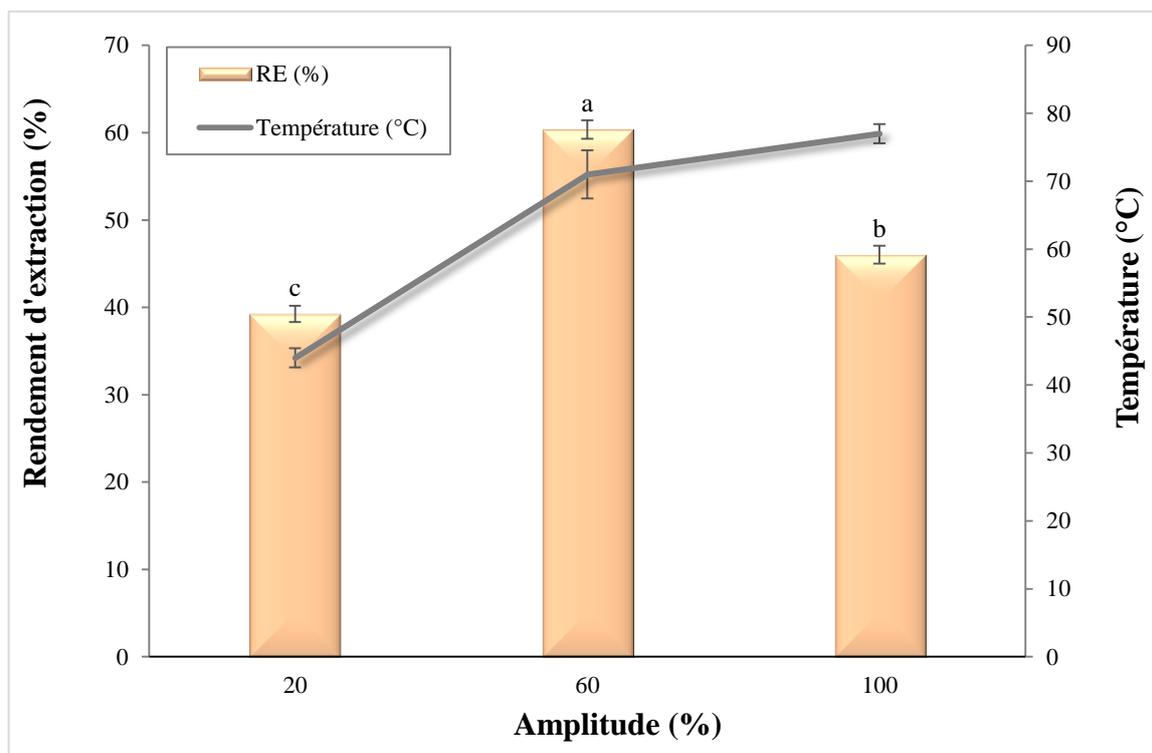


Figure 15. Effet de l'amplitude sur le rendement d'extraction du mucilage d'OFI par EAU et sur la température (°C) Les valeurs avec les lettres différentes (a, b, et c) sont significativement différentes (Tukey, $p < 0,05$) pour chaque type de traitement

A partir de la **Figure 15** nous remarquons que la plus grande valeur du rendement d'extraction est équivalente à 60.37 % avec l'amplitude moyenne de 60 %, ce résultat n'était pas surprenant. 60 % a été considérée comme amplitude optimale pour le rendement d'extraction ou une température de 71 ± 3.53 °C a été notée, au-delà de cette amplitude le rendement diminue pour atteindre 46.03 % à l'amplitude de 100 %, avec une température de $77 \pm 1,4$ °C.

L'analyse statistique montre qu'il y a une différence significative ($p < 0.05$) entre les différentes amplitudes en termes de rendement du mucilage ($a > b > c$).

V.4. Comparaison entre la méthode conventionnelle et l'extraction assistée par ultrasons (EAU)

L'efficacité de l'extraction du mucilage d'OFI par extraction conventionnelle (à 20 et 80 °C) a été comparée à celle de l'EAU. Les conditions des différentes techniques et les résultats obtenus ont été résumés dans le Tableau 4.

Méthode d'extraction	Temps d'extraction (mn)	Rendement d'extraction (%)
Extraction conventionnelle		
(°C)		
20	60	36.16 ±1.04 b
	120	38.03 ±0.91 ab
	180	45.83 ±0.80 a
80	60	36.71 ±1.07 c
	120	36.66 ±1.04 b
	180	54.16 ±1.54 a
Extraction Ultrasons (%)		
60	1	21.66 ±1.53 e
	3	34.86 ±1.23 cde
	5	38.95 ±1.08 de
	10	60.77 ±1.07 a
	20	47.69 ±1.52 ab
	30	38.07 ±0.64 bc
	40	40.40 ±0.99 bcd
	50	35.09 ±1.02 bcd
20	10	39.25 ±0.93 c
100	10	46.03 ±1.03 b

Tableau 4. Rendements d'extraction du mucilage à partir de l'extraction conventionnelle (à 20 et 80 °C) et de l'extraction par Ultrasons (amplitude 20, 60 et 100 %) à différents temps d'extraction. Les valeurs avec les lettres différentes (a, b, c, d, et e) sont significativement différentes (Tukey, $p < 0,05$) pour chaque type de traitement.

Les résultats obtenus ont été comparés avec ceux de (Felkai-Haddache et al., 2016) ou le mucilage de la raquette d'OFI a été extrait par extraction aux microondes, de la même façon on a constaté que le rendement augmente avec les temps de traitement testés (60, 120 et 180 mn) pour l'extraction conventionnelle à 20 °C (Tableau 4). Cependant, l'élévation de la température à 80 °C améliore le rendement jusqu'à 180 min, ce qui corrèle moyennement avec leurs résultats ou le maximum est atteint à 120 mn, cette différence peut être due à la différence du procédé d'extraction et à la différence du lot du site et de la période de collecte de l'OFI.

Généralement, la température a un effet positif sur l'extraction des composés phénoliques à partir de sources végétales (Spigno et al., 2007). Des études ont rapporté que le rendement du mucilage augmente de façon exponentielle avec la température et le temps de traitement, ou l'effet des températures élevées sur les graines diminue la viscosité du mucilage et rend les graines moins gluantes par conséquent le mucilage peut être facilement libéré dans la solution (Koocheki et al., 2009). Il a également été rapporté par (Prasad et al., 2009), que l'augmentation de la température d'extraction pourrait aussi modifier la structure de la matrice végétale, et par conséquent faciliter le processus d'extraction.

L'effet du temps sur le rendement était plus prononcé en extraction conventionnelle vu que des valeurs maximales du rendement ont été atteintes à 180 mn (après 3 h) (Tableau 4). Et en EAU, l'effet du temps sur le rendement était plus prononcé à des températures plus basses que 70 °C environ (entre 1 à 10 mn) (Figure 14), aussi le rendement atteint presque l'équilibre après 10 mn, et le fait de prolonger le temps n'a pas d'effet sur l'extraction du mucilage. Une tendance similaire a été observée pour la gomme de lin (Cui et al., 1994), la pectine de krueo Ma Noy (*Cissampelos pareira*) (Singthong et al., 2005), et les polysaccharides de graines de *Sterculia* à fruits en coque (noix de Bouddha) (Wu et al., 2007). Aussi, pour l'extraction de polysaccharides de l'igname chinois, (Yang et al., 2015) expliquent qu'un temps d'extraction excessif induit une gélatinisation des polysaccharides, ce qui est mauvais pour la séparation.

Les résultats de la présente étude, montre que les résultats obtenus de l'extraction par ultrasons sont très importants en termes de rendement que les résultats obtenus par la méthode conventionnelle, que soit à 20 °C ou à 80 °C. Cela était constaté par une amélioration du rendement de 6,21 %, à l'amplitude de 60 % qui avait donné le meilleur résultat (60,37 %) en

10 mn **Figure 15** comparé à l'extraction conventionnelle à 80 °C où le rendement était de 54,16 % obtenu après une durée de 180 mn **Figure 13**.

Les résultats obtenus dévoilent que l'extraction du mucilage d'OFI par ultrasons donne le meilleur rendement avec un gain de temps considérable. L'augmentation de rendement par ultrasons est due à la cavitation produite par des ondes sonores dans un milieu liquide, dont les effets sonochimiques se traduisent entre autre par des améliorations de rendement notamment en ce qui concerne certaines extractions solides-liquide(**Chen et al., 2012**).Egalement, une autre étude explique que les ondes ultrasonores forment de bulles minuscules soumises à des compressions et expansion adiabatique rapides, provoquant l'augmentation locale de température et de pression dans le milieu(**Japón-Luján et al., 2006**)L'augmentation de la température dans le milieu a un impact directe sur la cavitation seuil, qui provoquera l'effondrement du noyau cavitaire, par conséquent perturbe les tissus cellulaires ce qui améliore le transfert de masse vers la solution(**Toma et al., 2001**).De même lorsque la température augmente de 40 à 60 °C lors de l'extraction par ultrasons, la viscosité et la densité des extraits diminuent, ce qui facilite la pénétration du solvant plus profondément dans la matrice de l'échantillon(**Chen et al., 2012**)à mesure que le solvant se déplace plus profondément, sa zone d'exposition augmente ce qui aboutit à une efficacité d'extraction plus élevée.

La diminution du rendement du mucilage au-delà de l'amplitude de 60%, plus précisément à l'amplitude 100 % **Figure 15** était expliqué par le fait que l'augmentation de l'amplitude peut augmenter l'intensité ultrasonique, il est important de noter que des amplitudes élevées peuvent conduire à une détérioration rapide du transducteur ultrasonore, ce qui entraîne une agitation liquide au lieu d'une cavitation et une mauvaise transmission des ultrasons à travers les milieux liquides. Cependant, l'amplitude doit être augmentée en travaillant avec des liquides de haute viscosité tels que les huiles(**Chemmat et al., 2017**).Une autre étude rapporte que l'amplitude élevée des ondes ultrasonores dans un milieu liquide s'accompagne d'une augmentation de température qui réduit la cavitation lors de l'extraction par ultrasons, contrant ainsi leur effet(**Zhang et al., 2013**)et diminuant le rendement d'extraction, c'est en raison que la température élevée augmente la pression de la vapeur, qui s'infiltrer dans la cavité de la bulle , par conséquent de nombreuses cavitations s'effondrent moins violement et font réduire l'effet de sonication(**Chemmat et al., 2017; Santos et al., 2009**).

V.5. Effet des concentrations initiales du mucilage

Pour étudier l'effet du mucilage OFI sur l'efficacité d'élimination de la turbidité d'une eau usée synthétique, différentes quantités de mucilage d'OFI allant de 5 à 30 mg ont été testées en association avec le procédé EC-EF, avec les conditions initiales suivantes : gel de silice $C_0 = 600 \text{ mg / 2 L}$, distance entre électrodes $d = 1 \text{ cm}$, pH initial 7,7, conductivité $\kappa = 1,4 \text{ mS / cm}$, densité de courant $j = 43,6 \text{ mA/cm}^2$.

Les résultats des absorbances obtenues dans les tests précédents sans et avec ajout de différentes quantités du mucilage, ont été convertis en concentration de gel de silice (mg/L) par extrapolation via la courbe d'étalonnage de gel de silice (**annexe III**), Les concentrations obtenues ont été présentées sous forme d'histogramme (**Figure 16**) afin de suivre l'évolution de la turbidité en fonction des différents temps (0, 1, 5, 10, 15, 20, 25,30, 35 et 40 mn).

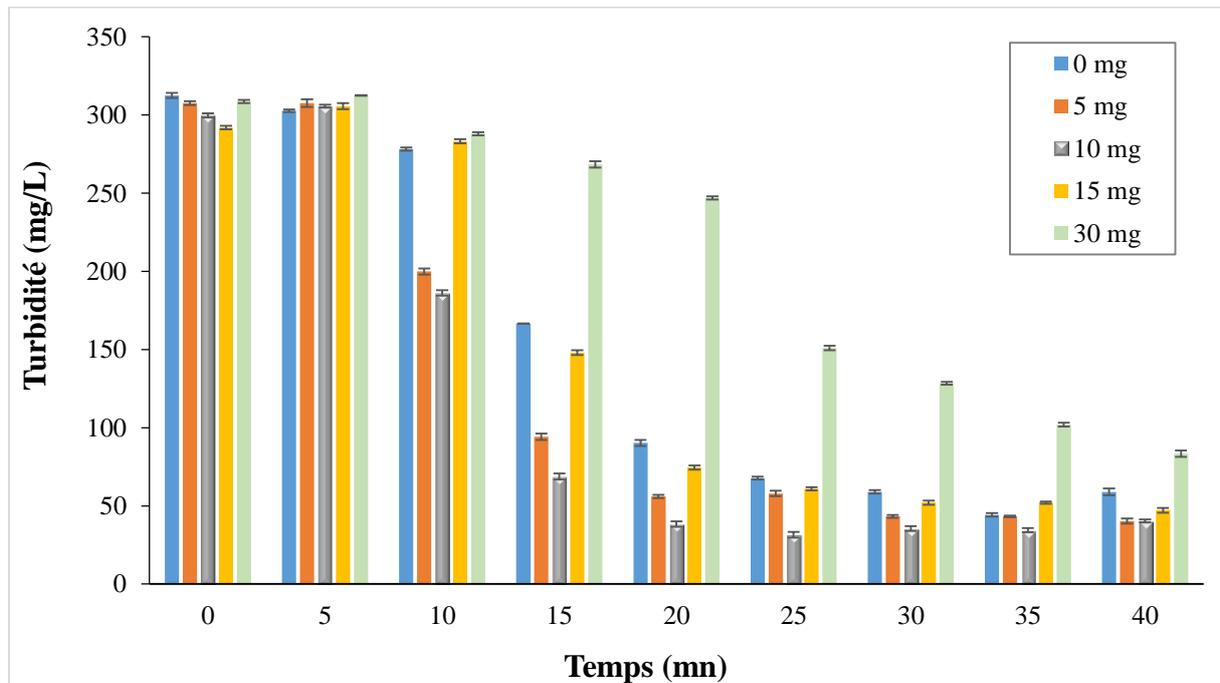


Figure 16. Effet de la concentration du mucilage d'OFI sur la turbidité initiale dans le procédé d'EC-EF. Condition initiale : Concentration en gel de silice $C_0 = 300 \text{ mg/ L}$, distance entre électrodes $d = 1 \text{ cm}$, pH initial 7,7, conductivité $\kappa = 1,4 \text{ mS / cm}$, densité de courant $j = 43,6 \text{ mA}$

D'après la **Figure 16** obtenu on a constaté que la turbidité en générale diminue par l'augmentation du temps et avec l'augmentation des quantités de mucilage. En outre on observe que les plus faibles valeurs de la concentration du gel de silice ont été obtenue, avec

seulement 10 mg (considère comme quantité optimale) du mucilage à travers les différents temps de traitement.

Ensuite à partir des concentrations du gel de silice (concentration initiale de 300 mg/L et les différentes concentrations à différents temps de prélèvements), on est arrivé à calculer le taux d'abattement de gel de silice via l'équation de mesure de l'efficacité d'élimination de la turbidité (chapitre IV). Les résultats obtenus sont présentés dans la **Figure 17** ci-dessous :

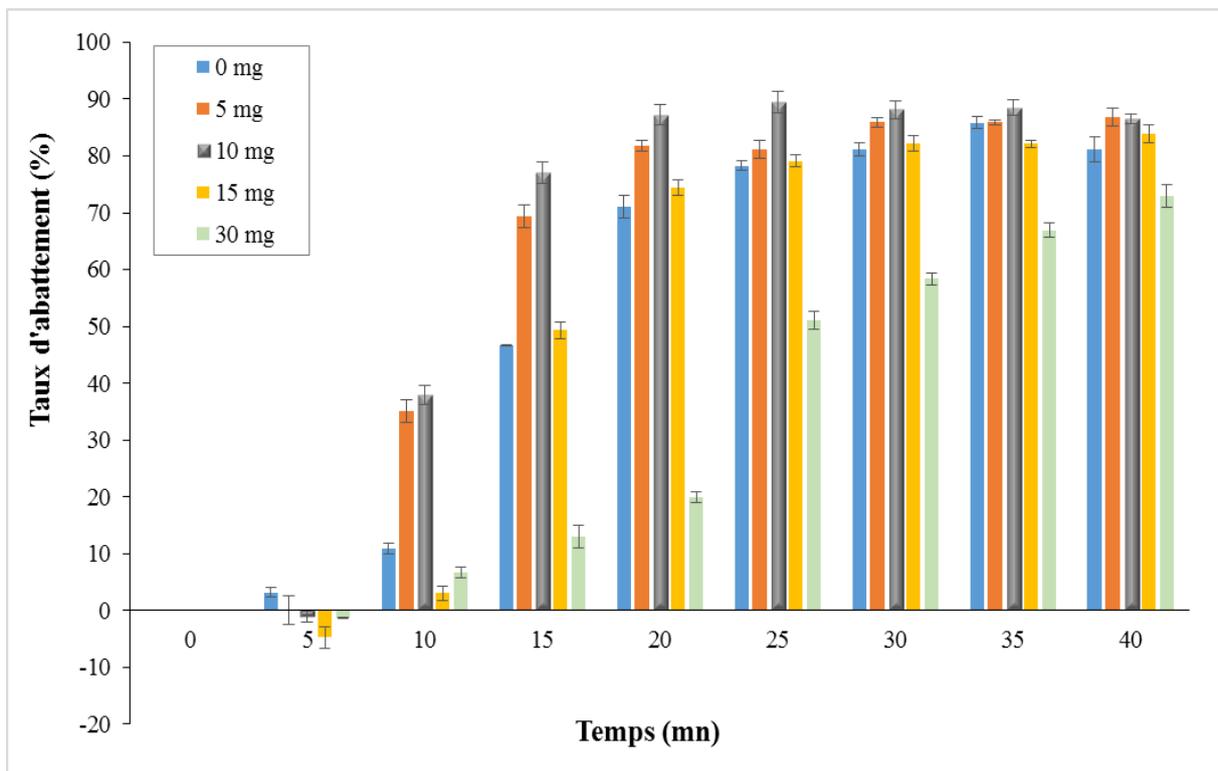


Figure 17. Effet de la concentration du mucilage d'OFI sur le taux d'abattement de la turbidité avec des Condition initiale : Concentration en gel de silice $C = 300$ mg/L, distance entre électrode $d = 1$ cm, pH initial 7,7, conductivité $\kappa = 1,4$ mS / cm, densité de courant = 43,6 mA

A partir de la **Figure 17** on a constaté que le taux d'abattement de la turbidité est négatif (presque dans les différentes quantités du mucilage testées) en début de fonctionnement du procédé, précisément au temps de 5 mn. Au-delà de 5 mn le taux d'abattement augmente en fonction de temps et de la quantité du mucilage, jusqu'à atteindre une valeur maximale de 89,47 % à 25 min avec une quantité du mucilage de 10 mg, après 25 min l'évolution du taux d'abattement est presque constante pour toutes les quantités du mucilage testées.

La **Figure 18** montre la comparaison entre les taux d'abattement des deux expériences d'EC-EF avec et sans ajout du mucilage.

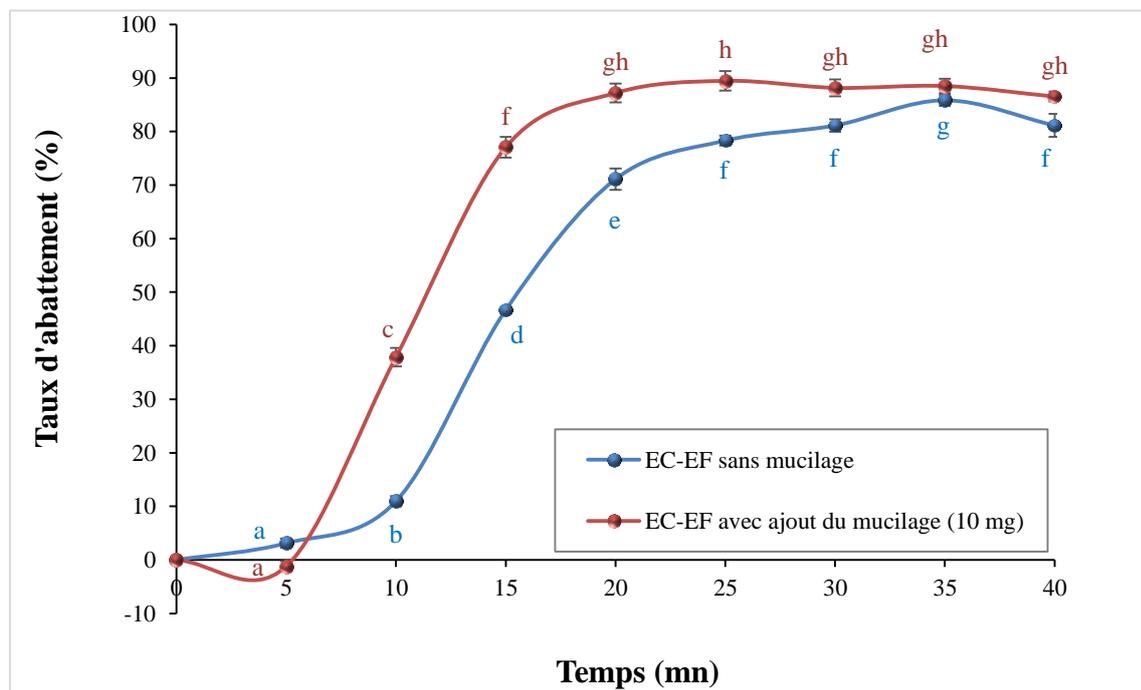


Figure 18. Effet du mucilage (10 mg) sur l'amélioration du taux d'abattement de l'EC-EF. Les valeurs avec les lettres différentes (a, b, c, d, e, f, g et h) sont significativement différentes (Tukey, $p < 0,05$) pour chaque type de traitement.

D'après l'analyse statistique il existe réellement une différence significative à partir de 10 mn entre les deux expériences, car les lettres sont différentes en majorité (sauf au temps de 35 mn). Toutefois, à 10 mn on a une amélioration de 27 % ce qui est très important ça permet un gain de temps considérable, à 15 et 20 mn on a obtenu des améliorations de 30 et 16 %, respectivement.

Selon ces résultats on remarque donc que l'EC-EF assistés par le mucilage d'OFI permet une élimination de la turbidité de 89,47% à 25 mn, lorsque le traitement de l'eau par l'EC-EF sans mucilage est de 88,50 % à 35 mn, et on a aussi une amélioration de 30 % à 15 mn. Ce résultat est similaire à celui de (Adjeroud et al., 2015) ou une amélioration de 15 % a été aussi notée avec l'utilisation du jus de raquette d'OFI.

❖ Discussion des résultats

La diminution de la turbidité dans le procédé EC-EF sans mucilage **Figure 16** et **17** avec les différents temps de l'expérience est expliquée par la dissolution des électrodes en

aluminium au passage du courant électrique (Eq 1, chapitre III). Les espèces ioniques complexes (espèces coagulées et hydroxydes métalliques) jouent le rôle de coagulants, qui s'adsorbent sur particules en suspension (gel de silice) et neutralisent ainsi les particules colloïdales ce qui conduit à la déstabilisation de l'émulsion et à la formation d'agrégats, puis les floccs deviennent facilement éliminable (**Chen et al., 2000; Kobya et al., 2006**). Selon (**Mollah et al., 2001**), les complexes gélatineux hydroxy-cationiques chargés peuvent efficacement éliminer les polluants par adsorption, par ailleurs au voisinage de la cathode, se produit la réduction de l'eau provoquant la formation d'hydrogène gazeux (Eq 2, chapitre III principe de l'EC-EF). Cette libération de gaz se produit sous forme de bulles (**Essadki et al., 2008**), et contribue à l'agitation du milieu, ces bulles adhèrent aux solides formés en solution (adsorbant-polluant), en produisant des particules flocculées après électrocoagulation, et favorisent leur flottation (**Adjeroud et al., 2015; Chen et al., 2000**).

A partir de la **Figure 17** on observe qu'à l'instant initial les valeurs du taux d'abattement sont négatifs comme mentionné auparavant. Ceci peut être expliqué par la polymérisation d'aluminium dissous sous forme d'hydroxyde d'aluminium augmentant ainsi la turbidité en début de traitement (**Khemis et al., 2006**).

L'amélioration du taux d'abattement par le mucilage **Figure 18** est peut-être lié à une augmentation des sites de liaison à la surfaces du bio-coagulant avec le gel de silice ce qui favorisent la formation des floccs (**Barka et al., 2011**). D'autres études suggèrent que le mucilage de l'OFI, en particulier son composant l'acide galacturonique, peut être le composant actif qui fournit une activité de coagulation par un mécanisme qui fonctionne principalement par adsorption, et d'un autre côté l'utilisation du galactose et du rhamnose n'a montré aucune activité de coagulation (**Miller et al. 2008**). Une étude portée sur le mucilage de l'Okra (*Abelmoschus esculentus*), prouve que la présence de groupes hydroxyle (-OH) sert de site actif pour adsorption des particules colloïdales au mucilage (**Freitas et al., 2015**). Le mucilage de cactus a une composition semblable, à celle du mucilage d'Okra, par conséquent, il est possible de considérer que le mécanisme est le même, et cela a été constaté par les résultats de la IRTF (spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier), qui indique que le mucilage d'OFI contient une variété de groupes fonctionnels tels que les groupements carboxyles, hydroxyles, sulfates, phosphates, aldéhydes, cétones et d'autres groupes chargés (**Fedala et al., 2015**). Les groupes fonctionnels présents dans le mucilage sont responsables de l'activité d'adoption des polluants (**Nharingo and Moyo, 2016**).

Une autre étude plus récente rapportée par (**Adjeroud et al., 2018**) que les particules de mucilage pourrait interagir directement avec les polluants (cuivre) en solution, grâce notamment à la structure poreuse du mucilage, avant leur adsorption sur les hydroxydes d'aluminium. D'un autre côté, l'adsorption des molécules en suspension (gel de silice) sur la surface de l'espèce d'aluminium pourrait faciliter leur attachement au mucilage d'OFI par conséquent ceci augmenterait l'efficacité de la coagulation ainsi que l'élimination de la turbidité. Dans les deux cas, de petits floes se forment.

Il faut noter qu'une petite quantité (10 mg) du mucilage d'OFI a été nécessaire pour améliorer l'efficacité de l'EC-EF pour le traitement de 2 L de solution. Seulement 0,005 g/L à 0,015 g/L de poudre de cladode d'*Opuntia* spp. était efficace pour traiter 0-125 NTU (Unité de mesure de la turbidité nephelométrique : 300 mg/L = 31.9 NTU dans le cas de traitement de boues en suspension) d'eaux usées synthétiques (**Miller et al., 2008**).

L'augmentation supplémentaire des concentrations de mucilage au-delà de 10 mg n'améliore pas davantage le taux d'abattement (**Figure 17**) mais on remarque une stabilité jusqu'à la fin du traitement et une diminution considérable avec 30 mg de mucilage, ceci est probablement due à l'accumulation des polymères de mucilage empêchant l'interaction avec le gel de silice et à la saturation des sites d'interaction (**Adjeroud et al., 2015**).

Cependant, la turbidité résiduelle du gel de silice à 25 min est de 31.55 mg/L (**Figure 16**) avec la quantité optimale du mucilage (10 mg), ce qui signifie que la turbidité initiale a été réduite d'environ 10 fois (concentration initiale 300 mg/L).

Le mucilage d'OFI a la capacité de réduire la turbidité et donc interagit avec des suspensions solides contrairement aux coagulants synthétiques de sels métalliques (**Davis and Edwards, 2014**) qui fonctionnent par neutralisation de charge. L'utilisation des mesures du potentiel zêta et des images de microscopie électronique à balayage présentant des floes formés, a montré que les mécanismes de coagulation d'*Opuntia* spp. Fonctionne principalement par le mécanisme d'adsorption. Ce processus peut être réalisé par les électrolytes d'*Opuntia* spp, en particulier les cations divalents, et est retrouvé chez les polymères en général (**Miller et al., 2008**).

(**Majdoub et al., 2001**) Ont montré que le mucilage contient environ 20% sucres chargés pouvant potentiellement interagir avec des espèces ioniques.

D'un autre côté, il est trouvé que la poudre de cactus n'a pas causé d'effet significatif sur le pH final des eaux traitées par rapport aux coagulants chimiques (**Yang et al., 2008**).

En conclusion on peut supposer que l'élimination de la turbidité se fait par piégeage des solides en suspension par le mucilage dispersé dans l'eau, mais les solides colloïdaux ne

peuvent être enlevés que par la neutralisation obtenue par l'électrolyse des plaques d'aluminium pendant le processus électrochimique. Cependant, il est probable que les ions métalliques d'aluminium générés à l'anode interagissent avec les particules suspendues formant de petits floccs, qui pourraient se fixer sur le mucilage augmentant sa capacité de coagulation. Le mécanisme inverse pourrait également se produire.

Conclusion Générale

La cladode d'*Opuntia ficus indica*, considérée comme sous-produit du figuier de Barbarie, a été utilisée dans notre travail pour son abondante richesse en polymère polysaccharidique ; le mucilage. La demande de ce dernier est intense à l'échelle industrielle, plus précisément dans le domaine agro-alimentaire (épaississant, coagulant, stabilisant, notamment dans la fabrication des jus), et récemment, il existe un intérêt croissant pour ce dernier dans les procédés de traitement des eaux usées par la méthode standard Jar test principalement.

L'objectif de notre travail a été de valoriser les cladodes d'OFI en premier en réalisant l'optimisation de deux paramètres d'extraction du mucilage qui sont le temps et l'amplitude par la méthode d'ultrasons, par la suite une comparaison avec la méthode conventionnelle préalablement réalisée a été faite.

Nous avons constaté lors de notre étude l'extraction par la méthode d'ultrasons a donné un meilleur rendement en comparant à l'extraction conventionnelle. Les résultats obtenus avec la méthode conventionnelle à une température de 20 °C révèlent que le rendement du mucilage augmente avec l'augmentation du temps (36,16 % à 60 mn, 38,03 % à 120 mn, et 45,83 % au temps de 180 mn). Alors que l'élévation de la température à 80 C démontre une amélioration sur le rendement d'extraction (54,16 % à 180 mn). La méthode d'extraction par l'ultrason à l'amplitude de 60% démontre que l'augmentation du rendement a un effet proportionnel avec l'effet du temps jusqu'à atteindre l'optimal à 10 mn avec 60,77 %. L'optimisation de l'amplitude montre que le surcroît de l'amplitude (100 %) réduit le rendement de l'extraction. Au final nous avons donc conclu qu'il y'avait une amélioration par l'extraction aux ultrasons de 6,21 %, à l'amplitude de 60 % par rapport à la méthode conventionnelle.

L'extraction par ultrasons représente une innovante alternative pour l'utilisation des résidus agro-industriels. Les procédures vertes d'extraction emploient l'énergie ultrasonique et comme source d'énergie pour une exploitation respectueuse de l'environnement.

En deuxième lieu, le mucilage extrait de la cladode a été testé sur le traitement d'une eau usée synthétique en association avec le procédé d'électrocoagulation-électroflottation, et les résultats obtenus montrent une quantité optimale du mucilage de 10 mg qui révèle un taux d'abattement de la turbidité maximum de 89,47 % à 25mn. Il a été aussi noté qu'à seulement 10 mn de traitement en présence du mucilage on obtient une amélioration de 27 % par rapport au procédé conventionnel (sans ajout du mucilage), ce qui permet un gain de temps considérable et automatiquement un gain d'énergie. Ces résultats suggèrent une opportunité

pour l'utilisation du mucilage d'OFI comme un coagulant naturel aidant à améliorer l'efficacité d'élimination de la turbidité par la technique EC-EF, et surtout évitant l'ajout d'autres produits chimiques qui pourraient améliorer le rendement.

Ainsi on peut dire que l'utilisation de la méthode d'extraction par ultrasons qui a plusieurs avantages et qui est considérée comme un bio-procédé dans les extractions des matrices végétales, est un atout qui permet non seulement l'augmentation du rendement d'extraction et un gain de temps. De la même façon que l'exploitation du mucilage en association avec l'EC-EF a permis l'amélioration des rendements de traitement en des temps plus réduits, constituent dans le cadre des Biotechnologies, un véritable encouragement à l'application futures de ces procédés à l'échelle industrielles. Plusieurs études soulignent les avantages et les possibilités d'application du mucilage d'OFI comme biocoagulant en industries de traitement des eaux usées, et pourquoi pas en utilisant les ultrasons pour son extraction.

En perspective, nous suggérons :

- A l'avenir d'autres paramètres devront être optimisés pour améliorer le rendement d'extraction du mucilage d'OFI (le solvant, le ratio solvant échantillon,...)
- Tester l'effet du mucilage sur d'autres types d'eaux polluées (eaux polluées industrielles des différentes industries de la région de Béjaïa par exemple ...).
- Comparer l'extraction du mucilage aux procédés d'extraction par microondes.
- Faire des études approfondies, en Algérie ou ailleurs dans le cadre de thèse de doctorat par exemple, sur le mécanisme de fonctionnement du mucilage en interaction avec les polluants en solution.

Références bibliographiques

A

Adjeroud, N., Dahmoune, F., Merzouk, B., Leclerc, J.-P., Madani, K., 2015. Improvement 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., Madani, K., 2018. Effect of *Opuntia ficus indica* mucilage on copper removal from water by electrocoagulation-electroflotation technique. *Journal of Electroanalytical Chemistry*.

Adli, B., Boutekrabt, A., Touati, M., Bakria, T., Touati, A., Bezini, E., 2017. Phenotypic diversity of *Opuntia ficus indica* (L.) MILL. in the Algerian steppe. *South African Journal of Botany* 109, 66-74.

Angulo-Bejarano, P., Martínez-Cruz, O., Paredes-López, O., 2014. Phytochemical content, nutraceutical potential and biotechnological applications of an ancient Mexican plant: nopal (*Opuntia ficus-indica*). *Current Nutrition & Food Science* 10, 196-217.

AOAC (1998). Official methods of analysis Washington, DC.USA: *Association of Official Analytical Chemists*, p. 1018.

Arba, M., 2009. Le cactus *Opuntia*, une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc, International Symposium on Sustainable Agriculture in the Mediterranean Region, pp. 215-223.

B

Bailey, K.C., 1932. The Elder Pliny's chapters on chemical subjects. E. Arnold & Company.

Barka, N., Abdennouri, M., El Makhfouk, M., Qourzal, S., 2013. Biosorption characteristics of cadmium and lead onto eco-friendly dried cactus (*Opuntia ficus indica*) cladodes. *Journal of Environmental Chemical Engineering* 1, 144-149.

Barka, N., Qourzal, S., Assabbane, A., Nounah, A., Ait-Ichou, Y., 2011. Removal of reactive yellow 84 from aqueous solutions by adsorption onto hydroxyapatite. *Journal of Saudi Chemical Society* 15, 263-267.

Bayar, N., Bouallegue, T., Achour, M., Kriaa, M., Bougatef, A., Kammoun, R., 2017. Ultrasonic extraction of pectin from *Opuntia ficus indica* cladodes after mucilage removal: Optimization of experimental conditions and evaluation of chemical and functional properties. *Food chemistry* 235, 275-282.

Bazrafshan, E., Mohammadi, L., Ansari-Moghaddam, A., Mahvi, A.H., 2015. Heavy metals removal from aqueous environments by electrocoagulation process—a systematic review. *Journal of environmental health science and engineering* 13, 74.

Bendhifi, M., Baraket, G., Zourgui, L., Soud, S., Salhi-Hannachi, A., 2013. Assessment of genetic diversity of Tunisian Barbary fig (*Opuntia ficus indica*) cultivars by RAPD markers and morphological traits. *Scientia Horticulturae* 158, 1-7.

Both, S., Chemat, F., Strube, J., 2014. Extraction of polyphenols from black tea—conventional and ultrasound assisted extraction. *Ultrasonics Sonochemistry* 21, 1030-1034.

Bustillos, L.T., Carpinteyro-Urban, S., Orozco, C., 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.

Buttice, A.L., Stroot, J.M., Lim, D.V., Stroot, P.G., Alcantar, N.A., 2010. Removal of sediment and bacteria from water using green chemistry. *Environmental science & technology* 44, 3514-3519.

C

Capelo-Martínez, J.-L., 2009. *Ultrasound in chemistry: analytical applications*. John Wiley & Sons.

Cárdenas, A., Arguelles, W., Goycoolea, F., 1998. On the possible role of *Opuntia ficus-indica* mucilage in lime mortar performance in the protection of historical buildings. *Journal of the Professional Association for Cactus Development* 3, 64-71.

Cárdenas, A., Higuera-Ciapara, I., Goycoolea, F., 1997. Rheology and aggregation of cactus (*Opuntia ficus-indica*) mucilage in solution. *Journal of the Professional Association for Cactus Development* 2, 152-159.

Caruso, M., Currò, S., Las Casas, G., La Malfa, S., Gentile, A., 2010. Microsatellite markers help to assess genetic diversity among *Opuntia ficus indica* cultivated genotypes and their relation with related species. *Plant systematics and evolution* 290, 85-97.

Chaouch, M.A., Hafsa, J., Rihouey, C., Le Cerf, D., Majdoub, H., 2016. Effect of pH during extraction on the antioxidant and antiglycated activities of polysaccharides from *Opuntia ficus indica*. *Journal of Food Biochemistry* 40, 316-325.

Chemat, F., Khan, M.K., 2011. Applications of ultrasound in food technology: processing, preservation and extraction. *Ultrasonics Sonochemistry* 18, 813-835.

Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A.-G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A.-S., Abert-Vian, M., 2017. Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics Sonochemistry* 34, 540-560.

Chemat, F., Rombaut, N., Meullemiestre, A., Turk, M., Perino, S., Fabiano-Tixier, A.-S., Abert-Vian, M., 2017a. Review of green food processing techniques. Preservation, transformation, and extraction. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 41, 357-377.

Chemat, F., Rombaut, N., Sicaire, A.-G., Meullemiestre, A., Fabiano-Tixier, A.-S., Abert-Vian, M., 2017b. Ultrasound assisted extraction of food and natural products. Mechanisms, techniques, combinations, protocols and applications. A review. *Ultrasonics Sonochemistry* 34, 540-560.

Chen, G., 2004. Electrochemical technologies in wastewater treatment. *Separation and Purification Technology* 38, 11-41.

Chen, G., Chen, X., Yue, P.L., 2000. Electrocoagulation and electroflotation of restaurant wastewater. *Journal of environmental engineering* 126, 858-863.

Chen, R., Li, Y., Dong, H., Liu, Z., Li, S., Yang, S., Li, X., 2012. Optimization of ultrasonic extraction process of polysaccharides from *Ornithogalum Caudatum* Ait and evaluation of its biological activities. *Ultrasonics Sonochemistry* 19, 1160-1168.

Chen, J., Foiret, J., Minonzio, J.-G., Talmant, M., Su, Z., Cheng, L., Laugier, P., 2012. Measurement of guided mode wavenumbers in soft tissue–bone mimicking phantoms using ultrasonic axial transmission. *Physics in Medicine & Biology* 57, 3025.

Cherif Benismail, M., Mokhtari, M., Arba, M., 2000. The Cactus Pear (*Opuntia* spp.) in Morocco: Main Species and Cultivar Characterization, IV International Congress on Cactus Pear and Cochineal 581, pp. 103-109.

Chigozie, U., Joseph, N., 2014. Removal of Orange-G, Vat Yellow, Erythrosine Dyes from Synthetic Wastewater by Electrocoagulation and Nanofiltration. *J Adv Chem Eng* 4, 2.

Chougui, N., Djerroud, N., Naraoui, F., Hadjal, S., Aliane, K., Zeroual, B., Larbat, R., 2015. Physicochemical properties and storage stability of margarine containing *Opuntia ficus-indica* peel extract as antioxidant. *Food chemistry* 173, 382-390.

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

Crini, G., 2005. Recent developments in polysaccharide-based materials used as adsorbents in wastewater treatment. *Progress in polymer science* 30, 38-70.

Cui, W., Mazza, G., Biliaderis, C., 1994. Chemical structure, molecular size distributions, and rheological properties of flaxseed gum. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 42, 1891-1895.

D

Dahmoune, F., Madani, K., Remini, H., 2016. *Les techniques d'extraction*. Éditions universitaires européennes.

Davis, C.C., Edwards, M., 2014. Coagulation with hydrolyzing metal salts: mechanisms and water quality impacts. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 44, 303-347.

De Filice, M.s., 2004. Prickly pear cactus, *Opuntia* spp.—a spine-tingling tale. *Weed Technology* 18, 869-877.

de Sousa, D.P., 2012. *Application of ultrasounds for transformation processes of agroalimentary products*. Université d'Avignon.

Di Lorenzo, F., Silipo, A., Molinaro, A., Parrilli, M., Schiraldi, C., D'Agostino, A., Izzo, E., Rizza, L., Bonina, A., Bonina, F., 2017. The polysaccharide and low molecular weight components of *Opuntia ficus indica* cladodes: structure and skin repairing properties. *Carbohydrate polymers* 157, 128-136.

E

Essadki, A., Bennajah, M., Gourich, B., Vial, C., Azzi, M., Delmas, H., 2008.

Electrocoagulation/electroflotation in an external-loop airlift reactor—application to the decolorization of textile dye wastewater: a case study. *Chemical engineering and processing: Process intensification* 47, 1211-1223.

F

Falcão, H.M., Oliveira, M.T., Mergulhão, A.C., Silva, M.V., Santos, M.G., 2013. Ecophysiological performance of three *Opuntia ficus-indica* cultivars exposed to carmine cochineal under field conditions. *Scientia horticultrae* 150, 419-424.

Fedala, N., Lounici, H., Drouiche, N., Mameri, N., Drouiche, M., 2015. RETRACTED: Physical parameters affecting coagulation of turbid water with *Opuntia ficus-indica* cactus. Elsevier.

Felkai-Haddache, L., Dahmoune, F., Remini, H., Lefsih, K., Mouni, L., Madani, K., 2016. Microwave optimization of mucilage extraction from *Opuntia ficus indica* Cladodes. *International journal of biological macromolecules* 84, 24-30.

Felkai-Haddache, L., Remini, H., Dulong, V., Mamou-Belhabib, K., Picton, L., Madani, K., Rihouey, C., 2016. Conventional and microwave-assisted extraction of mucilage from *Opuntia ficus-indica* cladodes: physico-chemical and rheological properties. *Food and bioprocess technology* 9, 481-492.

Feugang, J.M., Konarski, P., Zou, D., Stintzing, F.C., Zou, C., 2006. Nutritional and medicinal use of Cactus pear (*Opuntia* spp.) cladodes and fruits. *Front Biosci* 11, 2574-2589.

Flórez-Fernández, N., Muñoz, M.J.G., 2018. Ultrasound-Assisted Extraction of Bioactive Carbohydrates, Water Extraction of Bioactive Compounds. Elsevier, pp. 317-331.

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)). *Environmental science & technology* 46, 4553-4559.

Freitas, T., Oliveira, V., De Souza, M., Geraldino, H., Almeida, V., Fávaro, S., Garcia, J., 2015. Optimization of coagulation-flocculation process for treatment of industrial textile wastewater using okra (*A. esculentus*) mucilage as natural coagulant. *Industrial Crops and Products* 76, 538-544.

G

Gade, A., Gaikwad, S., Tiwari, V., Yadav, A., Ingle, A., Rai, M., 2010. Biofabrication of silver nanoparticles by *Opuntia ficus-indica*: in vitro antibacterial activity and study of the mechanism involved in the synthesis. *Current Nanoscience* 6, 370-375.

Galvan D'Alessandro, L., 2013. Eco-procédés pour la récupération sélective d'antioxydants à partir d'*Aronia melanocarpa* et ses co-produits. Lille 1.

Gheribi, R., Puchot, L., Verge, P., Jaoued-Grayaa, N., Mezni, M., Habibi, Y., Khwaldia, K., 2018. Development of plasticized edible films from *Opuntia ficus-indica* mucilage: A comparative study of various polyol plasticizers. *Carbohydrate polymers* 190, 204-211.

H

Habibi, Y., 2004. Contribution à l'étude morphologique, ultrastructurale et chimique de la figue de barbarie. Les polysaccharides pariétaux: caractérisation et modification chimique. Université Joseph-Fourier-Grenoble I.

Hadj Sadok, T., Aid, F., Bellal, M., ABDUL HUSSAIN, M.S., 2009. Composition chimique des jeunes cladodes d'*Opuntia ficus indica* et possibilités de valorisation alimentaire. *Agricultura, agricultural practice and science journal* 65.

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

Holt, P.K., Barton, G.W., Mitchell, C.A., 2005. The future for electrocoagulation as a localised water treatment technology. *Chemosphere* 59, 355-367.

J

Japón-Luján, R., Luque-Rodríguez, J., De Castro, M.L., 2006. Dynamic ultrasound-assisted extraction of oleuropein and related biophenols from olive leaves. *Journal of Chromatography A* 1108, 76-82.

K

Khosla, N., Venkatachalam, S., Somasundaran, P., 1991. Pulsed electrogeneration of bubbles for electroflotation. *Journal of Applied Electrochemistry* 21, 986-990.

Kobyas, M., Demirbas, E., Can, O., Bayramoglu, M., 2006. Treatment of levafix orange textile dye solution by electrocoagulation. *Journal of hazardous materials* 132, 183-188.

Koocheki, A., Taherian, A.R., Razavi, S.M., Bostan, A., 2009. Response surface methodology for optimization of extraction yield, viscosity, hue and emulsion stability of mucilage extracted from *Lepidium perfoliatum* seeds. *Food hydrocolloids* 23, 2369-2379.

L

Louacini, B., Dellal, A., Halbouche, M., Ghazi, K., 2012. Effect of incorporation of the spineless *Opuntia ficus indica* in diets on biochemical parameters and its impact on the average weight of ewes during the maintenance.

Lefsih, K., Delattre, C., Pierre, G., Michaud, P., Aminabhavi, T.M., Dahmoune, F., Madani, K., 2016. Extraction, characterization and gelling behavior enhancement of pectins from the cladodes of *Opuntia ficus indica*. *International journal of biological macromolecules* 82, 645-652.

M

Mason, T.J., Lorimer, J.P., 2002. Applied sonochemistry: the uses of power ultrasound in chemistry and processing. Wiley Online Library.

Matsuhiro, B., Lillo, L.E., Sáenz, C., Urzúa, C.C., Zárate, O., 2006. Chemical characterization of the mucilage from fruits of *Opuntia ficus indica*. *Carbohydrate Polymers* 63, 263-267.

Medina-Torres, N., Ayora-Talavera, T., Espinosa-Andrews, H., Sánchez-Contreras, A., Pacheco, N., 2017. Ultrasound assisted extraction for the recovery of phenolic compounds from vegetable sources. *Agronomy* 7, 47.

Merzouk, B., Gourich, B., Sekki, A., Madani, K., Chibane, M., 2009. Removal turbidity and separation of heavy metals using electrocoagulation–electroflotation technique: a case study. *Journal of hazardous materials* 164, 215-222.

Merzouk, B., Madani, K., Sekki, A., 2010. Using electrocoagulation–electroflotation technology to treat synthetic solution and textile wastewater, two case studies. *Desalination* 250, 573-577.

Miller, S.M., Fugate, E.J., Craver, V.O., Smith, J.A., Zimmerman, J.B., 2008. Toward understanding the efficacy and mechanism of *Opuntia* spp. as a natural coagulant for potential application in water treatment. *Environmental science & technology* 42, 4274-4279.

Mohamed–Yasseen, Y., Barringer, S.A., Splittstoesser, W.E., 1996. A note on the uses of *Opuntia* spp. in Central/North America. *Journal of arid environments* 32, 347-353.

Mollah, M.Y., Morkovsky, P., Gomes, J.A., Kesmez, M., Parga, J., Cocke, D.L., 2004. Fundamentals, present and future perspectives of electrocoagulation. *Journal of hazardous materials* 114, 199-210.

Moreno Alvarez, M.J., Medina, C., Antón, L., García, D., Belén Camacho, D.R., 2003. Uso de pulpa de tuna (*Opuntia boldinghii*) en la elaboración de bebidas cítricas pigmentadas. *Interciencia* 28, 539-543.

Moreno-Casillas, H.A., Cocke, D.L., Gomes, J.A., Morkovsky, P., Parga, J., Peterson, E., 2007. Electrocoagulation mechanism for COD removal. *Separation and Purification Technology* 56, 204-211.

N

Nharingo, T., Moyo, M., 2016. Application of *Opuntia ficus-indica* in bioremediation of wastewaters. A critical review. *Journal of environmental management* 166, 55-72.

O

Olivares-Pérez, A., Toxqui-López, S., Padilla-Velasco, A.L., 2012. Nopal cactus (*Opuntia Ficus-Indica*) as a holographic material. *Materials* 5, 2383-2402

P

Piga, A., Del Caro, A., Pinna, I., Agabbio, M., 2003. Changes in ascorbic acid, polyphenol content and antioxidant activity in minimally processed cactus pear fruits. *LWT-Food Science and Technology* 36, 257-262.

Pimienta-Barrios, E., 1994. Prickly pear (*Opuntia* spp.): a valuable fruit crop for the semi-arid lands of Mexico. *Journal of arid environments* 28, 1-11.

Pimienta Barrios, E., Urias, M., A Barbera, G., Inglese, P., Pimienta Barrios, E., JimÚnez, A., 1995. Domestication of opuntias and cultivated varieties. *Agro-ecology cultivation and uses of cactus pear*. FAO, Roma (Italia).

Prasad, K.N., Yang, E., Yi, C., Zhao, M., Jiang, Y., 2009. Effects of high pressure extraction on the extraction yield, total phenolic content and antioxidant activity of longan fruit pericarp. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 10, 155-159.

Prommajak, T., Surawang, S., Rattanapanone, N., 2014. Ultrasonic-assisted extraction of phenolic and antioxidative compounds from lizard tail (*Houttuynia cordata* Thunb.). *Songklanakarin Journal of Science & Technology* 36.

R

Reyes-Agüero, J., Valiente-Banuet, A., 2006. Reproductive biology of *Opuntia*: a review. *Journal of arid environments* 64, 549-585.

Royer M, Robert Houde, M .Sci.(2010). technologies de conversion potentiel de développement lié aux extractibles: état des connaissances et revue des marchés.P36

Rodríguez-Felix, A., Cantwell, M., 1988. Developmental changes in composition and quality of prickly pear cactus cladodes (*nopalitos*). *Plant foods for Human nutrition* 38, 83-93.

S

Saleem, M., Kim, H.J., Han, C.K., Jin, C., Lee, Y.S., 2006. Secondary metabolites from *Opuntia ficus-indica* var. *saboten*. *Phytochemistry* 67, 1390-1394.

Saletes, i., Gilles , B., blanc-Benon, p., Bera, J.-C., 2011. Cavitation ultrasonore générée par une excitation bifréquentielle.

Santos, F.F., Rodrigues, S., Fernandes, F.A., 2009. Optimization of the production of biodiesel from soybean oil by ultrasound assisted methanolysis. *Fuel Processing Technology* 90, 312-316.

Saenz, C., 2000. Processing technologies: an alternative for cactus pear (*Opuntia* spp.) fruits and cladodes. *Journal of arid environments* 46, 209-225.

Sáenz, C., Sepúlveda, E., Matsuhiro, B., 2004. *Opuntia* spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of arid environments* 57, 275-290.

Samaram, S., Mirhosseini, H., Tan, C.P., Ghazali, H.M., Bordbar, S., Serjouie, A., 2015. Optimisation of ultrasound-assisted extraction of oil from papaya seed by response surface methodology: Oil recovery, radical scavenging antioxidant activity, and oxidation stability. *Food Chemistry* 172, 7-17.

Sanchez-Madrigal, M.A., Amaya-Guerra, C.A., Quintero-Ramos, A., , Nunez-Gonzalez, M.A., Ruiz-Gutiérrez, M.G., Garzon-Tiznado, J.A., 2017. Ultrasound-assisted extraction of fructans from agave (*Agave tequilana* Weber var. azul) at different ultrasound powers and solid-liquid ratios. *Food Science and Technology (Campinas)* 37, 261-268.

Seidi, S., Yamini, Y., 2012. Analytical sonochemistry; developments, applications, and hyphenations of ultrasound in sample preparation and analytical techniques. *Open Chemistry* 10, 938-976.

Sepúlveda, E., Sáenz, C., Aliaga, E., Aceituno, C., 2007. Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *Journal of arid environments* 68, 534-545.

Singthong, J., Ningsanond, S., Cui, S.W., Goff, H.D., 2005. Extraction and physicochemical characterization of Krueo Ma Noy pectin. *Food hydrocolloids* 19, 793-801.

Spigno, G., Tramelli, L., De Faveri, D.M., 2007. Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics. *Journal of food engineering* 81, 200-208.

Stintzing, F.C., Carle, R., 2005. Cactus stems (*Opuntia* spp.): A review on their chemistry, technology, and uses. *Molecular nutrition & food research* 49, 175-194.

T

Torres, L.G., Carpinteyro-Urban, S.L., 2012. Use of *Prosopis laevigata* seed gum and *Opuntia ficus-indica* mucilage for the treatment of municipal wastewaters by coagulation-flocculation. *Natural Resources* 3, 35.

V

Valente, L.M., da Paixão, D., Do Nascimento, A.C., dos Santos, P.F., Scheinvar, L.A., Moura, M.R., Tinoco, L.W., Gomes, L.N.F., da Silva, J.F., 2010. Antiradical activity, nutritional potential and flavonoids of the cladodes of *Opuntia monacantha* (Cactaceae). *Food chemistry* 123, 1127-1131.

W

Welegerima, G., Zemene, A., Tilahun, Y., 2018. Phytochemical composition and antibacterial activity of *Opuntia Ficus Indica* cladodes extracts. *Journal of Medicinal Plants* 6, 243-246.

Wu, Y., Cui, S.W., Tang, J., Gu, X., 2007. Optimization of extraction process of crude polysaccharides from boat-fruited *sterculia* seeds by response surface methodology. *Food chemistry* 105, 1599-1605.

Yang, W., Wang, Y., Li, X., Yu, P., 2015. Purification and structural characterization of Chinese yam polysaccharide and its activities. *Carbohydrate Polymers* 117, 1021-1027.

Y

Yang, W., Wang, Y., Li, X., Yu, P., 2015. Purification and structural characterization of Chinese yam polysaccharide and its activities. *Carbohydrate Polymers* 117, 1021-1027.

Yilmaz, A.E., Boncukcuoğlu, R., Kocakerim, M.M., Keskinler, B., 2005. The investigation of parameters affecting boron removal by electrocoagulation method. *Journal of hazardous materials* 125, 160-165.

Yin, C.-Y., 2010. Emerging usage of plant-based coagulants for water and wastewater treatment. *Process Biochemistry* 45, 1437-1444.

Z

Zhang, J., Zhang, F., Luo, Y., Yang, H., 2006. A preliminary study on cactus as coagulant in water treatment. *Process Biochemistry* 41, 730-733.

Zhang, S.-q., Bi, H.-m., Liu, C.-j., 2007. Extraction of bio-active components from *Rhodiola sachalinensis* under ultrahigh hydrostatic pressure. *Separation and Purification Technology* 57, 277-282.

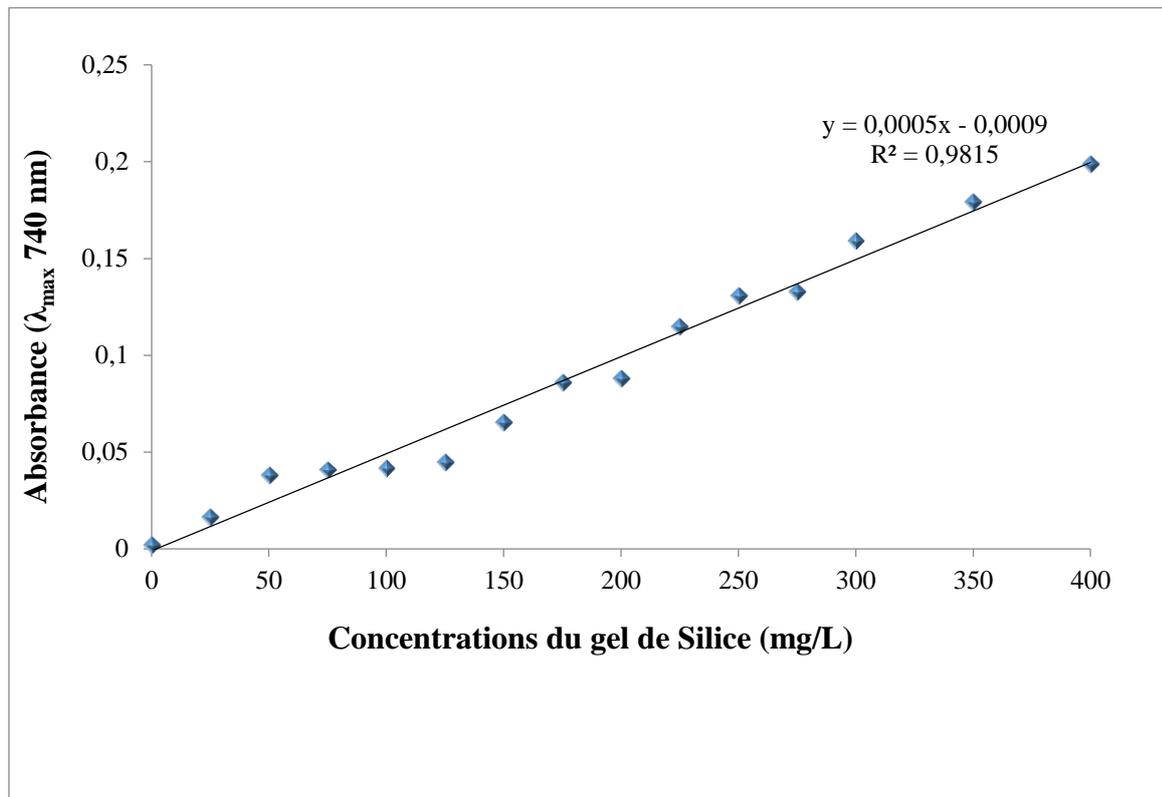
Zhang, J., Drinkwater, B.W., Wilcox, P.D., 2013. Comparison of ultrasonic array imaging algorithms for nondestructive evaluation. *IEEE transactions on ultrasonics, ferroelectrics, and frequency control* 60, 1732-1745.

Annexes

Annexe II : balayage spectrale du gel de silice (50 mg / l), montrant une absorbance maximale à la longueur d'onde de 750 nm



Annexe III: courbe d'étalonnage du gel de silice



Abstract

Opuntia ficus indica (OFI) is a worldwide cactus species known for its diverse benefits for human health and for its growing interest in varied sector of application whether in agro-alimentary domain or in wastewater treatment processes. Cladode of the OFI plant, considered as by products, were valued in the present work. Thus, mucilage from the OFI cladode was extracted using conventional extraction (CE) method and ultrasound assisted extraction (UAE). Both methods were compared for their extraction yield values and then the extracted mucilage was tested for its ability to enhance the treatment of a synthetic wastewater solution by the process of electrocoagulation- electroflotation (EC-EF). The results showed that UAE was better in enhancing the mucilage extraction yield and allowed a considerable gain of time, after time and amplitude parameter optimisation, in comparison to the CE. At 10 min of extraction time, the extraction yield attained 60.36 % with 60 % of sonication amplitude. The addition of the mucilage to the EC-EF process enhances the efficiency of turbidity removal of the wastewater treatment process by 30 % at 15 min of treatment time. The results of this study encourage the use of EAU for OFI mucilage extraction for the different obtained advantages of this extraction method, and showed the ability of the mucilage to act as a natural coagulant that could replace some chemical coagulants added to the EC-EF process. This could therefore minimize environmental pollution to be in agreement with the current environmental preoccupations and the sustainable development concepts.

Keywords. Optimisation, cladode (OFI), mucilage, ultrasound, electrocoagulation- electroflotation (EC-EF), turbidity.

Résumé

Opuntia ficus indica (OFI) est une espèce mondiale de cactus connue pour ses nombreux avantages pour la santé humaine et pour son intérêt croissant dans des secteurs d'application variés que ce soit dans le domaine agro-alimentaire ou dans les procédés de traitement des eaux usées. Les cladode d'OFI, considérées comme des sous-produits, ont été évaluées dans le présent travail. Ainsi, le mucilage des cladodes a été extrait en utilisant la méthode d'extraction conventionnelle (EC) et l'extraction assistée par ultrasons (EAU). Les deux méthodes ont été comparées pour leurs valeurs des rendements d'extraction, puis le mucilage extrait a été testé pour sa capacité à améliorer le traitement d'une solution d'eaux usées synthétiques par le procédé d'électrocoagulation-électroflotation (EC-EF). Les résultats ont montré que l'EAU a amélioré le rendement d'extraction du mucilage et a permis un gain de temps considérable, après optimisation du temps et de l'amplitude, par rapport à l'EC. A 10 mn du temps d'extraction, le rendement a atteint 60,36% avec 60 % d'amplitude du sonicateur. L'ajout du mucilage au procédé d'EC-EF a amélioré l'efficacité d'élimination de la turbidité du traitement de l'eau usée de 30% à 15 mn de traitement. Les résultats de cette étude encouragent l'utilisation de l'EAU pour l'extraction du mucilage d'OFI pour les différents avantages obtenus de cette méthode d'extraction, et montrent la capacité du mucilage à agir comme un coagulant naturel pouvant remplacer certains coagulants chimiques ajoutés au processus d'EC-EF. Cela pourrait donc minimiser la pollution de l'environnement afin d'être en accord avec les préoccupations environnementales actuelles et les concepts du développement durable.

Mots clés. Optimisation, cladode (OFI), mucilage, ultrasound, electrocoagulation- electroflotation (EC-EF), turbidité.

