

Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Optimisation d'extraction des composés
phénoliques à partir des fleurs d'*Opuntia*
*ficus indica***

Présenté par :

Mehdi Sabrina & Sellami Redha

Soutenu le : **25 Juin 2018**

Devant le jury composé de :

Mme. Guerfi F.

Melle. Brahmi F.

Mme. Boubchir K.

MCB

MCB

MAB

Présidente

Encadreur

Examinatrice

Année universitaire : 2017/2018

Remerciements

Avant toute chose, nous remercions Dieu de nous avoir donné force, courage, patience et volonté pour mener à terme ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements et notre profonde gratitude à notre promotrice M^{elle} Brahmi Fatiha qui nous a fait l'honneur de nous inspirer ce sujet et nous guider tout au long de son élaboration, nous lui sommes très reconnaissants, pour ses conseils, sa disponibilité, sa patience et surtout sa grande gentillesse.

Toutes nos expressions de respect à Mme Guerfi Fatiha qui nous a fait honneur par sa présence en qualité de présidente de jury.

Nos sincères remerciements et considérations sont exprimés à Mme Boubchir Kahina qui a accepté d'examiner ce travail et de consacrer de son temps pour l'évaluer.

Nos remerciements vont aussi à Mme Yalaoui Guellal Drifa pour ses valeurs humaines, sa disponibilité et ses conseils.

Enfin, nos remerciements s'adressent à tous les enseignants et à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Je dédie ce travail

*A la mémoire de ma grande mère Laaldja que dieu l'accueille dans
son vaste paradis*

*A mes très chers parents Mehdi Hocine et Koubaa Razika
En témoignage de mon affection et reconnaissance pour tout ce
qu'ils m'ont donné*

*Sans vous je ne serais jamais arrivée jusqu'à là
Je vous remercie pour votre soutien et votre amour
inconditionnel*

*Vous n'avez jamais hésité à vous sacrifier pour mon bonheur,
pour me voir réussir*

A mes très chères sœurs Lydia, Lila, celia, Leticia

*A celui avec qui j'ai partagée tout ce travail, mon binôme et
l'homme de ma vie Redha Sellami*

A mes meilleures amies Ayad Tilelli et Merouani Kahina-Rahma

A ma famille, mes chers professeurs et mes amis

Sabrina

Dédicace !!

Merci Allah de m'avoir donné la capacité d'écrire et de réfléchir, la force d'y croire, la patience et la foi d'aller jusqu'au bout du parcours.

Je dédie ce modeste travail :

A la mémoire de ma chère et regrettée sœur, partie trop tôt, j'espère qu'elle apprécie, du monde qui est sien maintenant, cet humble geste comme preuve de reconnaissance de la part de ton petit frère...

*Tu me manques terriblement **Mimette** !!*

Puisse Dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde.

*A mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celle qui s'est toujours sacrifiée pour me voir réussir, qui éclaire mon chemin et m'illumine d'amour, toutes ses qualités qui seraient trop longues à énumérer ; que Dieu te garde pour moi **Maman** !!*

*A mon père et à tous les membres de la famille : frères et sœurs, tantes et oncles, cousins et cousines sans oublier mes neveux et nièces et à mon frère spirituel et meilleur ami **Mohamed** pour leurs soutiens !!*

*Je termine avec celle avec qui j'ai partagé ce travail, mon Champii, ma meilleure... l'adorable, la tendre et douce femme de ma vie : **Sabrina** !!*

*A tous ceux que j'aime et qui me sont cher... je vous dis : **MERCI** !! ☺*

REDHA

Liste des abréviations

DPPH : 1,1-Diphényl-2-picrylhydrazyl.

EAG : Equivalent Acide Gallique.

EAU : Extraction Assistée par Ultrasons.

EQ : Equivalent Quercétine.

ESC : Extraction Conventionnelle par Solvant.

ES : Extraction par Soxhlet.

FRAP : Ferric Reducing Antioxidant Power.

MCU : Macération avec Conditions d'Ultrason.

MS : Matière Sèche.

OFI : *Opuntia ficus indica*.

OMS : Organisation Mondiale de la Santé.

PM : Phosphomolybdate.

R² : Coefficient de corrélation.

RSM : Méthodologie de Surface de Réponse.

S/M : Solvant/Masse.

TPC : Composés Phénoliques Totaux.

TFC : Composés Flavonoïdes Totaux.

Liste des figures

Figure 1 : (a) Fleur vue du coté, (b) Coupe de la fleur.....	5
Figure 2 : Structure de base des bétalains	8
Figure 3 : Appareil Soxhlet	10
Figure 4 : Phénomène de cavitation	10
Figure 5 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH [•] et un antioxydant	15
Figure 6 : Influence du solvant sur le taux des TPC des extraits de fleurs d' <i>OFI</i> obtenus par macération	18
Figure 7 : Influence du temps sur le taux des TPC des extraits de fleurs d' <i>OFI</i> obtenus par macération	19
Figure 8 : Influence du ratio sur le taux des TPC des extraits de fleurs d' <i>OFI</i> obtenus par macération	20
Figure 9 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues	22
Figure10 : Surface de réponse des interactions pour la macération.....	23
Figure 11 : Influence du solvant sur le taux des TPC des extraits de fleurs d' <i>OFI</i> obtenus par ultrason	24
Figure 12 : Influence du temps sur le taux des TPC des extraits de fleurs d' <i>OFI</i> obtenus par ultrason	25
Figure 13 : Influence de la température sur le taux des TPC des extraits de fleurs d' <i>OFI</i> obtenus par ultrason	26
Figure 14 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs réelles	28
Figure 15 : Surface de réponse des interactions pour l'ultrason	29
Figure 16 : Influence des techniques d'extraction sur le taux des polyphénols extraits des fleurs d' <i>OFI</i>	30
Figure 17 : Influence des techniques d'extraction sur le taux de Flavonoïdes des extraits de fleurs d' <i>OFI</i>	31

Figure 18 : Influence des techniques d'extraction sur le taux des betacyanines des extraits..	32
Figure 19 : Influence des techniques d'extraction sur le taux des bétaxanthines des extraits	32
Figure 20 : Influence des techniques d'extraction sur le taux des bétalains totaux des extraits de fleurs d' <i>OFI</i>	33
Figure 21 : Influence des techniques d'extraction sur le test au DPPH des extraits de fleurs d' <i>OFI</i>	34
Figure 22 : Influence des techniques d'extraction sur le pouvoir réducteur de fer des extraits de fleurs d' <i>OFI</i>	35
Figure 23 : Influence des techniques d'extraction sur le test au phosphomolybdate des extraits de fleurs d' <i>OFI</i>	35

Liste des tableaux

Tableau I : Différents noms de l'espèce <i>Opuntia ficus indica</i>	3
Tableau II : Composition moyenne de la fleur du figuier de barbarie	6
Tableau III : Classification des squelettes des polyphénols	7
Tableau IV : Distribution et contenu des phénols et des flavonoïdes dans les fleurs d' <i>OFI</i>	8
Tableau V : Plan et résultats d'optimisation des conditions d'extraction par le plan central composite pour les extraits d' <i>OFI</i> obtenus par macération.....	21
Tableau VI : Analyse de la variance (ANOVA) pour la macération.....	23
Tableau VII : Plan et résultats d'optimisation des conditions d'extraction par le plan central composite précis pour les extraits d' <i>OFI</i> par ultrasons.....	27
Tableau VIII: Analyse de la variance (ANOVA) pour l'ultrason.....	28
Tableau VIII : Optimums obtenus pour les quatre techniques d'extraction	30

Sommaire

Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

Chapitre I : Synthèse bibliographique

1- Origine et distribution géographique	3
1-1- Position systématique	3
1-2- Dénominations.....	3
2- Description du figuier de Barbarie.....	4
3- Propriétés thérapeutiques des fleurs de figue barbarie et leurs utilisation traditionnelle ...	5
4- Composition chimique de la fleur d' <i>Opuntia ficus indica</i>	5
5- Méthodes d'extraction	9
5-1- Extraction par macération (ECS).....	9
5-2- Extraction par soxhlet (ES).....	9
5-3- Extraction par ultrasons (EAU)	10

Chapitre II : Matériel et méthodes

1- Produits chimiques et réactifs	12
2- Matériel végétal.....	12
2-1- Récolte	12
2-2- Préparation des échantillons	12

3-	Extraction des antioxydants	12
3-1-	Extraction par macération (ECS).....	12
3-2-	Extraction aux ultrasons (EAU)	12
3-3-	Extraction au Soxhlet (ES)	13
4-	Modèle expérimental	13
4-1-	Expériences à un facteur.....	13
4-2-	Méthodologie de surface de réponse	13
5-	Dosages d'antioxydants	13
5-1-	Détermination de la teneur en polyphénols totaux	14
5-2-	Détermination de la teneur en flavonoïdes totaux	14
5-3-	Détermination de la teneur en bétalains	15
5-4-	Evaluation de l'activité antioxydante	15
A-	Le teste au DPPH	15
B-	Le test FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power).....	16
C-	Test au le phosphomolybdate.....	16
6-	Analyses statistiques	17

Chapitre III : Résultats et discussion

1-	Extraction par macération (ECS)	18
1-1-	Etude préliminaire	18
1-1-1-	Effet de la concentration en éthanol.....	18
1-1-2-	Temps d'extraction.....	19
1-1-3-	Ratio	19
1-2-	Optimisation par la méthodologie de surface de réponse.....	20
	Validation du modèle	21
2-	Extraction assistée aux ultrasons (EAU).....	24

2-1-	Etude préliminaire	24
2-1-1-	Effet de la concentration en éthanol	24
2-1-2-	Temps d'extraction.....	25
2-1-3-	Température	25
2-2-	Optimisation par la méthodologie de surface de réponse.....	27
	Validation du modèle	27
3-	Comparaison	29
3-1-	Dosage des TPC.....	30
3-2-	Dosage des Flavonoïdes	31
3-3-	Dosage des Bétalains	31
3-3-1-	Betacyanines.....	31
3-3-2-	Betaxanthines	32
3-3-3-	Bétalains totaux	33
3-4-	Effet des méthodes d'extraction sur l'activité antioxydante	33
3-4-1-	Test au DPPH	33
3-4-2-	Pouvoir réducteur de fer	34
3-4-3-	Test au phosphomolybdate d'ammonium	35
Conclusion		37
Références bibliographiques		
Annexe		
Résumé		

Introduction

Depuis très longtemps, les plantes médicinales jouent un rôle déterminant dans la conservation de la santé de l'Homme et la survie de l'humanité (**Iserin, 2001 ; Machiex et al., 2005**). Selon l'organisation mondiale de la santé (OMS), près de 80% des populations dépendent de la médecine traditionnelle pour des soins de santé primaires (**Guo et al., 2003**). Ces plantes sont considérées comme une source inépuisable de métabolites secondaires avec une diversité structurale qui, autrement, ne pourrait être disponible dans un laboratoire de synthèse chimique (**Koehn et Carter, 2005**).

L'Afrique est l'un des continents dotés de la plus riche biodiversité dans le monde. L'Algérie est l'un des pays de ce continent qui possède une richesse floristique considérable, particulièrement d'innombrables figuiers de barbarie qui façonnent les paysages (**Habibi et al., 2005 ; Aberkane, 2006**).

Dans le cadre de la recherche de nouvelles molécules bioactives extraites des plantes, il nous a paru intéressant d'étudier cette espèce extrêmophile. Malgré son abondance, particulièrement dans le bassin méditerranéen, la figue de barbarie suscite peu d'intérêts; elle n'est pas valorisée et sa consommation ne reste que saisonnière (**Habibi et al., 2005 ; Ksouri et al., 2012**). En effet, l'*Opuntia ficus indica* (OFI) est utilisée depuis très longtemps par les Berbères pour ses nombreuses propriétés thérapeutiques où toutes les parties de la plante sont utilisées ; les fruits, les cladodes et les fleurs (**Anonyme 1**).

Dans cette optique nous nous sommes intéressés à l'étude d'une partie aussi importante que le fruit ; la fleur qui constitue un des sous-produits de l'industrie du cactus, cette dernière est généralement jetée à la séparation du fruit puisque, jusqu'à présent, elle est considérée comme un déchet (**Benayad et al., 2014**) et reste non exploitée ; pour une meilleure valorisation et afin d'apporter une valeur ajoutée aux agroindustriels, notre étude est portée sur l'étude de cette partie du figuier de barbarie.

La fleur d'OFI est caractérisée par ses effets bénéfiques sur la santé et par sa richesse en composés bioactifs. Parmi ces derniers, les antioxydants et les piègeurs de radicaux qui exerçant un effet protecteur dans plusieurs maladies et il a été démontré que les composés phénoliques ont une relation étroite avec ces propriétés. Certains travaux ont été réalisés sur l'activité antioxydante des composés phénoliques des extraits de fleurs de cactus en fixant certains paramètres d'extraction (**Chahdoura et al., 2014 ; Rabhi et al., 2015**). Néanmoins,

l'extraction est l'étape initiale et la plus importante pour récupérer les composés bioactifs à partir de matières végétales. En outre, de nombreux facteurs tels que la composition du solvant, la température d'extraction, le rapport solvant-solide, le pH du solvant et la pression peuvent influencer d'une manière significative l'efficacité de l'extraction, l'activité antioxydante et le contenu phénolique. Par conséquent, il est nécessaire d'optimiser les conditions d'extraction pour obtenir les teneurs les plus élevées en ces composés.

D'autre part, la méthode traditionnelle d'optimisation prend beaucoup de temps, car un seul facteur seulement est pris en compte. Dans cette méthode, les interactions de divers facteurs sont ignorées et donc, les chances d'obtenir les vraies conditions optimales sont minimales. Pour surmonter cette difficulté, l'utilisation de la Méthodologie de Surface de Réponse (RSM) est utilisée.

Dans cette optique, la présente étude vise à optimiser les conditions d'extraction des composés phénoliques des fleurs d'*OFI* en utilisant la RSM. En outre, dans l'objectif de développer une méthode efficace d'extraction, une comparaison entre deux méthodes d'extraction traditionnelle (macération) et innovante (aux ultrasons) s'avère d'importance majeure.

Cette étude va nous permettre de répondre ainsi à deux questions, d'une part, qu'elles sont les meilleures conditions pour extraire des taux importants en composés phénoliques des fleurs d'*OFI*. D'autre part, qu'elle est la méthode la plus efficace pour l'extraction de ces composés.

Afin de répondre à cette problématique la démarche suivante est adoptée :

La première partie est une synthèse bibliographique qui présente la description du figuier de barbarie et les méthodes d'extraction des polyphénols. La deuxième partie de ce travail est une étude expérimentale qui a pour but :

- D'optimiser les conditions d'extraction (extraction par macération et extraction assistée par ultrasons) des composés phénoliques des fleurs d'*OFI*.
- De déterminer la meilleure méthode d'extraction en dosant les composés phénoliques (polyphénols totaux, flavonoïdes et bétalains) et en évaluant l'activité antioxydante des différents extraits.

Et nous allons finir avec la présentation, l'analyse et l'interprétation des résultats obtenus.

Synthèse bibliographique

1- Origine et distribution géographique

Le figuier de Barbarie ou *Opuntia ficus indica*, est originaire du Mexique et figure d'ailleurs sur l'emblème du drapeau Mexicain. Il a été introduit d'abord en Espagne et plus tard au 16^{ème} siècle au Nord et au Sud de l'Afrique (**Habibi, 2004**). Par conséquent, sa distribution géographique est très large : Mexique, Sicile, Chili, Brésil, Turquie, Corée, Argentine et Afrique du Nord (**Felker et al., 2005 ; Kabas et al., 2006 ; Snyman, 2006**).

Il s'est diffusé rapidement dans le bassin méditerranéen et s'y est naturalisé au point de devenir un élément caractéristique du paysage (**Habibi, 2004**).

1-1- Position systématique

D'après **Wallace et Gibson (2002)**, la position systématique du figuier de barbarie est la suivante :

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

1-2- Dénominations

Selon **Schweizer (1997)**, la plante peut porter un nom différent selon l'idiome local : Nopal, Tuna, Chardon d'Afrique, Pricklypear, El-tin-el-Choki et autres comme l'indique le tableau I.

Tableau I : Différents noms de l'espèce OFI (Zirmi-Zembri1 et S Kadi, 2016)

Nom scientifique	Nom commun en berbère	Nom commun en arabe	Nom commun en Français	Nom commun en Anglais
<i>Opuntia ficus indica</i>	Akarmuslahlu, Tihendit	Hendi, Karmousensara	Figuier de barbarie commun	Pricklypear, Barbaryfig, Indianfig

2- Description du figuier de Barbarie

Le figuier de barbarie, est une plante succulente résistante à la sécheresse et aux conditions les plus hostiles, il appartient à la famille des Cactaceae qui comprend environ 1500 espèces (**Neffar, 2012**).

Il peut atteindre jusqu'à 5 mètres de hauteur, avec un tronc épais et ligneux. Il existe deux variétés, la variété inerme et l'épineuse. Ses articles aplatis en forme de raquette (cladodes) de couleur vert mat, ayant une longueur de 30 à 50cm, une largeur de 15 à 30cm, sont couverts de petites aréoles, d'épines blanchâtres, sclérifiées, solidement implantées et longues de 1 à 2cm et de glochides (**Habibi, 2004**). Ces derniers sont de fines épines de quelques millimètres de couleur brunâtre, se décrochent facilement, s'implantant solidement dans la peau (**Neffar, 2012**). Les cladodes assurent la fonction chlorophyllienne et sont recouvertes d'une cuticule cireuse (la cutine) qui limite la transpiration et les protège contre les prédateurs (**Schweizer, 1997 ; Wallace et Gibson, 2002**).

Les feuilles, éphémères, sont de forme conique et ont quelques millimètres de long, apparaissant sur les jeunes raquettes (**Fried, 2012**), à leur base, se trouvent les aréoles (environ 150 par cladodes) qui sont des bourgeons axillaires modifiés (**Neffar, 2012**).

Les fruits sont des baies charnues ovoïdes ou piriformes pourvues d'épines. Ils sont généralement verdâtres ou jaunes à maturité. La pulpe est toujours juteuse, de couleurs jaune orangé, rouge ou pourpre, parsemée de nombreuses petites graines (**Habibi, 2004**).

L'appareil racinaire est superficiel, se concentre dans les 30 premiers centimètres du sol seulement, mais en revanche très étendu (**Mulas et Mulas, 2004**).

Quant aux fleurs qui font l'objet de cette présente étude, elles apparaissent sur le sommet des cladodes, sont hermaphrodites, de couleur jaune et deviennent rougeâtres à l'approche de la sénescence de la plante (**Habibi, 2004**).

Elles sont larges (4 à 10 cm), leur floraison a lieu en avril-mai par contre leur fructification vers juillet-août (**Schweiser, 1997**).

Elles sont régulières, avec de nombreuses sépales, pétales et d'étamines, à insertion spiralée. Le gynécée comprend au moins 5 carpelles, soudés en un ovaire infère uniloculaire, à plantation pariétale. L'ovaire contient un nombre plus ou moins grand d'ovules anatropes, crassinucellés et bitégumentés (**Crété, 1965 ; Schweiser, 1997**) comme le montre la figure 1.

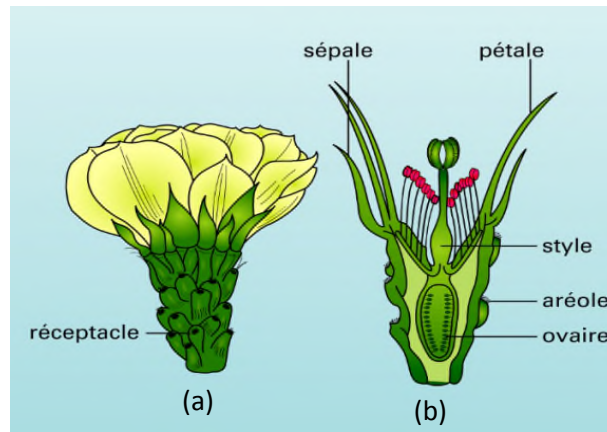


Figure 1 : (a) Fleur vue du côté, (b) Coupe de la fleur (**Anonyme 1**)

3- Propriétés thérapeutiques des fleurs du figuier de barbarie et leurs utilisations traditionnelles

Les fleurs séchées du figuier de barbarie sont utilisées à des fins médicinales, les capsules des corolles des fleurs séchées sont utilisées comme remède du dysfonctionnement de la prostate (hypertrophie bénigne de la prostate) et comme régulant diurétique. Elles sont aussi utilisées comme remède médical pour différents buts incluant les traitements des hémorroïdes, le diabète et les troubles du système digestif tels que les colites chroniques, les douleurs abdominales et les diarrhées (**Mayer et McLaughlin, 1981 ; Ammar et al., 2015**).

En Sicile, le thé préparé avec les fleurs de l'*OFI* est utilisé comme traitement contre les douleurs rénales. Le bouilli des fleurs séchées est utilisé en pharmacopée traditionnelle, aux brûlures et coups de soleil (**Coskuner et Tekin, 2003 ; Ennouri et al., 2005**).

4- Composition chimique de la fleur d'*Opuntia ficus indica*

Les figues de barbaries contiennent des fleurs qui sont particulièrement riches en minéraux (potassium, calcium, magnésium, fer et zinc), en vitamines et en acides aminés et antioxydants (**Schweiser, 1997**).

Le suc de la fleur de l'*Opuntia* est plus visqueux que celui des raquettes. Il contient environ les mêmes principes actifs que la tige. Sa teneur en cendres avoisine 9%. Elles comportent 30% de silice et 14% de chaux (**Schweiser, 1997**). D'autres composés sont représentés dans le tableau II suivant :

Tableau II : Composition moyenne de la fleur de la figue de barbarie (**Habibi, 2004**).

Constituants	Teneur
Cires	9-11
Minéraux (cendres)	7-8
Cellulose	27
Protéines (N x 6,25)	8-10
Autres polysaccharides	40-45

En plus de cette composition, la fleur est caractérisée par sa richesse en composés phénoliques dont nous nous sommes intéressés dans ce travail actuel. Ces composés, entre autres ; les terpénoïdes et les alcaloïdes, sont des métabolites secondaires naturels, exclusivement synthétisés dans le règne végétal (**Wuyts, 2006**). Leur répartition qualitative et quantitative est inégale selon les espèces, les organes, les tissus et les stades physiologiques des plantes et sont généralement impliqués dans la défense contre le rayonnement ultraviolet ou l'agression par des agents pathogènes (**Bhooshan Pandey et al., 2009**).

Ils sont caractérisés par la présence d'un cycle aromatique et d'un ou plusieurs groupements phénoliques dans leur structure (Tableau I) et se différencient par le nombre et l'enchaînement des noyaux aromatiques, le nombre et la position des groupes hydroxyles ainsi que la présence de divers substituants (**Macheix et al., 2006 ; Hollman et al., 2010**).

Tableau III : Classification des squelettes des polyphénols (Crozier *et al.*, 2006).

Nombre de carbones	Squelette	Classification	Exemple
7	C ₆ -C ₁	Acides phénols	Acides gallique
8	C ₆ -C ₂	acétophénones	Gallacétophénone
8	C ₆ -C ₂	Acide phénylacétique	Acide p-hydroxyphény-acétique
9	C ₆ -C ₃	Acide hydroxycinamique	Acide p-coumarique
9	C ₆ -C ₃	Coumarines	Esculitine
10	C ₆ -C ₄	Naphthoquinones	Juglone
13	C ₆ -C ₁ - C ₆	Xanthones	Mangiferine
14	C ₆ -C ₂ - C ₆	Stilbènes	Resveratrol
15	C ₆ -C ₃ - C ₆	Flavonoïdes	Naringénine

Les recherches récentes sur les composés phénoliques en général et les flavonoïdes en particulier sont très poussées en raison de leurs diverses propriétés physiologiques. De façon générale ce sont des agents réducteurs capables de réagir avec les radicaux libres produits par notre organisme et aboutissent à la destruction oxydative (Koga et Meydani, 2001 ; Turner *et al.*, 2004).

Dans l'organisme, la production des radicaux libres est contrôlée par les systèmes de défense. En conditions normales, il existe un équilibre de la balance antioxydants/prooxydants (Mohammedi, 2006). Une fois que cet équilibre est affecté par une augmentation de la production d'oxydants ou par une altération dans la défense antioxydante, ce qui induit « un stress oxydatif » (Lahoual, 2004). Les effets protecteurs des polyphénols contre le stress oxydatif se traduisent par une diminution des teneurs en radicaux libres (Rock, 2003).

A cet effet, ils sont dotés de plusieurs activités telles que les activités antiallergique, anti-atherogénique, anti-inflammatoire, hépatoprotective, antimicrobienne, antivirale, antibactérienne, anticarcinogénique, anti-thrombotique, cardioprotective et vasodilatatoire (Middleton *et al.*, 2000 ; Ksouri *et al.*, 2007).

Les fleurs du cactus sont une source importante en composés phénoliques dont les flavonoïdes. Selon (Habibi, 2004), la fleur renferme également les lignines dont le pourcentage varié de 2-3 %.

Le tableau ci-dessous montre la répartition de composés phénoliques de l'extrait des fleurs *d'OFI* :

Tableau IV : Distribution et contenu des phénols et des flavonoïdes dans les fleurs *d'OFI* (Ahmed et al., 2005 ; De Leo et al., 2010).

Composante principale identifiées	Contenu en mg/100g
Acide gallique	1630-4900
Quercétine 3-O-Rutinoside	709
4 kaempferol 3-O-Rutinoside	400
5 Quercétine 3-O-Glucoside	447
6 Isorhamntine 3-O-Robinoside	4269
7 Isorhamntine 3-O- Galactoside	979
8 Isorhamntine 3-O-Gluciside	724
9 Kaempferol 3-O-Arabinoside	324

➤ Bétalains

Les bétalains sont des pigments azotés hydrosolubles, qui sont synthétisés à partir de l'acide aminé tyrosine les bétacyanines, pigments de couleur rouge à violet et les betaxanthines, pigments de couleur jaune à orange. L'acide bétalamique, est le chromophore commun à tous les pigments bétalains (Vergara et al., 2014). La structure de la base des bétalains est représentée dans la figure 2 suivante :

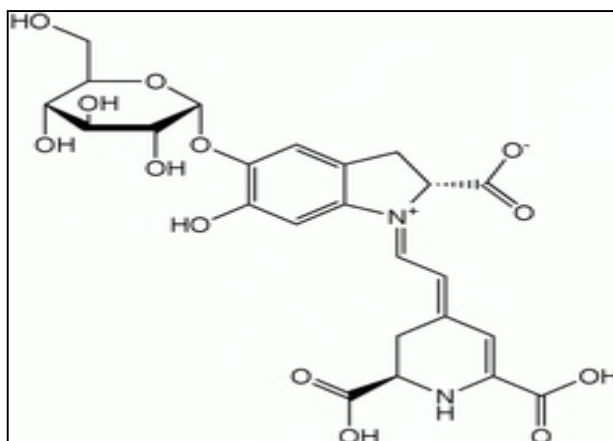


Figure 2 : Structure de base des bétalains (Anonyme 2)

5- Méthodes d'extraction

La variabilité de la matière végétale, la complexité de leur structure ainsi que la large variété des composés à en extraire ont induit l'apparition d'une grande variété de technologies d'extraction.

5-1- Extraction par macération

C'est une méthode conventionnelle, qui consiste à laisser séjourner la matière végétale dans le solvant (avec ou sans agitation) pour extraire les principes actifs, à température ambiante ou à température élevée pour une durée déterminée. Elle est basée sur la solubilité des composés bioactifs dans un solvant d'extraction et elle est influencée par une série de facteurs incluant la nature de la matière végétale, la concentration en solutés de l'échantillon, la nature du solvant, la durée d'extraction...etc. (**Budic-letoc et al., 2005 ; Spigno et al., 2007**).

5-2- Extraction par soxhlet

L'extraction par Soxhlet est une méthode simple et convenable permettant de répéter infiniment le cycle d'extraction avec du solvant frais jusqu'à l'épuisement complet du soluté dans la matière première (**Subramanian et al., 2016**).

Encore, cette technique qui a été employée pendant longtemps, est une technique standard et de référence principale pour évaluer la performance d'autres méthodes d'extraction solide-liquide. L'extraction par Soxhlet est une technique générale et bien établie, et qui dépasse en performance les autres techniques conventionnelles d'extraction, excepté dans le cas de l'extraction des composés thermolabiles (**Luque de Castro et Garcia-Ayuso, 1998**).

Dans un dispositif Soxhlet, comme montré dans la figure 3 ci-dessous, la matière végétale est placée dans une cartouche poreuse, et remplie de solvant frais condensé à partir d'un ballon à distiller. Quand le liquide atteint le niveau de débordement, un siphon aspire la solution de la cartouche et la décharge de nouveau dans le ballon à distiller, portant les corps dissous extraits dans le liquide en bloc. Dans le ballon, le corps dissous (soluté) est séparé du solvant par distillation. Le soluté reste dans le flacon et le solvant frais passe de nouveau dans le lit de solide. L'opération est répétée jusqu'à ce que l'extraction complète soit réalisée (**Luque-Garcia et Luque de Castro, 2004**).

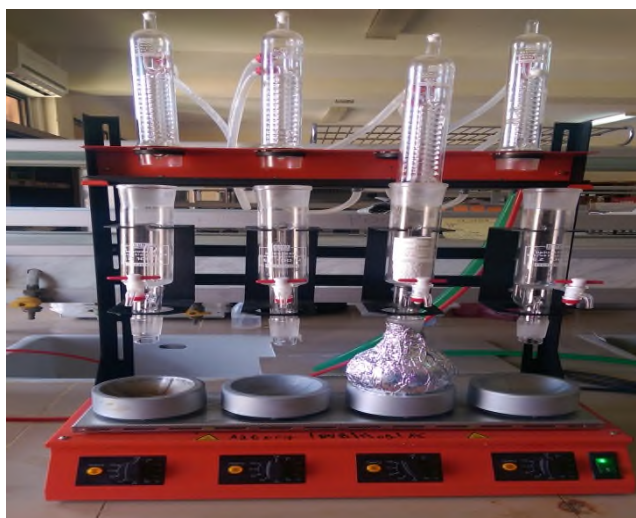


Figure 3 : Appareil Soxhlet (Original)

5-3- Extraction par ultrasons

L'extraction des composés bioactifs par ultrasons (20-100 kHz) est une technique émergente qui offre beaucoup de reproductibilité en peu de temps, elle est facile à mettre en œuvre et peu consommatrice de solvant et d'énergie, du fait que cette technologie permet son développement dans des conditions de pression atmosphérique et à température ambiante. Elle est réalisée grâce à un appareil appelé soit sonicateur ou dans un bain à ultrasons qui permet de transformer l'énergie électrique en vibrations mécaniques longitudinales le long d'un bac, ces dernières permettent de détruire les cellules biologiques en suspension (**Soria et Villamiel, 2010 ; Vieira et al., 2013 ; Prommajak et al., 2014**).

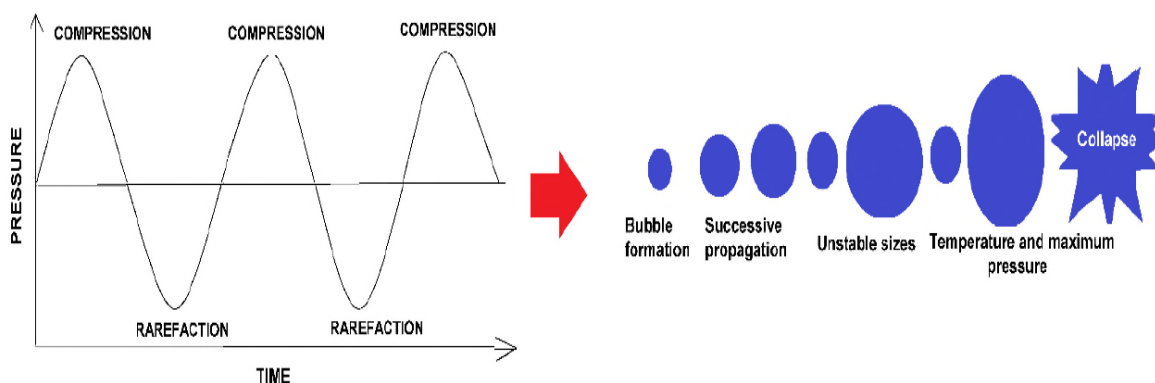


Figure 4 : Phénomène de cavitation (**Soria et al., 2010**)

Le bac ou la sonde à ultrasons sont les deux types d'équipements couramment utilisés dans les laboratoires. Lorsque les ultrasons se propagent à travers un liquide, les oscillations des molécules provoquent la formation des zones de compression et de dépression (raréfaction). Des bulles sont formées de cette différence de pression et la répétition de ces cycles va conduire à leurs implosion (figure 4) ce phénomène est appelé cavitation **(Dolatowski et al., 2007)**. L'implosion de ces bulles vont provoquer des jets de liquides qui vont percer les parois végétales et permettre ainsi la libération des molécules dans le milieu liquide **(Ya-Qin, et al., 2008 ; Chung et al., 2010 ; Michel, 2011)**.

Matériel et méthodes

1- Produits chimiques et réactifs (Annexe 1)

2- Matériel végétal

2-1- Récolte

Le présent travail a été réalisé sur la partie aérienne fleurie d'*Opuntia ficus indica*, récoltée dans la région de Barbacha, une localité située à une trentaine de kilomètres de la wilaya de Bejaia, durant la période de floraison et de fructification en avril-mai 2016.

2-2- Préparation des échantillons

Une fois la récolte du matériel végétal est réalisée, l'échantillon est séché à l'air libre dans un endroit sec pendant 15 jours puis broyé à l'aide d'un broyeur électrique, puis la poudre a subi un tamisage afin d'obtenir une granulométrie de 125 μ m. Les poudres obtenues sont par la suite conservées dans des sachets en papier à l'abri de la lumière pour éviter la photo-oxydation des substances actives contenues dans la poudre et seront utilisées par la suite pour la préparation des extraits bruts.

3- Extraction des antioxydants

3-1- Extraction par macération (ESC)

La poudre de fleurs d'*OFI* (1g) a été pesée avec précision et mélangée à un certain volume de mélange éthanol-eau (la concentration a été choisie selon le modèle expérimental) dans un bécher. Ensuite, les béchers ont été laissés agiter sur une plaque agitatrice pendant un temps tel que défini par les conceptions expérimentales. Après l'extraction, les mélanges ont été centrifugés (5000 g, 20 min) et le surnageant a été recueilli et stocké à 4 °C jusqu'à utilisation ultérieure.

3-2- Extraction aux ultrasons (EAU)

La poudre de fleurs d'*OFI* (1 g) et mélangée à un certain volume du mélange éthanol-eau (la concentration a été choisie selon le modèle expérimental) dans un tube. Ensuite, les tubes ont été immergés dans un bain d'eau de sonication, et irradiés à une puissance de 50Hz à différentes températures (°C) et temps d'extraction (min), tel que défini par les conceptions expérimentales. Après l'extraction, les mélanges ont été centrifugés (5000 g, 20 min) et le surnageant a été recueilli et stocké à 4 °C jusqu'à utilisation ultérieure.

3-3- Extraction au Soxhlet

L'extraction au Soxhlet a été réalisée selon la méthode décrite précédemment (**Xu et al., 2016**). La poudre broyée (10 g) de fleurs d'*OFI* a été mise dans une cartouche au Soxhlet et extraite avec 100 mL de solution aqueuse d'éthanol (35,70%) dans un appareil Soxhlet. Après 4 h d'extraction sous 85 °C (maintenue par un bain-marie), la solution obtenue a été recueillie pour l'analyse ultérieure.

4- Modèle expérimental

4-1- Expériences à un facteur

Des expériences à un facteur ont été menées pour évaluer les effets des trois paramètres expérimentaux sur l'efficacité de l'extraction. Il s'agit de la concentration en éthanol (20- 80%), le ratio du solvant d'extraction (rapport S/M, 10-60 mL/g) et le temps d'extraction (60-360 min), pour l'extraction traditionnelle (macération). Concernant l'extraction innovante (aux ultrasons), les facteurs étudiés sont, la concentration en éthanol (20-100%), le temps (10-60 min) et la température (30-70°C). Sur la base des résultats d'expériences à un seul facteur, trois facteurs qui ont exercé une influence majeure sur l'efficacité de l'extraction seraient sélectionnés dans la conception de la méthode de surface de réponse subséquente.

4-2- Méthodologie de surface de réponse

L'optimisation des conditions de l'extraction a été réalisée en utilisant le modèle classique d'extraction en variant un paramètre et fixant les autres. La méthode adoptée est la RSM, un modèle mathématique a été développé, le type du modèle choisi est le plan central composite précis.

Ce plan comprend 20 essais, dont l'essai centré (**0, 0, 0**) est répété six fois, afin de vérifier l'erreur type et la reproductibilité du procédé d'extraction.

5- Dosages d'antioxydants

Après l'étape de l'extraction, vient une succession de dosages spectrophotométriques des extraits, afin de quantifier leur taux en polyphénols totaux, en flavonoïdes totaux et en bétalains.

Les analyses quantitatives des composés phénoliques et flavonoïdes extraits sont déterminées partir des équations de régression linéaires des courbes d'étalonnage et exprimées

respectivement en mg équivalent acide gallique ou quercétine par g de la matière végétal sèche (Annexe 2).

5-1- Détermination de la teneur en polyphénols totaux

- **Principe**

Le réactif de Folin- Ciocalteu est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène (**Ribereau-Gayon, 1968**). La coloration bleu produite est proportionnelle à la teneur en composés phénoliques contenue dans l'extrait (**Georgé et al., 2005**).

- **Mode opératoire**

L'estimation de la teneur en polyphénols totaux contenue dans les différents extraits a été réalisée selon le protocole décrit par **Dorman et al., (2003)**, l'acide gallique a été utilisé comme standard.

Dans des tubes à essai, un volume de 100 μ L de chaque extrait dilué est additionné à un volume de 6mL d'eau distillée. Ensuite, un volume de 500 μ L de réactif de Folin-Ciocalteu est ajouté, et 1,5 mL de Na_2CO_3 à 20% sont additionnés au mélange. A la fin, les tubes ont été ajustés jusqu'à 10 mL avec de l'eau distillée puis agités et incubés à l'obscurité pendant deux heures à température ambiante. L'absorbance est mesurée à 760 nm.

5-2- Détermination de la teneur en flavonoïdes totaux

- **Principe**

La coloration jaunâtre donnée dans cette méthode est due à la formation d'un complexe entre le trichlorure d'aluminium ($AlCl_3$) et les atomes d'oxygène présents sur les carbones 4 et 5 des flavonoïdes (**Lagnika, 2005**).

- **Mode opératoire**

Le dosage des flavonoïdes totaux a été effectué selon la méthode décrite par **Djeridane et al., (2006)**, un volume de 1mL d'extrait (avec dilution convenable) est ajouté à 1mL d'une solution d' $AlCl_3$ (2%, *m/v*). Après 15min d'incubation, l'absorbance est mesurée à 430nm.

5-3- Détermination de la teneur en bétalains

Les bétalains, constitués de deux grandes familles à savoir ; les bétacyanines et bétaxanthines, sont mesurés respectivement, à des longueurs d'ondes de 538 nm et de 480 nm où l'échantillon est directement mis dans une cuve sans incubation ni réactifs. Les résultats sont exprimés en mg/L pour les bétacyanines et les bétaxanthines et en mg/100g de matière sèche pour les bétalains totaux.

5-4- Evaluation de l'activité antioxydante

A- Teste au DPPH

- **Principe**

Le DPPH[•] (1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl) est un radical libre, il se caractérise par une coloration violette en état oxydé et une coloration jaune en état réduit (**Parejo et al., 2002**). Le principe de cette méthode est basé sur la mesure du piégeage des radicaux libres de DPPH (1,1-Diphényl-2-picrylhydrazyl de couleur violette). En présence de molécules dites antioxydantes, le DPPH[•] est transformé en sa forme réduite (diphényl picryl-hydrazine de couleur jaune) comme le montre la figure 5 ci-dessous, ce qui conduit à une diminution de l'absorbance. La décoloration du DPPH[•] est directement proportionnelle à la capacité des molécules bioactives à le réduire (**Mansouri et al., 2005**).

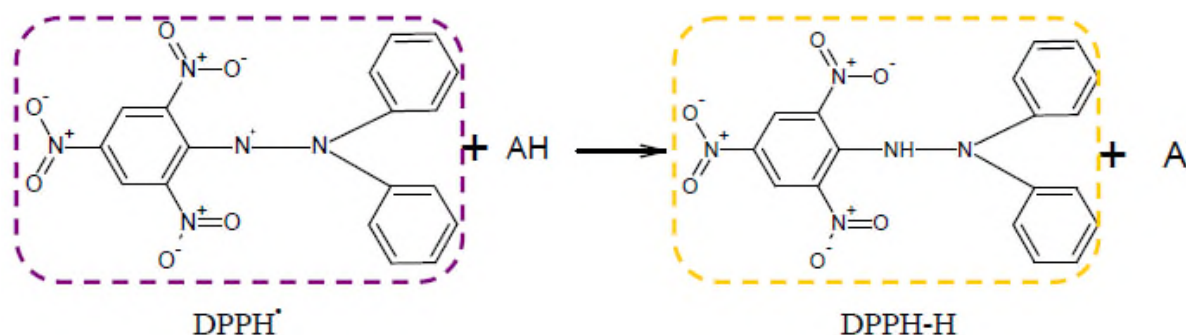


Figure 5 : Mécanisme réactionnel intervenant lors du test DPPH entre l'espèce radicalaire DPPH[•] et un antioxydant (AH) (**Sanchez-Moreno, 2002**).

- **Mode opératoire**

Ce test est réalisé selon le protocole décrit par **Debbabi et al., (2016)**, un volume de 1mL de chaque extrait (avec dilution convenable) est ajouté à 1mL de la solution du DPPH (0,2 mM) préparée fraîchement dans l'éthanol. Le mélange est incubé à température ambiante

et l'abri de la lumière pendant 30 min. L'absorbance est mesurée à 517 nm contre un blanc. L'activité anti-radicalaire des extraits a été exprimée en mg/g équivalent Trolox.

B- Test FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power)

- **Principe**

La méthode est basée sur la réaction de réduction du Fe^{3+} présent dans le complexe ferrocyanure de potassium en Fe^{2+} , la réaction est révélée par le virement de la couleur jaune du fer ferrique (Fe^{3+}) en couleur bleu-vert du fer ferreux (Fe^{2+}) (Yildirim et al., 2001).

- **Mode opératoire**

Le protocole expérimental utilisé est celui donné par Debbabi et al., (2016) où : 0,5 mL de l'extrait a été mélangé avec 0,5 mL du tampon de phosphate à 0,2 M (pH=6,6) et 0,5 mL de ferricyanure de potassium $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})$ à 1%. Le mélange a été incubé à 50°C pendant 20 min. Après incubation, 0,5 mL de l'acide trichloracétique(TCA) à 10 % ont été ajoutés au mélange. Un volume de 1 mL est prélevé du mélange, auquel 1 mL d'eau distillée et 200 μL de chlorure ferrique (FeCl_3) à 0,1% sont additionnés.

La lecture des absorbances se fait contre un blanc à 700 nm à l'aide d'un spectrophotomètre.

La capacité antioxydante est exprimée en mg équivalent Trolox par gramme de matière sèche (mg ET/g MS).

C- Test au le phosphomolybdate

- **Principe**

Le test du pouvoir réducteur phosphomolybdate est un essai direct qui est employé principalement pour mesurer la puissance des antioxydants non enzymatiques. Il repose sur la réduction des molybdates en molybdène en présence des extraits en donnant une coloration verte détectable par l'UV à une longueur d'onde de 695nm (Prieto et al., 1999).

- **Mode opératoire**

Le test au phosphomolybdate (PM) a été réalisé selon la méthode décrite par Brahmi et al., (2012), qui consiste à introduire dans des tubes à essai 0,2 mL de l'extrait et 2 mL d'un réactif composé de H_2SO_4 (0,6 M), de NaH_2PO_4 (28 mM) et de molybdate d'ammonium (4 mM). Les tubes ont été ensuite bien fermés puis incubés à 95°C pendant 90 min. Après refroidissement, l'absorbance a été mesurée à 695 nm contre un blanc.

La capacité antioxydante est exprimée en mg équivalent Trolox par gramme de matière sèche (mg ET/g MS).

6- Analyses statistiques

Dans cette étude, toutes les expériences ont été réalisées en triple et les résultats ont été exprimés en valeur moyenne $\pm$ écart type (déviation standard). L'analyse statistique a été réalisée en utilisant STATISTICA.12. L'optimisation a été réalisée à l'aide du logiciel JMP.10.

Résultats et discussion

L'extraction est effectuée par trois techniques différentes : conventionnelle, assistée aux ultrasons et au Soxhlet. Le présent travail consiste à évaluer les extraits de fleurs d'*OFI* obtenus en terme de quantité phénolique par ces trois techniques, après optimisation des conditions d'extraction, une comparaison est effectuée afin de choisir la meilleure procédure d'extraction de ces composés par rapport à la vitesse et au taux d'extraction.

1- Extraction par macération

Afin d'évaluer les conditions optimales et lancer une extraction par cette méthode, il nous faudra d'abord déterminer des conditions de départ.

1-1- Etude préliminaire

Dans cette méthode d'extraction conventionnelle nous avons étudié, en fonction des teneurs en polyphénols totaux (TPC) qui sont exprimés en mg EAG/g de MS, trois paramètres (concentration en éthanol, temps et le ratio).

1-1-1- Effet de la concentration en éthanol

La solubilité des polyphénols dépend de la polarité du solvant utilisé (**Nacz et Shahidi, 2004**). Dans notre travail, différentes concentrations d'éthanol (20 ; 40 ; 60 et 80%) ont été testées sur l'efficacité de l'extraction. Les résultats de l'optimisation du solvant sont représentés dans la figure 6 :

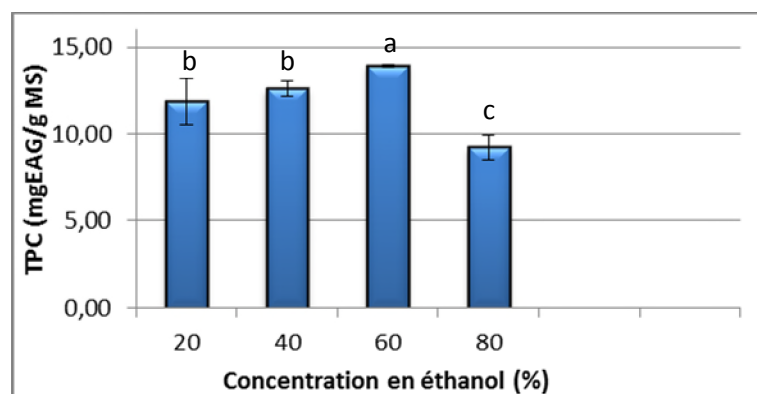


Figure 6 : Influence du solvant sur le taux des TPC des extraits de fleurs d'*OFI* obtenus par macération.

La concentration en composés phénoliques totaux augmente avec l'augmentation de la concentration en éthanol de 20 jusqu'à 60% ; où elle atteint son maximum, puis diminue progressivement lorsque la concentration d'éthanol augmente de 60 à 80%. La teneur la plus

élevée en TPC a été trouvée pour l'éthanol 60%, alors que la teneur la plus faible est enregistrée pour l'éthanol 80%.

1-1-2- Temps d'extraction

La figure 7 montre que la teneur la plus élevée en TPC a été enregistrée pour le temps de macération de 5 h, tandis que la plus faible a été enregistrée pour 1 et 2 h sans différence significative à $P \leq 0,05$. En outre, le contenu en polyphénols totaux est en variation irrégulière avec un temps variant de 1 à 4 h, mais qui augmente d'une manière non significative après 5 h d'extraction et au-delà, nous constatons une légère diminution. De ce fait, comme l'expliquent les travaux de **Santos-Buelga et al., (2012)**; un temps de contact prolongé n'améliore pas toujours l'efficacité de l'extraction, en effet, il peut également favoriser l'oxydation des composés phénoliques.

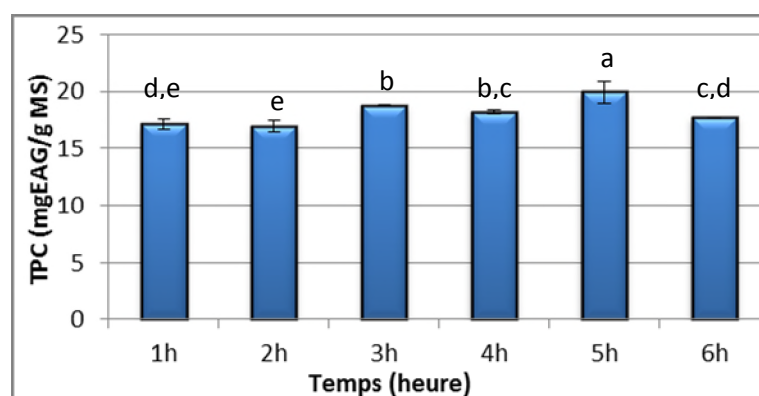


Figure 7 : Influence du temps sur le taux des TPC des extraits de fleurs d'*OFI* obtenus par macération.

1-1-3- Ratio

Les résultats obtenus dans la figure 8 montrent que la variation du ratio (matière sèche/solvant) a un effet sur le taux d'extraction des polyphénols totaux comme l'ont cité plusieurs auteurs dans leurs travaux dont (**Hossain et al., 2012**). Les teneurs augmentent avec l'augmentation de volume de solvant ce qui concorde avec les données de la littérature où **Hossain et al., (2012)** ont trouvé 50 mL de solvant d'extraction ont permis d'extraire le maximum de TPC. En outre, **Barros et al., (2015)** ont trouvé un ratio de 30 mL comme proportion du solvant adéquate pour l'extraction des teneurs les plus élevée. Dans notre étude, le ratio qui a révélé la plus faible concentration est de 1g/10 mL alors que la meilleure est attribuée à un ratio de 1g/40mL.

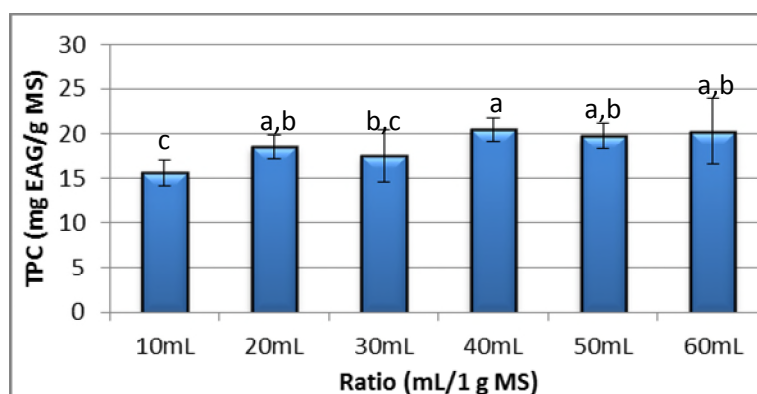


Figure 8 : Influence du ratio sur le taux des TPC des extraits de fleurs d'*OFI* obtenus par macération.

1-2- Optimisation par la méthodologie de surface de réponse

Trois facteurs, qui sont la concentration en éthanol (X_1), le temps d'extraction (X_2) et le ratio (X_3), ont été utilisés afin d'optimiser l'extraction par macération des polyphénols totaux de fleurs d'*OFI*.

Selon l'analyse présentée ci-dessus, il peut être déduit que toutes les variables mentionnées affectent l'efficacité et le rendement de l'extraction. Bien que ces effets aient été traités séparément, il convient de noter que, dans le système, elles interagissent. Le produit de l'interaction de ces variables se reflète dans le contenu phénolique des extraits obtenus.

Les principaux facteurs à prendre en compte durant l'optimisation sont présentés avec les conditions optimales respectives déterminées en fonction de l'étude réalisée.

L'analyse de l'effet combiné de ces facteurs peut être réalisée à travers la RSM, un outil mathématique et statistique qui est largement utilisé pour optimiser les conditions expérimentales d'un processus. Le plan choisi pour cette optimisation est le plan central composite (**Chen et al., 2015**).

Les résultats des expériences de ce plan sont représentés dans le tableau V suivant :

Tableau V : Plan et résultats d'optimisation des conditions d'extraction par le plan central composite précis pour les extraits d'*OFI* obtenus par macération.

Expérience	Configuration	Ethanol (%)	Temps (h)	Ratio (mL/g)	Polyphénols totaux (mg/g de MS)	
		X ₁	X ₂	X ₃	Valeurs Réelles	Valeurs prédites
1	—+—	10	6	10	18,65	17,69
2	A00	40	3,5	25	33,56	30,77
3	———	10	1	10	24,68	24,94
4	0a0	25	1	25	35,92	34,00
5	000	25	3,5	25	27,36	29,41
6	+—+	40	1	40	33,33	34,16
7	——+	10	1	40	30,45	29,63
8	+++	40	6	40	32,07	31,68
9	000	25	3,5	25	31,87	29,41
10	00A	25	3,5	40	27,21	29,37
11	0A0	25	6	25	26,69	29,13
12	000	25	3,5	25	28,83	29,41
13	000	25	3,5	25	30,97	29,41
14	—++	10	6	40	25,05	23,27
15	000	25	3,5	25	28,72	29,41
16	++—	40	6	10	25,27	25,96
17	a00	10	3,5	25	21,06	24,36
18	000	25	3,5	25	29,73	29,41
19	00a	25	3,5	10	25,81	24,17
20	+—	40	1	10	27,7	29,35

D'après les résultats de la présente étude, la teneur en composés phénoliques de la poudre des fleurs d'*OFI* varie de 18,65 à 35,92 mg/g de MS, ce qui confirme l'influence des paramètres (X₁, X₂ et X₃) sur le taux d'extraction des TPC. Cela est démontré par plusieurs auteurs (**Kashif et Young, 2009 ; Juntachote et al., 2006**). Toutefois, d'autres paramètres peuvent affecter l'extraction des TPC tel que le pH (**Chirinos et al., 2007**).

➤ Validation du modèle

Le modèle mathématique, dans les plans d'expériences, unit la réponse qui est dans cette étude la teneur en polyphénols aux facteurs qui ont un effet sur elle. Dans l'objectif d'avoir une bonne réponse plusieurs conditions doivent être vérifiées.

❖ Coefficient de corrélation (R^2)

Le coefficient de corrélation R^2 exprime l'efficacité d'ajustement globale. Dans la présente étude, le coefficient de corrélation (R^2) du modèle est égal à 0,83 (Figure 9) ce qui signifie que 17% des variations ne sont pas expliquées par le modèle : cela pourrait s'expliquer par des erreurs de manipulation ou par la pureté des produits utilisés (éthanol).

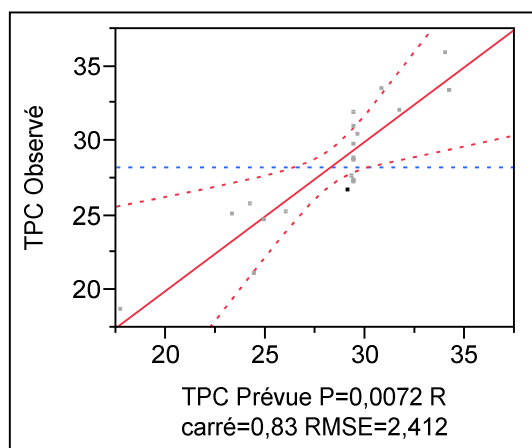


Figure 9 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

L'analyse de la variance de la régression montre que le modèle est très hautement significatif, $P < 0,001$, ce qui confirme que le modèle est satisfaisant.

❖ Effet des facteurs (coefficients)

L'analyse de la variance de la régression des coefficients consiste à analyser l'effet des variables sur l'extraction des composés phénoliques.

Les valeurs P sont utilisées pour vérifier la signification de chaque coefficient. Les valeurs les plus petites de P montrent la plus grande signification du facteur correspondant. Le tableau suivant donne l'analyse de la variance.

Tableau VI : Analyse de la variance pour la macération (ANOVA)

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Rapport F	Valeur-P
Modèle	9	283,619162	5,41653604	
X ₁ - Ethanol concentration	1	102,65616	17,6446721	0,00182708
X ₂ - Extraction time	1	59,29225	10,1912278	0,00961539
X ₃ -Ratio	1	67,6	11,6191745	0,00667294
X ₁ *X ₂	1	7,48845	1,28712436	0,28304156
X ₁ *X ₃	1	0,00845	0,0014524	0,9703498
X ₂ *X ₃	1	0,405	0,06961192	0,79726
X ₁ ²	1	9,30120227	1,59870254	0,23476144
X ₂ ²	1	12,781846	2,19696004	0,16909524
X ₃ ²	1	19,1532023	3,2920769	0,09968279
Résidus	10	58,1796927	0,00717421	
Erreur pure	5	13,4292	0,10626353	
Erreur totale	10	58,1796927	0,96071023	
Total	19	341,798855		

❖ Effet d'interaction

Le couple ratio-solvant d'extraction joue un rôle important dans l'extraction, influençant sur le taux des TPC, le ratio influence positivement sur la teneur mais diminue après un volume important du solvant. Cependant, les résultats obtenus ont montré aussi que les teneurs en TPC varient en fonction de la concentration du solvant utilisé (Figure 10).

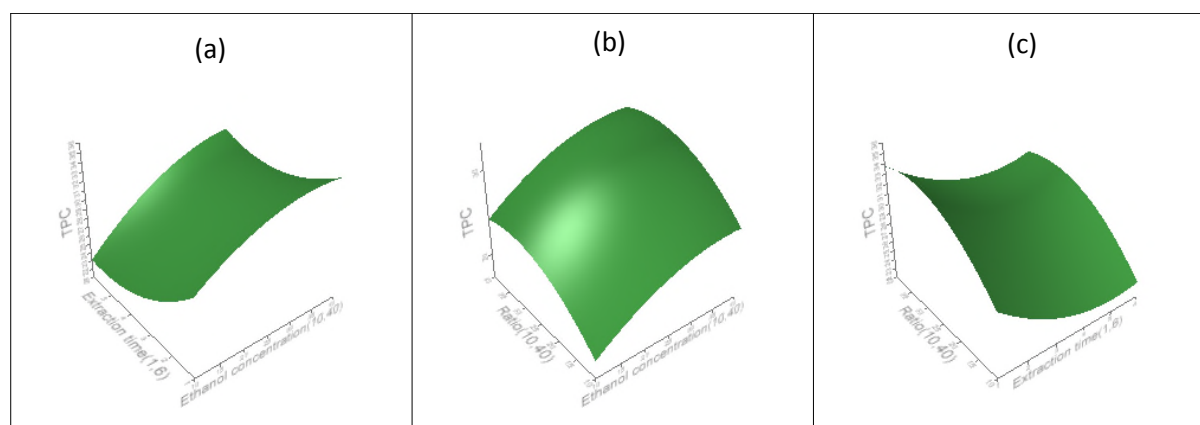


Figure 10 : Surface de réponse des interactions pour la macération.

(a) : temps- solvant (b) : ratio-solvant (c) : ratio-temps

❖ Modèle mathématique

Lorsque les facteurs sont clairement identifiés et la réponse est connue, un plan d'expérience avec une liste d'expériences à faire est proposée pour cerner au mieux le phénomène étudié.

Dans l'absolu, le choix d'un plan d'expérience n'a pas de sens tant qu'il n'est pas subordonné au choix préalable d'un modèle mathématique. Les modèles les plus classiques sont des modèles polynomiaux.

Le modèle mathématique postulé utilisé avec le plan d'expérience adopté pour trois facteurs est un modèle du premier degré classique, qui est simplifié par élimination des effets d'interaction non significatifs, ce qui permet de manipuler plus à l'aise cette expression. Le modèle mathématique opté dans la présente étude est le suivant :

$$Y = 29,4 + 3,2 X_1 - 2,43 X_2 + 2,6 X_3$$

Cette équation montre que la teneur en TPC est affectée par les trois facteurs mais essentiellement par la concentration en éthanol.

Pour avoir une teneur en polyphénols totaux de 35,22 mg EAG/g MS, il faut utiliser une concentration d'éthanol de 35,18 % pendant 1h avec un ratio de 1g/39,25 mL.

2- Extraction assistée aux ultrasons (EAU)

2-1- Etude préliminaire

Dans la même orientation, nous avons varié trois (03) facteurs qui sont la concentration en éthanol, le temps d'extraction et le ratio.

2-1-1- Effet de la concentration en éthanol

Les effets des différentes concentrations d'éthanol (20 ; 40 ; 60 ; 80 et 100%) sur l'efficacité de l'extraction ont été étudiés, et les résultats sont montrés sur la figure 11.

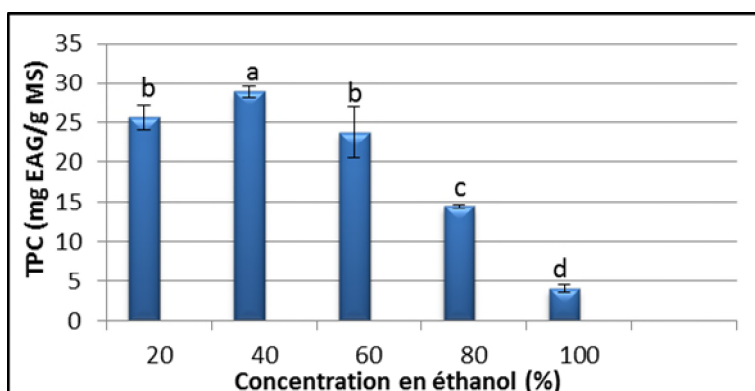


Figure 11 : Influence du solvant sur le taux des TPC des extraits de fleurs d'*OFI* obtenus par ultrason.

Le rendement en polyphénols a augmenté à mesure que la concentration d'éthanol augmente de 20 à 40%, où elle atteint son maximum, puis diminue progressivement lorsque la concentration d'éthanol augmente de 40 à 80%. L'extrait qui a enregistré la meilleure teneur est celui préparé avec l'éthanol 40% avec une différence significative à $P \leq 0,05$, tandis que l'extrait obtenu avec l'éthanol pur a révélé la plus faible valeur. Un résultat similaire a été trouvé dans une étude sur l'extraction assistée par ultrasons des polyphénols de la fleur d'*Osmanthus fragrans* (Li et al., 2016).

2-1-2- Effet de temps d'extraction

Les effets de différents temps d'extraction sur l'efficacité de l'extraction ont été étudiés de 10 à 60 min. La figure 12 montre les résultats obtenus.

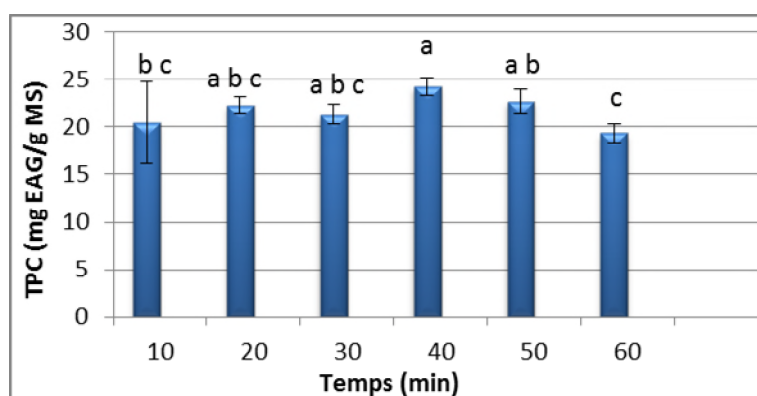


Figure 12 : Influence du temps sur le taux des TPC des extraits de fleurs d'*OFI* obtenus par ultrason.

La teneur maximale en TPC a été obtenue à 40 min, tandis que la plus faible est révélée après 60 min d'extraction. Lorsque le temps d'extraction se rallonge encore, une diminution de taux d'extraction est notée. Les résultats suggèrent que dans une certaine gamme l'augmentation du temps d'extraction pourrait accélérer la dissolution des composés d'intérêt alors qu'un temps prolongé pourrait induire la dégradation de certains composés bioactifs. Selon Peng et al., (2010), une diminution de 13% de la teneur TPC a été observée en augmentant le temps d'extraction de 50 à 80 min.

2-1-3- Température

L'impact de la température sur l'extraction des composés phénoliques est évalué dans la gamme de 30 à 70°C. La figure 13 illustre les résultats obtenus.

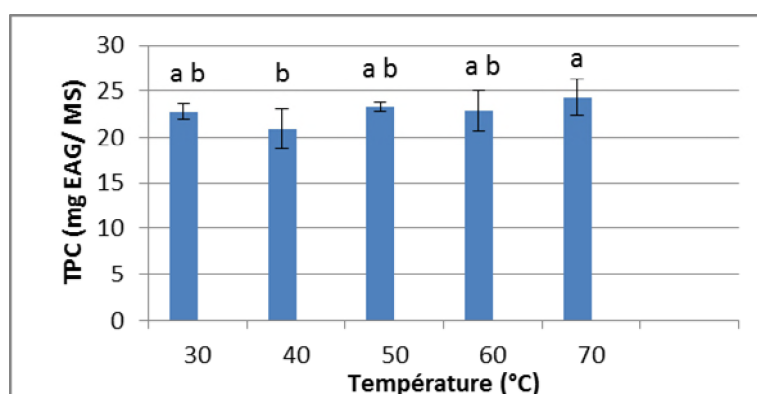


Figure 13 : Influence de la température sur le taux des TPC des extraits de fleurs d'*OFI* obtenus par ultrason.

D'après les résultats obtenus, la meilleure teneur en TPC est enregistrée après 70 min d'extraction, alors que la plus faible teneur est trouvée après 40 min.

En général, une augmentation de cette variable corrèle avec des améliorations dans les teneurs des extraits phénoliques en raison de l'induction de rupture des liaisons matricielles, augmentation de la solubilité du composé et la vitesse de diffusion du solvant (**Hossain et al., 2012 ; Celli et al., 2015**). Comme il a été démontré par **Majhenic et al., (2007)**, l'extraction par les solvants à température élevée permettait d'obtenir des rendements plus élevés en extraits secs que lorsqu'ils sont obtenus à température ambiante, mais lorsque le processus de l'ultrason atteint des températures supérieures à 75 °C, il y'a risque de dénaturation et donc diminution du contenu phénolique (**Carrera et al., 2012**).

2-2- Optimisation par la méthodologie de surface de réponse

Les résultats des expériences du plan central composite précis avec répétition du centre, sont représentés dans le tableau VI.

Tableau VII : Plan et résultats d'optimisation des conditions d'extraction par le plan central composite précis pour les extraits d'*OFI* par ultrasons.

Expérience	Configuration	Ethanol (%)	Temps (h)	Température (°C)	Polyphénols totaux (mg/g de MS)	
		X ₁	X ₂	X ₃	Valeurs réelles	Valeurs prédites
1	—+—	0	60	20	10,99	10,56
2	—+—	0	10	70	13,51	13,85
3	+—+	80	10	70	10,72	11,28
4	000	40	35	45	19,46	22,84
5	—++	0	60	70	14,55	15,17
6	000	40	35	45	23,29	22,84
7	000	40	35	45	23,78	22,84
8	a00	0	35	45	18,2	17,37
9	+—	80	10	20	5,54	5,05
10	A00	80	35	45	12,97	13,27
11	0a0	40	10	45	23,74	23,01
12	000	40	35	45	21,67	22,84
13	000	40	35	45	21,89	22,84
14	++—	80	60	20	5,14	4,92
15	00A	40	35	70	21,8	20,44
16	00a	40	35	20	14,19	15,02
17	0A0	40	60	45	23,42	23,61
18	—	0	10	20	10,99	11,29
19	000	40	35	45	25,9	22,84
20	+++	80	60	70	13,38	13,21

D'après les résultats obtenus, la teneur en composés phénoliques varie de 5,14 à 25,9 mg/g de MS, ce qui confirme l'influence des paramètres (X₁, X₂ et X₃) sur le taux d'extraction des polyphénols.

❖ Coefficient de corrélation (R²) :

Dans la présente étude, le coefficient de corrélation (R²) du modèle est égal à 0,96 (Figure 14) ce qui signifie qu'uniquement 4% des variations ne sont pas expliquées par le modèle.

De plus, la valeur du coefficient de corrélation ajusté ($R^2_{\text{ajusté}}$) est de 0,92 ce qui est assez élevé pour confirmer la haute significativité du modèle.

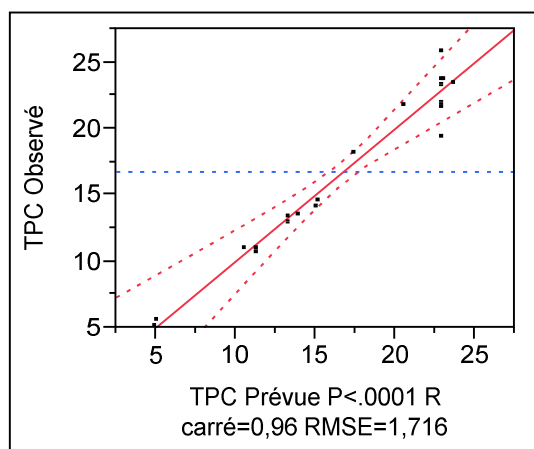


Figure 14 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs réelles.

❖ Effet des facteurs (coefficients)

Le tableau VII suivant donne l'analyse de la variance.

Tableau VIII: Analyse de la variance pour l'ultrason (ANOVA)

Source	Degrés de liberté	Somme des carrés	Rapport F	Valeur-P
Modèle	9	736,100371	27,7752603	
X1-Ethanol concentration	1	41,98401	14,2576361	0,00362609
X2-Time	1	0,88804	0,30157556	0,59494554
X3-Température	1	73,49521	24,9587393	0,00054061
X1*X2	1	0,18605	0,06318199	0,80662547
X1*X3	1	6,73445	2,28699778	0,16140249
X2*X3	1	2,10125	0,71357781	0,4180101
X_1^2	1	155,776911	52,9013431	0,00002684
X_2^2	1	0,60395511	0,20510123	0,66030153
X_3^2	1	71,9872364	24,4466363	0,00058339
Résidus	10	29,4466836	6,42168e-6	
Erreur pure	5	23,96175	0,93428444	
Erreur totale	10	29,4466836	0,96869983	
Total	19	765,547055		

❖ Etude des interactions

Le couple solvant-temps d'extraction joue un rôle important dans l'extraction, influençant sur le taux des TPC, le temps influence positivement sur la teneur mais diminue après une longue durée. Cependant, les résultats obtenus ont montré aussi que les teneurs en TPC varient en fonction de la concentration du solvant utilisé comme le montre la figure 15.

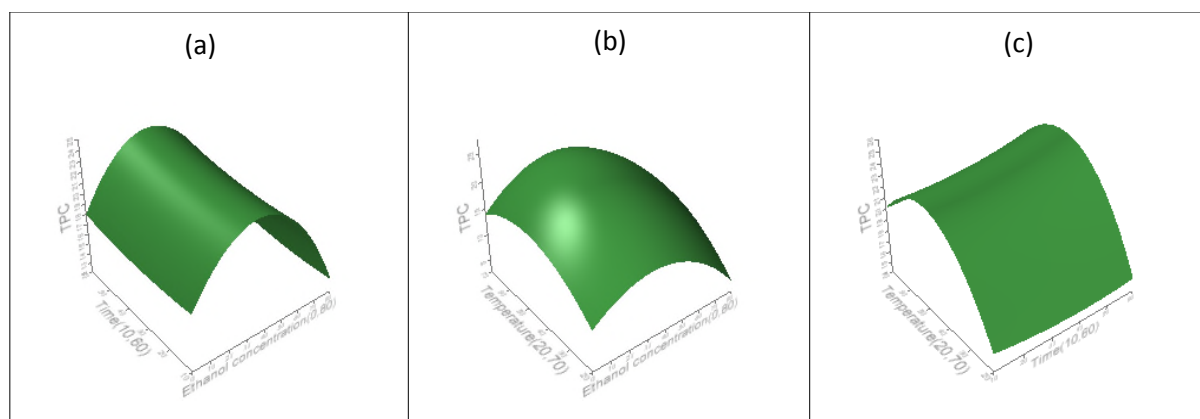


Figure 15 : Surface de réponse des interactions pour l’ultrason.

(a) : temps- solvant (b) : température-solvant (c) : température-temps.

❖ Modèle mathématique

Le modèle mathématique opté dans la présente étude est représenté par l’équation suivante:

$$Y = 22,84 - 2,04 X_1 - 7,52 X_1^2 - 5,11 X_3^2$$

Cette équation montre que la teneur en TPC est affectée par deux facteurs ; la concentration en éthanol et la température mais par le temps d’extraction.

La teneur en TPC de $24,2 \pm 2,6$ est obtenue à une concentration d’éthanol de 35,70% et à une température d’extraction de 52,6 °C.

3- Comparaison

Après l’étude de l’effet de différents paramètres des méthodes d’extraction conventionnelle et non-conventionnelle, ces méthodes ont été comparées avec le Soxhlet et une Macération avec les Conditions de l’Ultrason (MCU). Les conditions optimales de chaque méthode d’extraction (Tableau VIII) ont été comparées pour trouver la technique permettant d’avoir les teneurs maximales en composés phénoliques totaux, en flavonoïdes et en bétalains mais aussi la détermination de la meilleure activité anti-oxydante avec les trois (03) testes précédemment cités dans le chapitre matériel et méthodes. Cette comparaison a été menée dans la section qui suit :

Tableau VIII : Optimums obtenus pour les quatre (04) techniques d'extraction.

Technique	Ethanol (%)	Temps (h)	Température (C°)	Ratio (g/mL)	Granulométrie (µm)
ECS	34,18	1	25	1g/39,25mL	125
EAU	35,70	1	52,63	1g/10mL	125
MCU	35,70	24	25	1g/10mL	125
Soxhlet	35,70	4	52,63	10g/100mL	125

3-1- Dosage des TPC

D'après les résultats obtenus (Figure 16), nous remarquons une amélioration de la teneur en polyphénols des extraits obtenus par EAU (24,38 mg EAG /g de MS) comparativement à d'autres conditions d'extraction. Cette teneur est suivie de celle donnée par MCU (23,80 mg EAG/g de MS) qui est relativement élevée comparée à l'Extraction Conventionnelle par Solvant (ECS) (5,66 mg EAG/g de MS), alors qu'on assiste à une baisse de cette teneur lors de l'extraction au Soxhlet (1,96 mg EAG/g de MS).

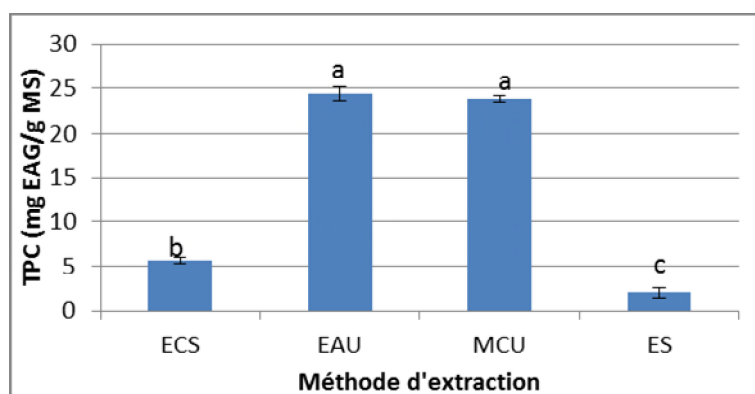


Figure 16 : Influence des techniques d'extraction sur le taux des TPC des fleurs d'*OFI*.

ECS : Extraction Conventionnelle par Solvant ; EAU : Extraction Assistée par Ultrason ;

MCU : Macération avec Conditions d'Ultrason ; ES : Extraction par Soxhlet.

Ces résultats se traduisent par la perturbation de la paroi de la membrane cellulaire induite par l'ultrason qui conduit à la lyse des cellules et accélérant la diffusion des molécules tout en brisant les membranes cellulaires. Les ultrasons ont l'avantage de réduire

considérablement le temps d'extraction et d'augmenter les teneurs en TPC comme l'explique (**Bourgou et al., 2016**) en étudiant d'autres échantillons.

3-2- Dosage des Flavonoïdes

Concernant les flavonoïdes, l'utilisation de l'ultrason a enregistré la meilleure concentration (9,70 mg EQ /g de MS), suivi par la méthode conventionnelle dans les conditions d'ultrasons qui a donné un résultat plus au moins proche (8.30mg/g de MS respectivement). Néanmoins, l'extraction de ces mêmes composés par l'ECS et par le Soxhlet ont donnés de faibles teneurs qui sont de l'ordre de 1,96 et de 1,05 mg EQ/g de MS, respectivement (Figure 17).

Ces résultats sont en accord avec ceux des TPC car, selon **Rodríguez-Pérez et al., (2015)** et **Vázquez et al., (2014)**, les flavonoïdes font partie des composés phénoliques totaux des fleurs d'*OFI* et ils sont aussi extraits d'une manière plus efficace avec un taux plus élevé par ultrason que par macération.

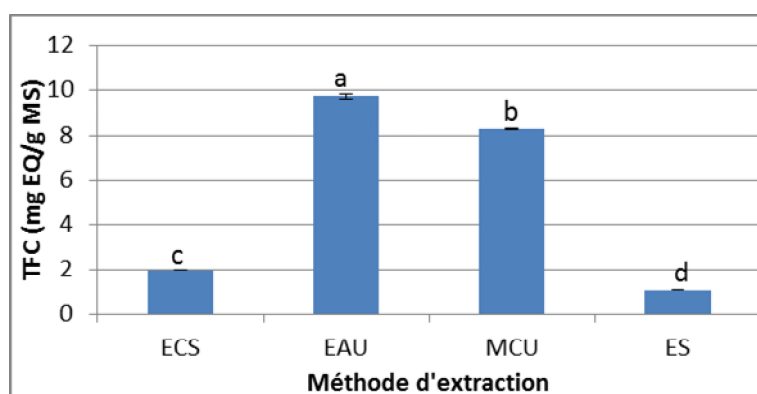


Figure 17: Influence des techniques d'extraction sur le taux des composés flavonoïdes totaux (CFT) des extraits de fleurs d'*OFI*.

ECS : Extraction Conventionnelle par Solvant ; EAU : Extraction Assistée par Ultrason ;

MCU : Macération avec Conditions d'Ultrason ; ES : Extraction par Soxhlet.

3-3- Dosage des Bétalains

3-3-1- Bétacyanines

La figure 18 renseigne sur les teneurs en bétacyanines obtenus lors du dosage des extraits obtenus par les quatre (04) techniques d'extraction.

En analysant les résultats, il est à noter que les bétacyanines extraits par macération, ultrason et Soxhlet sont en teneurs faibles, comme le rapporte les résultats de **Chougui et al., (2013)** sur les pulpes des fruits d'*OFI*. Toutefois, l'extraction par macération avec conditions d'ultrason marque une grande teneur allant jusqu'à 3,81 mg Eq betanine /L.

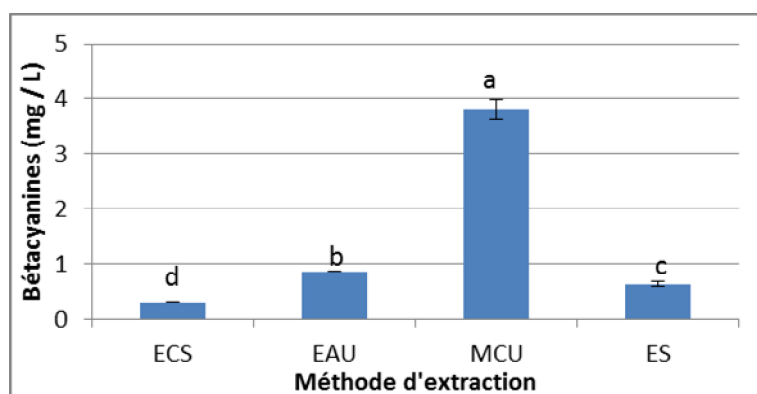


Figure 18 : Influence des techniques d'extraction sur le taux des bétacyanines des extraits.

ECS : Extraction Conventiionnelle par Solvant ; EAU : Extraction Assistée par Ultrason ;

MCU : Macération avec Conditions d'Ultrason ; ES : Extraction par Soxhlet.

3-3-2- Bétaxanthines

La figure 19 illustre les résultats des teneurs en bétaxanthines contenues dans les extraits obtenus par chaque méthode d'extraction.

Nous remarquons que les fleurs comportent des teneurs de 0,29 ; 0,85 et 0,62 mg Eq indicaxanthine/L de MS en bétaxanthines pour les méthodes ECS, EAU et Soxhlet respectivement. Des résultats similaires ont été reportés par plusieurs auteurs (**Stintzing et Scheiber, 2003 ; Butera et al., 2002 ; Fernandez-Lopez et Almela, 2001**), mais encore une fois une valeur considérable est obtenue par la MCU. Cela pourrait s'expliquer par le temps d'extraction de 24 h.

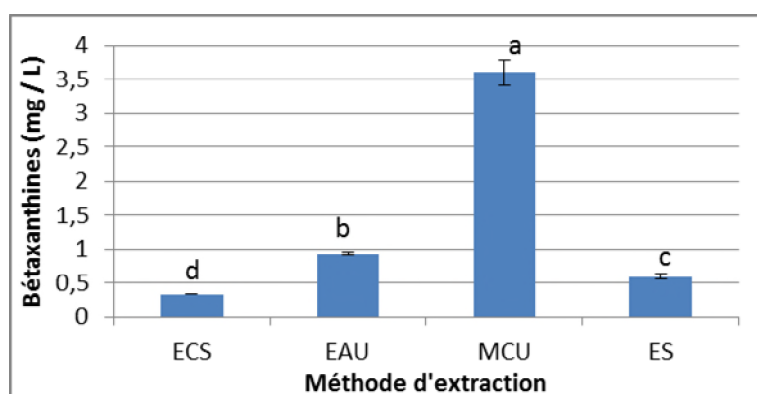


Figure 19 : Influence des techniques d'extraction sur le taux des bétaxanthines des extraits.

ECS : Extraction Conventiionnelle par Solvant ; EAU : Extraction Assistée par Ultrason ;

MCU : Macération avec Conditions d'Ultrason ; ES : Extraction par Soxhlet.

3-3-3- Bétalains totaux

La figure 20 ci-dessous nous consigne sur la teneur en bétalains totaux de la fleur d'*OFI* extraits avec les différentes méthodes. Nous constatons que l'extraction par MCU

enregistre la plus grande teneur en bétalains (7,41mg/100 g de MS) où la différence est hautement significative comparée aux autres techniques (EAU, Soxhlet et ECS) qui ont donnée, dans l'ordre, des teneurs de 1,78mg/g de MS ; 1,21mg/g de MS et 0,63mg/g de MS.

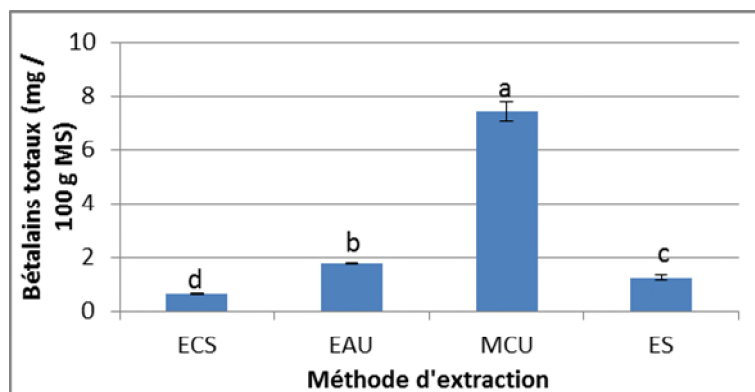


Figure 20 : Influence des techniques d'extraction sur le taux des bétalains totaux des extraits de fleurs d'*OFI*.

ECS : Extraction Conventiennelle par Solvant ; EAU : Extraction Assistée par Ultrason ;
MCU : Macération avec Conditions d'Ultrason ; ES : Extraction par Soxhlet.

3-4- Effet des méthodes d'extraction sur l'activité antioxydante

L'activité antioxydante peut être mesurée par plusieurs techniques spectrophotométriques. La plus part des tests utilisent généralement le même principe ; la génération d'un composé radicalaire synthétique coloré ou d'un composé actif redox et la capacité d'un extrait actif à piéger le radical ou à réduire ce composé actif redox.

3-4-1- Test au DPPH

Le contenu en composés bioactifs extrait à partir des fleurs d'*OFI* par les différentes techniques d'extraction présente des capacités de piégeage des radicaux libres assez élevées. En outre, nous constatons une augmentation significative de la concentration pour l'extraction par MCU mais celle-ci peut être négligée vis-à-vis du temps d'extraction par rapport à l'ultrason qui a une valeur relativement proche. En accord avec nos résultats, **Yildiz-ozturk et al., (2015)** et **Annegowda et al., (2011)** ont révélé que les extraits obtenus par ultrason sont plus efficace à piéger le radical DPPH comparé à ceux obtenus par l'ECS.

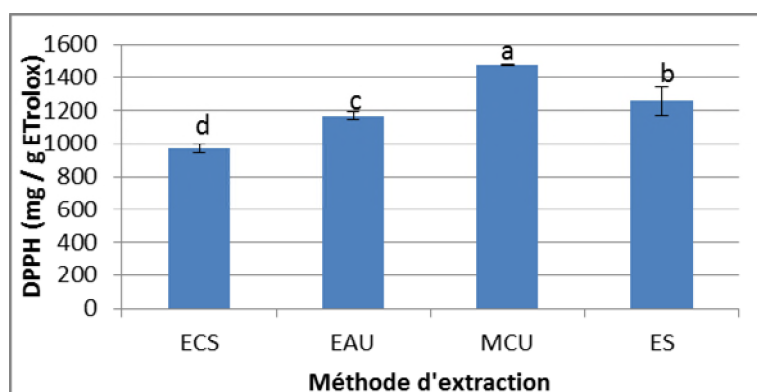


Figure 21 : Influence des techniques d'extraction sur le test au DPPH des extraits de fleurs d'*OFI*.

ECS : Extraction Conventiionnelle par Solvant ; EAU : Extraction Assistée par Ultrason ;
MCU : Macération avec Conditions d'Ultrason ; ES : Extraction par Soxhlet.

3-4-2- Pouvoir réducteur de fer

L'histogramme illustré en figure 22 représente les résultats de l'activité antioxydante réalisée par la mesure du pouvoir réducteur ; les deux méthodes d'extraction l'EAU et MCU affichent des valeurs de 2,03 et 2,33mg/g Eq Trolox, respectivement. Il est à noter que celles-ci ne sont pas significativement différentes et sont dans une même gamme, ce qui nous amène à dire que la technique de l'EAU est plus efficace en tenant compte du temps d'extraction.

Concernant l'ECS et l'extraction au Soxhlet elles affichent des valeurs moins importantes qui sont de l'ordre de 1,47 et 1,18 mg/g Eq Trolox, respectivement. En se référant aux travaux faits par **Dang et al., (2017)**, leurs résultats sont en étroite relation avec les résultats de notre étude.

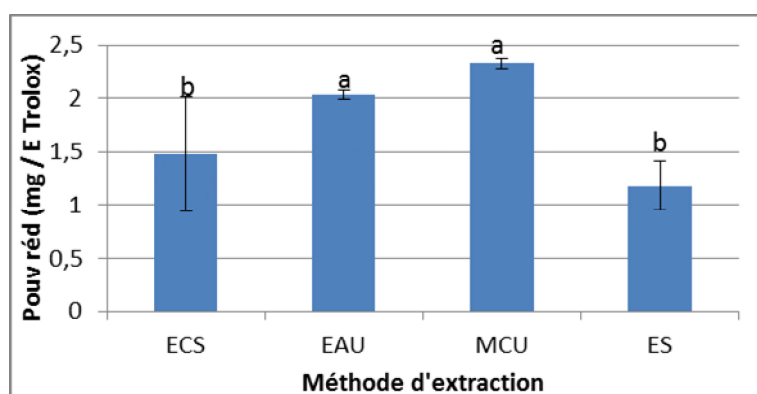


Figure 22 : Influence des techniques d'extraction sur le pouvoir réducteur de fer des extraits de fleurs d'*OFI*.

ECS : Extraction Conventiennelle par Solvant ; EAU : Extraction Assistée par Ultrason ;
MCU : Macération avec Conditions d'Ultrason ; ES : Extraction par Soxhlet.

3-4-3- Test au phosphomolybdate d'ammonium

La capacité des extraits à réduire le molybdate de fleurs d'*OFI* obtenus par les différentes méthodes d'extraction sont illustrés dans la figure 23. La meilleure activité est attribuée à l'extrait obtenu par la sonication aux conditions d'ultrasons.

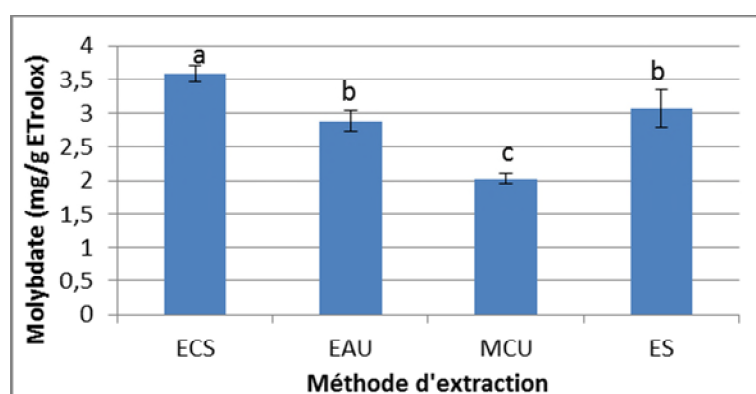


Figure 23 : Influence des techniques d'extraction sur le test au phosphomolybdate de extraits de fleurs d'*OFI*.

ECS : Extraction Conventiennelle par Solvant ; EAU : Extraction Assistée par Ultrason ;
MCU : Macération avec Conditions d'Ultrason ; ES : Extraction par Soxhlet.

Les résultats ci-dessus (figure 23), sont contradictoires aux résultats obtenus par le test au DPPH, cela pourrait être expliqué par le type de test utilisé et le mécanisme des réactions mises en jeux. Dans le test au DPPH, les extraits qui renferment les teneurs les plus élevées en polyphénols, c'est-à-dire ceux obtenus par la technique de l'ultrason, sont les plus actifs suivis par les extraits obtenus par d'autres méthodes. Par contre dans le test au phosphomolybdate, les extraits qui contiennent de moindres concentrations en TPC possèdent des pouvoirs antioxydants très importants (**Halmi et al., 2015**). Cependant, ils sont corrélés avec les teneurs en bétalains, cela est probablement expliqué par le fait que, dans ce test, ce sont ces composés qui sont impliqués dans la réduction de Mo^{+5} en Mo^{+6} . Par conséquent, nous pouvons dire que les deux tests antioxydants adoptés sont complémentaire de fait que l'un (DPPH) est spécifique des composés polaires alors que l'autre (test au phosphomolybdate) de composés apolaires.

D'après l'ensemble des résultats obtenus, nous pouvons déduire que la technique d'extraction la plus convenable pour extraire les composés bioactifs des fleurs d'*OFI* est l'extraction assistée par ultrasons car elle est efficace et utilise un temps d'extraction très réduit par rapport aux extractions conventionnelles. Plusieurs études démontrent l'efficacité de cette extraction économique mais surtout respectueuse de la nature (**Xu et al., 2017 ; Li et al., 2016**).

Conclusion

L'Opuntia ficus indica renferme des potentialités pharmacologiques intéressantes dont la mise-à-jour pourrait donner à cet arbuste un nouvel essor. Cependant, l'*OFI* et notamment les produits qui en sont dérivés, ne sont pas valorisés comme ils devraient l'être en Algérie.

C'est dans ce contexte, que nous nous sommes intéressés à l'étude des fleurs de cette espèce qui est présente sur tout le pourtour du bassin méditerranéen, tout en essayant d'apporter les conditions d'extraction des composés bioactifs (composés phénoliques) qu'elles contiennent par une optimisation en utilisant le plan de surface de réponse.

L'optimisation a révélé que les variables de la macération (Ethanol (%) ; Temps (h) et Ratio (mL/g)) et les variables de l'ultrason (Ethanol (%) ; Temps (h) et Température (°C)) avaient une interaction. Le plan central composite a permis ensuite de déterminer les optimums d'extraction efficace en réduisant le nombre d'expériences. Pour la macération les optimums sont les suivants : concentration en éthanol 34,18% ; 1h et un ratio de 39,25 g/mL et pour l'ultrason 35,70% pendant 1h à 52,63°C

Les résultats de la comparaison des optimums de chaque technique utilisée, en plus du Soxhlet, montrent que l'extraction assistée par ultrasons est la meilleure sur le plan économique, écologique et environnementale pour l'extraction des composés phénoliques. En effet, le dosage quantitatif des polyphénols totaux d'extrait obtenu par extraction assistée aux ultrasons (EAU) et déterminé par la méthode de Folin-Ciocalteu est estimé à 24,38 au lieu de 5,66 et de 1,99 mg/g de MS pour la macération et l'extraction au Soxhlet, respectivement. Cette méthode d'extraction (EAU) a révélé également la teneur la plus importante en flavonoïdes qui est de 9,70 mg/g de MS et en autre catégorie d'antioxydants (les bétalains) qui sont responsable de la coloration des fleurs avec une teneur de 1,78 mg/g de MS.

L'évaluation du pouvoir antioxydant par la méthode au DPPH, le pouvoir réducteur et par le test au phosphomolybdate, des extraits obtenus par EAU, a montré un pouvoir important comparativement à d'autres méthodes d'extraction avec des valeurs de 1168,35; 2,03 et 2,88 mg/g EqTrolox, respectivement pour chaque technique.

Ces résultats confirment l'intérêt de la valorisation des fleurs du figuier de barbarie en vue de leur richesse en antioxydants (composés phénoliques, flavonoïdes et bétalains).

Elles peuvent donc être utilisées comme antioxydants et comme colorants dans différentes industries telles que les industries agro-alimentaire, pharmaceutique et cosmétique.

Enfin, en termes de perspectives et dans le but de compléter ce travail, il serait intéressant :

- ✓ D'étudier d'autres facteurs et conditions qui pourraient influencer l'optimisation de l'extraction des composés bioactifs tels que la fréquence des ultrasons, le pH, mais aussi la variété et le climat qui pourraient éventuellement améliorer le rendement de l'extraction ;
- ✓ D'utiliser des techniques d'analyse avancées (HPLC, RMN... etc) pour mieux quantifier et identifier les antioxydants ;
- ✓ De réaliser des tests (*in vivo*) des extraits optimaux afin de déterminer leurs effets sur la santé;
- ✓ D'utiliser les bétalains comme colorants naturels afin de remplacer les colorants synthétiques et donc permettre aux produits alimentaires de garder le label Bio ;
- ✓ D'étudier les activités antibactériennes, notamment sur des espèces pathogènes ;
- ✓ D'exploiter les extraits obtenus pour remplacer les additifs synthétiques (antioxydants et colorants) dans l'industrie agro-alimentaire.

Références bibliographiques

Référence bibliographique

A

Aberkane, M.C. (2006). Etude phytochimique de la plante *Publicaria laciniata*. Thèse de doctorat. Université de Batna, 163p.

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

Ammar, I., Bardaa, S., Mzid, M., Sahnoun, Z., Rebaii, T., Attia H., Ennouri, M. Antioxidant, antibacterial and in vivo dermal wound healing effects of *Opuntia* flower extracts. *International Journal of Biological Macromolecules*, (2015) ; 81, 483-490.

Annegowda, H.V., Bhat, R., Tze, L.M., Karim, A.A., Mansor, S.M. The free radical scavenging and antioxydant activities of pod and seed extract of *clitoria sairchildiama* (Howard) an underutilized legume. *G food Sci Technol*, (2011) ; 50, 535-41.

B

Barros, J., Serk, H., Granlund, I., Pesquet E., *Ann. Bot. (Lond.)*, 115 (2015), pp. 1053-1074

Benayada Z., Villaluenga, C.M., Frias, J., Gomez-Cordovesa, C., Es-Safib, N.E. Phenolic composition antioxidant and anti-inflammatory activities of extracts from Moroccan *Opuntia ficus-indica* flowers obtained by different extraction methods. *Algal Research*, (2014) ; 25, 391-401.

Bhooshan Pandey, K., Rivzi, S.I. Plant polyphenols as dietary antioxidants in human health and disease. *Oxid Med Cell Longev*, (2009) ; 2(5), 270-278.

Bourgou, S., SerairiBeji, R., Medini, F., Ksouri, R. Effet du solvant et de la méthode d'extraction sur la teneur en composés phénoliques et les potentialités antioxydantes d'*Euphorbiahelioscopia*. Journal of new science, Agriculture and Biotechnology, (2016) ; 28 (12) ,1649-1654.

Brahmi, F., Madani, K., Dahmoune, F., Rahmani, T., Bousbaa, K., Oukmanou, S., Chibane, M. Optimization of Solvent Extraction of Antioxidants (Phenolic Compounds) From Algerian Mint (*Mentha spicata L*), (2012) ; 2(4).

Budic-letoc, I., Lovric, T., Pezo, I., Klujuzuric, J.G. Study of dynamics of polyphenol extraction during traditional and advanced maceration processes of the babic grape variety. Food Technology and Biotechnology, (2005) ; 43(1): 47-53.

Butera D., L. Tesoriere, F. DI Gaudio, A. Bongiorno, M. Allegra, A.M. Pintaudi, R. Kohen, M.A. Livrea Antioxidant activity of Sicilian prickly pear (*Opuntia ficus-indica*) fruit extracts and reducing properties of its betalains: betanin and indicaxanthin J. Agri. Food Chem., 50 (2002) ; 689p.

C

Carrera, C., Ruiz-Rodríguez, A., Palma, M., et Barroso, C.G. Ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds fromgrapes. Analytica Chimica acta, (2012) ; 732, 100-104.

Celli, G.B., Ghanem, A., et Brooks, M.S. Optimization of ultrasound-assisted extraction of anthocyanins from haskap berries (*Lonicera caerulea L*) using Response Surface Methodology. Ultrason. Sonochem, (2015) ; 27, 449-455.

Chahdoura, H., João, C. M., Barros, L., Santos-Buelga, C., Ferreira, I. C., & Achour, L. Phytochemical characterization and antioxidant activity of *Opuntia microdasys* (Lehm.) Pfeiff flowers in different stages of maturity. Journal of Functional Foods, (2014) ; 9, 27-37.

Chen, M., Zhao, Y., et Yu, S. Optimisation of ultrasonic-assisted extraction of phenolic compounds, antioxidants, and anthocyanins from sugar beet molasses. Food Chemistry, (2015) ; 172 ,543-550.

Chirinos, R., Rogez, H., Campos, D., Pedreschi, R., Larondelle, Y. Optimization of extraction conditions of antioxidant phenolic compounds from mashua (*Tropaeolum tuberosum* Ruiz et Pavon) tubers. *Separation and Purification Technology*, (2007) ; 55 (2), 217-225.

Chougui, N., Louaileche, H., Mohedeb, S., Mouloudji, Y., Hammoui, Y., et Tamendjari, A. (2013). Physico-chemical characterisation and antioxidant activity of some *Opuntia ficus-indica* varieties grown in North Algeria. *African Journal of Biotechnology*, 12(3).

Chung, H., Ji, X., Canning, C., Sun, S., Zhou, K. Comparison of different strategies for soy bean antioxidant extraction. *J. Agric. Food Chem*, (2010) ; 58, 4508-4512.

Coskuner, Y., Tekin, A. Seed composition of prickly pear (*Opuntia ficus-indica* L) fruits during maturation period. *Journal of the science of Food and Agriculture*, (2003) ; 83(8) ,846-849.

Crété, P. (1965). Précis de botanique tome II, Systématique des angiospermes. 2^{ème} Edition Masson et C^{ie}, paris, 268-269p.

Crozier, A., Clifford, M.N., Ashihara, H. (2006). Plant secondary metabolites, occurrence, structure and role in the human diet. Blackwell, 2p.

D

Dang, T.T., Vuong¹, Q.V., Schreider, M.J., Bowyer¹, M.C., Van Altena¹, A. I., Scarlett, C.J. Optimisation of ultrasound-assisted extraction conditions for phenolic content and antioxidant activities of the alga *Hormosira banksii* using response surface methodology. *Journal of Applied Phycology*, (2017), 29, 3161-3173.

Debbabi, M., Nury, T., Zarrouk, A., Mekahli, N., Bezine, M., Sghaier, R., Grégoire, S., Martine, L., Durand, P., Camus, E. Protective effects of α -tocopherol, γ -tocopherol and oleic acid, three compounds of olive oils, and no effect of trolox, on 7-ketocholesterol-induced mitochondrial and peroxisomal dysfunction in microglial BV-2 cells, *Int J Mol Sci* , (2016) ; 17(12),1973.

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

Djridane, A., Yausfi, M., Nadjma B., Boutassona, D., Stocher, P. And vital Antioxidant activity of some Algerian medical plants extracts. *Food chemistry*, (2006); 97(4), 654-660.

Dolatowski, Z. J., Stadnik, J., Stasiak, D., et others. Applications of ultrasound in food technology. *Acta Sci. Pol., Technol. Aliment*, (2007) ; 6(3), 89-99.

Dorman, H. D., Koşar, M., Kahlos, K., Holmy, Hiltunen, R. Antioxidant properties and composition of aqueous extracts from *Mentha* species, hybrids, varieties, and cultivars. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, (2003); 51(16), 4563-4569.

E

Ennouri, M., Evelyne, B., Laurence, M., Hammadi, A. Fatty acid composition and rheological behaviour of prickly pear seed oils. *Food chemistry*, (2005) ; 93(3) ,431-437.

F

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

Fernandez Lopez, Jose, A., Almela, Luis. Application of high-performance liquid chromatography to the characterization of the betalain pigments in prickly pear fruits. *J. Chromatogr*, (2001) ; A 913, 415–420.

Fried, G. (2012). Guide des plantes invasives. Paris, belin, 34p.

G

Georgé, S., Brat, P., Alter, P., Amiot, J.M. Rapid determination of polyphénols and vitamin C in plant-derived products. Journal of Agricultural and food chemistry, (2005) ; 53, 1370-1373.

Guo, C., Yang, J., Li, Y., Xu, J., Jiang, Y. Antioxydant activities of peel pulp, and see fractions of common fruits as determined by FRAP assay. Nutr. Res., (2003) ; 23, 1719-1726.

H

Habibi, Y. (2004). Contribution à l'étude morphologique, ultrastructurale et chimique de la figue de Barbarie, les polysaccharides pariétaux : caractérisation et modifications chimiques. Thèse de Doctorat. Université Joseph Fourier. Grenoble I, et Université Cadi Ayyad. Marrakech, 264 p.

Halmi, S. (2015). étude botanique et phytochimique approche biologique et pharmacologique de *Opuntia ficus indica*, en vue de l'obtention du diplôme de Doctorat en Sciences Option Biotechnologies Végétales université des frères mentouri de Constantine.

Hollman, P., Cassidy, A., Comte, B., Hatzold, T., Heinonen, M., Richling, E. Antioxidant activity of polyphenols and cardiovascular health: application of the pass claim criteria. Journal of Nutrition, (2010) ; 29, 989-1009.

Hossain, M.B., Brunton, N.P., Patras, A., Tiwari, B., O'Donnell, C., Martin- Diana, A.B., Barry-Ryan, C. Optimization of ultrasound assisted extraction of antioxidant compounds from marjoram (*Origanum majorana* L) using response surface methodology. Ultrason Sonochem, (2012) ; 19, 582-590.

I

Iserin, P. (2001). Encyclopédie des plantes médicinales, Larousse vuef, 2ème Ed. Vol.14. Paris, 335p.

J

Juntachote, T., Berghofer, E., Bauer, F., et Siebenhandl, S. The application of response surface methodology to the production of phenolic extracts of lemon grass, galangal, holy basil and rosemary. *International Journal of Food Science and Technology*, (2006) ; 41(2) ,121-133.

K

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

Kashif, G., et Young, H.C. Optimization of ultrasound assisted extraction of phenolic compound and antioxidants from grape peel through response surface methodology. *Journal of The Korean Society for Applied Biological Chemistry*,(2009) ; 52, 295-300.

Koehn, F.E., Carter, G.T. The evolving role of natural products in drug discovery. *Nat. Rev.Drug. Discov.*, (2005) ; 4, 206-220.

Koga, T., Meydani, M., Effect of plasma metabolites of (+)-catechin and quercetin on monocyte adhesion to human aortic endothelial cells. *Journal of Clinical Nutrition*, (2001) ; 73 (5), 941-948.

Ksouri, R., Megdiche, W., Debez, A., Falleh, H., Grignon, C., Abdelly. C. Salinity effects on polyphenol content and antioxidant activities in leaves of the halophyte *Cakile maritima*. *Plant. Physiol Bioch*, (2007) ; 45, 244-249.

Ksouri, R., Megdiche, W., Falleh, H., Trabelsi, N., Boulaaba, M., Smaoui, A., Abdelly, C. Influence of biological, environmental and technical factors on phenolic content and antioxidant activities of Tunisian halophytes. *Compt Rend Biol*, (2012) ; 331 ,865–873.

L

Lahoual, M. (2004). Intéraction flavonoïdes mitochondrie et rôle de la propolis dans la prévention de l'apoptose induite par certains médicaments anticancéreux. Thèse de doctorat d'état. Université Mentouri, Constantine, 187p.

Lagnika, L. (2005). Etude phytochimique et activité biologique de substances naturelles isolées de plantes béninoises. Thèse de doctorat. Université Louis Pasteur. Strasbourg, 249 p.

Li, A.N., Li, S., Li, Y., Xu, D.P., Li, H.B. Optimization of ultrasound-assisted extraction of natural antioxidants from the *Osmanthus fragrans* flower. *Molecules*, (2016) ; 21 (218).

Luque de Castro, M. D. and L. E. Garcia-Ayuso. Soxhlet extraction of solid materials: An outdated technique with a promising innovative future. *Analytica Chimica Acta*, (1998) ; 369, 1 10.

Luque-Garcia, J. L., Luque de Castro, M.D. Ultrasound-assisted Soxhlet extraction: An expeditious approach for solid sample treatment-Application to the extraction of total fat from oleaginous seeds. *Journal of Chromatography A*, (2004) ; 1034: 237-242.

M

Macheix, J.J., Fleuriet, A., Sarni-Manchado, P. (2006). Composés phénoliques dans la plante-Structure, biosynthèse, répartition et rôles. In *Les polyphénols en agroalimentaire*, p. Sarni-Manchado P., Cheynier V., Eds. Paris: Lavoisier, 398, 1-28 p.

Mansouri, A., Embarek, G., Kokkalou, E., Kefalas, P. Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry*, (2005) ; 89: 411–420.

Majhenic, L., Knez, Z., Kerget, M.S. Antioxidant and antimicrobial activity of guarana seed extracts. *Food Chemistry*, (2007) ; 104(3), 1258-1268.

Mayer, B.N., McLaughlin, J.L. Economic use of *Opuntia*, Prickly pears, medicinal uses. *Cactus and Succulent Journal*, (1981) ; 53, 107-112.

Michel, T. (2011). Nouvelles méthodologies d'extraction, de fractionnement et d'identification : Application aux molécules bioactives de l'argousier (*Hippophae rhamnoides*). Thèse de doctorat en chimie Analytique Phytochimie. Université d'Orléans. p288.

Middleton, E., Kandaswami, C., Theoharides, T.C. The effects of plant flavonoïds on mammalian cells: implications for inflammation, heart disease and cancer. *Pharmacol Rev*, (2000) ; 52,673-839.

Mohammedi, Z. (2006). Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen. Thèse de Magistère de l'université Abou Bakr Belkaid de Tlemcen, 104p.

Mulas, M., Mulas, G. (2004). Potentialités d'utilisation stratégique des plantes des genres *Atriplex* et *Opuntia* dans la lutte contre la désertification. Short and Medium-Term Priority Environmental Action Programme (SMAP). Université des études de SASSAR. 112p.

N

Naczki, M., Shahidi, F. Extraction and analysis of phenolics in food. *Journal of Chromatography A*, (2004) ; 1054, 95-111.

Neffar, S. (2012). Etude de l'effet de l'âge des plantations de figuier de Barbarie (*Opuntia ficus indica* L. Miller) sur la variation des ressources naturelles (sol et végétation) des steppes algériennes de l'Est. Cas de Souk-Ahras et Tébessa. Thèse de doctorat en biologie végétal. Université Badji Mokhtar Annaba, 236 p.

P

Parejo, I., Viladomat, F., Bastida, J., Rosas-Romero, A., Flerlage, N., Burillo, J., Codina C. Comparison between the radical scavenging activity and antioxidant activity of six distilled and non-distilled Mediterranean herbs and aromatic plants. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, (2002) ; 50(23), 6882-6890.

Peng, L., Jia, X., Wang, Y., Zhu, H., Chen, Q. Ultrasonically assisted extraction of rutin from *Artemisia selengensis* Turcz.: Comparison with conventional extraction techniques. *Food Analytical methods*, (2010) ; 3(3), 261-268.

Prieto, P., Pineda, M., Aguilar, M. Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a Phosphomolybdenum Complex: Specific application to the determination of vitamin E. *Analytical Biochemistry*, (1999) ; 269(2) ,337-341.

Prommajak, T., Surawang, S., Rattanapanone, N. Ultrasonic-assisted extraction of phenolic and antioxidative compounds from lizard tail (*HouttuyniacordataThunb.*). *Songklanakarin J. Science Technology*, (2014) ; 36 (1): 65-72.

R

Rabhi, A., Limam, F., Falleh, H., Ksouri, R., Abdelly, C., & Raies, A. *Opuntia ficus indica* flower: a prominent source of phenolic compounds and unsaturated fatty acid. *International J Adv Res*, (2015) ; 3, 41-55.

Ribéreau-Gayon P. (1968). *Les composés phénoliques des végétaux*. Dunod.Paris. 254 p.

Rock, E., (2003).Stress oxydant, fruits et légumes ; Unité maladies métaboliques et micronutriments TheixClérmont-Ferrand, CongrèsBiotrace, Lille, France.

Rodríguez-Pérez, C., Quirantes-Piné, R., Fernández-Gutiérrez, A., et Segura-Carretero, A. Optimization of extraction method to obtain a phenolic compounds-rich extract from *Moringa oleifera Lam leaves*. *Industrial Crops and Products*, (2015) ; 66, 246-254.

S

Sanchez-Moreno, C. Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. *Food science and technology international*, (2002) ; 8(3), 121-137.

Schweizer, M. (1997).Docteur Nopal, le médecin du Bon Dieu. Clamecy ; PARIS (France).Imprimerie Laballery, 81 p.

Santos-Buelga, C., Gonzalez-Manzano, S., Duenas, M., et Gonzalez-Paramas, A.M. Extraction and isolation of phenoliccompounds. *Natural products isolation, methods in molecularbiology*, (2012) ; 864, 427-464.

Soria, A.C., Villamiel, M. Effect of ultrasound on the technological properties and bioactivity of food: A review. Trends Food Sci. Technol, (2010) ; 21, 323-331.

Snyman, H.A. A green house study of root dynamics of cactus pear, *Opuntia ficus indica* and *O.robusta*. Journal of Arid Environments, (2006) ; 65, 529-542.

Spigno, G., Tramelli, L., Faveri, D. M. Effects of extraction time, temperature and solvent on concentration and antioxidant activity of grape marc phenolics. Journal of Food Engineering, (2007) ; 81,200-208.

Stintzing F.C., Scheiber A. Evaluation of color properties and chemical quality parameters of cactus juices Eur. Food Res. Technol., 216 (2003), pp. 303-311

Subramanian, R., Subbramaniyan, P., Noorul Ameen, J., Raj, V. Double bypasses solde apparatus for extraction of piperine from piper nigrum. Arabian Journal of Chemistry, (2016) ; 9,537-540.

T

Turner, R., Baron, B., Wolffram, S., Minihane, A.M., Cassidy, A., Rimbach, G., Weinberg D. Effect of circulating forms of soyisoflavones on the oxidation of low density lipoprotein. Free Radical Research, (2004) ; 38 (2), 209-216.

V

Vázquez, M.B., Comini, L.R., Martini, R.E., Montoya, S.N., Bottini, S., et Cabrera, J.L. Comparisons between conventional, ultrasound-assisted and microwave-assisted methods for extraction of anthraquinones from *Heterophyllaea pustulata* Hook f. (Rubiaceae). Ultrason. Sonochem, (2014) ; 21(2), 478-484.

Vergara, C., Saavedra, J., Sáenz, C., García, P., Robert, P. Microencapsulation of pulp and ultrafiltered cactus pear (*Opuntia ficus-indica*) extracts and betanin stability during storage. *Journal of Food Chemistry*, (2014) ; 157, 246-251.

Vieira, G.S., Cavalcanti, R.N., Meireles, M.A.A., Hubinger, M.D. Chemical and economic evaluation of natural antioxidant extracts obtained by ultrasound-assisted and agitated bed extraction from jussara pulp (*Euterpe edulis*). *J. Food Eng.* (2013) ; 119, 196-204.

W

Wallace R. S., et Gibson A. C. (2002). Evolution and systematics. *Cactibiology and uses*, PS Nobel (ed.). University of California Press, Berkeley, CA, 1-21p.

Wuyts, N. Interaction entre les nématodes parasites des plantes et les métabolites secondaires des plantes, avec une emphase sur les phénylpropanoïdes dans les racines. *Info Musa*, (2006) ; 15, 1-2.

X

Xu, D.P., Zheng, J., Zhou, Y., Li, Y., Li, S., Li, H.B. Ultrasound-assisted extraction of natural antioxidants from the flower of *Limonium sinuatum*: Optimization and comparison with conventional methods. *Food Chemistry*, (2017), 217, 552-559.

Y

Ya-qin, M., Xing-qian, Y., Zhong-xiang, F., Jian-chu, C., Gui-hua, X., Dong-hong L. Phenolic Compounds and Antioxidant activity of extracts from ultrasonic treatment of Satsuma Mandarin (*Citrus unshiu* Marc.) Peels. *J. Agric. Food Chem.*, (2008) ; 56 (14), 5682-5690.

Yildirim, A., Mavi, A., et Kara, A. Determination of antioxidant and antimicrobial activities of *Rumex crispus L.* extracts. Journal of Agricultural and Food Chemistry, (2001) ; 49(8), 4083-4089.

Yildiz-ozturk, E., Nalbantsoy, A., Tag, O., Yesil-celiktas, O. A. Comparative study on extraction processes of *Stevia rebaudiana* leaves with emphasis on antioxidant, cytotoxic and nitricoxide inhibition activities. Ind. CropsProd , (2015) ; 77, 961-971.

Z

Zirmi-Zembri1, N., et Kadi, S.A. (2016).Guide for preparation of papers : Nutritive value of the main forage resources used in Algeria, the herbaceous natural fodders. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou. Algérie, 6p.

Référence électroniques

Anonyme 1 : <https://www.universalis.fr/cyclopedie/cactacees/1-le-figuier-de-barbarie>. Consulté le 01/01/2018.

Anonyme 2 : <https://fr.wikipedia.org/wiki/B%C3%A9tula%C3%A9ne>. Consulté le 20/05/2018.

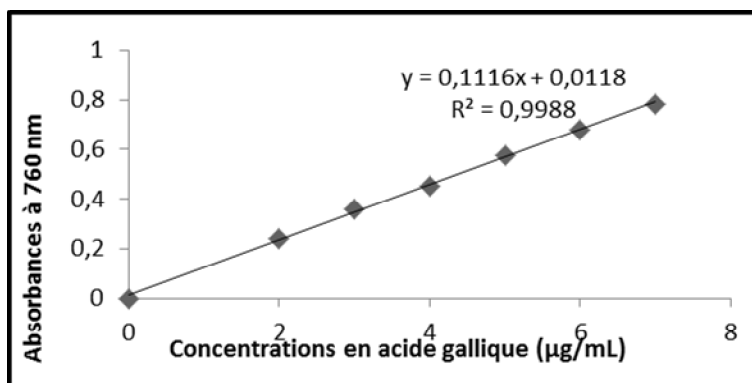
Annexe

Annexe 1 : liste des réactifs

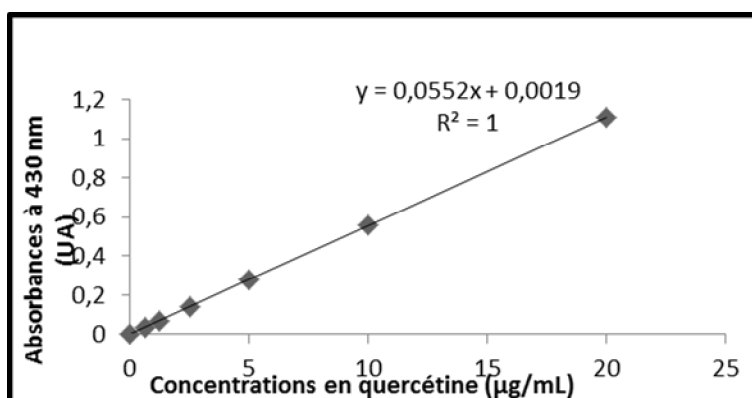
- Acide gallique (Biochem Chemopharma)
- Acide sulfurique (Biochem Chemopharma)
- Acide trichloroacétique (TAC) (Riedel-de Haen)
- Carbonate de sodium (Na_2CO_3) (Biochem Chemopharma)
- Chlorure d'aluminium (AlCl_3) (Biochem Chemopharma)
- Chlorure ferrique (FeCl_3) (Biochem Chemopharma)
- Diméthyle sulfoxyde (DMSO) (Biochem Chemopharma)
- Di-Sodium hydrogénophosphate (Prolabo)
- DPPH (Sigma-Aldrich)
- Ethanol (Riedel-de Haen)
- Ferricyanure de potassium ($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$) (Biochem Chemopharma)
- Phosphomolybdate d'ammonium
- Quercétine (Riedel-de Haen)
- Réactif de Folin –Ciocalteu (Biochem Chemopharma)
- Sodium dihydrogen orthophosphate p.a. (Biochem Chemopharma)
- Trolox (Sigma-Aldrich)

Annexe 2 : Courbes d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques (polyphénols totaux, flavonoïdes et activité antioxydante).

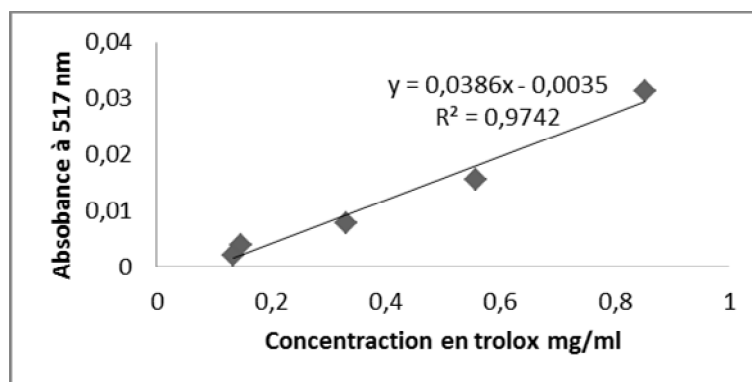
Annexe 2-1- Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols totaux



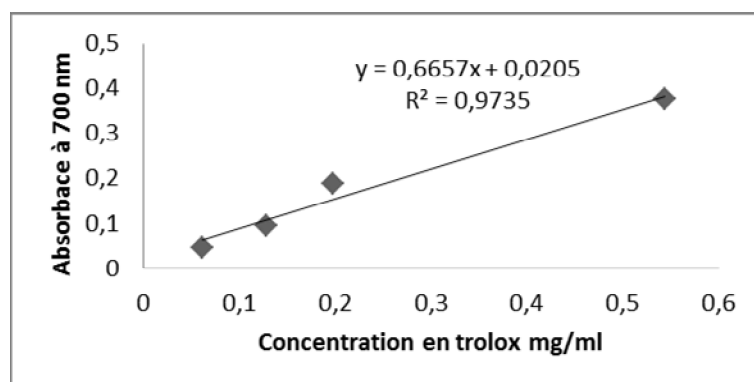
Annexe 2-2- Courbe d'étalonnage avec la Quercétine pour le dosage des flavonoïdes



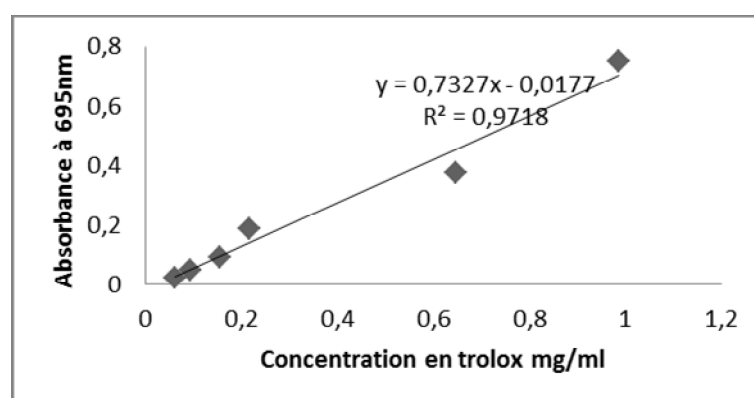
Annexe 2-3- Courbe d'étalonnage avec l'acide ascorbique pour l'évaluation de l'activité antiradicalaire par le DPPH.



Annex 2-4- Courbe d'étalonnage avec le Trolox pour l'évaluation du pouvoir réducteur



Annex 2-5- Courbe d'étalonnage avec le Trolox pour le teste du phosphomolybdate



Résumé

L'extraction est une étape clé dans l'étude des substances bioactives ainsi le but de cette étude est la valorisation des fleurs du figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*) en optimisant les conditions d'extraction de leurs composés phénoliques par deux méthodes (macération et assistée aux ultrasons (EAU)). Un plan central composite de la méthodologie de surface de réponse (RSM) à trois facteurs (concentration d'éthanol ; temps et température/ratio, au dépend de la technique) est utilisé. Les conditions optimales d'extraction sont pour la macération : 34,18 % d'éthanol, 1 heure et un ratio de 1g/39,25 mL, et pour l'EAU : 35,7% d'éthanol pendant 1heure à une température de 52,63°C. Ces conditions ont donnée des teneurs significativement différentes en polyphénols totaux qui sont respectivement de 24,38 et 5,66 mg EAG/g de MS. Une similitude est constatée concernant les flavonoïdes avec 1,96 mg EQ/g de MS pour la macération et 9,70 mg EQ/g MS pour l'ultrason. Ces résultats ont été comparés aux résultats de deux autres méthodes d'extraction : une macération avec les conditions optimales de l'ultrason et une extraction par Soxhlet. Le résultat de cette comparaison n'exclut toujours pas l'efficacité de l'extraction assistée par ultrason. Les activités antioxydantes évaluées par les techniques au DPPH, au FRAP et au phosphomolybdate montrent que les extraits ont une bonne activité antioxydante en vue de leur richesse en composés phénoliques et bétalains.

Mots clés : *Opuntia ficus indica* ; optimisation ; macération ; extraction assistée par ultrasons ; composés phénoliques ; bétalains ; activité antioxydante.

Abstract

The extraction is a key step in the study of bioactive substances, that's why this study aims to enhance the prickly pear (*Opuntia ficus indica*) flowers by optimizing the extraction conditions of their phenolic compounds by two methods (maceration and ultrasound-assisted (UAE)). A composite central plan of the three-factor surface response methodology (RSM) (ethanol concentration, time and temperature / ratio, depending of the technique) is used. The optimal extraction conditions are for maceration: 34.18 % ethanol, 1 hour and a ratio of 1g/39.25 ml, and for the EAU: 35.70 % ethanol for 1 hour at a temperature of 52.63 °C. These conditions gave significantly different levels of total polyphenols which are respectively 24.38 and 5.66 mg EAG / g of MS. A similarity is found for flavonoids with 1.96 mg EQ / g DM for maceration and 9.70 mg EQ / g DM for ultrasound. These results were compared to the results of two other extraction methods: maceration with optimal ultrasound conditions and Soxhlet extraction. The result of this comparison still does not exclude the efficiency of ultrasound-assisted extraction. The antioxidant activities evaluated by the DPPH, FRAP and phosphomolybdate techniques show that the extracts have a good antioxidant activity with a view to their richness in phenolic and betalain compounds.

Key words : *Opuntia ficus indica* ; optimisation ; maceration ; ultrasound-assisted extraction ; phenolic compounds ; betalains ; antioxydante activity.