

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

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



Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Optimisation de l'extraction des composés
phénoliques à partir de feuilles de *Cynara
cardunculus***

Présenté par :

ACHOUR Djahida & ATMANI Nadia

Soutenu le : **24/09/2020**

Devant le jury composé de :

M ^{me} GUENDOUZE N	MCB	Présidente
M ^{elle} BRAHMI F	MCA	Encadreur
M ^{me} GHEMGHAR H	MCA	Examinatrice

Année universitaire: 2019/2020

Remerciements

Avant tout, Nous tenons à remercier le Dieu le tout puissant, qui nous a accordé la santé, nous a donné de la force, la patience et la volonté pour achever ce modeste travail.

*Nos vifs remerciements et profonde gratitude s'adressent à notre promotrice **M^{me} Brahmí. F.** qui a accepté de nous encadrer, pour avoir relu et corrigé notre mémoire, nous la remercions infiniment pour sa grande patience, ses judicieux conseils et ses orientations durant la réalisation du présent travail.*

*Nous tenons à remercier **M^{me} Guendouze. N** de nous avoir consacré de son temps en nous faisant l'honneur de présider le jury et d'évaluer notre travail.*

*Un grand merci également à **M^{me} Gemghar. H** de nous avoir fait l'honneur d'être examinatrice et de participer au jury de ce travail.*

Un chaleureux remerciement à nos familles respectives, nos amies et amis pour leurs encouragements et leurs soutiens moraux.

Nous remercions également toute l'équipe pédagogique de l'université de Béjaïa et les intervenants professionnels responsables de notre formation.

En bref nous remercions toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Djahida et Nadia

Dédicaces

Avec grand amour, joie et respect, je dédie cet humble et modeste travail ;

A la mémoire de mon cher père Allaoua

Papa, tu nous as quittés très tôt, mais tes souvenirs sont gravés dans ma mémoire. J'aurai voulu que tu sois aujourd'hui à mes cotés mais Allah a voulu ainsi. Qu'Allah t'accorde Sa miséricorde !

A ma chère mère Houria

Aucune dédicace ne saurait être assez éloquente pour exprimer ce qui tu mérites pour tous les sacrifices que tu n'as cessé de me donner, c'est grâce à toi que je suis arrivée à cette étape de ma vie, merci ma mère. Qu'Allah, tu préserve et t'accorde santé, longue vie et bonheur.

A mon très cher frère Lamine

Mon ange gardien et mon fidèle compagnon. Je te dédie ce travail, avec tous mes vœux de bonheur, de santé et réussite.

A mon chère oncle Hachemi Achour et sa jolie femme Zakia

Votre affection et votre soutien m'ont été d'un grand secours au long de ma vie professionnelle et personnelle. Je vous suis très reconnaissante, et je ne le remercierai jamais assez pour votre amabilité, votre générosité, votre aides précieuses.

A ma tante Taous que j'aime à mourir et ses deux princesses Kahina et Nassima

A mon cousin Hichem, qui m'a aidé énormément dans ce travail.

A tous les cousins et cousines

A mes chères amis et amies, Wafa, Louhab

A ma binôme Nadia et sa famille, avec qui s'est sacrifiée pour ce travail

Djahida

Dédicaces

Je dédie cet événement marquant de ma vie accompagné d'un profond amour à toutes les personnes qui me sont chers ;

À mon très cher père Rachid

Vous avez toujours été à mes côtés pour me soutenir, me motiver, m'encourager, me donner de l'espoir et me diriger vers la gloire. Je serais très reconnaissante pour vous tout le reste de ma vie.

À ma très chère mère Fadila

Quoi que je fasse ou je dise, y'aura pas une façon avec laquelle je peux te remercier comme il faut, ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force.

Je ne pourrai jamais égaler votre mérite

Que dieu vous procure bonne santé et vous accorde longue vie

À mes chers adorables frères pour leur appui, soutien, et encouragement Mehdi, Nacerddine et Daoud.

À mes adorables belles sœurs, Rym qui rend la vie meilleure, Lila et Souhila, la source de joie et d'espoir, qui sont près de moi et qui n'ont jamais cessé de me soutenir et m'encourager.

À mon précieux oncle Nadir et sa femme Souad que j'adore, et ses jolies princesses.

À ma très chère grande mère Rachida que Dieu nous la protège.

À toutes mes tantes et oncles.

À toutes mes cousines et cousins.

À mes chers ami(es) : Minou, Hassoub, Chicha et Sarita.

À ma binôme Djahida et sa famille, avec qui j'ai partagé les hauts et les bas, ensemble nous avons pu faire et achever ce modeste travail.

Nadia

Table des matières

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction 1

Chapitre I : Matière végétale

1. Historique	2
2. Origine	2
3. Nomenclature et domestication	3
4. Classification (Taxonomie)	4
5. Description botanique.....	4
6. Cycle de croissance	6
7. Composition chimique et valeurs nutritionnelles	7
8. Propriétés biologiques et usages.....	9
9. Impact économique.....	10

Chapitre II : Composés phénoliques

1. Généralités	11
2. Définition	11
3. Biosynthèse.....	11
3.1. Voie shikimate	12
3.2. Voie d'acétate (malonate)	12
4. Classification	12
5. Composition phénoliques du <i>Cynara cardunculus</i>	13

6. Rôles des composés phénoliques	15
6.1. Intérêt et localisation dans la plante	15
6.2. Rôle dans la physiologie humaine	15
6.3. Rôle dans les industries agro-alimentaires	16
7. Mécanisme d'action des composés phénoliques	17
8. Extraction des polyphenols.....	19
8.1. Méthodes d'extraction.....	19
8.1.1. Méthodes traditionnelles (conventionnelles).....	19
8.1.1.1. Extraction liquide-liquide et/ou liquide-solide (LLE et/ou SLE).....	19
8.1.2. Méthodes innovantes (non conventionnelles).....	20
8.1.2.1. Extraction assistée par micro-onde (MAE)	21
8.1.2.2. Extraction par fluide supercritique (SFE).....	21
8.1.2.3. Extraction de liquide sous pression (PLE)	21
8.1.2.4. Extraction assistée par ultrasons (UAE).....	21

Chapitre III : Matériel et méthodes

1. Matériels	24
2.1. Matériels et réactifs	24
3.1. Préparation du matériel végétale	24
1.3.1. Récolte	24
1.3.2. Séchage	25
2. Méthodes	26
2.1. Broyage et tamisage	26
2.2. Test d'humidité	26
3. Etude préliminaire	26
3.1. Condition d'extraction des polyphénols.....	27
3.1.1. Effet de concentration en éthanol	27
3.1.2. Effet de temps	27
4. Dosage des polyphénols totaux	27
5. Dosage des flavonoïdes	28
6. Optimisation des conditions de l'extraction des composés phénoliques totaux.....	28
7. Etude statistique	29

Chapitre VI : Résultats et discussion

1. Détermination d'un paramètre physico-chimique du charbon	31
1.2. Teneur en eau	31
2. Etude préliminaire	32
2.1. Effet de solvant d'extraction.....	32
2.2. Effet du temps d'extraction.....	33
3. Optimisation de l'extraction	35
3.1. Plan d'expérience composite centré	35
3.2. Analyse de la variance	36
3.2.1. Ajustement du modèle	38
3.2.1.1. Erreur d'ajustement	38
3.2.1.2. Coefficient de corrélation	38
3.2.2. Effet linéaire	39
3.3. Conditions optimales d'extraction des composés à partir de la poudre de charbon .	40
3.3.1. Validation du modèle	41
3.4. Composition de l'extrait de charbon	42
3.4.1. Teneur en polyphénols totaux	42
3.4.2. Teneur en flavonoïdes	43
Conclusion	44

Références bibliographique

Annexe

Liste des abréviations

ANOVA: analysis de la variance.

C : *Cynara*.

CCD : central composite design (plan composite centré).

CCFC: centrale composite centrée sur la face.

CPT : composés phénoliques totaux.

DO : densité optique.

EAG: équivalent acide gallique.

ER : équivalent rutine.

JMP : john's machintosh project.

ha: hectares.

KHZ : kilohertz.

MS: matière sèche.

MSR : méthodologie de surface de réponse.

P: probabilité.

PS: poudre sèche.

rpm : rotation par minute.

t: tonne.

UV: ultra-violet.

VIS: visible.

Vit: vitamine.

Liste des figures

N°	Titre	Page
01	Carte géographique de la répartition du <i>Cynara cardunculus</i> dans le littoral méditerranéen.	3
02	Arbuste du cardon.	5
03	Morphologie du <i>Cynara cardunculus</i> L.	6
04	Cycle de croissance annuel de <i>Cynara cardunculus</i> L.	7
05	Structure du noyau phénol.	11
06	Représentation schématique des différentes applications des acides phénoliques.	16
07	Polyphénols de différents produits alimentaires.	17
08	Schéma des différentes réactions de peroxydation lipidique.	18
09	Schéma opérationnel du système d'extraction assistée par ultrasons.	22
10	Répartition schématique de différentes méthodes d'extraction.	23
11	Localisation géographique du lieu de récolte du <i>Cynara cardunculus</i> L.	25
12	Photographies des feuilles séchées du cardon cultivé (A) et sauvage (B).	25
13	Humidité du cardon cultivé (A) et sauvage (B).	31
14	Teneurs en composés phénoliques des extraits obtenus en fonction de différentes concentrations en éthanol.	33
15	Teneurs en composés phénoliques des extraits obtenus avec les différents temps.	34
16	Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.	39
17	Surface de réponse pour l'effet du temps d'extraction et la concentration du solvant sur les CPT du cardon.	40
18	Valeurs des paramètres optimaux de l'extraction des composés phénoliques totaux.	41

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
I	Classification botanique de <i>Cynara cardunculus</i> L.	4
II	Composition chimique de carbon pour 100g de produits cru.	8
III	Principales classes de composés phénoliques	13
IV	Principaux composés phénoliques identifiés après leurs isoléments à partir des feuilles de <i>Cynara cardunculus</i> L.	14
V	Niveau des variables choisis pour les essais.	29
VI	Plan d'essais des deux facteurs utilisés par MSR.	36
VII	Analyse de la variance.	37
VIII	Paramètres de l'ajustement du modèle.	38
IX	Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites en termes de teneur en CPT pour les paramètres optimaux.	42

Introduction

Introduction

Des changements majeurs en agriculture et dans notre alimentation ont généré des effets délétères sur l'environnement et la santé humaine (**Duru et al., 2017**). En fait, l'étude des plantes remonte à des centaines d'années et elle a permis de les explorer non seulement pour l'alimentation mais aussi dans de nombreux domaines, notamment la médecine, la cosmétique, la pharmacopée et d'autres fins industrielles (**Mushtaq et Wani, 2013 ; Veiga et al., 2018**).

Les composés bioactifs naturels sont omniprésents dans les végétaux. Ces substances organiques suscitent un domaine d'intérêt émergent en nutrition depuis les années 1990, en raison des preuves croissantes de leurs multiples effets bénéfiques sur la santé humaine. Elles sont synthétisées par les plantes en tant que métabolites secondaires. De nombreuses propriétés sont largement décrites par les études épidémiologiques (**Chasemzadeh, 2011 ; Cory et al., 2018 ; Visioli et al., 2011 ; Vouzour et al., 2010 ; Vicente et al., 2018**).

Cynara cardunculus L., appelée communément cardon, représente un composant solide d'un régime méditerranéen traditionnel. Des études récentes ont montré que les sous-produits du cardon sont principalement composés des feuilles, qui représentent environ 60% du total des déchets. Leurs extraits aqueux sont utilisés en médecine traditionnelle comme diurétique et hépatoprotecteurs, en raison de leur forte teneur en composés bioactifs. De plus, ils peuvent être utilisés comme d'herbicides d'origine naturels, agents aromatisants des boissons alcoolisées et comme additifs alimentaires. Ces capacités biologiques ont été attribuées à une large gamme de composés phytochimiques tels que les acides phénoliques et les flavonoïdes. La constitution considérable du *Cynara cardunculus* en composés phénoliques lui confère la propriété d'être une bonne source d'antioxydants et un antimicrobien d'une valeur potentielle (**Berbosa et al., 2020 ; Oppedisano et al., 2020**).

Ce travail s'inscrit dans le cadre de l'optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques totaux du *Cynara cardunculus*. Une étude préliminaire est effectuée sur les facteurs qui peuvent influencer le rendement de cette extraction tels que la concentration du solvant et la durée d'extraction. Un plan d'expérience a été suivi en utilisant la méthodologie de surface de réponse sur deux paramètres dans le but de déterminer les conditions optimales pour obtenir l'extrait final riche en polyphénols totaux et flavonoïdes.

Synthèse bibliographique

1. Historique

Dés l'antiquité, le cardon était connu par les anciens grecs, les romains et les égyptiens ou les éthiopiens dans toutes les régions méditerranéennes. Il semble cependant que le cardon ne soit apparu en Europe qu'à la fin du moyen âge, mais c'est surtout au XVI^{ème} siècle qu'il prend son essor en suisse avec la migration des huguenots de Touraine, certains cultivateurs du sud de la France l'emportant avec eux jusqu'aux portes de Genève avec la révocation de l'Edit de Nantes en 1685. Le cardon apparaît dans les livres de cuisine suisses dès le XVIII^{ème} siècle ou il obtient ses lettres de noblesse culinaire, il est cité alors en 1749 dans une recette en langue allemande "*cardon zu machen*" et il figurait souvent dans des livres de médecine (Castleman, 2010 ; Coux, 2019 ; Greene, 2012 ; Loison, 2006).

Il était aussi d'un usage curatif (troubles gastriques et hépatiques, maladies chroniques, infection de la peau, etc). Le renom du cardon s'efface pendant la deuxième moitié du XX^{ème} siècle ainsi il a été déjà considéré comme un luxe par les romains et consommé surtout à Noël, il est aussi descendu d'un chardon sauvage (Castleman, 2010 ; Coux, 2019 ; Greene, 2012 ; Loison, 2006).

La culture de ce légume gourmand et vorace est mentionnée pour la première fois en Angleterre en 1548. Tandis qu'elle est entrée en France depuis l'Espagne pour s'installer dans les territoires du sud de la France et de la vallée du Rhône olivier de serre en 1650. Volmarin pousse ensuite la commercialisation de ses graines en 1819 et il est introduit dans les cultures maraichères parisiennes en 1841 alors qu'il est exporté en Sicile au début du XIV^{ème} siècle. Il est arrivé aux Etats-Unis au milieu des années 1800 par les colons espagnols que l'ont amené en Californie. Le cardon devenu un met réservé aux plus riches, faisons alors la richesse de ses vendeurs (Doré et Varoquaux, 2006 ; Coux, 2019).

2. Origine

Le cardon est très proche parent de l'artichaut dont le cardon sauvage (*Cynara cardunculus* var. *Sylvertris*) est l'ancêtre de ces deux espèces cultivées (*Cynara cardunculus* et *Cynara scolymus*) (Charmeton et al., 1814 ; Koubaa et Damak, 2003; Perrault., 1881).

Bien que son origine soit réellement très obscure, le cardon est généralement rencontré à l'état spontané dans des zones côtières sur des sols semi-arides essentiellement argileux, qui se trouve principalement dans les contrées méridionales de l'Europe (sud de la France, sud de

l'Espagne, Portugal, Chypre, Corse, Grèce, Sicile, Catalogne,...) et dans le nord de l'Afrique (Algérie, Tunisie, Îles canaries et Madère, montagnes du Maroc,...). Enfin, sur tout le littoral méditerranéen (**Figure 01**) (**De Candolle, 2018 ; Perrault, 1881**).



Figure 01 : Carte géographique de la répartition du *Cynara cardunculus* dans le littoral méditerranéen (**Quiroz, 2018**).

3. Nomenclature et domestication

Le nom du genre cardon a été introduit par Linné (1753), ce dernier est dérivé selon certains du grec "Kynara", nom adopté à diverses variétés épineuses. Le nom de l'espèce est le diminutif du mot latin carduus "chardon" (**De Couplan, 2009 ; 2012**).

Cette plante magnifique et excellente paraît sur nos tables sous les noms vulgaires de cardes, cardons, artichaut sauvage, chardonnette ou cardonnette (**Lisan, 2015**). Les cardons « *Cynara cardunculus* », sont très communs en Algérie sous le nom arabe "hirshuff" ou "kerschouff", d'où les Kabylie berbères se dit "addad" ou "tagha". Par contre, les italiens le mangent sous le nom de "girello" et pour les espagnols ont fait "Alcachofa", ainsi que les persans surnommé "kunghir" et les hindous ont pris le mot persan "kunjir" ce qui montre qu'il a été introduit à une époque tardive, alors que les auteurs chinois ne mentionnent aucun cynara (**De Candolle, 2018 ; Trabut, 1910**).

4. Classification (taxonomie)

Cynara est l'un des treize genres de la tribu des Cynarées, et appartient à la vaste famille des Astéracées (parfois appelée composées) (Foury, 1997). Selon la revue de Wiklund, cette famille comprend huit espèces diploïdes ($2n = 2X = 34$ chromosomes). En fait, *Cynara cardunculus* est un complexe d'espèces constitué de trois taxons (en 1838), à savoir l'artichaut (*C. scolymus*), le cardon cultivé (*C. cardunculus* var. *altilis* DC) et le cardon sauvage (*C. cardunculus* var. *Sylvertris* Lam). Seules les parties blanchies sont gardées pour la consommation (Conceição et al., 2018 ; Sonnante et al., 2012).

Le tableau I représente la classification du cardon :

Tableau I : Classification botanique de *Cynara cardunculus* (Pagnotta et Noorani, 2013).

Règne	Plantes
Sous règne	Plante vasculaire
Embranchement	Spermaphytes
Sous embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Sous classe	Asteridées
Ordre	Asterales
Famille	Astéracées
Genre	<i>Cynara</i>
Espèce	<i>Cynara cardunculus</i> L.

5. Description botanique

Cynara cardunculus forme après sa deuxième année de culture une admirable sculpturale qui peut atteindre deux mètres de haut et de large. Cette plante ornementale, elle l'est en effet, la variété qui se développe d'abord en rosette, puis émet une tige principale épaisse, rigide, dressé et blanchâtre, élevée de 1m 50 à 2 m de haut, portant à ses extrémités des têtes à fleurs de forme presque ronde, grosses, droites et atteignent 4 à 5 cm de diamètre. Les feuilles sont alternes, très grandes et longuement pétiolées, aux bords dentés et hérissées de fortes épines jaunâtres/oranges de 5 à 20 mm de long, ses feuilles sont également couverts de poils denses donnant un aspect laineux blanc, profondément divisées en lobes aigus, de

couleur vert s'y marie au blanc d'argent ou gris-vert en dessus et presque blanches en dessous (**Figure 02**) (**Morren, 1845 ; Richard, 1823 ; Vilmorin-Andrieux et Cie, 1883**).



Figure 02: Arbuste du cardon (photographie).

Ses fleurs appelées aussi florans, sont hermaphrodites, réunissent en capitules entourés d'un involucre de bractée, à écailles généralement pointue et dure, ont un fort parfum et nectar abondant, de beau bleu d'azur ou bleu violacé qui s'épanouissent en 2^{ème} année dont la fleur est composé de 5 sépale, 5 pétale, 5 étamine et 2 carpelle sont également des organes comestibles. (**Goertz et Le Jeune, 2007 ; Vilmorin-Andrieux et Cie, 1883**).

La partie souterraine du cardon est un gros rhizome pourvu d'un puissant système racinaire, pivotant très profond (peut atteindre 2 m) qui se régénère chaque année et qui lui donne une bonne résistance à la sécheresse et sans doute à des froids pas trop intenses. Les graines sont des akènes, longues de 6 à 18 mm, oblongs, légèrement aplaties et anguleuses, parfois avec des courtes stries longitudinales (rayées), de couleur gris clair, brun foncé ou noir, ainsi au sommet de chaque graine se trouve un cercle de aigrette plumeuse qui tombent facilement (**Figure 03**) (**Goertz et Le jeune, 2007 ; Gominho et al., 2018 ; Vilmorin-Andrieux et Cie, 1883**).

Il existe alors, dans le domaine de commerce des graines, deux variétés de cardon : l'une inerme qui est le cardon cultivé (possède des feuilles sans épines), et l'autre est épineuse pour ses feuilles et ses tiges (cardon sauvage). Seule la variété épineuse est réputé être la meilleures, qui fait les délices des gourmets (**Goertz et Le Jeune, 2007 ; Guibourt, 1869**).

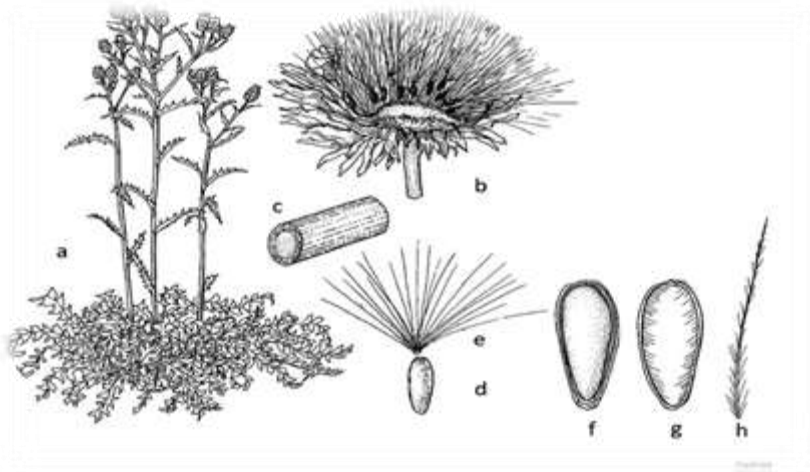


Figure 03 : Morphologie du *Cynara cardunculus* (a) arbuste; b) coupe transversale d'un capitule; c) fraction de tige; d) akène; e) aigrette; f) noyau; g) enveloppe; h) poils de aigrette plumeux; i) poils réceptaculaires) (Gominho et al., 2018).

6. Cycle de croissance

Cynara cardunculus, comme d'autres espèces méditerranéennes ; est une plante entièrement adaptée aux conditions climatiques locales, où les pluies sont faibles, irrégulières et principalement concentrées en automne / hiver. En revanche, les étés chauds et secs ne sont pas favorables à la croissance des plantes surtout si aucune irrigation n'est utilisée. Cette plante végétale préfère pour leur semis un sol frais, profond et meuble, riche en matière organique (humus) et une exposition ensoleillée (Amphion, 1899 ; Conceição et al., 2018).

Le premier cycle de croissance naturel de *C. cardunculus* commence avec la germination des graines dispersées, généralement au début de l'automne (septembre-octobre). A ce stade, une racine primaire s'allonge vers le bas, devenant une racine pivotante profonde après plusieurs mois. Dans le même temps, les deux cotylédons surgissent du sol, et peu de temps après la croissance de plusieurs feuilles donnant progressivement naissance à une rosette de feuilles qui continue de croître en taille et en nombre jusqu'à l'hiver et le début de printemps. Cette dernière pousse généralement assez lentement mais d'une manière régulière. Alors, à la fin du printemps (avril- mai) une tige s'élève du milieu de la rosette qui porte des ramifications de feuilles comprenant plusieurs têtes. Après la floraison et la fertilisation des fleurs, les fruits mûrissent et enfin la biomasse aérienne se dessèche et la partie souterraine entre en état de dormance en été (juillet / août). Lorsque les conditions météorologiques

deviennent plus favorables, les bourgeons vivaces de la partie basale de la plante poussent et un nouveau cycle de développement commence (**Figure 04**) (**Archontoulis et al., 2010 ; Conceição et al., 2018 ; Fernández, 2005 ; Fernández et al., 2006 ; Gominho et al., 2018 ; Pandino et al., 2012**).

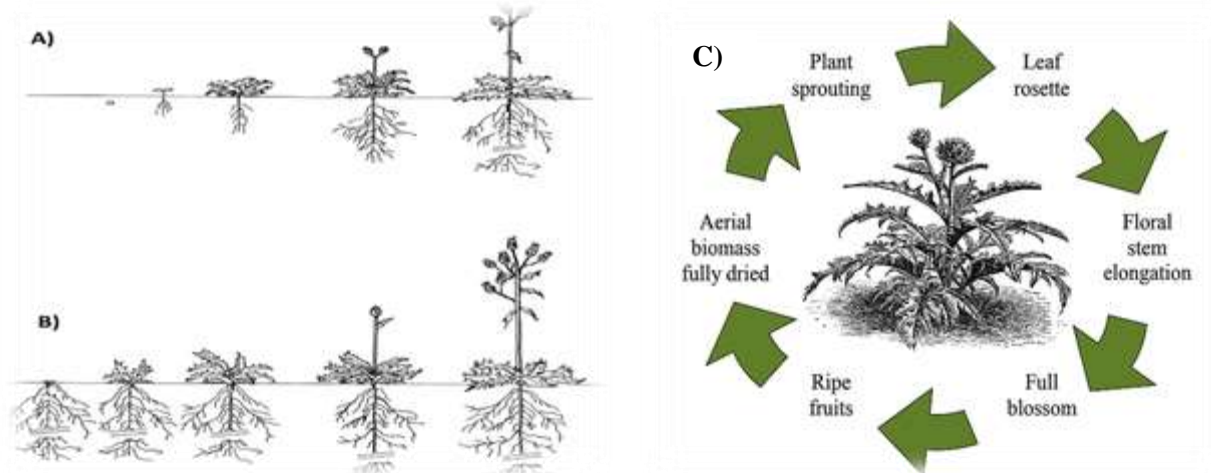


Figure 04 : Cycle de croissance annuel de *Cynara cardunculus* L. A) Premier cycle de croissance annuel à partir du semis. B) Deuxième cycle de croissance (ou cycles suivants), à partir de la récolte (**Gominho et al., 2018**) ; C) Stades principaux de croissance du cardon (**Ciancolini, 2012**).

7. Composition chimique et valeurs nutritionnelles

Sur le plan nutritionnel, le cardon est un excellent aliment d'hiver, renferment un cocktail de minéraux, ainsi de macro et micronutriment tels que magnésium, calcium, fer, et surtout en potassium, de même riche en fibres alimentaires solubles. Il contient aussi une dose de vitamines dont la vitamine du groupe B surtout une excellente source de folate (vit B₉) et la vitamine C. Il présente l'avantage d'être très peu calorique et fait partie de ce fait d'un régime amaigrissant. Ce qui contribue dans ces conditions à faire du cardon un légume particulièrement intéressant (**Tableau II**).

Tableau II : Composition chimique du cardon pour 100 g de produits cru (Fordhan et al., 2003 ; Quebec, 2013).

Composants (g)		Minéraux (mg)		Vitamines	
Eau	94	Manganèse (Mn)	0,26	Equ.β-Carotène	Traces
Protéines	0,7	Magnésium (Mg)	42	Vitamine C (mg)	2
Glucides	4,1	Phosphore (P)	23	Niacine (B ₃) (mg)	0,3
Fibres	1,6	Potassium (k)	400	Vitamine B ₆ (mg)	0,043
Matière grasses	0,1	Calcium (Ca)	70	Folate (B ₉) (µg)	28,3
Energie(Kcal)	17	Fer (Fe)	0,7	Vitamine A (IU)	120

Les capitules, les feuilles et les graines du cardon sont riches aussi en (Goetz et al., 2007 ; Koubaa et al., 1999 ; Lim, 2013 ; Petropoulos et al., 2018 ; Pandino et al., 2012):

- Composés phénoliques : Ester d'acide quinique, acide caféique et ses dérivés comme acide chlorogénique et cynarine.
- Flavonoïdes : Les plus représentatifs sont les flavones comme l'apigénine, la lutéoline et leurs dérivés, alors que certains flavonones représentent de composants mineurs.
- Acides alcooliques : comme acide malique, citrique et succinique.
- Lactone : qui est un sesquiterpène, comme cynaropicrine (un principe amer de type goïonolide).
- Des tannins, des anthocyanines et coumarines.
- Sucre : Inuline au niveau des racines.
- Des stéroïdes (stérols et des saponines).
- Des protéases : au niveau des fleurs tels que des cardosines A et B.
- Des lignanes.

D'une manière générale, le cardon cru constitue une bonne source d'acide phénoliques et de flavones, bien que les méthodes de cuisson augment le profil qualitatif et quantitatif des polyphénols, encourageant alors une culture et une consommation plus larges de ce légume non seulement dans la région méditerranéenne, mais partout dans le monde (Fordhan et al., 2003 ; Quebec, 2013 ; 1999).

8. Propriétés biologiques et usages

Cynara cardunculus est une plante polyvalente avec un large éventail d'application potentielle, utilisées dans la région méditerranéenne pour l'alimentation ; comme légume d'hiver et comme substitut de la présure pour la coagulation du lait. Cette plante a une importance régionale importante dans le nord de l'Afrique et en Algérie, où elle est utilisée pour la préparation des plats typiques et traditionnels comme le fameux «*couscous*» et d'autres plats comme les salades, les «*soupes*» et les «*ragoûts*», leurs graines pourraient être utilisées pour extraire de l'huile de qualité alimentaire et les fleurs sont largement utilisées dans la fabrication des fromages et servent quelques fois à falsifier le safran (**Gominho et al., 2018 ; Khaldi et al., 2012**).

Les formes sauvages et cultivées de *Cynara cardunculus* sont une source de produits biopharmaceutiques suites à la découverte de la cynarine. Ce composé au goût amer, qui se trouve dans les feuilles est un bon remède pour les crises de foie et le bon fonctionnement de la vésicule biliaire, abaisse le taux de cholestérol sanguin, stimule la sécrétion des sucs digestifs en particulier la bile. Ils sont utilisés également dans le traitement des maladies du l'ictère, de l'hépatite, de l'artériosclérose et des stades précoces du diabète à évolution tardive et peuvent être employées fraîches ou séchées. Les racines contiennent de l'inuline qui est connue comme un activateur de la flore intestinale humaine. Il est aussi considéré comme astringent, diurétique et est employé contre les maladies cutanées chroniques. Son duvet sert à faire des moxas. Le suc frais du cardon est utilisé extérieurement pour le traitement des eczémas et des éruptions cutanées (**Baillon, 1886 ; Beloued, 2014 ; Fernandez et al., 2006 ; Foster et Hobbs, 2002 ; Gominho et al., 2018**).

Les applications les plus récentes sont : l'utilisation de la biomasse à des fins énergétiques comme biocarburant solide, biocarburant liquide sous forme de biodiesel, ou pour la production de pâte à papier, la production de la chaleur et d'électricité (exp : la cuisson mixte ou charbon) et la possibilité d'être utilisé comme fourrage vert destiné aux ruminants (**Khaldi et al., 2012 ; Fernandez et al., 2006 ; Gominho et al., 2018**).

9. Impact économique

Depuis l'antiquité, la superficie consacrée à la culture du *Cynara cardunculus* n'a jamais été grande, en faite environ 2 à 3000 hectares, même si les statistiques officielles sont sous-estimées (**Ierna et Mauromicale, 2010**).

En générale, *Cynara cardunculus* est la troisième culture horticole la plus importante en Italie après la pomme de terre et la tomate avec une production moyenne de 20 tonne/ha (18000 tonne sur 80 hectares), alors que 38% été représenté par les têtes et 62% représente les tiges et les feuilles. C'est la que se trouve environ 90% de la production mondiale (**Pagnotta et Noorani, 2013**). Tandis que la production espagnole serait du même ordre de grandeur (**Tascano et al., 2016**). Cependant, en Algérie le cardon est encore en quelque sorte sous-utilisé, c'est une source pour la valorisation des enzymes coagulante du lait avec la possibilité d'être bénéfique économiquement pour stimuler les industries fromagères (**Zikiou et al., 2020**).

Le cardon cultivé est une culture de plein champ pérenne qui au cours des dernières années a été suggérée comme culture énergétique alternative, en raison de ses faibles besoins en culture et de sa production annuelle élevée de biomasse, ainsi que de son pouvoir calorifique élevé. La production annuelle de biomasse varie entre 10 et 20 t/ha, selon les conditions du sol et du climat, tandis que la valeur énergétique peut atteindre 15 MJ/Kg (**Petropoulos et al., 2018**). Bien que une culture à grande échelle du cardon pour la production de biomasse a été installée sur un total de 77,4 ha et d'un rendement estimé de 7,5 t/ha au Sud du Portugal (**Conceição et al., 2018**).

La consommation énergétique des cultures du *Cynara cardunculus* est l'occasion de consolider les budgets économiques des fermes, ainsi que des bénéfiques en termes d'impact énergétiques et environnemental. C'est aussi une possibilité de se débarrasser des résidus de récolte, c'est un problème de gestion pour les agriculteurs (**Tascano et al., 2016**).

1. Généralités

Les composés phénoliques ou polyphénols sont des molécules du métabolisme secondaire largement répandues dans le règne végétal (Boubekri, 2014) et font partie intégrante de l'alimentation humaine et animale (Martin et Anduantsitohaine, 2002). En fait, les régimes riches en polyphénols ont été associés à de nombreux avantages pour la santé (Tsao, 2010).

A l'heure actuelle, plusieurs milliers de molécules ont été isolées et identifiées, un nombre qui augmente sans cesse et qui en fait un groupe chimique particulièrement important (Macheix et al., 2005). Ils sont présents dans toutes les parties des végétaux supérieurs (Boubekri, 2014 ; Mohammedi, 2006) et sont impliqués également dans de nombreux processus physiologiques comme la croissance cellulaire, la rhizogénèse, la germination des graines ou la maturation des fruits (Boizot et Charpentier, 2006).

2. Définition

Le terme «*phénol*» peut être défini comme un micronutriment naturel qui est présent dans de nombreuses sources alimentaires (Silva et Pogacnik, 2020). Il est caractérisé par la présence d'un ou plusieurs cycles aromatiques portant une ou plusieurs fonctions hydroxyles (OH) (Figure 05) qui peuvent être libres ou engagées avec d'autres fonctions : Ether, ester, hétéroside (Boizot et Charpentier, 2006). Les grandes familles de polyphénols sont les acides phénoliques, les flavonoïdes et les tanins (Georgé et al., 2005).

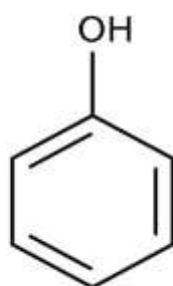


Figure 05 : Structure du noyau phénol (Macheix et al., 2005).

3. Biosynthèse

Les polyphénols appartiennent à une famille de composés phytochimiques qui figurent parmi les plus abondants dans le règne végétal. Ils sont le résultat du métabolisme secondaire des plantes qui permet leurs adaptations aux changements biotiques et abiotiques, apportant

ainsi la couleur, le goût, les propriétés technologiques et les avantages potentiels pour la santé. Ces composés sont issus par deux grandes voies métaboliques fondamentales : la voie shikimate et la voie acétate (malonate) dont la majorité d'entre eux dérivent directement de la voie shikimate (**Boudet, 2007 ; Collin et Crouzet, 2011 ; Namsi et al., 2019**).

3.1. Voie shikimate

C'est la base de la biosynthèse ultérieure des composés phénoliques, qui conduit après trans-amination et désamination aux acides aminés aromatiques tels que acide cinnamique et à leurs nombreux dérivés (acide benzoïque, coumarine), et qui servent également à des précurseurs pour la croissance des plantes (**Chira et al., 2008 ; Santos-Sanchez et al., 2019**).

3.2. Voie d'acétate (malonate)

Elle conduit aux poly-cétoesters ou polyacétate (malonate) de longueur variable menant par cyclisation de chaînes polycétoniques, et obtenue par condensation répétées d'unités acétate qui se fait par carboxylation de l'acétyl-COA (**Chira et al., 2008 ; Fleeger et Flipse, 1964 ; Martin et andriantsitohaina, 2002**).

De plus, la diversité structurale des composés phénoliques due à cette double origine biosynthétique et encore accrue par la possibilité d'une participation simultanée des deux voies dans l'élaboration de composés d'origine mixte dont les flavonoïdes qui proviennent de la condensation de trois acétyl-COA. La voie de l'acide acétique seule ne conduit qu'à peu de polyphénols (**Collin et Crouzet, 2011 ; Martin et Andriantsitohaine, 2002**).

4. Classification

Le terme «*phénolique*» couvre une dizaine de diverse classes de composés chimiques (**Macheix et al., 2006 ; Tsimogrannis et Oreopoulou, 2019**). Ces composés peuvent être classés de plusieurs manières (**Vermerris et Nicholson, 2007**).

Selon **Harborne et Simmonds (1964)**, la classification de ces composés est basée essentiellement sur le nombre d'atomes de carbones constitutifs (**Vermerris et Nicholas, 2007**), puis d'autres études profondes faites par **Macheix (1996) et Macheix et al. (2005)** ont distingués d'autres caractères de classification qui sont la structure de base du squelette carboné et les éléments structuraux qui lient ces molécules de base avec d'autres molécules

(glucides, lipides, protéines) (**Tableau III**), les composés phénoliques sont alors classés en deux catégories : les composés phénoliques simples et les composés phénoliques complexes (**Clifford, 1999 ; D'Archivio et al., 2007**).

Tableau III : Les principales classes de composés phénoliques (**Macheix, 1996**).

Nombre d'atome de carbone	Squelette de base	Classe	Exemple	Plante alimentaire (exemple)
6	C6	Phénols simples	Catéchol	
7	C6-C1	Acides hydroxybenzoïques	Acide gallique	-Epices Fraise
9	C6-C3	Acides hydroxycinnamiques -Coumarines	-Acide caféique -Scopoline	-Pomme Pomme de terre -Citrus
10	C6-C4	-Naphthoquinones	-Juglone	Noix
13	C6-C1-C6	-Xanthones	-Mangiferine	Mangue
15	C6-C3-C6	-Flavonoïdes -Iso-flavonoïdes	-Quercétol -Cyanidol -Daidzeine	-Fruits, Légumes -Soja
N	(C6-C3)n	-lignines		-Fruit à noyau
N	(C15)n	-tannins		-Raisin rouge, -Kaki

5. Composition phénoliques du *Cynara cardunculus*

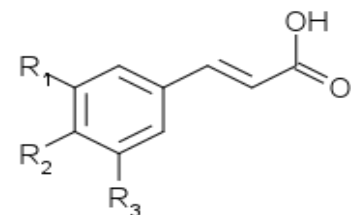
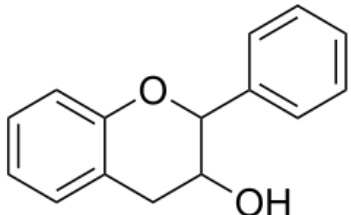
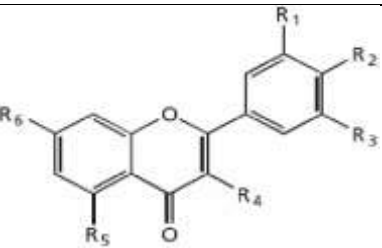
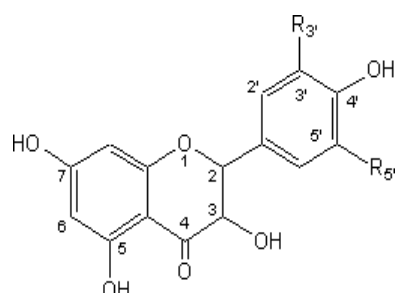
Plusieurs recherches sur *Cynara cardunculus* ont confirmé la présence des composés bioactifs, tels que les sesquiterpènes, alcaloïdes, flavonoïdes glycolysés et d'autres composés phénoliques (**Petropoulos et al., 2018 ; Scavvo et al., 2019**).

Sur la base d'une analyse HPLC, les composés phénoliques des échantillons de cardon cultivé et sauvage sont des esters d'acide quinique ou d'acide chlorogénique, d'acide caféique ou d'acide caféoylquinique, des flavones (apigénine, lutéoline, et leurs conjugués) et des flavonones (**Pandino et al., 2011**).

En ce qui concerne le profil phénolique de différentes parties de *Cynara cardunculus* (**Tableau IV**), les feuilles, étant l'organe le plus comestible, contiennent les acides syringique et trans-cinnamique, et de l'épicatchine et de la quercitrine comme flavonoïdes majeurs (**Falleh et al., 2008**). Tandis que, la tige florale est une bonne source d'acide caféoylquinique (**Pandino et al., 2011**). En outre, les bractées sont riches principalement en acide

dicaféoylquinique et les dérivés glycosylés d'apigénine (Mandim et al., 2020). De plus, les têtes possèdent essentiellement les acides trans 3,5-O-dicaféoylquinique et 5-O-caféoylquinique. Par contre, les graines renferment une forte teneur en acides chlorogénique, et caféique et catéchine (Pertrapoulos et al., 2019).

Tableau IV: Principaux composés phénoliques identifiés après leurs isolement à partir des feuilles de *Cynara cardunculus* (Falleh et al., 2008 ; Liu, 2004 ; Mandim et al., 2020).

Classe de composés phénoliques	Structures générales	Dérivés
Acides phénoliques		<ul style="list-style-type: none"> - Acide p-coumarique -Acide trans-cinnamic -Acide sinapique - Acide férulique -Acide vanillique
Flavane-3-ol		<ul style="list-style-type: none"> - Catéchine - Pro-anthocyanidine
Flavonols		<ul style="list-style-type: none"> - Quercetine - Kaempférol -Quercitrine
Flavones		<ul style="list-style-type: none"> - Apigénine - Lutéoline

6. Rôles des composés phénoliques

6.1. Intérêt et localisation dans la plante

Les composés phénoliques jouent un rôle important dans les interactions des végétaux avec leur environnement biologique et physique tels que la défense contre les rayons ultraviolets, la lutte contre les infections causées par les champignons, ou par les bactéries. Ces composés sont impliqués dans les mécanismes de résistance des végétaux et interagissent également au contrôle de la croissance et le développement de la plante par multiples et variables actions (Dicko et al., 2006 ; Macheix et al., 2005 ; Makoi et Ndakidemi, 2007).

A l'échelle cellulaire, les composés phénoliques sont principalement localisés dans les vacuoles et la paroi. Au niveau de cette dernière, il y a surtout de la lignine et des flavonoïdes liés aux structures pariétales. Par contre, dans les vacuoles, les polyphenols sont conjugués, avec des sucres ou des acides organiques, tout en permettant d'augmenter leur solubilité et de limiter leur toxicité (Bénard, 2009).

La localisation des polyphenols au niveau des tissus végétaux ont un rôle très caractéristique. Pour cela, la répartition des composés phénoliques est variable au sein des feuilles, par exemple les anthocyanes et les flavonoïdes sont majoritairement présents dans l'épiderme. Alors qu'au niveau de la plante entière, certaines substances s'accumulent que dans des organes bien définis. Par ailleurs, ils participent au phénomène des pollinisations des fleurs qui sont responsables de leurs colorations (Bénard, 2009).

6.2. Rôle dans la physiologie humaine

De nos jours, les recherches sur les composés phénoliques sont très poussées en raison de leurs diverses propriétés physiologiques. Actuellement, des études ont démontrés que les polyphenols naturels sont inclus dans une panoplie de médicaments et utilisés pour traiter et /ou gérer les maladies humaines, aussi protègent contre les maladies coronariennes comme l'athérosclérose et les maladies dégénératives tels que l'Alzheimer et parkinson, ils contribuent à la diminution de l'oxydation du cholestérol, exercent également des effets anti-inflammatoire, antimicrobiennes, antivirales, anti-allergènes, analgésiques et vasodilatrices,...etc (Figure 06), et ils permettent la protection contre le stress oxydatif (Ali et al., 2007 ; Belyagoubi, 2012 ; Han et al., 2007 ; Falleh et al., 2008 ; Nkhili, 2009 ; Ranasamy et al., 2018 ; Zern and Fernandez, 2005).

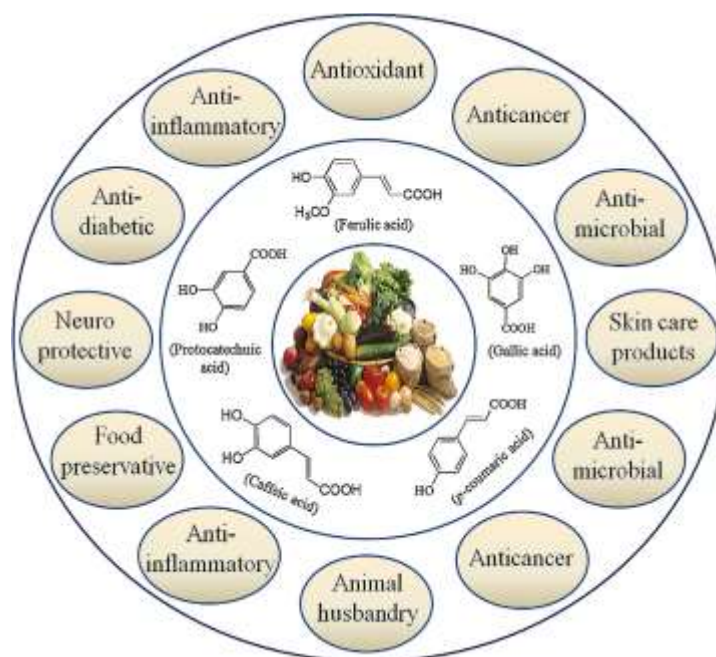


Figure 06: Représentation schématique des différentes applications des acides phénoliques (Kumar et al., 2019).

6.3. Rôle dans les industries agro-alimentaires

Ces métabolites obtenus à partir de plantes sont de plus en plus utilisés par divers secteurs industriels que parmi les populations du monde entier (Macheix et al., 2005 ; Lorenzo et Munekata, 2016 ; Pandino et al., 2011 ; Trivellini et al., 2015).

La composition des aliments est toutefois étroitement liée aux procédés technologiques mis en œuvre. Ainsi, l'étude des polyphénols qui se trouvent soit sous forme développée traditionnellement (préparation des diverses boissons : vin, café, thé, bière,...etc.), ou sous des formes renouvelées (par exemple : la préparation des jus de fruits, purées, compotes et produits végétaux frais,...etc.) (Figure 07), a révélé qu'ils peuvent intégrer avec tous les mécanismes de synthèses non enzymatiques qui prennent place lors de la production ou du vieillissement des denrées alimentaires (Collin et Crouzet, 2011 ; Macheix et al., 2005).

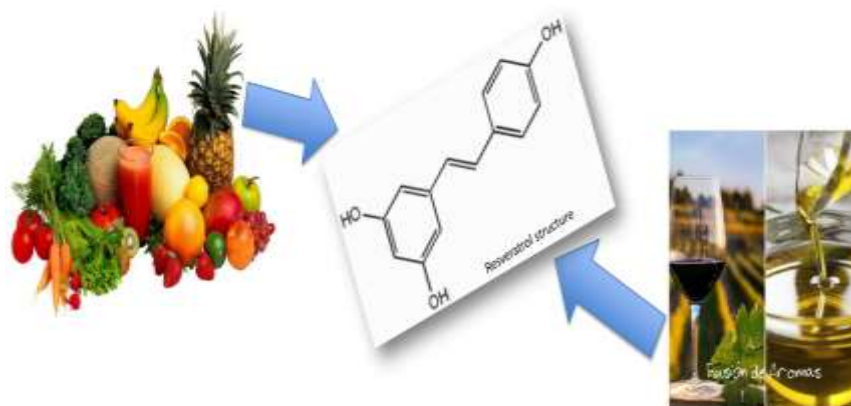


Figure 07 : Polyphénols de différents produits alimentaires (Quios et al., 2019).

En effet, de nombreux composés phénoliques sont exploités depuis longtemps et extraits industriellement à partir des denrées pour être utilisés comme compléments alimentaires ou être intégrés dans des formulations cosmétiques ou pharmaceutiques. Les polyphénols possèdent des atouts indésirables pour inhiber les réactions radicalaires destructrices dans la denrée, ils renforcent également la perception, ils sont utilisés comme pigments naturels et sains (anthocyanes) qui possèdent une toxicité minimal, afin de remplacer de plus en plus les additifs chimiques. Ainsi, ils permettent une bonne stabilité des huiles végétales et sont utilisés en tant que conservateurs pour empêcher notamment le rancissement de matière grasse (Hennebelle et al., 2004 ; Ferreira et al., 2020 ; Macheix et al., 2005).

7. Mécanisme d'action des composés phénoliques

L'oxydation est un phénomène complexe qui met en jeu des espèces moléculaires très réactives et très labiles. Cette réaction se traduit alors par le rancissement de graines, la flétrissure des fruits et légumes, la rouille des métaux et la modification de goût et la couleur des aliments (Rolland, 2004).

Plus précisément, les composés phénoliques peuvent participer au piégeage des radicaux libres, rappelons que ces derniers sont des donneurs d'électrons de groupes hydroxyles, formant des radicaux stables. Ils délocalisent un électron non apparié en réagissant avec d'autre espèce chimique (Judde, 2004 ; Sokol-Letowska et al., 2007).

L'oxydation est un mécanisme parfaitement élucidé, se déroule en trois phases distinctes (**Figure 08**) :

- L'initiation : lente, consiste à la rupture homolytique des radicaux libres instables par un initiateur radicalaire, ce qui conduit à la formation des radicaux peroxydes.
- La propagation : rapide, au cours de laquelle le radical peroxyde va arracher un hydrogène (H) à un autre acide gras pour produire un hydroperoxyde, ce dernier finira par se dégrader en aldéhydes volatiles, expliquant le goût et odeur de rance.
- La terminaison (arrêt) : entraînée par la réaction de deux radicaux pour donner une espèce moléculaire anarchique. Cette molécule créée n'a plus de fonction biologique (**Judde, 2004 ; Rolland, 2004 ; Hennebelle et al., 2004**).

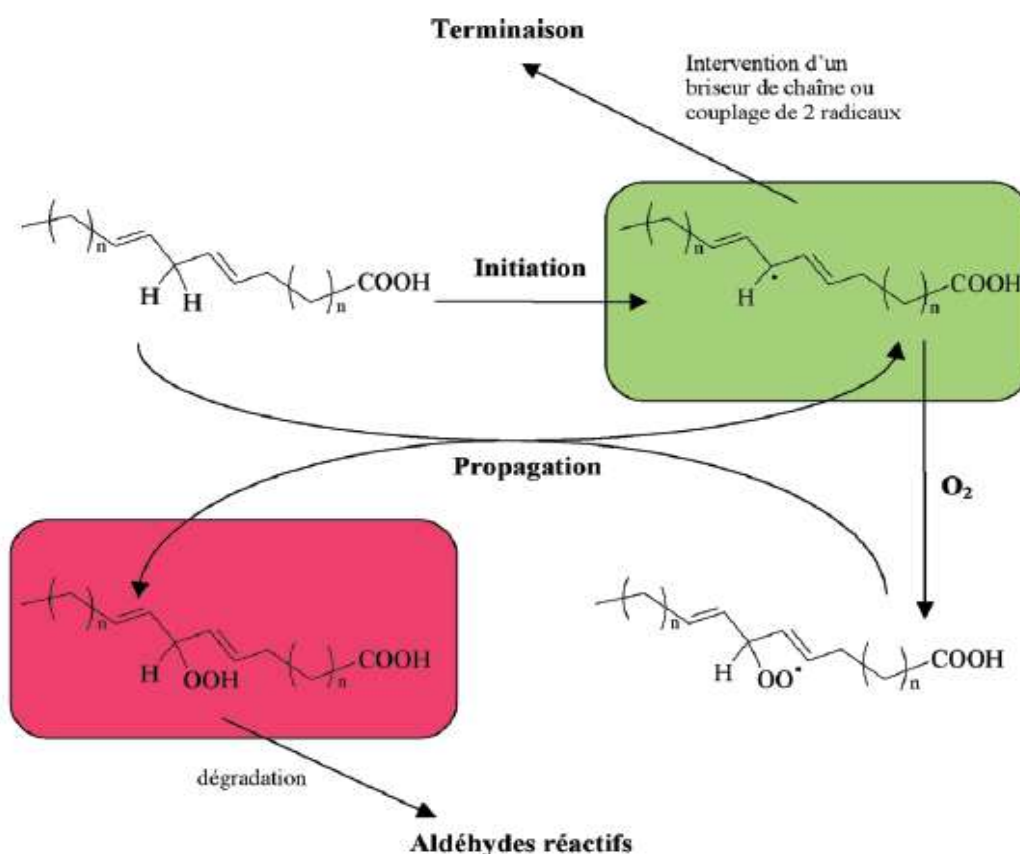


Figure 08 : Schéma des différentes réactions de peroxydation lipidique (**Hennebelle et al., 2004**).

8. Extraction des polyphénols

Les multiples effets favorables à la santé associés à la consommation de polyphénols alimentaires ont accru l'intérêt de la recherche ces dernières années pour développer des approches analytiques avancées et respectueuses de l'environnement, pour identifier et quantifier correctement ces composés dans différentes denrées alimentaires. Cependant, les échantillons alimentaires sont des matrices très complexes, ce qui empêche la détermination de ces composés, qui en plus se trouvent généralement dans les aliments à de faibles niveaux de concentration (**Casado et al., 2018**).

L'extraction est une étape fondamentale pour la récupération et isolement des phytochimiques bioactifs à partir de matrices végétales avant l'analyse (**Da Porto et Natolino, 2018**). Elle est influencée par la méthode d'extraction choisie, la taille des particules de l'échantillon, la nature chimique des substances. D'autres facteurs, comme pH, la température, le rapport quantité de matière/volume du solvant, les intervalles de temps, le nombre et les étapes d'extraction individuelles, jouent également un rôle important dans cette procédure (**Muanda, 2010 ; Stalikas, 2007 ; Da Porto et Natolino, 2018**).

8.1. Méthodes d'extraction

Parmi les divers procédés utilisés, on compte, deux types de méthode d'extraction à savoir, les traditionnelles (conventionnelles) et les innovantes (non conventionnelles) (**Bohui et al., 2018**).

8.1.1. Méthodes traditionnelles (conventionnelles)

Les composés bioactifs des matières végétales peuvent être extraits par diverses techniques d'extraction classiques. La plupart de ces techniques sont basées sur le pouvoir d'extraction des différents solvants utilisés et l'application de chaleur et/ou de mélange afin d'obtenir des composés bioactifs à partir de plantes (**Azmir et al., 2013**).

8.1.1.1. Extraction liquide-liquide et/ou liquide-solide (LLE et/ou SLE)

Extraction liquide-liquide (LLE) et/ou liquide-solide (ESL) sont les plus simples et les procédures les plus couramment utilisées avant l'analyse des composés phénoliques dans les plantes naturelles. En effet, ces techniques sont faciles à l'utilisation, très efficace et largement appliqués. Ces méthodes comprennent généralement l'extraction avec différentes

solvants, tels que le méthanol, l'éthanol, ou la phase aqueuse de ces mélanges, permettant ainsi un bon mélange et donc une vitesse de diffusion élevée de soluté pendant le processus d'extraction conduisant alors au rendement d'extraction maximale (**Ajila et al., 2010 ; Da Porto et Natolino, 2018 ; Stalikas, 2007 ;**).

Cette méthode d'extraction utilise généralement :

- **Macération** : est une méthode d'extraction liquide-solide similaire à l'infusion qui s'effectue à température ambiante, elle est généralement utilisée pour l'extraction des composés sensibles à la chaleur (**Muanda, 2010**).
- **Infusion** : est une méthode d'extraction des principes actifs ou des arômes d'un végétale par des solutions dans un liquide initialement bouillant que l'on laisse refroidir. Le terme désigne aussi les boissons préparés par cette méthode comme les tisanes et le thé (**Muanda, 2010**).
- **Décoction** : consiste à réaliser l'extraction à température d'ébullition du solvant. Cette opération s'oppose à la macération dans laquelle le solvant d'extraction est froid (**Muanda, 2010**).
- **Extraction au Soxhlet (SE)** : l'extraction Soxhlet (SE) a été proposée pour la première fois par le chimiste allemand Fran Ritter Von Soxhlet (1879). Il a été conçu principalement pour l'extraction des lipides, mais il n'est plus limité à cela uniquement.. Il s'agit d'un processus continu au fur et à mesure que le solvant se vide dans le ballon. Ce dernier est recondensé avec un temps et une consommation de solvant moindre, mais elle présente l'inconvénient d'un chauffage de l'extrait, inadapté aux composés thermolabiles (**Azmir et al., 2013 ; Nielsen, 2003 ; Satayayit et al., 2006**).

8.1.2. Méthodes innovantes (non conventionnelles)

Actuellement, on assiste à l'émergence de plusieurs technologies innovantes qui diffèrent fondamentalement en phase de maturation ou de déclin. Leur originalité réside, d'une part, dans la nature des énergies apportées au milieu d'extraction et d'autre part, dans les effets de la conversion de ces énergies par le milieu. Il s'agit des micro-ondes, ultrasons, fluide supercritique et liquide sous pression (**Vercauteren et al., 1998**).

8.1.2.1. Extraction assistée par micro-onde (MAE)

Le procédé consiste à appliquer les micro-ondes pendant le contact entre le solide traité (sec ou humide) et le solvant d'extraction, transparent, totalement ou partiellement. L'absorption sélective de l'énergie micro-onde par le végétal provoque un mouvement moléculaire par conduction ionique et rotation dipolaire. Ce processus induit une augmentation de la température et de la pression qui engendre des changements dans la structure de la cellule et améliorant la pénétration du solvant à travers la matrice. En plus, de la rapidité, cette opération donne un rendement élevé au bout de quelques minutes, comme il permet de diminuer la quantité de solvant mis en œuvre (**Da Parto et Natolino, 2018 ; Vercauteren et al., 1998**).

8.1.2.2. Extraction par fluide supercritique (SFE)

La technologie des fluides supercritiques offre des fonctionnalités qui surmontent de nombreuses limitations des méthodes d'extraction conventionnelles, car elle utilise des solvants supercritiques avec différentes propriétés physico-chimiques telles que la densité, la diffusivité, la viscosité et la constante diélectrique. Les fluides supercritiques ont des propriétés de transport améliorées par rapport aux liquides, peuvent se diffuser facilement à travers des matériaux solides et peuvent donc donner des vitesses d'extraction plus rapides. L'une de leurs principales caractéristiques est la possibilité de modifier la densité du fluide en changeant sa pression et/ou sa température (**Da Silva et al., 2016**).

8.1.2.3.Extraction de liquide sous pression (PLE)

Cette méthode est décrite par la première fois en 1996, par Richter et al. Elle est basée sur l'application d'une haute pression pour garder le solvant à l'état liquide au-delà de leur point d'ébullition normal. La haute pression facilite le processus d'extraction, comme elle nécessite de petites quantités de solvants en raison de la combinaison de haute pression et de températures qui permet une extraction plus rapide (**Azmir et al., 2013**).

8.1.2.4.Extraction assistée par ultrasons (UAE)

L'extraction assistée par ultrasons est une technique qui remonte aux années 1950, lorsque les premières expériences à l'échelle du laboratoire ont été rapportées (**Mason et al., 2011**). Cette technique est bien établie dans des conditions douces pour l'extraction de composés phénoliques (**Ajila et al., 2010**).

Les ondes sonores (> à 20 KHz) sont des vibrations mécaniques pouvant se propager dans un solide, un liquide et un gaz. Lorsqu'elles sont transmises à travers un milieu liquide, elles impliquent des cycles d'expansion (basse pression) et de compression (haute pression). Cette différence de pression génère des mouvements moléculaires au sein du milieu aboutissant à la formation des bulles de cavitation (**Figure 09**), qui provoque le gonflement des cellules, cela facilite la diffusion du solvant dans le matériel cellulaire et améliore par conséquent l'efficacité d'extraction (**Ajila et al., 2010 ; Ameer et al., 2017 ; Wang et Weller, 2006**).

L'extraction assistée par ultrasons (UAE) est l'une des techniques d'extraction verte les plus économiques, simples, rapide et efficaces par rapport à l'extraction conventionnelle, en raison de sa reproductibilité élevée à plus court temps, une manipulation simplifiée, réduction significative de la consommation de solvants et de la température, ainsi un apport énergétique moindre. Par conséquent, cette technologie a été utilisée dans certaines industries, telles que l'industrie chimique et alimentaire (**Da Porto et Natolino, 2018 ; Chen et al., 2015 ; Zhao et al., 2014**).

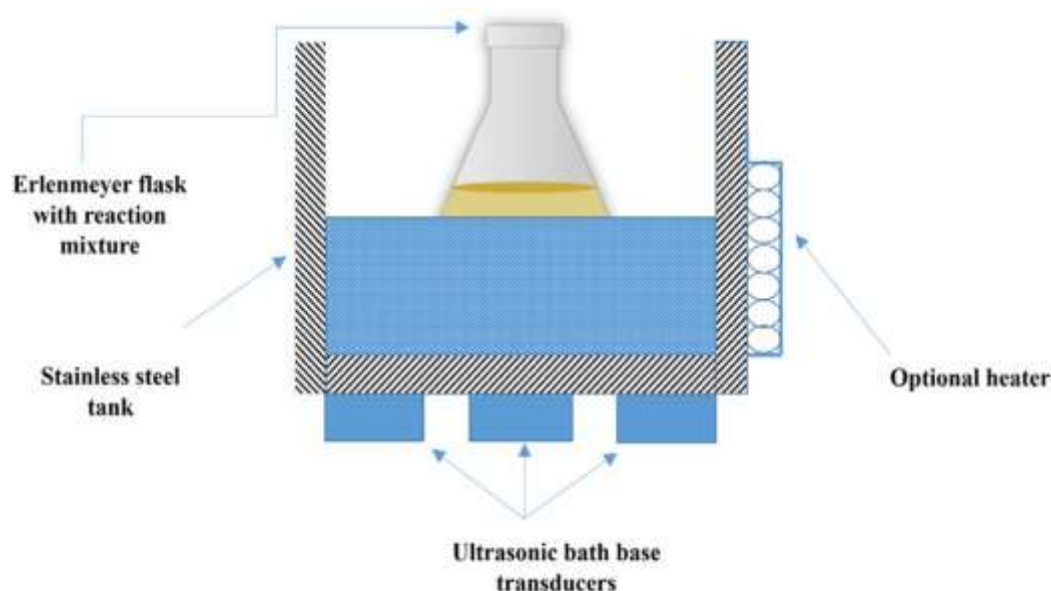


Figure 09 : Schéma opérationnel du système d'extraction assistée par ultrasons (**Ameer et al., 2017**).

Les différentes méthodes d'extractions des polyphénols sont présentées dans la figure ci-dessous :

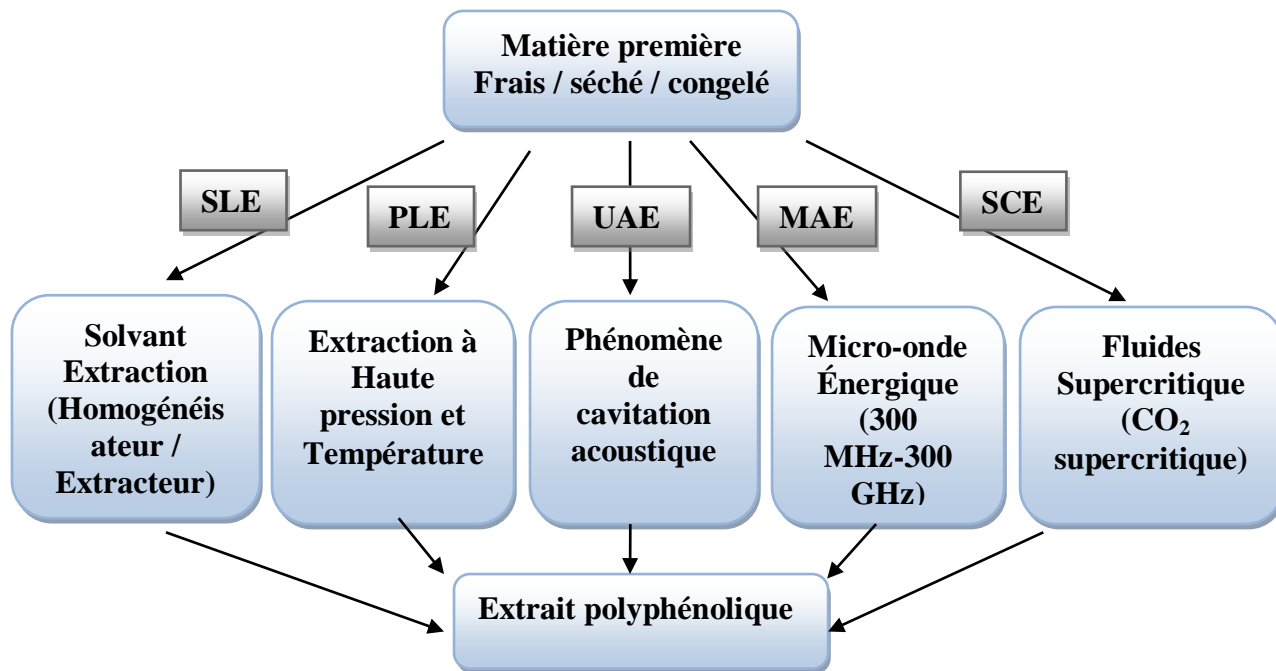


Figure 10: Répartition schématique de différentes méthodes d'extraction (Ajila et al., 2010).

Partie pratique

Matériels et méthodes

◆ Problématique et objectifs

L'optimisation d'extraction de composés phénoliques à partir de feuilles de *Cynara cardunculus* a été effectuée par le biais de la méthodologie de surface de réponse en adoptant le plan composite centré, une série d'objectifs a été visé :

- Montrer l'efficacité de l'utilisation de l'extraction assistée par ultrasons ;
- Réaliser une étude préliminaire pour la sélection des niveaux des deux variables d'extraction (concentration en éthanol et temps d'extraction), qui seront adoptés dans le plan d'expérience ;
- Valider le model obtenu par l'optimisation en comparant les valeurs prédites aux valeurs expérimentales.

1. Matériels**1.1. Matériels et réactifs**

Les appareils et les réactifs chimiques utilisés au cours de cette étude sont les suivants : une étuve ventilée de la marque (Mettler), une centrifugeuse (Beijing ERPa Beili Centrifuge CO., LTD), un bain Marie de marque Raypa Thermostatic Bath, un spectrophotomètre (Rayleigh UV-1800), une balance analytique (Radwag XA310), un bain ultrasons (P Selecta) et une plaque agitatrice magnétique (Velp Scientifica). Par contre, nous avons utilisé les réactifs suivants : Folin-Ciocalteu (Biochem-Chemopharma), éthanol (Riedel-de HaenTM), le sel du carbonate de sodium (Na_2CO_3) (Biochem-Chemopharma).

1.2. Préparation du matériel végétal

Le matériel végétal qui a fait l'objet de ce travail a été représenté par la partie aérienne (feuilles) de la plante comestible de *Cynara cardunculus*, appelé communément "cardon" et localement "Thaya".

1.2.1. Récolte

Les feuilles de cardon cultivé et sauvage, ont été récoltées en mois de février 2020, dans deux régions différentes, situées dans la wilaya de Bejaïa (**Figure 11**), l'une est la région montagneuse d'Aokas et l'autre la région rural d'Amizour, respectivement. Elles sont récoltées durant le stade final de leur maturité qui représente le moment propice pour les cueillettes.



Figure 11: Localisation géographique du lieu de récolte du *Cynara cardunculus* L.

(www.Bgayet.net)

1.2. Séchage

Après la récolte, les feuilles ont été bien nettoyées et lavées avec l'eau courante afin de se débarrasser de toute poussière et matières étrangères comme le sable, le sol et d'autres impuretés.

Une fois les feuilles sont lavées et nettoyées, notre échantillon est séché à l'étuve à une température de 40 °C (**Figure 12**) pendant quelques jours (3 jours) jusqu'à la stabilisation de leurs poids afin d'uniformiser le taux d'humidité, pour obtenir un bon broyage et une meilleur extraction.



Figure 12: Photographies des feuilles séchées du cardon cultivé (A) et sauvage (B).

2. Méthodes

2.1. Broyage et tamisage

Les feuilles de cardon cultivé et sauvage ont été broyées à l'aide d'un broyeur électrique jusqu'à l'obtention d'une poudre très fine. Cette dernière est tamisée en utilisant un tamis de granulométrie $>250 \mu\text{m}$, la poudre récupérée est ensuite conservée dans des sacs en papier, loin de la lumière pour éviter les réactions chimiques des substances actives dans la poudre jusqu'à leur utilisation ultérieure.

2.2. Test d'humidité

Afin de déterminer la teneur en eau des échantillons à analyser (feuilles de cardon), une quantité de 10 g de feuilles (P) est pesée dans une boîte de Pétri à l'aide d'une balance analytique.

Puis une dessiccation a été réalisée dans une étuve portée à une température de 105°C pendant une période de 4 h, le poids de l'échantillon a été déterminé (P_1). Pour éviter toute reprise d'humidité, il convient de transporter les boîtes du Pétri dans un dessiccateur.

La teneur en eau (%) du matériel végétal est donnée par la formule suivante :

$$\text{Teneur en eau (\%)} = [(P - P_1) / P] \times 100$$

P : Poids en g de la prise d'essai avant séchage.

P_1 : Poids en g de la prise d'essai après séchage.

$$\text{Matière séché (\%)} = 100 - \text{teneur en eau}$$

3. Etude préliminaire

Avant de procéder à l'optimisation, une étude préliminaire a été réalisée afin de pouvoir sélectionner les conditions optimales d'extraction des composés phénoliques. Cette étape a été faite selon le modèle classique, en fixant tous paramètres et n'en faire varier qu'un seul. L'effet de chaque paramètre est évalué par la détermination de la teneur en polyphénols totaux. Les résultats obtenus sont utilisés dans le but d'optimiser les conditions d'extraction.

3.1. Condition d'extraction des polyphénols

3.1.1. Effet de concentration en éthanol

L'extraction consiste à obtenir un maximum de molécules phénoliques contenues dans la poudre des feuilles de *Cynara cardunculus* en utilisant des solvants organiques. De ce fait, une extraction solide-liquide a été réalisée selon le protocole de **Zhao et al. (2006)**.

Une prise d'essai de la poudre végétale (40 mg) est mise en contact avec 12 mL de solvant d'extraction à différente concentration d'éthanol (de 0%, 20%, 40%, 60%, 80% et 96%). Le mélange est met dans un bain ultrasons a une température de 50°C pendant 30 min, puis il est soumis à une centrifugation à l'aide d'une centrifugeuse (4000 rpm). Après 20 min, les mélanges sont récupérés puis reposés quelque temps pour se stabiliser.

Ensuite les extraits obtenus sont conservés à 4°C afin de les utiliser dans les différentes analyses.

3.1.2. Effet du temps

Une quantité 40 mg de poudre a été ajoutée à 12 mL d'éthanol fixé à 80%, v/v. Les échantillons bien mélangés sont incubés dans un bain ultrason à 50 °C pour des temps variables (5 min, 10 min, 20 min, 30 min, 40 min et 50 min). Une centrifugation a été effectuée à 4000 rpm pendant 20 min.

Après cette dernière le surnageant est récupéré puis conservés à 4°C afin de l'utiliser pour le dosage (**Zhao et al., 2014**).

4. Dosage des polyphénols totaux

La teneur en polyphénols totaux des extraits de feuilles de *Cynara cardunculus* a été déterminée par la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu.

Le réactif Folin-Ciocalteu est un acide de couleur jaune constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et l'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$). Il en résulte la formation d'un complexe bleu qui accompagne l'oxydation des phénols et qui est stabilisé par l'addition de carbonate de sodium (Na_2CO_3) dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en composés phénoliques présents dans les extraits végétaux (**Boizot et Charpentier, 2006 ; Dif et al., 2015**).

Le mode opératoire décrit par **George et al. (2005)** a été utilisé. Un volume de 250 µL de l'extrait végétal a été additionné de 1250 µL du réactif de Folin-Ciocalteu (dilué dix fois). Le mélange est laissé agir quelque minute à température ambiante, 1000 µL de carbonate de sodium (Na₂CO₃) à 7,5% sont ensuite ajoutés. Après incubation dans un bain Marie pendant 15 min à 50 °C. La solution est directement prolongée dans un bain de glace à l'obscurité. La lecture des absorbances a été effectuée à 760 nm.

La concentration en phénols totaux est déterminée par référence à une courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique (**Annexe 1**). Les résultats obtenus sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique (EAG) pour 100g de matière sèche (mg EAG/100 g de MS).

5. Dosage des flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes des extraits a été déterminée en utilisant la méthode colorimétrique au trichlorure d'aluminium (**Bendimerad et bougandoura, 2012**). Elle repose sur la capacité de ces composés à former par chélation du complexe jaunâtre avec les métaux notamment le fer et l'aluminium. Ce dernier est sous forme d'ion Al³⁺ après décomposition de chlorure d'aluminium. Les complexes formés sont responsables de l'absorption de la lumière dans le visible (**Djeridane et al., 2006**).

Le mode opératoire adopté est celui donné par **Djeridane et al. (2006)**. Un volume de 500 µL de la solution méthanolique au chlorure d'aluminium à 2% (*m/v*) a été ajouté pour 500 µL d'extrait dilué. Après incubation à température ambiante à l'obscurité pendant 15 min, l'absorbance du mélange réactionnel a été mesuré à une longueur d'onde de 430 nm, avec un spectrophotomètre (UV/vis).

La teneur en flavonoïdes est déterminée par référence à une courbe d'étalonnage obtenue avec la rutine. Les résultats obtenus des trois essais sont exprimés en mg équivalent de la rutine par 100 g de matière sèche (mg ER /100g MS).

6. Optimisation des conditions de l'extraction des composés phénoliques totaux

L'optimisation consiste à améliorer les performances des systèmes et d'augmenter le rendement des processus. Cette technique possède un inconvénient majeur, c'est qu'elle

n'inclut pas les effets interactifs parmi les variables, comme elle ne décrit pas les effets complémentaires des paramètres sur le processus. Dans le but de résoudre ce problème, l'outil d'optimisation le plus efficace et qui prend moins de temps est la méthodologie de surface de réponse (MSR), qui est à l'origine décrite par **Box et Wilson en 1951 (Baş et Boyacı, 2007 ; Myers et al., 1989)**.

La méthodologie de MSR est développée dans le but de déterminer les conditions de fonctionnement optimales dans l'application de l'industrie chimique (**Myers et al., 1989**).

L'optimisation des conditions d'extraction des composés phénoliques totaux à partir de la poudre de feuilles de *Cynara cardunculus* a été réalisée selon la méthode de surface de réponse (MSR). Le plan composite centré (CCD) utilise la méthode de la régression des moindres carrés pour ajuster les données à un modèle quadratique pour chaque réponse :

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^K \beta_i X_i + \sum_{i=1}^K \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1; i < j}^K \sum_{j=2}^K \beta_{ij} X_i X_j$$

Avec ;

Y : est la réponse prédite, **β_0** : une constante, **β_i** : le coefficient linéaire, **β_{ii}** : le coefficient quadratique, **β_{ij}** : l'interaction des coefficients des variables (i et j), **X_i et X_j** variables indépendantes influençant les réponses Y.

L'effet de deux variables indépendantes : la concentration du solvant et la durée de l'extraction sur la teneur en polyphénols totaux de l'extrait a été le but de l'étude (**Tableau V**).

Tableau V : Niveau des variables choisis pour les essais.

Variables indépendantes	Unités	Niveaux codés		
		-1	0	+1
Concentration en éthanol	% (v/v)	40	65	90
Temps	Min	10	30	50

7. Etude statistique

Toutes les données réalisées sont la moyenne de trois essais. La moyenne et l'écart-type pour chaque test a été calculés par Microsoft Excel 2007. Les différents résultats obtenus

pour les trois extraits ont été comparés par une analyse de la variance (ANOVA) effectuée avec le logiciel STATISTICA (version 10) avec le degré de signification des données qui est pris à la probabilité $p < 0,05$.

Dans la présente étude, l'optimisation a été réalisée à l'aide de logiciel JMP7. Cette analyse est basée sur un plan composite centré (CCD) qui comprend deux variables et trois niveaux factoriels, pour un total de 13 essais.

Résultats et discussion

1. Détermination d'un paramètre physico-chimique du cardon

1.2. Teneur en eau

Les organes végétaux sont riches en eau, généralement leur teneur est très supérieure à un et dépasse souvent dix afin de garantir leur fraîcheur (De Parceveaux et Huber, 2007).

En raison du caractère saisonnier de la production, la conservation des légumes et des fruits sur de longues durées impose la mise en œuvre de traitements spécifiques permettant l'inactivation des enzymes tissulaire et des micro-organismes qui détériorent l'aliment. La technique d'élimination de l'eau est utilisée dans le but de diminuer la disponibilité de l'eau et limiter les éventuelles dégradations des végétaux (Medjoudj et Zidoune, 2008).

Le taux d'humidité des feuilles de cardon (cultivé et sauvage) est représenté dans les deux figures suivante :

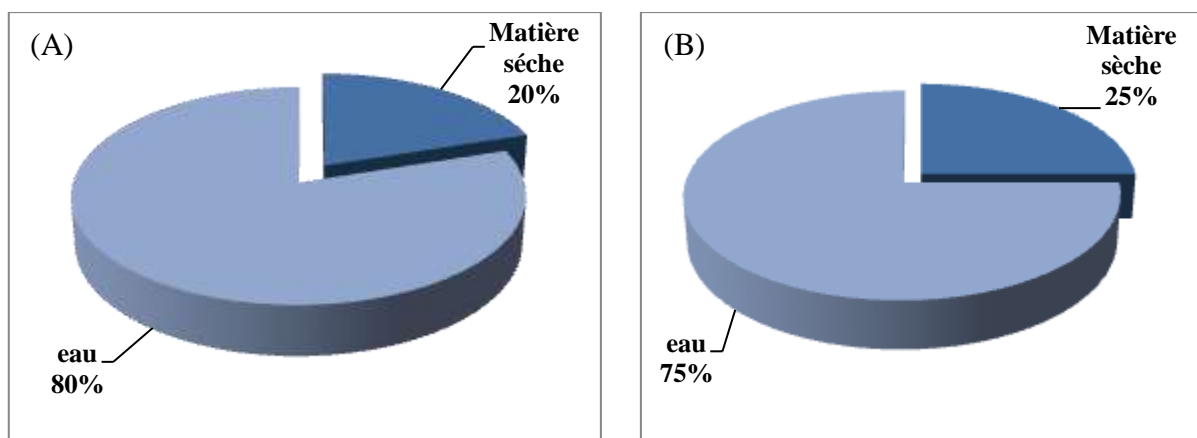


Figure 13: Humidité du cardon cultivé (A) et sauvage (B).

D'après les résultats obtenus, le taux d'humidité de feuilles du cardon cultivé et sauvage sont de 80 % et 75%, respectivement. Ces deux résultats sont inférieurs à ceux qui se situent dans l'intervalle rapporté par la littérature (de 92 à 94 %) (Madjoudj et Zidoune, 2008).

Ceci explique la dégradation et la composition lente de la feuille du cardon. En effet, le taux faible d'humidité permet mieux de conserver les propriétés antioxydantes des composés phénoliques de la poudre.

2. Etude préliminaire

L'extraction est l'une des étapes qui joue un rôle important et cruciale pour la recherche et l'étude des composés bioactifs à partir d'un échantillon de plante. En générale, l'intérêt des techniques d'extraction est l'augmentation de la concentration des composés phénoliques ciblés (Azmir et al., 2013 ; Mahmoudi et al., 2013 ; Zhang et al., 2018). Dans cette étude, deux paramètres d'extraction tels que : la concentration en éthanol et le temps sont étudiés séparément, ils ont un effet important sur le rendement en métabolites secondaires.

2.1. Effet de solvant d'extraction

L'extraction par solvants organiques est un processus conçu pour séparer les composés phénoliques solubles par la diffusion de la matière végétale. La solubilisation des phénols est étroitement liée au degré de polymérisation en raison de l'augmentation de nombre de groupes hydroxyles. L'utilisation du mélange éthanol-eau à des hautes températures permet d'améliorer le rendement en polyphénols totaux avec des pourcentages un peu élevés d'éthanol. Ce dernier a été choisi comme l'unique solvant d'extraction, au lieu de d'autres, en raison du faible prix de l'éthanol, faible toxicité, facilité de recyclage (ce qui bon d'un point de vue environnemental) et une bonne polarité pour extraire les composants d'intérêts. En ce qui concerne l'eau, il permet la solubilisation des polyphénols polaires ainsi que, le gonflement de la matrice solide, permettant au solvant de pénétrer plus facilement dans la matrice, améliorer donc l'extraction des métabolites secondaires et la préservation de leur activité antioxydante (Zhao et al., 2014 ; Chirinois et al., 2007 ; Savova et al., 2007).

L'efficacité de la procédure d'extraction a été exprimée en pourcentage de rendement d'extraction sur la base sèche (%) (Özbek et al., 2020). Le rendement en polyphénols extraits augmentait à mesure que le volume d'éthanol augmentait et atteignait une valeur maximale à 80% (v/v), ce qui est probablement du à l'augmentation de la solubilité des composés phénoliques. Notre résultat est similaire à celui décrit par Scavo et al. (2019) où la concentration en éthanol de 80% est préférable pour une meilleure extraction des composés bioactifs.

Toutefois, il n'existe pas de différences significatives pour des concentrations 40%, 60% et 80% avec des rendements en phénols totaux de 5018,90±98,63 ; 6214,54±580,59 et 6576,02±728,80 (mg EAG/100 g MS), respectivement. Par contre, les concentrations d'éthanol de 0%, 20% et 95% ont enregistré des taux de polyphénols totaux plus faibles avec

une différence significative à $P \leq 0.05$, qui sont de $1598,82 \pm 41,70$; $2859,34 \pm 153,77$ et $3577,65 \pm 146,03$ mg EAG/100 g MS, respectivement.

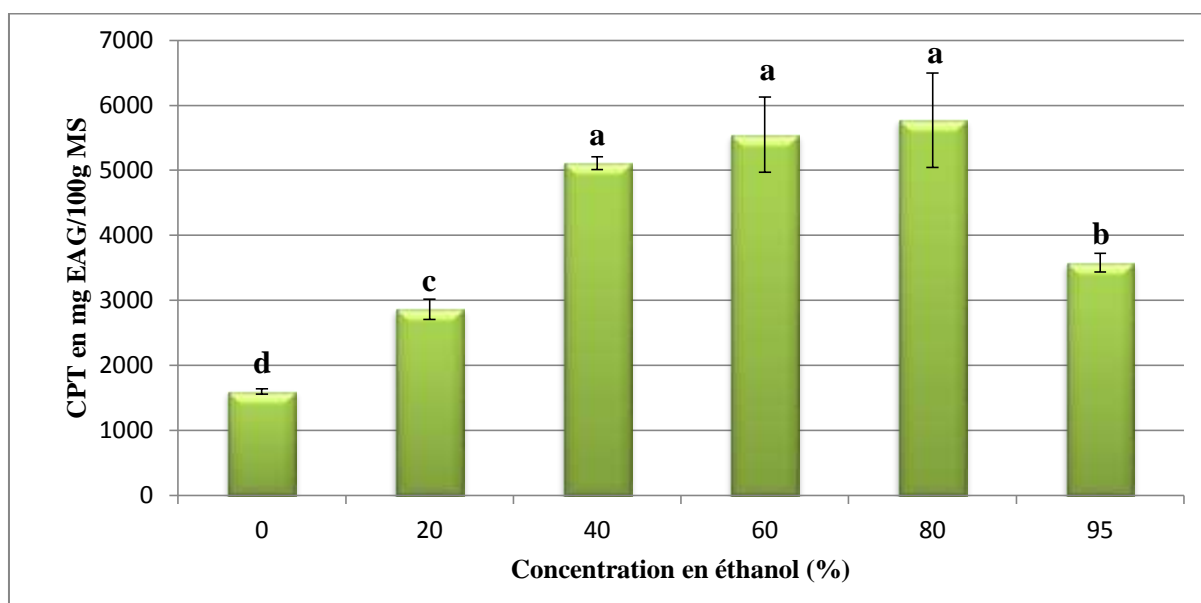


Figure 14: Teneurs en composés phénoliques des extraits obtenus en fonction de différentes concentrations en éthanol.

Les tirets sur les barres représentent les écarts types de rendement en composés phénoliques. Les valeurs qui portent les mêmes lettres signifient qu'il n'existe pas de différences significatives à $P \leq 0,05$ entre elles (**Annexe 3**).

2.2. Effet du temps d'extraction

Le temps d'extraction est un autre facteur important qui influence le processus d'extraction des métabolites secondaire. C'est le temps pendant lequel le solvant d'extraction et la matrice sont en contact, allant de quelques minutes à plusieurs heures, dont il influence la libération successive du soluté de la matrice au solvant. Cela donne une efficacité pour l'extraction (**Falleh et al., 2008 ; Michiels et al., 2012 ; Santos-Buelga et al., 2012**).

Une extraction à long terme, n'améliore pas toujours l'efficacité de ce processus. De nombreux chercheurs se tournent vers la possibilité d'oxydation des composés phénoliques, ce qui peut entraîner une baisse des résultats (**Druzynska et al., 2007 ; Santos-Buelga et al., 2012**).

Dans notre cas, le processus d'extraction a été réalisé en utilisant le temps d'extraction allant de 5 jusqu'à 50 min. L'interprétation des résultats obtenus, montre que le

rendement d'extraction des composés phénoliques augmente avec le temps et atteint un maximum à 40 min, puis diminue au fur et à mesure de l'extraction (**Figure 15**).

Le temps de 40 min est inférieur à celui trouvé par **De Faria et al. (2017)** qui est de 60 min. Ce résultat obtenu est favorable pour l'extraction des polyphénols, éventuellement à cause de l'augmentation de la solubilité des composés phénoliques sur une durée plus longue.

Cependant, aucune différence significative ($P \leq 0,05$) n'est notée entre les taux de polyphénols totaux obtenus après 10 et 40 min qui sont de $2165,12 \pm 155,84$ et $2242,98 \pm 203,97$ mg EAG/100g de MS, respectivement. L'extraction pendant 5 min a donné le taux le plus faible ($1731,36 \pm 111,26$ mg EAG/100g de MS) avec une différence significative marquée à $P \leq 0,05$. Les temps d'extraction de 30 et 50 min ont exposé des teneurs phénoliques suivantes : $1844,43 \pm 298,04$ et $1660,92 \pm 514,40$ mg EAG/100g de MS, respectivement.

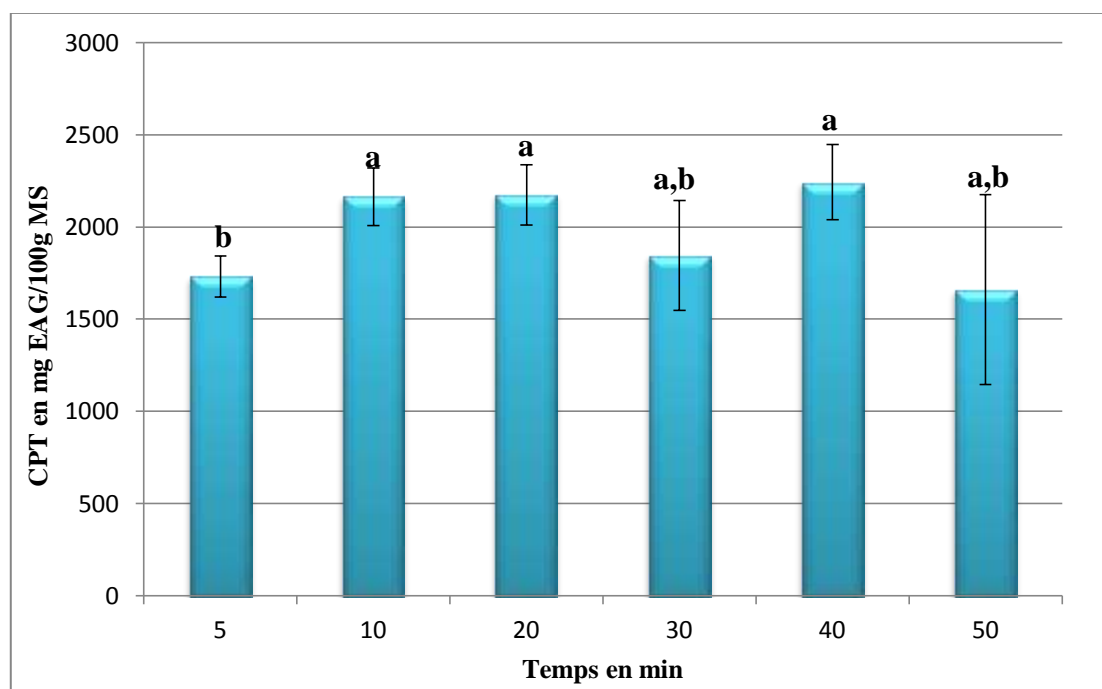


Figure 15: Teneurs en composés phénoliques des extraits obtenus avec les différents temps.

Les tirets sur les barres représentent les écarts types de taux des composés phénoliques totaux en fonction de temps d'extraction (min) à une concentration d'éthanol fixé à 80%.

Les valeurs qui portent les mêmes lettres signifient qu'il n'existe pas de différences significatives à $P \leq 0,05$ entre elles (**Annexe 4**).

3. Optimisation de l'extraction

Il existe de nombreux modèles expérimentaux adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. Parmi tous ces plans, certains sont plus fréquemment utilisés que d'autres. En effet, ils servent à optimiser l'organisation des essais, qui permet une récupération maximale des composés ciblés avec le minimum d'expériences, et la meilleure précision sur la modélisation des résultats (**Ghitscu et al., 2015 ; Khammour et al., 2013**).

3.1. Plan d'expérience composite centré

La méthode de surface de réponse a été utilisée pour optimiser les conditions expérimentales pour l'assistance par extractions ultrasons des composants fonctionnels. Par conséquent, cette extraction pourrait être un moyen potentiel pour extraire des composés de bioactivité mieux que les autres techniques d'extractions modernes (**Bezerra et al., 2008 ; Chen et al., 2015**).

La conception de Box-Wilson, également appelée conception composite centrale (CCD), est une conception expérimentale utilisée pour obtenir des informations maximales sur un processus à partir d'un nombre minimal d'expérience (**Marran et al., 2017**). La méthodologie CCD est utilisée pour planifier les expériences et déterminer les conditions optimales pour un rendement des polyphénols dans l'extrait végétale (**Yahiaoui et al., 2010**).

En CCD, la conception expérimentale centrale composite centrée sur la face (CCFC) a été utilisée dans cette étude pour déterminer les conditions optimales et étudier l'effet de deux variables (concentration en solvant et temps d'extraction) sur une seule réponse (teneur total en polyphénols). A partir des résultats expérimentaux, des variables de processus (temps d'extraction (10, 30 et 50 min) et le solvant d'extraction (40, 65 et 95%)) ont été déterminées pour un total de 13 essais, illustrées dans le **tableau VI**, avec un taux qui varie entre 263,92 et 4042,08 (mg/100 g).

Les valeurs expérimentales et prédites du modèle ont montré une bonne concordance les unes et les autres (**Tewari et al., 2020**), car ils fournissent une erreur inférieure à 8,2%.

Tableau VI : Plan d'essais des deux facteurs utilisés par MSR.

Configuration	Concentration en éthanol (%)	Temps (min)	Valeurs expérimentales en PPT (mg/100 g)	Valeurs prédites en PPT (mg/100g)
0a	65	10	666,73	845,39
0A	65	50	833,42	956,52
++	90	50	2611,37	2649,37
00	65	30	2041,87	1773,17
+-	90	10	1708,5	2343,78
00	65	30	2555,81	1773,17
a0	40	30	1347,36	1530,64
--	40	10	833,42	700,10
00	65	30	1722,39	1773,17
-+	40	50	666,73	616,76
00	65	30	1833,52	1773,17
00	65	30	2055,76	1773,17
A0	90	30	4042,07	3368,79

3.2. Analyse de la variance

L'analyse de la variance (ANOVA) est probablement la méthode statistique la plus efficace disponible pour l'analyse des données d'expériences. Il a été conçu à l'origine pour tester les différences entre plusieurs groupes de traitements différents. L'ANOVA est une méthode d'une grande complexité et subtilité avec de nombreuses variantes différentes, dont chacune s'applique dans un contexte expérimental particulier (**Armstrong et al., 2002 ; Stahle et Wold, 1989**).

Elle a été réalisée pour obtenir la signification de modèle choisie pour l'optimisation des valeurs ressorties. Dans la conception expérimentale deux variables d'entrées, la concentration d'éthanol et le temps d'extraction, et leurs trois niveaux (-1, 0, +1) ont été considérés pour l'expérimentation (**Tewari et al., 2020**).

L'analyse de la variance (ANOVA) citée dans le tableau ci-dessous, a montré que le modèle quadratique utilisé pour l'extraction par ultrasons des composés phénoliques du

cardon est représenté convenablement ($P < 0.0014$). Les résultats obtenus ont permis de déterminer le degré d'influence des facteurs étudiés (concentration en éthanol (X_1) et le temps (X_2)) sur le taux d'extraction des substances bioactives (composés phénoliques).

Tableau VII : Analyse de la variance.

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Rapport F	Prob.>F
Concentration d'éthanol (X_1)	1	5068156,4	36,3690	0,0005*
Temps (X_2)	1	135862,4	0,9749	0,3563
$X_1 * X_2$	1	285989,6	2,0523	0,1951
X_1^2	1	1269564,0	9,1104	0,0194*
X_2^2	1	4431209,8	31,7983	0,0008*
Modèle	5	10044643	14,4160	
Résidus	7	975476	Prob. > F	
Total	12	11020119	0,0014*	

Des valeurs de prob. > F à 0,05 indiquent que les effets quadratiques X_1^2 (concentration-concentration) et X_2^2 (temps-temps) sont hautement significatifs sur la teneur en polyphénols avec une probabilité de 0,0194 et 0,0008, respectivement. Dans ce cas, X_1 (concentration), X_1^2 (concentration-concentration) et X_2^2 (temps-temps) sont des termes significatifs. Au contraire, aux X_2 (temps) et $X_1 * X_2$ (concentration*temps) qui sont non significatifs avec des probabilités de 0,3563 et 0,1951, respectivement.

L'analyse de la régression a été réalisée pour adapter les données expérimentales à un modèle mathématique. L'équation polynomiale finale a été décrite en termes de facteurs codés et en éliminant les termes non significatifs :

$$Y = 2034.68 + 919.07 X_1 + 677.98 X_1^2$$

Avec ; Y : Concentration en composés phénoliques totaux.

X_1 : Concentration en éthanol.

3.2.1. Ajustement du modèle

Les manuels sur la méthodologie des surfaces de réponse soulignent généralement l'importance des tests de manque d'ajustement et de l'estimation de l'erreur pure. Pour que les tests de manque d'ajustement soient possibles et que les autres inférences soient sans biais, les expériences doivent permettre une estimation d'erreur pure. Par conséquent, il devrait impliquer des traitements répliqués. Alors que la plupart des manuels se concentrent sur les tests de manque d'ajustement dans le contexte de plans complètement aléatoires (Mylona et al., 2019).

3.2.1.1. Erreur d'ajustement

Elle définit des points critiques et les valeurs P des tests d'absence d'ajustement qui ne sont pas inclus dans la régression et qui peuvent être obtenus via la théorie de la distribution asymptotique (Aerts, 2000 ; Mylona et al., 2019).

La valeur F et la valeur P du manque d'ajustement trouvé sont de 1.8405 et 0.0014 respectivement, ce qui implique qu'elles ne sont pas significatives par rapport à l'erreur pure qu'est de 0.2801 (Tableau VIII), ainsi que l'équation du modèle est adéquate pour prédire le rendement d'extraction des composés phénoliques totaux sous n'importe quelle combinaison de variables.

Tableau VIII : Paramètres de l'ajustement du modèle.

Source	Degré(s) de liberté	Somme des carrés	Carré moyen	Rapport F
Manque d'ajustement	3	565671,42	188557	1,8405
Erreur pure	4	409804,45	102451	Prob. > F
Erreur totale	7	975475,87		0,2801 (non significatif)
R carré	0,911482			R carré max.
R carré ajusté	0,848255			0,9628

3.2.1.2. Coefficient de corrélation

L'un des principaux objectifs de la modélisation linéaire est de comprendre les sources de variation des données biologiques. En effet, le coefficient de détermination R^2

quantifie la proportion de variance expliquée par un modèle statistique linéaire, comme il représente la corrélation entre les valeurs réelles et prédites (Nakagawa et al., 2017).

Si le modèle contient beaucoup de termes inutiles, la valeur du $R^2_{\text{ajusté}}$ sera inférieure à celle de R^2 (El-Adawi et al., 2011). Dans la présente étude, la valeur de R^2 est de 0,9114 (Figure 16), ce qui signifie qu'uniquement 0,09% des variations ne sont pas expliquées par le modèle. De plus, la valeur du coefficient de détermination ajusté est élevée ($R^2_{\text{ajusté}} = 0,8482$), ce qui confirme la haute signification du modèle.

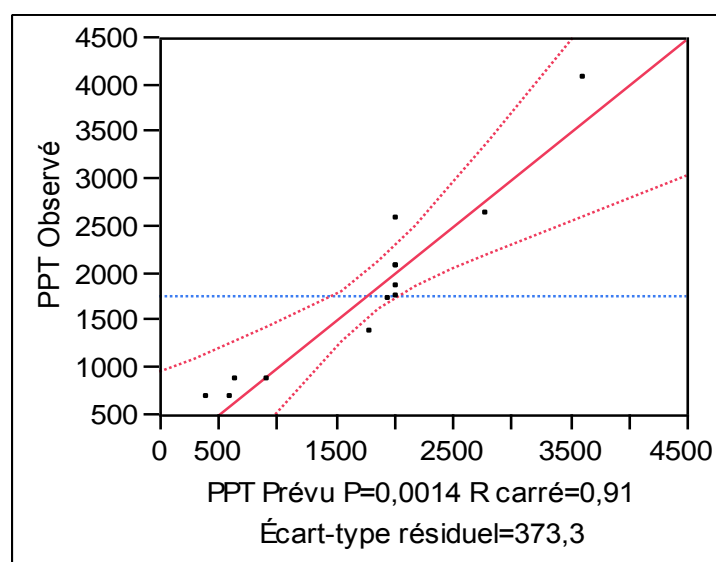


Figure 16 : Graphique des valeurs observées en fonction des valeurs prévues.

3.2.2.Effet linéaire

La surface de réponse et la représentation graphique de l'équation de régression. Elle fournit une méthode pour visualiser les relations entre les réponses et les niveaux expérimentaux de chaque variable et le type d'interaction entre deux variables. Les effets des variables indépendantes et leur interaction mutuelle sur le rendement d'extraction du CPT peut être vu sur une courbe de surface de réponse tridimensionnelle. Le graphe a été généré en traçant la réponse en utilisant l'axe Z par rapport à deux variables indépendantes tout en conservant l'autre variable indépendante.

D'après les résultats trouvés, la méthode de surface de réponse illustrée dans la figure 17 a montré l'effet de concentration d'éthanol et le temps d'extraction sur la teneur en composés phénoliques totaux. Le taux de CPT a été influencé par la polarité du solvant et

augmente de manière significative avec l'augmentation de la concentration en éthanol, il atteint le maximum à 90%. Nous constatons alors que la bonne combinaison entre le temps et la concentration en éthanol influence considérablement sur l'extraction des polyphénols totaux. Nos résultats sont en accord avec ceux donnés par **Liyana-Pathirana et Shahidi (2005)**.

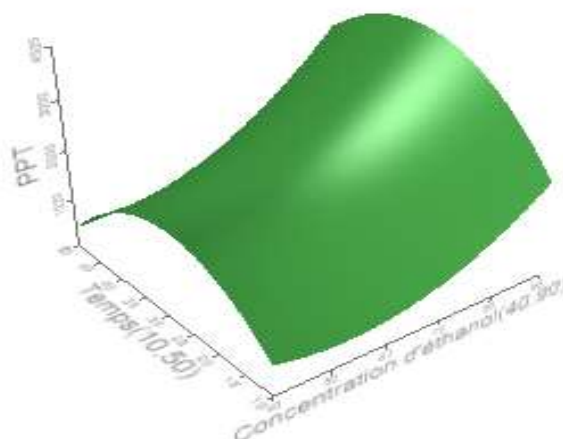


Figure 17 : Surface de réponse pour l'effet du temps d'extraction et la concentration du solvant sur les CPT du charbon.

3.3. Conditions optimales d'extraction des composés à partir de la poudre de charbon

Afin d'obtenir les conditions optimales de l'extraction des composés phénoliques totaux, une équation de régression de la méthodologie de surface de réponse a été fournie par le logiciel JMP7 (**Figure 18**).

Dans le but d'obtenir un optimum, l'extrait riche en polyphénols totaux fixé par le plan composite centré porté par le numéro 13 va subir une extraction aux conditions données par l'équation de régression avec une concentration d'éthanol de 90% à une durée de 33 min. Un dosage des polyphénols totaux et flavonoïdes va être appliqué pour l'optimum obtenu.

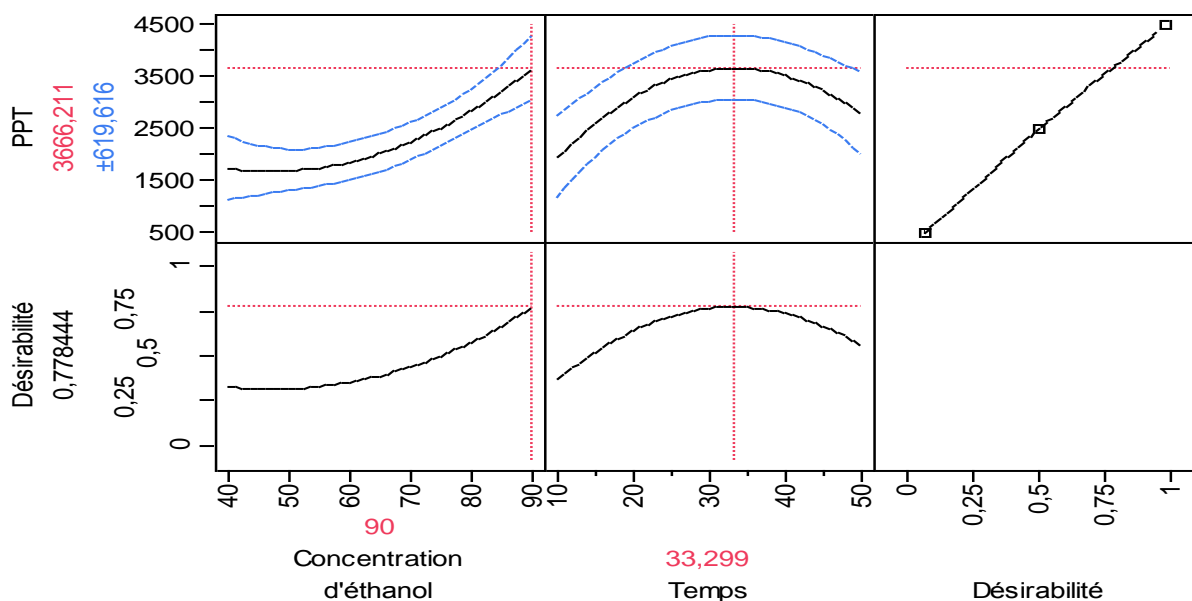


Figure 18 : Valeurs des paramètres optimaux de l'extraction des composés phénoliques totaux.

3.3.1. Validation du modèle

Dans les plans d'expériences, le model mathématique relie la réponse aux facteurs qui l'influence, ainsi il peut d'écrire correctement le phénomène étudié car la valeur expérimentale est proche de la valeur prédite.

Les conditions optimales d'extraction ont été recherchées en utilisant la méthode de RSM, une technique générale d'optimisation des fonctions. Le logiciel JMP 7 a été configuré pour rechercher la désirabilité optimale des variables de réponse, c'est-à-dire le rendement maximal de polyphénols totaux (CPT). La vérification de la validité est l'adéquation de modèle d'extraction prédictif ont été réalisées dans ces conditions optimales de la concentration du solvant et du temps de contact.

L'hypothèse donné par l'équation de régression de la méthodologie de la surface de réponse avec une valeur prédite de $3666,21 \pm 619,62$ (mg EAG/100g de PS) à été confirmé par le résultat obtenue à une concentration d'éthanol de 90% pendant 33 min, qui est d'ordre de $4042,02 \pm 666,73$ (mg EAG/100g de MS).

Le tableau ci-dessous représente les conditions expérimentales optimales de l'extraction des composés phénoliques du carbon.

Tableau IX: Comparaison entre les valeurs expérimentales et prédites en termes de teneur en CPT pour les paramètres optimaux.

Temps (Min)	Concentration d'éthanol (%)	Valeurs expérimentales CPT (mg EAG/100 g de MS)	Valeurs prédites CPT (mg EAG/100g de MS)
33	90	4042,02±666,73	3666,21±619,62

3.4. Composition de l'extrait de cardon

3.4.1. Teneur en polyphénols totaux

Les polyphénols totaux sont des molécules bioactives, sujet d'intérêt scientifique grâce à leur forte capacité antioxydante, bien qu'ils soient principalement synthétisés pour la propre défense des plantes contre le stress oxydatif. Par conséquent, la caractérisation des polyphénols comme antioxydants est essentielle à la fois pour la biologie végétale et la nutrition humaine (Csepregi et al., 2016 ; Fallah et al., 2008).

Le dosage des substances bioactives est une estimation rapide de la teneur en polyphénols totaux. Cette méthode permet d'avoir une approximation de la teneur de l'extrait en phénol qui sera exprimée par rapport à un composé de référence (acide gallique) (Tajini et al., 2020).

La courbe d'étalonnage utilisée est représentée dans l'Annexe 1. La mesure de la densité optique (DO) est réalisée contre un blanc. La DO est une droite affine d'équation $Y=0,0216 X$ avec un facteur de réhabilité $R^2= 0,9989$.

La concentration des polyphénols totaux contenus dans les extraits de feuilles séchés du *Cynara cardunculus* sont calculées en se référant à la courbe d'étalonnage sont d'ordre de 4042,02±666,73 mg EAG/100g de MS. Cependant, les valeurs rapportées par Gouveia et Castilho (2012) ont été de 184,5±3,1 mg EAG/100g de MS et 233,64±1,4 mg EAG/100 g de MS pour le cardon et l'artichaut, respectivement. Cela implique que les feuilles de notre échantillon sont plus riches en polyphénols totaux.

Cette variation peut être attribuée à des différences entre les cultivars au stade de maturation et la dispersion géographique (climat et type du sol) (Tajini et al., 2020), comme elle peut être due au type de solvant utilisé (le méthanol).

3.4.2. Teneur en flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des substances naturelles qui sont quasiment universels chez les plantes vasculaires. Ils sont couramment consommés quotidiennement sous forme de fruits et légumes, de graines, et de boissons, sont omniprésents dans les parties de la plante. Il est reconnu que plusieurs classes de flavonoïdes présentent une activité antioxydante. Ces substances bioactives sont largement connues comme de pigments naturels (Ghedira, 2005 ; Panche et al., 2016 ; Belyagoubi Benhammou, 2012 ; Lugassi et al., 2003).

La concentration des flavonoïdes dans l'extrait a été exprimée à partir de l'équation de la droite de régression $Y=0.0292X$ avec un coefficient de détermination $R^2=0,9935$ (Annexe 2). Où Y est la valeur de l'absorbance et X la concentration en mg des flavonoïdes présents dans l'échantillon.

La valeur de la densité optique (DO) obtenue a été convertie en mg d'équivalent de rutine par 100 g de MS. La concentration déterminée et le facteur de dilution ont permis de calculer la quantité des flavonoïdes dans l'extrait de cardon.

La teneur en flavonoïdes de l'extrait de feuilles de cardon étudié est de l'ordre de $1383,23\pm 616,76$ mg ER/100 g de MS. Une quantité de $2,86\pm 0,0010$ mg ER/100 g PS d'extrait de cardon et une quantité d'ordre de $97,0\pm 0,074$ mg ER/100 g MS pour l'artichaut ont été trouvées par Gouveia et Gastilho (2012), tout en utilisant la méthode de macération pour leur extraction. Cela montre que notre échantillon possède un taux assez élevé en flavonoïdes.

Notre résultat, par contre, est comparable à celui rapporté par Mahmoudi et al. (2013) qui montre que la méthode de macération est préférable pour extraire les flavonoïdes de la famille d'Astéracées (cardon et artichaut).

Conclusion et perspectives

Conclusion

Le travail exposé dans ce mémoire, organisé en quatre chapitres, s'intéresse à l'optimisation des conditions d'extraction et la valorisation des ressources naturelles, afin de contribuer à la connaissance des teneurs de certains composés bioactifs tels que les polyphénols totaux (PPT) et les flavonoïdes des feuilles de *Cynara cardunculus* L.

Le cardon soit une plante méditerranéenne bien connue et que son profil chimique et son activité biologique ont été étudiés. La méthode de surface de réponse est employée pour permettre d'extraire le maximum de PPT tout en se basant sur un plan factoriel complet considéré comme un modèle adéquat dit centrale composite.

En outre, pour une extraction efficace et optimale des composés phénoliques des feuilles de *C. cardunculus*, la technique d'extraction assistée aux ultrasons a été utilisée. Deux facteurs ont été optimisés à savoir la concentration de solvant qui est l'éthanol (0% , 20% , 40%, 60% , 80% , 95%) et le temps d'extraction (5min , 10min , 20min , 30min , 40min , 50min) avec un degré de signification des données qui est pris à la probabilité $P < 0,05$.

En ce qui concerne la conception expérimentale, les meilleures performances d'extraction à partir des feuilles de cardon ont été obtenues avec l'utilisation de la concentration en éthanol qui est de 80% (v/v) et une durée de 40 min.

Dans ces conditions optimales, le taux des polyphénols totaux était de $2822,26 \pm 111,22$ mg équivalent acide gallique/100g MS, alors que, la teneur en flavonoïdes est de l'ordre de $1383,23 \pm 101,28$ mg équivalent rutine/100g MS. A ces conditions, l'extraction révèle un meilleur rendement en polyphénols totaux accompagné d'une teneur considérable en flavonoïdes.

Ce travail n'est qu'une initiation à la connaissance de la composition de cardon et mérite une continuation afin d'élucider d'autres métabolites et d'approuver d'autres tests biologiques qui ont une influence sur le rendement d'extraction, peuvent servir de perspectives pour optimiser au mieux l'extraction en vue de son utilisations à l'échelle industrielle. D'autres critères peuvent être ajoutés en plus du rendement en polyphénols totaux, telles que l'activité antioxydante.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

À

- Amphion T. (1899).** Lyon horticole. Association horticole lyonnaise. Volume 21 à 22. P 267.
- Archontoulis, SV, Struik, PC, Vos, J., et Danalatos, NG. (2010).** Stades de croissance phénologiques de *Cynara cardunculus*: codification et description selon l'échelle BBCH. *Annales de biologie appliquée*, 156 (2), 253-270. doi: 10.1111 / j.1744-7348.2009.00384.x
- Aerts, M. (2000).** Testing lack of fit in multiple regression. *Biometrika*, 87(2), 405–424. doi:10.1093/biomet/87.2.405
- Armstrong, R. A., Eperjesi, F., & Gilmartin, B. (2002).** The application of analysis of variance (ANOVA) to different experimental designs in optometry. *Ophthalmic and Physiological Optics*, 22(3), 248–256. doi:10.1046/j.1475-1313.2002.00020.x
- Ameer, K., Shahbaz, H. M., & Kwon, J.-H. (2017).** Green extraction methods for polyphenols from plant matrices and their by-products: A Review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 16(2), 295–315. doi:10.1111/1541-4337.12253.
- Azmir, J., Zaidul, I. S. M., Rahman, M. M., Sharif, K. M., Mohamed, A., Sahena, F., ... Omar, A. K. M. (2013).** Techniques for extraction of bioactive compounds from plant materials: A review. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 426–436. doi:10.1016/j.jfoodeng.2013.01.014
- Ajila, C. M., Brar, S. K., Verma, M., Tyagi, R. D., Godbout, S., & Valéro, J. R. (2010).** Extraction and Analysis of Polyphenols: Recent trends. *Critical Reviews in Biotechnology*, 31(3), 227–249. doi:10.3109/07388551.2010.513677.
- Adebiyi, O. E., Olayemi, F. O., Ning-Hua, T., & Guang-Zhi, Z. (2017).** *In vitro* antioxidant activity, total phenolic and flavonoid contents of ethanol extract of stem and leaf of *Grewia carpinifolia*. *Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences*, 6(1), 10–14. doi:10.1016/j.bjbas.2016.12.003.
- Ali, M., Hahn, E.-J., & Paek, K.-Y. (2007).** Methyl jasmonate and salicylic acid induced oxidative stress and accumulation of phenolics in *Panax ginseng* bioreactor root suspension cultures. *Molecules*, 12(3), 607–621.

B

- Barbosa, C. H., Andrade, M. A., Vilarinho, F., Castanheira, I., Fernando, A. L., Loizzo, M. R., & Silva, A. S. (2020).** A New Insight on Cardoon: Exploring New Uses besides Cheese Making with a View to Zero Waste. *Foods*, 9(5), 564.
- Barros, L. (2021).** Seasonal variation in bioactive properties and phenolic composition of cardoon (*Cynara cardunculus* var. *altilis*) bracts. *Food Chemistry*, 336, 127744. doi:10.1016/j.foodchem.2020.127744.
- Bohui, P. S. G., Adima, A. A., Niamké, F. B., & N'Guessan, J. D. (2018).** Etude comparative de trois méthodes d'extraction des flavonoïdes totaux à partir des feuilles de

Références bibliographiques

plantes médicinales: *Azadirachta indica* et *Psidium guajava*. Journal de la Société Ouest-Africaine de Chimie, 46, 50-58.

Beloued A. (2014). Plantes médicinales d'Algérie dépt, de botanique à l'institut National Agronomique d'El-Harrach-Alger. Office des publications universitaires. P62.

Bezerra, M. A., Santelli, R. E., Oliveira, E. P., Villar, L. S., & Escaleira, L. A. (2008). Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. Talanta, 76(5), 965–977. doi:10.1016/j.Talanta.2008.05.019.

Baillon H. (1886). Histoire des plantes. Librairie Hachette. Volume 8. P 289.

Boizot N. et J.-P. Charpentier (2006). Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. Le cahier des techniques de l'INRA, Numéro spécial 2006: Méthodes et outils pour l'observation et l'évaluation des milieux forestiers, prairiaux et aquatiques, 79-82.

Bakchiche, B., & Gherib, A. (2014). Activités antioxydantes des polyphénols extraits de plantes médicinales de la pharmacopée traditionnelle d'Algérie [Antioxidant activities of polyphenol extracts from medicinal plants in Algerian traditional pharmacopoeia]. International Journal of Innovation and Applied Studies, 9(1), 167.

Boubekri C. (2014). Etude de l'activité antioxydante des polyphénols extraits de *Solanum melongena* par des techniques électrochimiques. Thèse de doctorat en chimie université Mohamed Khider-Biskra. P 24-25.

Boudet, A.-M. (2007). Evolution and current status of research in phenolic compounds. Phytochemistry, 68(22-24), 2722–2735. doi:10.1016/j.phytochem.2007.06.012.

Baş, D., Boyacı, I.H., 2007. Modeling and optimization I: Usability of response surface methodology. Journal of food engineering 78, 836-845.

Bougandoura, N., & Bendimerad, N. (2013). Evaluation de l'activité antioxydante des extraits aqueux et méthanolique de *Satureja calamintha* ssp. Nepeta (L.) Briq. Nature & Technology, (9), 14.

Belyagoubi-Benhammou, N. (2012). Activité antioxydante des extraits des composés phénoliques de dix plantes médicinales de l'Ouest et du Sud-Ouest Algérien, Université Aboubakr Belkaïd-Tlemcen, 12.



Conceição, C., Martins, P., Alvarenga, N., Dias, J., Lamy, E., Garrido, L.,... Duarte, MF (2018). Cynara cardunculus: utilisation dans la fabrication du fromage et les applications pharmaceutiques. Approches technologiques pour de nouvelles applications dans la transformation des produits laitiers. doi: 10.5772 / intechopen.76530

Cory, H., Passarelli, S., Szeto, J., Tamez, M., & Mattei, J. (2018). The Role of Polyphenols in Human Health and Food Systems: A Mini-Review. Frontiers in Nutrition, 5. doi:10.3389/fnut.2018.00087.

Références bibliographiques

Csepregi, K., Neugart, S., Schreiner, M., & Hideg, É. (2016). Comparative evaluation of total antioxidant capacities of plant polyphenols. *Molecules*, 21(2), 208. doi:10.3390/molecules21020208.

Chen, M., Zhao, Y., & Yu, S. (2015). Optimisation of ultrasonic-assisted extraction of phenolic compounds, antioxidants, and anthocyanins from sugar beet molasses. *Food Chemistry*, 172, 543–550. doi:10.1016/j.foodchem.2014.09.110.

Castleman. M. (2010). *The New healing herbs: The essential guide to more than 125 of Naturés most potent Herbal Remedies.* Edition Rodale. P76.

Collin S & Crouzet J. (2011). Polyphénols et procédés: transformation des polyphénols au travers des procédés appliqués. Lavoisier. P 5.

Chira, K., Suh, J.-H., Saucier, C., & Teissède, P.-L. (2008). Les polyphénols du raisin. *Phytothérapie*, 6(2), 75–82. doi:10.1007/s10298-008-0293-3.

Ciancolini A. (2012). Characterization and selection of globe artichoke and cardoon germplasm for biomass, food and biocompound production. Thèse de doctorat en Sciences agroressources. Université de Toulouse. P 9.

Chirinos, R., Rogez, H., Campos, D., Pedreschi, R., & Larondelle, Y. (2007). Optimization of extraction conditions of antioxidant phenolic compounds from mashua (*Tropaeolum tuberosum* Ruiz & Pavón) tubers. *Separation and Purification Technology*, 55(2), 217–225. doi:10.1016/j.seppur.2006.12.005.

Clifford, M.N.1999. Appendix 1. A nomenclature for phenols with special reference to tea Washington, DC, CRC Press, Boca Raton Florida. 41 (5): 393-397.

Casado, N., Morante-Zarzero, S., Pérez-Quintanilla, D., Câmara, J. S., & Sierra, I. (2018). Two novel strategies in food sample preparation for the analysis of dietary polyphenols: Micro-extraction techniques and new silica-based sorbent materials. *Trends in Food Science & Technology*. doi:10.1016/j.tifs.2018.06.020.

Coux.E. 2019. Le cardon, un légume oublié de l'ancien duché de Savoie.

D

Duru, M., Justes, E., Falconnier, G., Journet, E. P., Triboulet, P., & Magrini, M. B. (2017). Analyse du concept de santé globale pour accompagner les transitions agricoles et alimentaires: application au cas des légumineuses. *Agronomie, Environnement & Sociétés*, 7(1), 83-95.

Da Porto, C., & Natolino, A. (2018). Extraction kinetic modelling of total polyphenols and total anthocyanins from saffron floral bio-residues: Comparison of extraction methods. *Food Chemistry*, 258, 137–143. doi:10.1016/j.foodchem.2018.03.059.

De Candolle. A. 2018. Origin of cultivated plants. Editeur Bod-Books on Demand. P 71-72.

De Couplan. F. 2012. Les plantes et leurs noms: Histoires insolites. Editions Quae. P 130.

Références bibliographiques

De Couplan, F. (2009). Le régime végétal : plantes sauvages comestibles. Editeur François Ellebore. P 414.

Dif, M. M., Benchiha, H., Mehdadi, Z., Benali-Toumi, F., Benyahia, M., & Bouterfas, K. (2015). Étude quantitative des polyphénols dans les différents organes de l'espèce *Papaver rhoeas* L. *Phytothérapie*, 13(5), 314–319. doi:10.1007/s10298-015-0976-5.

Dieng, M., Fall, A., Diatta, K., Diatta, W., & Bassene, E. (2015). Dosage des polyphénols et activité anti-oxydante de feuilles et d'inflorescences mâles de *Borassus aethiopum*, Mart. (Arecaceae). *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 9(2), 1067. doi:10.4314/ijbcs.v9i2.41

Da Silva, R. P. F. F., Rocha-Santos, T. A. P., & Duarte, A. C. (2016). Supercritical fluid extraction of bioactive compounds. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 76, 40–51. doi:10.1016/j.trac.2015.11.013

D Archivio, M., Filesi, C., Di Benedetto, R., Gargiulo, R., Giovannini, C., & Masella, R. (2007). Polyphenols, dietary sources and bioavailability. *Annali-Istituto Superiore di Sanita*, 43(4), 348.

De Faria, E., do Carmo, R., Cláudio, A. F., Freire, C., Freire, M., & Silvestre, A. (2017). Deep Eutectic Solvents as Efficient Media for the Extraction and Recovery of Cynaropicrin from *Cynara cardunculus* L. Leaves. *International Journal of Molecular Sciences*, 18(11), 2276. doi:10.3390/ijms18112276.

Dicko, M.H., Gruppen, H., Traoré, A.S., Voragen, A.G., van Berkel, W.J., 2006. Phenolic compounds and related enzymes as determinants of sorghum for food use. *Biotechnology and Molecular Biology Review* 1, 20-37.

Drużyńska, B., Stępniewska, A., & Wołosiak, R. (2007). The influence of time and type of solvent on efficiency of the extraction of polyphenols from green tea and antioxidant properties obtained extracts. *ACTA Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria*, 6(1), 27-36.

Doré, C et Varoquaux, F. (2006). Histoire et amélioration de cinquante plantes cultivées. Edition Quae. P71.

De parveveau S ; Huber L. (2007). Bioclimatologie, concept et applications. Edition Quae P 201-205.

Djeridane, A., Yousfi, M., Nadjemi, B., Boutassouna, D., Stocker, P., & Vidal, N. (2006). Antioxidant activity of some algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. *Food Chemistry*, 97(4), 654–660. doi:10.1016/j.foodchem.2005.04.028.

F

Ferreira, I. C. F. R., Pires, T. C. S. P., Caleja, C., Santos-Buelga, C., & Barros, L. (2020). *Vaccinium myrtillus* L. fruits as a novel source of phenolic compounds with health benefits and industrial applications - a review. *Current Pharmaceutical Design*, 26. doi:10.2174/1381612826666200317132507

Références bibliographiques

Fernández, J., Curt, M. D., & Aguado, P. L. (2006). Industrial applications of *Cynara cardunculus* L. for energy and other uses. *Industrial Crops and Products*, 24(3), 222–229. doi:10.1016/j.indcrop.2006.06.010.

Fernández, J., & Curt, M. D. (2005, October). State-of-the-art of *Cynara cardunculus* as an energy crop. In *Proceedings of the 2nd World Conference on Biomass for Energy, Industry and Climate Protection* (pp. 10-14).

Falleh, H., Ksouri, R., Chaieb, K., Karray-Bouraoui, N., Trabelsi, N., Boulaaba, M., & Abdelly, C. (2008). Phenolic composition of *Cynara cardunculus* L. organs, and their biological activities. *Comptes Rendus Biologies*, 331(5), 372–379. doi:10.1016/j.crv.2008.02.008.

Fordham, R., & Hadley, P. (2003). Vegetables of temperate climates | stem and other vegetables. *Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition*, 5951–5955. doi:10.1016/b0-12-227055-x/01241-4

Foury, C. (1997). *Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée*. P 133-147.

Fleeger, J. L., & Flipse, R. J. (1964). Metabolism of Bovine Semen. XIII. Malonic Acid Metabolism by Bovine Spermatozoa. *Journal of Dairy Science*, 47(5), 535–538. doi:10.3168/jds.s0022-0302(64)88705-1.

Foster S ; Hobbs C. (2002). *A Field Guide to Western Medicinal Plants and Herbs*. Houghton Mifflin Harcourt. P 219.



Ghasemzadeh, A. (2011). Flavonoids and phenolic acids: Role and biochemical activity in plants and human. *Journal of Medicinal Plants Research*, 5(31). doi:10.5897/jmpr11.1404.

Ghitescu, R.-E., Volf, I., Carausu, C., Bühlmann, A.-M., Gilca, I. A., & Popa, V. I. (2015). Optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenols from spruce wood bark. *Ultrasonics Sonochemistry*, 22, 535–541. doi:10.1016/j.ultsonch.2014.07.013.

Greene, W. 2012. *Vegetable gardening the colonial Williamsburg Way: 18th century Methods for today's organic gardeners*. Edition Rodale. P206.

Gouveia, S. C., & Castilho, P. C. (2012). Phenolic composition and antioxidant capacity of cultivated artichoke, Madeira cardoon and artichoke-based dietary supplements. *Food Research International*, 48(2), 712–724. doi:10.1016/j.foodres.2012.05.029.

Goetz, P., et Le jeune, R. (2007). Artichaut, *Cynara scolymus*. *Phytothérapie*, 5(4), 219-222. Doi : 10.1007/s10298-007-0256-0.

Georgé, S., Brat, P., Alter, P., & Amiot, M. J. (2005). Rapid determination of polyphenols and vitamin C in plant-derived products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53(5), 1370–1373.

Ghedira, K. (2005). Les flavonoïdes: structure, propriétés biologiques, rôle prophylactique et emplois en thérapeutique. *Phytothérapie*, 3(4), 162

Références bibliographiques

Gominho, J., Curt, MD, Lourenço, A., Fernández, J., et Pereira, H. (2018). *Cynara cardunculus* L. comme biomasse et culture polyvalente: un bilan de 30 ans de recherche. *Biomass and Bioenergy*, 109, 257–275. doi: 10.1016 / j.biombioe.2018.01.001

Guibourd N J B G. (1869). Histoire naturelle des drogues simples. J.-B. Baillière et fils. Université de Californie. P 23.

ƒ

Hurtado-Barroso, S., Tresserra-Rimbau, A., Vallverdú-Queralt, A., & Lamuela-Raventós, R. M. (2017). Organic food and the impact on human health. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 1–11. doi:10.1080/10408398.2017.1394815.

Han, X., Shen, T., Lou, H., 2007. Dietary polyphenols and their biological significance. *International Journal of Molecular Sciences* 8, 950-988.

Hennebelle, T., Sahpaz, S., & Bailleul, F. (2004). Polyphénols végétaux, sources, utilisations et potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. *Phytothérapie*, 2(1), 3–6. doi:10.1007/s10298-004-0003-8.

Hala, E. A., Yasser, A. F., & Abeer, A. E. W. (2013). Application of numerical modeling for optimization of selective hot water extraction of taxifolin from milk thistle seeds. *African Journal of Biotechnology*, 10(48), 9804–9811. doi:10.5897/ajb10.1352.

ƒ

Ierna, A. et Mauromicale, G. (2010). Génotypes de *Cynara cardunculus* L. comme culture à des fins énergétiques dans un environnement méditerranéen. *Biomass and Bioenergy*, 34 (5), 754–760. doi: 10.1016 / j.biombioe.2010.01.018

ℓ

Judde, A. (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications ? *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 11(6), 414–418. doi:10.1051/ocl.2004.0414

℔

Kumar, N., & Goel, N. (2019). Phenolic acids: Natural versatile molecules with promising therapeutic applications. *Biotechnology Reports*, e00370. doi:10.1016/j.btre.2019.e00370.

Khammour, F., Laasri, L., Kenz, A., Ainane, T., Elkouali, MH, Yousfi, S., & Talbi, M. (2013). Optimisation des performances d'adsorption d'un colorant industriel sur les déchets de menthe par la conception d'expériences Plan centré sur méthode composite.

Koubaa, I., & Damak, M. (2003). A New dilignan from *Cynara cardunculus*. *Fitoterapia*, 74(1-2), 18–22. doi:10.1016/s0367-326x(02)00300-3.

Kouki, O., ... & Lizard, G. (2019). Induction de la différenciation neuronale par deux polyphénols présents dans le régime méditerranéen: le resvératrol et l'apigénine. *Territoires du vin*.

Koubaa, I., Damak, M., McKillop, A., & Simmonds, M. (1999). Constituents of *Cynara cardunculus*. *Fitoterapia*, 70(2), 212–213. doi:10.1016/s0367-326x(99)00007-6

Références bibliographiques

L

- Lorenzo, JM et Munekata, PSE (2016).** Composés phénoliques du thé vert: bienfaits pour la santé et application technologique dans les aliments. *Journal de l'Asie Pacifique de la biomédecine tropicale*, 6 (8), 709-719.
- Lim, T. K. (2013).** *Cynara cardunculus*. *Edible Medicinal And Non-Medicinal Plants*, 291–328. doi:10.1007/978-94-007-7395-0_20.
- Liu, R. H. (2004).** Potential Synergy of Phytochemicals in Cancer Prevention: Mechanism of Action. *The Journal of Nutrition*, 134(12), 3479S–3485S.
- Lugasi A., Hóvári J., Sági K. V. et Bíró L. (2003)** The role of antioxidant phytonutrients in the prevention of diseases. *Acta Biologica Szegediensis* 47 (1-4) ,119-125.
- Liyana-Pathirana, C., Shahidi, F. (2005).** Optimization of extraction of phenolic compounds from wheat using response surface methodology. *Food chemistry* 93, 47-56.
- Loison. M. (2006).** Légumes anciens, saveurs nouvelles. *France Agricole*. P74.
- Lisan. B. (2015).** *Plantes alimentaires pour jardin-foret en climat tempéré*. Version V₁.

M

- Mushtaq, M. E. H. V. E. S. H., & Wani, S. M. (2013).** Polyphenols and human health: a review. *International Journal of Pharma and Bio Sciences*, 4(2), 338-360.
- Macheix J-J ; Fleuriet A ; Christian J. A. (2005).** Les composés des végétaux, un exemple de métabolites secondaire d'importance économique. *PPUR presses polytechnique*. P 7.
- Martin, S., & Andriantsitohaina, R. (2002).** Mécanismes de la protection cardiaque et vasculaire des polyphénols au niveau de l'endothélium. *Annales de Cardiologie et d'Angéiologie*, 51(6), 304–315. doi:10.1016/s0003-3928(02)00138-5.
- Mohammedi Z. (2006).** Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen. Thèse de Magister en Biologie Option : Produits naturels, Activités biologiques et synthèse. P 15.
- Macheix, J.-J. (1996).** Les composés phénoliques des végétaux: quelles perspectives à la fin du XXème siècle? *Acta Botanica Gallica*, 143(6), 473–479.
- Mason, T., Chemat, F., & Vinatoru, M. (2011).** The Extraction of Natural Products using Ultrasound or Microwaves. *Current Organic Chemistry*, 15(2), 237–247. doi:10.2174/138527211793979871
- Mahmoudi, S., Khali, M., & Mahmoudi, N. (2013).** Etude de l'extraction des composés phénoliques de différentes parties de la fleur d'artichaut (*Cynara scolymus* L.). *Nature & Technology*, (9), 35.
- Morren C F A. (1845).** *Annales de la société royale d'agriculture et de botanique de Gand*. Au-Local de la société (casino). Volume 4. P 160.

Références bibliographiques

Mandim, F., Petropoulos, S. A., Dias, M. I., Pinela, J., Kostic, M., Soković, M., ... & Barros, L. (2020). Seasonal variation in bioactive properties and phenolic composition of cardoon (*Cynara cardunculus* var. *altilis*) bracts. *Food Chemistry*, 336, 127744.

Makoi J.H.J.R., Ndakidemi P.A. 2007. Biological, ecological and agronomic significance of plant phenolic compounds in rhizosphere of the symbiotic legumes. *African Journal of Biotechnology*, 6(12), 1358-1368.

Myers, R. H., Khuri, A. I., & Carter, W. H. (1989). Response Surface Methodology: 1966–1988. *Technometrics*, 31(2), 137–157. doi:10.1080/00401706.1989.10488509.

Medjoudj, H., & Zidoune, M. N. (2008). Etude du comportement au séchage du cardon. *Revue des Energies Renouvelables (SMSTS'08 Alger)*, 285-300.

Muanda, F. N. (2010). Identification de polyphénols, évaluation de leur activité antioxydante et étude de leurs propriétés biologiques. Thèse de doctorat en Chimie organique. Ecole doctorale SESAMES Université Paul Verlaine-Metz, 294.

Mylona, K., Gilmour, S. G., & Goos, P. (2019). Optimal blocked and split-plot designs ensuring precise pure-error estimation of the variance components. *Technometrics*, 1–28. doi:10.1080/00401706.2019.1595153.

Michiels, J. A., Kevers, C., Pincemail, J., Defraigne, J. O., & Dommes, J. (2012). Extraction conditions can greatly influence antioxidant capacity assays in plant food matrices. *Food Chemistry*, 130(4), 986–993. doi:10.1016/j.foodchem.2011.07.117.

ℵ

Namsi, A., Yammine, A., Nury, T., Vervandier-Fasseur, D., Zarrouk, A., Masmoudi-Kouki, O., ... & Lizard, G. (2019). Induction de la différenciation neuronale par deux polyphénols présents dans le régime méditerranéen: le resvératrol et l'apigénine. *Territoires du vin*.

Nawaz, H., Shi, J., Mittal, G. S., & Kakuda, Y. (2006). Extraction of polyphenols from grape seeds and concentration by ultrafiltration. *Separation and Purification Technology*, 48(2), 176–181. doi:10.1016/j.seppur.2005.07.006.

Nakagawa, S., Johnson, PC et Schielzeth, H. (2017). Le coefficient de détermination R² et le coefficient de corrélation intra-classe issus de modèles linéaires généralisés à effets mixtes revisités et développés. *Journal of the Royal Society Interface*, 14 (134), 20170213.

Nkhili, E. Z. (2009). Polyphénols de l'Alimentation: Extraction, Interactions avec les ions du Fer et du Cuivre, Oxydation et Pouvoir antioxydant. Diplôme de doctorat Spécialité: Sciences des Aliments, Université d'avignon et des pays de vaucluse, 13-16.

Nielsen S. (2003). *Food Analysis : Food Science Text Serie*. Springer Science et Business Media. P 118.

○

Özbek, HN, Halahlih, F., Göğüş, F., Yanık, DK et Azaizeh, H. (2020). La coque de pistache (*Pistacia vera* L.) comme source potentielle de composés phénoliques: évaluation de

Références bibliographiques

l'extraction par solvant binaire éthanol-eau sur l'activité antioxydante et la teneur phénolique des extraits de coque de pistache. Valorisation des déchets et de la biomasse, 11 (5), 2101-2110.

Oppedisano, F., Muscoli, C., Musolino, V., Carresi, C., Macrì, R., Giacotta, C., ... et Nucera, S. (2020). L'effet protecteur de l'extrait de *Cynara Cardunculus* dans la NAFLD induite par l'alimentation: participation de la sous-famille des transporteurs OCTN1 et OCTN2. *Nutriments*, 12 (5), 1435.

Olivares-Vicente, M., Barrajon-Catalan, E., Herranz-Lopez, M., Segura-Carretero, A., Joven, J., Encinar, J. A., & Micol, V. (2018). Plant-derived polyphenols in human health: biological activity, metabolites and putative molecular targets. *Current Drug Metabolism*, 19(4), 351–369. doi:10.2174/1389200219666180220095236.

℘

Pagnotta, M. A., & Noorani, A. (2013). Genetic Diversity Assessment in European *Cynara* Collections. *Genomics of Plant Genetic Resources*, 559–584.

Petropoulos, S. A., Pereira, C., Tzortzakis, N., Barros, L., & Ferreira, I. C. F. R. (2018). Nutritional Value and Bioactive Compounds Characterization of Plant Parts From *Cynara cardunculus* L. (Asteraceae) Cultivated in Central Greece. *Frontiers in Plant Science*, 9. doi:10.3389/fpls.2018.00459.

Pandino, G., Lombardo, S., Mauromicale, G., & Williamson, G. (2011). Phenolic acids and flavonoids in leaf and floral stem of cultivated and wild *Cynara cardunculus* L. genotypes. *Food Chemistry*, 126(2), 417–422. doi:10.1016/j.foodchem.2010.11.001.

Panche, A. N., Diwan, A. D., & Chandra, S. R. (2016). Flavonoids: an overview. *Journal of Nutritional Science*, 5.

Pandino, G., Lombardo, S., Mauromicale, G., & Williamson, G. (2012). Phenolic acids and flavonoids in leaf and floral stem of cultivated and wild *Cynara cardunculus* L. genotypes. *Food Chemistry*, 126(2), 417–422. doi:10.1016/j.foodchem.2010.11.001.

Pandino, G., Lombardo, S., Williamson, G., & Mauromicale, G. (2012). Polyphenol profile and content in wild and cultivated *Cynara cardunculus* L. *Ital. J. Agron*, 7(35), 254-261.

Prakash Maran, J., Manikandan, S., Vigna Nivetha, C., et Dinesh, R. (2017). Extraction assistée par ultrasons de composés bioactifs à partir de la peau de fruits de *Nephelium lappaceum* L. en utilisant une conception de surface de réponse centrée sur le visage composite central. *Journal arabe de chimie*, 10, S1145 – S1157. doi: 10.1016 / j.arabjc.2013.02.007.

Perrault. L. 1881. Lyon horticole. Edition l'université du Michigan. Volume 3 à 4. P 124-126.

Petropoulos, S., Fernandes, Â., Pereira, C., Tzortzakis, N., Vaz, J., Soković, M., ... C.F.R. Ferreira, I. (2019). Bioactivities, chemical composition and nutritional value of *Cynara cardunculus* L. seeds. *Food Chemistry*. doi:10.1016/j.foodchem.2019.03.066.

Références bibliographiques



Quebec A. (2013). Tout sur les légumes: L'Encyclopédie Visuelle des aliments. Tome 1. P91.

Quebec A. (1999). Le guide des aliments. P 24.

Quiroz. D. (2019). Invasive species compendium.



Richard.A. (1823). Botanique médicale, ou histoire naturelle et médicaments, des poisons et des aliments, tirés du règne végétal. Editeur Bechet jeune Librairie. P 370.

Rengasamy, K. R. R., Khan, H., Gowrishankar, S., Lagoa, R. J. L., Mahoomodally, F. M., Khan, Z., ... Pandian, S. K. (2018). The role of flavonoids in autoimmune diseases: therapeutic updates. *Pharmacology & Therapeutics*.

Rolland, Y. (2004). Antioxydants naturels végétaux. Oléagineux, Corps Gras, Lipides, 11(6), 419–424



Scavo, A., Pandino, G., Restuccia, C., Parafati, L., Cirvilleri, G., & Mauromicale, G. (2019). Antimicrobial activity of cultivated cardoon (*Cynara cardunculus* L. var. *altilis* DC.) leaf extracts against bacterial species of agricultural and food interest. *Industrial Crops and Products*, 129, 206–211. doi:10.1016/j.indcrop.2018.12.005.

Santos-Sánchez, NF, Salas-Coronado, R., Hernández-Carlos, B., et Villanueva-Cañongo, C. (2019). Voie de l'acide shikimique dans la biosynthèse des composés phénoliques. Dans les aspects physiologiques des plantes des composés phénoliques . IntechOpen.

Sonnante, G., Morgese, A., Sonnante, G., & Pignone, D. (2012). The evolution of cynara: diversity and domestication of artichoke and cardoon. *Acta Horticulturae*, (942), 61–66.

Santos-Buelga, C., Gonzalez-Manzano, S., Dueñas, M., & Gonzalez-Paramas, A. M. (2012). Extraction and Isolation of Phenolic Compounds. *Natural Products Isolation*, 427–464. doi:10.1007/978-1-61779-624-1_17.

Savova, M., Kolusheva, T., Stourza, A., & Seikova, I. (2007). The use of group contribution method for predicting the solubility of seed polyphenols of *Vitis vinifera* L. within a wide polarity range in solvent mixtures. *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy*, 42(3), 295-300.

Satyajit D S ; Zahid L ; Gray A. (2006). Natural products isolation. Springer Sciences et Business Media. P 34-«35.

SILVA, E., ROGEZ, H., & LARONDELLE, Y. (2007). Optimization of extraction of phenolics from *Inga edulis* leaves using response surface methodology. *Separation and Purification Technology*, 55(3), 381–387. doi:10.1016/j.seppur.2007.01.008.

Sokół-Lętowska, A., Oszmiański, J., & Wojdyło, A. (2007). Antioxidant activity of the phenolic compounds of hawthorn, pine and skullcap. *Food Chemistry*, 103(3), 853–859.

Références bibliographiques

Stalikas, C. D. (2007). Extraction, separation, and detection methods for phenolic acids and flavonoids. *Journal of Separation Science*, 30(18), 3268–3295. doi:10.1002/jssc.200700261

Stahle, L., & Wold, S. (1989). Analysis of variance (ANOVA). *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, 6(4), 259–272. doi:10.1016/0169-7439(89)80095-4

ℒ

Tsimogiannis, D., & Oreopoulou, V. (2019). Classification of phenolic compounds in plants. *Polyphenols in Plants*, 263–284.

Tsao, R. (2010). Chemistry and Biochemistry of Dietary Polyphenols. *Nutrients*, 2(12), 1231–1246.

Toscano, V., Sollima, L., Genovese, C., Melilli, M. G., & Raccuia, S. A. (2016). Pilot plant system for biodiesel and pellet production from cardoon: technical and economic feasibility. *Acta Horticulturae*, (1147), 429–442. doi:10.17660/actahortic.2016.1147.60.

Tajini, F., Bouali, Y., & Ouerghue, A. (2020). Etude de la qualité nutritionnelle de fruit de Phoenix dactylifera L.: mesure des paramètres biochimiques. *Nature & Technology*, (23), 39–49.

Tewari, R., Singh, M. K., Zafar, S., & Powar, S. (2020). Parametric optimization of laser drilling of microwave-processed kenaf/HDPE composite. *Polymers and Polymer Composites*, 096739112090570. doi:10.1177/0967391120905705.

Trivellini, A., Lucchesini, M., Maggini, R., Mosadegh, H., Villamarin, T. S. S., Vernieri, P., ... Pardossi, A. (2016). Lamiaceae phenols as multifaceted compounds: bioactivity, industrial prospects and role of “positive-stress.” *Industrial Crops and Products*, 83, 241–254. doi:10.1016/j.indcrop.2015.12.039.

Tapia Quirós, P., Montenegro-Landivar, M. F., Reig i Amat, M., Vecino Bello, X., Valderrama Angel, C. A., Cortina Pallás, J. L., ... & Saurina, X. (2019). Recovery of polyphenols from agro-industries wastes: Extraction studies. In *AGRO'2019 Book of Abstracts* (pp. 1-1).

Teixeira, T. S., Vale, R. C., Almeida, R. R., Ferreira, T. P. S., & Guimarães, L. G. L. (2017). Antioxidant potential and its correlation with the contents of phenolic compounds and flavonoids of methanolic extracts from different medicinal plants. *Revista Virtual de Química*, 9(4), 1546-1559.

Tyrbas de Chamberet. J. B. A. C et Marie Poiret. J. L.1814. Flore médicale. Editeur C. L. F Panckouche. Volume 1. P135.

Trabut, M. L. (1910). Sur une mutation inerme du *Cynara Cardunculus*. *Bulletin de La Société Botanique de France*, 57(5), 350–354. doi:10.1080/00378941.1910.10832227.

ℒ

Veiga, M., Costa, E. M., Silva, S., & Pintado, M. (2018). Impact of plant extracts upon human health: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 1–14. doi:10.1080/10408398.2018.1540969.

Références bibliographiques

Visioli, F., Lastra, C. A. D. L., Andres-Lacueva, C., Aviram, M., Calhau, C., Cassano, A., ... Edeas, M. (2011). Polyphenols and human health: A prospectus. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 51(6), 524–546. doi:10.1080/10408391003698677.

Vauzour, D., Rodriguez-Mateos, A., Corona, G., Oruna-Concha, M. J., & Spencer, J. P. E. (2010). Polyphenols and human health: Prevention of disease and mechanisms of action. *Nutrients*, 2(11), 1106–1131. doi:10.3390/nu2111106.

Vilmorin-Andrieux et Cie. (1883). Les plantes potagères: description et culture des principaux légumes des climats tempérés. Edition Vilmorin-Andrieux. P 58.

Vercauteren J ; Chèze C ; Triaud J. (1998). Polyphénols 96: 18 th international conference on polyphénols Bordeaux. (France). EditionsQuae. P 32-33.

Vermerris, W., & Nicholson, R. (2008). Families of phenolic compounds and means of classification. In *Phenolic compound biochemistry* (pp. 1-34). Springer, Dordrecht.

W

Wang, L., & Weller, C. L. (2006). Recent advances in extraction of nutraceuticals from plants. *Trends in Food Science & Technology*, 17(6), 300–312. doi:10.1016/j.tifs.2005.12.004.

Y

Yahiaoui, I., Aissani-Benissad, F., & Aït-Amar, H. (2010). Optimization of silver cementation yield in fixed bed reactor using factorial design and central composite design. *The Canadian Journal of Chemical Engineering*, 88(6), 1099-1106.

Z

Zikiou, A., Esteves, A. C., Esteves, E., Rosa, N., Gomes, S., Louro Martins, A. P., ... Barros, M. (2020). Algerian cardoon flowers express a large spectrum of coagulant enzymes with potential applications in cheese making. *International Dairy Journal*, 104689. doi:10.1016/j.idairyj.2020.104689.

Zhong, K., Wang, Q., 2010. Optimization of ultrasonic extraction of polysaccharides from dried longan pulp using response surface methodology. *Carbohydrate Polymers* 80, 19-25.

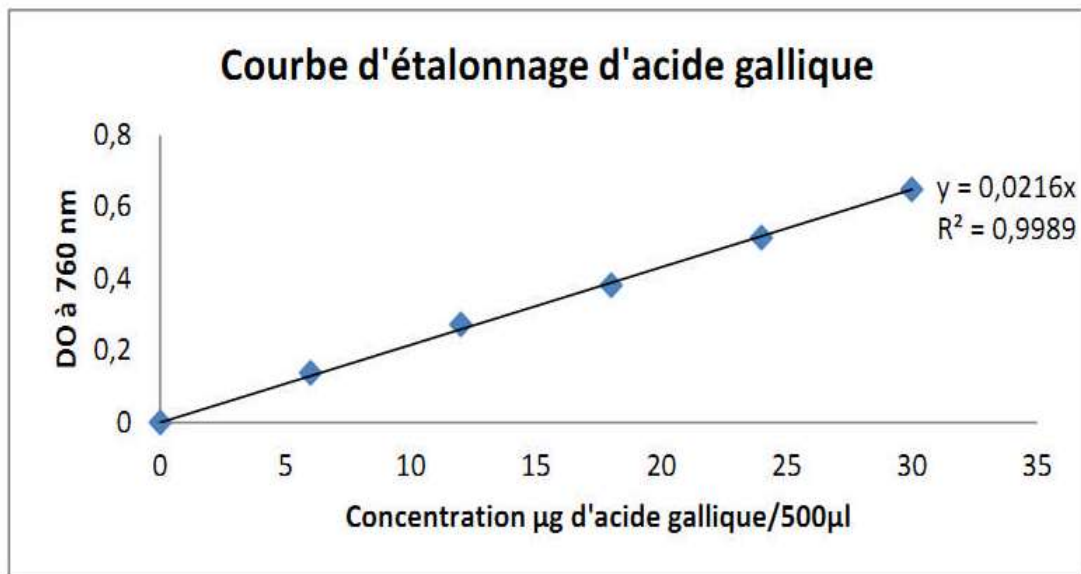
Zern, T.L., Fernandez, M.L., 2005. Cardioprotective effects of dietary polyphenols. *The Journal of nutrition* 135, 2291-2294.

Zhao, Y., Hou, Y., Tang, G., Cai, E., Liu, S., Yang, H., ... Wang, S. (2014). Optimization of ultrasonic extraction of phenolic compounds from *Epimedium brevicornum* maxim using response surface methodology and evaluation of Its antioxidant activities *in vitro*. *Journal of Analytical Methods in Chemistry*, 2014, 1–7. doi:10.1155/2014/864654.

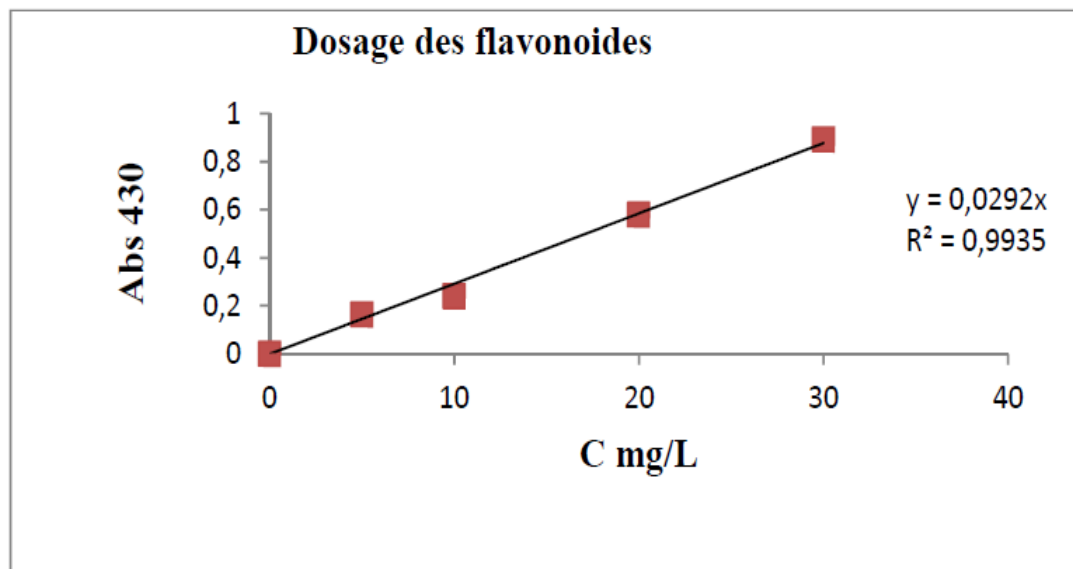
Zhang, Q. W., Lin, L. G., & Ye, W. C. (2018). Techniques for extraction and isolation of natural products: a comprehensive review. *Chinese medicine*, 13(1), 20.

Annexes

Annexe 1 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols totaux.



Annexe 2 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes.



Annexes

Annexe 3 : Résultats de l'étude statistique pour l'effet du solvant d'extraction (éthanol).

1	1598,821		****		
2	2859,341			****	
6	3577,652				****
3	5106,959	****			
4	5547,214	****			
5	5769,659	****			

1 : éthanol à 0% ; **2** : éthanol à 20% ; **3** : éthanol à 40% ; **4** : éthanol à 60% ; **5** : éthanol à 80% , **6** : éthanol à 95%.

Annexe 4 : Résultats de l'étude statistique pour l'effet du temps.

1	1770,289		****
6	1994,587	****	****
4	2042,784	****	****
2	2265,228	****	
3	2283,765	****	
5	2372,743	****	

1 : 5 min ; **2** : 10 min ; **3** : 20 min ; **4** : 30 min ; **5** : 40 min , **6** : 50 min.

Résumé

Cynara cardunculus L. est une plante vivace appartenant à la famille des Astéracées, c'est une plante d'une grande qualité nutritive. La présente étude est portée sur l'optimisation de l'extraction des antioxydants (composés phénoliques) de la poudre de feuilles de cette plante, en utilisant la méthode de surface de réponse développée par le plan composite centré. Les conditions expérimentales optimales permettant une maximisation de l'extraction des polyphénols de feuilles de *C. cardunculus*, sont la concentration en éthanol qui est d'ordre de 80%(v/v) pour un temps de sonication de 40 min. Une quantification des polyphénols totaux et des flavonoïdes dans ces conditions a révélé des teneurs intéressantes. La concentration en polyphénols totaux est de 2822,26 ±111,22 mg équivalent acide gallique/100g MS) et celle en flavonoïdes est d'ordre de 1383,23±101,28 mg équivalent rutine /100 g MS. Par conséquent, les feuilles de *C. cardunculus* pourraient constituer un déchet à valoriser dans le domaine agroalimentaire, vu leur richesse en substances bioactives.

Mots clés : optimisation ; *Cynara cardunculus* ; méthode de surface de réponse ; polyphénols totaux ; flavonoïdes.

Abstract

Cynara cardunculus L. is a perennial plant belonging to the Asteraceae family; it is a plant of great nutritional quality. The present study is focused on the optimization of the extraction of antioxidants (phenolics compounds) from the powder leaves of this plant *Cynara*, using the response surface method developed by the central composite design. The optimal experimental conditions for maximizing the extraction of polyphenols from *C. cardunculus* leaves were the concentration of ethanol of 80% (v/v) for a sonication time of 40 min. Quantification of total polyphenols and flavonoids under these conditions revealed interesting levels. The concentration of total polyphenols was 2822.26 ± 111.22 mg gallic acid equivalent/100g DM) and that of flavonoids was of the order of 1383.23 ± 101.28 mg rutin equivalent /100 g DM. Consequently, the leaves of *C. cardunculus* could constitute a waste to be recovered in the food industry, given their richness in bioactive substances.

Keywords: optimization; *Cynara cardunculus*; response surface method; total polyphenols; flavonoids.