#### REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou

Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques Département de Biochimie-Microbiologie

## Mémoire de fin d'études



En vue de l'obtention du diplôme de Master académique

Filière: Sciences Biologiques

Spécialité : Biotechnologie Microbienne

## **Thème**

Caractérisations Biochimique, Biologique et Rhéologique des feuilles de figuier.

Optimisation d'extraction des substances bioactives.

Présenté par :

M<sup>elle</sup> Tadekkart Imene M<sup>elle</sup> Ait Benali Souad

Encadré par :  $M^{elle}$  BENAHMED DJILALI Adiba, Maître de Conférences (A) à l'UMMTO.

Devant le jury :

Président : Mr MITAHRI M. Maître de Conférences (A) à l'UMMTO

Examinateur I: Mr AMIR Y. Professeur à l'UMMTO

Examinateur II : Mr ALILI N. Maître de Conférences (B)

**Promotion: 2018-2019** 

### Remerciements

Nous remercions le bon dieu, le tout puissant de nous avoir donné la santé, la force, le courage, la patience, la persistance et nous a permis d'exploiter les moyens disponibles afin d'accomplir ce modeste travail.

Nous exprimons d'abord nos profonds remerciements à notre promotrice Mlle BENAHMED Djilali Adiba Maître de conférences(A) à l'UMMTO, qui nous a dirigé avec une grande rigueur scientifique, sa patience, ses conseils, sa grande disponibilité tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Nous adressons nos sincères remerciements aux personnels de laboratoire de l'Unité de Recherche, Matériaux, Procédés & Environnement de l'Université de Boumerdès (UR-MPE) et au Mr Nabièv, professeur à l'université de Boumerdès pour leur disponibilité et leur soutien.

Nous exprimons nos profonds remerciements aux membres de jury qui vont juger notre recherche:

Mr Mitahri. qui nous fait l'honneur de présider ce jury. Qu'il trouve ici l'expression de notre profond respect.

Mr Allili et Mr Amir pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant d'examiner ce mémoire.

Une pensé particulière pour l'ensemble des enseignants ayant contribué à notre formation durant notre cycle d'études et à tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin à l'achèvement de ce travail.

## Dédicace

## En signe de respect et de reconnaissance

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents Fatiha et Kamel; sans votre affection, vos conseils, vos sacrifices, vos encouragements, vos prières et vos efforts que vous avez déployés durant toute ma vie, ce travail n'aurait jamais pu être réalisé. Je vous présente ma pleine gratitude et mon profond respect, j'espère que Dieu vous donne la longue vie et la bonne santé, je vous aime énormément.

Mes frères et sœurs ; Djamel et sa femme Zahra, Sonia et son mari Fauzi, Souad, Aghiles, Hamid, Adel, Fouad et Aziz.

Ma nièce Racha et mon neveu Anis.

Mes meilleurs amis; Célia, Lydia, Nassima, Sarah, Dyhia, Samira et mohend qui ont cru en moi et qui m'ont toujours encouragé et avec qui j'ai passé des moments inoubliables.

Mon binôme Souad.

Mes camarades et enseignants de ma promotion.

Ainsi à tous ceux ou celles qui m'ent apporté leur soutien, réconfort moral et leur <mark>contri</mark>bution dans l'élaboration de ce mémoire.

IMENT

### Dédicace

## En signe de respect et de reconnaissance

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents KAHINA et MALEK; sans votre affection, vos conseils, vos sacrifices, vos encouragements, vos prières et vos efforts que vous avez déployés durant toute ma vie, ce travail n'aurait jamais pu être réalisé. Je vous présente ma pleine gratitude et mon profond respect, j'espère que Dieu vous donne la longue vie et la bonne santé, je vous aime énormément.

La mémoire de mes chers grands parents YOUCEF et GHNIMA qui ont disparu trop tôt. J'aurais aimé que vous soyez à mes cotés en ce jour, que ce travail soit une prière pour le repos de votre âmes.

Mon frère Mazigh et ma sœur Zahra, que dieu vous protège.

Ma grande mère OUARDIA, que j'adore énormément et mon grand père MOUHEND.

Mes oncles et tantes ainsi que, leurs enfants et à toutes mes cousins et cousines.

Mes chers: LILA, RACHDA, ZINEB et SALOUA.

Mes meilleurs amis: DYHIA, WISSAM, KENZA, THILELLI, CYLIA et MOURAD qui ont cru en moi et qui m'ont toujours encouragé.

Mon binôme IMENE.

ute la promotion : Biotechnologie Microbienne 2018-2019.

SOUAD

#### **Sommaire**

Résumé
Liste des abréviations
Liste des tableaux
Liste des figures
Introduction générale
Partie bibliographique
Chapitre I : Généralités sur Ficus carica L.
I.1. Historique3
I.2. Définition
I.3. Taxonomie4
I.4. Types de figuiers Ficus carica L
I.4.1. Formes horticoles4
I.4.2. Caprifiguiers ou dokkares5
I.5. Reproduction5
I.6. Production mondiale6
I.7. Production en Kabylie7
I.8. Exigences pédoclimatiques
I.8.1. Température7
I.8.2. Pluviométrie8
I.8.3. Types de sol
I.9. Caractères morphologiques
I.9.1. Partie sous terrain (Système racinaire)8
I.9.2. Partie aérienne8
I.10. Composition chimique des feuilles de figuier
I.11. Utilisation thérapeutique et propriétés pharmacologiques
I.12. Inconvénients des feuilles de <i>Ficus carica</i> L

### Chapitre II : généralités sur les métabolites secondaires

	15
II.2. Composés phénoliques	15
II.2.1. Flavonoïdes	15
II.2.2. Tannins	16
II.2.2.1. Tannins hydrolysables	17
II.2.2.2. Tannins condensés	17
II.2.3. Anthocyanes	17
II.2.4. Caroténoïdes	
II.2.5. Coumarines	18
II.2.6. Quinones	19
II.2.7. Saponines	19
II.2.8. Alcaloïdes	20
Partie expérimentale	
Chapitre III : matériel et méthodes	
III.1. Matériel	21
III.1.1 Matériel de laboratoire	
III.1.1 Matériel de laboratoire	21
III.1.2. Matériel végétal	21
III.1.2. Matériel végétalIII.1.3 Matériel biologique	21
III.1.2. Matériel végétal III.1.3 Matériel biologique III.2. Méthodes d'analyses	21 22
III.1.2. Matériel végétal  III.1.3 Matériel biologique  III.2. Méthodes d'analyses  III.2.1. Méthodologie de séchage	212222
III.1.2. Matériel végétal  III.1.3 Matériel biologique  III.2. Méthodes d'analyses  III.2.1. Méthodologie de séchage  III.2.2. Analyse phytochimique de la poudre des feuilles de <i>Ficus carica</i>	21222223
III.1.2. Matériel végétal  III.1.3 Matériel biologique  III.2. Méthodes d'analyses  III.2.1. Méthodologie de séchage  III.2.2. Analyse phytochimique de la poudre des feuilles de <i>Ficus carica</i> III.2.2.1. Préparation de l'infusé	2122222323
III.1.2. Matériel végétal  III.1.3 Matériel biologique  III.2. Méthodes d'analyses  III.2.1. Méthodologie de séchage  III.2.2. Analyse phytochimique de la poudre des feuilles de Ficus carica  III.2.2.1. Préparation de l'infusé  III.2.2.2. Anthocyanes	
III.1.2. Matériel végétal	

III.2.2.6. Saponosides	24
III.2.2.7. Quinones libres	25
III.2.2.8. Alcaloïdes	25
III.2.2.9. Glucosides	25
III.2.2.10. Coumarines	25
III.2.2.11.Sennosides	25
III.2.3. Analyses physico-chimiques des feuilles de figuier	26
III.2.3.1. Mesure de pH	26
III.2.3.2. Détermination de la teneur en cendres	26
III.2.3.3. Détermination de la teneur en eau	27
III.2.3.4. Détermination de l'acidité titrable	28
III.2.3.5. Dosage des sucres	29
III.2.4. Analyses rhéologiques de la poudre des feuilles de figuier	32
III.2.4.1. Indice de gonflement	32
III.2.4.2. Analyse de la granulométrie	33
III.2.4.3. Détermination de la microstructure des poudres	33
III.2.5. Extraction de la matière grasse	34
III.2.5.1 Extraction par soxhlet	34
III.2.5.2. Estérification	35
III.2.6. Optimisation des taux d'extraction des substances bioactives de la poudre	des
feuilles de Ficus carica	37
III.2.6.1. Dosage des polyphénols totaux	38
III.2.6.2. Dosage des flavonoïdes	39
III.2.6.3. Dosage des tanins	40
III.2.6.4. Dosage de la chlorophylle	41
III.2.7. Activité antibactérienne des extraits aqueux des feuilles de figuier	41
Chapitre IV : résultats et discussion	
IV.1. Résultats d'analyse phytochimique	44

IV.2. Résultats des paramètres physico-chimiques des feuilles de figuier	45
IV.3. Résultats d'analyses rhéologiques	46
IV.4. Résultats d'extraction de la matière grasse	51
IV.5. Résultats d'optimisation des taux d'extraction des substances bioactives	52
IV.5.1. Modélisation expérimentale et statistique	53
IV.5.2. Ajustement du modèle	54
IV.5.3. Effet des paramètres d'extraction sur le TPPT	55
IV.5.4. Effet des paramètres d'extraction sur le TF	56
IV.5.5. Effet des paramètres d'extraction sur le TT	58
IV.5.6. Effet des paramètres d'extraction sur la Chlorophylle totale	59
IV.6. Résultats de l''activité antibactérienne	61
Conclusion générale	65
Références bibliographiques	66
Annexes	

#### Résumé

Le présent travail a pour but de valoriser et d'analyser les feuilles de figuier. Différentes analyses biochimiques, biologiques, rhéologiques et l'optimisation d'extraction des substances bioactives ont été réalisées.

Les résultats d'analyses physico-chimiques montrent que, la poudre des feuilles de figuier présente un pH plus ou moins neutre (pH=6,60), une humidité très élevée (H%=65,63%) qui peut être expliquée par le taux de la matière sèche (MS%=34,37%), une faible teneur en cendres et en acidité titrable.

Nous constatons d'après les résultats de dosage des sucres que, les feuilles de figuier étudiées possèdent une teneur importante en sucres totaux (25,41g/l) et en saccharose (22,77g/l) alors que les sucres réducteurs sont présents à faible teneur (1,44 g/l). Concernant la composition de ces feuilles en matière grasse, quatre acides gras majoritaires sont identifiés à savoir l'acide linolénique (52.08%), Palmitique (16.12%), linoléique (14.52%) et oléique (5.54%).

Par ailleurs, l'extrait aqueux des feuilles étudiées, n'a exercé aucun effet vis-à vis les souches bactériennes testées.

L'analyse phytochimique montre que, les feuilles de *Ficus carica* sont riches principalement en polyphénols totaux, tannins et flavonoïdes.

La méthodologie de surface de réponse réalisée afin d'optimiser les taux d'extraction des substances bioactives, sous l'effet des trois paramètres (température, granulométrie et temps d'incubation), montre que, les conditions d'extraction optimales étaient: 18,36 minutes à 41,15 ° C et une granulométrie de 52,27 μm. Les valeurs de réponses maximales obtenues pour chaque paramètre sont les suivantes: rendement total en composés phénoliques (TPPT) (203,71 mg EAG / g MS), teneur en flavonoïdes (TF) (0,45 mg EQ / g MS), concentration en tannins (TT) (28,33 mg EAG / g MS.) et la concentration maximale de chlorophylle totale (0,80 mg /g).

**Mots clés** : *Ficus carica*, substances bioactives, feuilles de figuier, activité bactérienne, extraction, optimisation.

#### **Abstract**

The present work aims to enhance and analyze the fig leaves. Various biochemical, biological and rheological analyzes and optimization of extraction of bioactive substances have been carried out.

The results of physico-chemical analyzes show that the powder of fig leaves has a more or less neutral pH (pH = 6.60), a very high humidity (H% = 65.63%) which can be explained by the dry matter content (MS% = 34.37%), a low ash content and titratable acidity.

We note from the results of dosage of sugars that the fig leaves studied have a high content of total sugars (25.41g / l) and sucrose (22.77g / l) while the reducing sugars are present at low content (1.44 g / l). Regarding the composition of these fat sheets, four major fatty acids are identified namely linolenic acid (52.08%), Palmitic (16.12%), linoleic (14.52%) and oleic (5.54%).

Furthermore, the aqueous extract of the studied leaves had no effect vis-à-vis the bacterial strains tested.

Phytochemical analysis shows that the leaves of Ficus carica are rich mainly in total polyphenols, tannins and flavonoids.

The response surface methodology carried out to optimize the extraction rates of bioactive substances, under the effect of the three parameters (temperature, particle size and incubation time), shows that the optimal extraction conditions were: 36 minutes at 41.15  $^{\circ}$  C. and a particle size of 52.27  $\mu$ m. The maximum response values obtained for each parameter are as follows: total yield of phenolic compounds (TPPT) (203.71 mg EAG / g DM), flavonoid content (TF) (0.45 mg EQ / g DM), tannin concentration (TT) (28.33 mg EAG / g MS.) And the maximum concentration of total chlorophyll (0.80 mg / g).

**Key words:** Ficus carica, bioactive substances, fig leaves, bacterial activity, extraction, optimization.

#### ملخص

يهدف العمل الحالي إلى اظهار خصائص أوراق التين. تم إجراء العديد من التحليلات الكيميائية الحيوية والبيولوجية والريولوجية واستخلاص المواد النشطة بيولوجيا.

تظهر نتائج التحليلات الفيزيائية والكيميائية أن مسحوق أوراق التين له درجة حموضة محايدة إلى حد ما (درجة الحموضة = 6.60) ، ورطوبة عالية جدًا (6.63) يمكن تفسيرها بواسطة محتوى المادة الجافة (MS=34.3%) ، محتوى الرماد المنخفض والحموضة المعايرة.

نلاحظ من النتائج أن أوراق التين المدروسة بها نسبة عالية من السكريات الكلية (25.41 جم / لتر) والسكروز (22.77 جم / لتر) بينما السكريات المختزلة موجودة بكمية منخفض (1.44 جم / لتر). فيما يتعلق المادة الدهنية ، تم تحديد أربعة أحماض دهنية رئيسية هي حمض اللينولينيك (52.08 %) ، بالميتي (16.12 %) ، اللينوليك (14.52 %) والأولييك (5.54 %).

اضافة الى ذلك ، لم يكن للمستخلص المائي للأوراق التي تمت دراستها أي تأثير تجاه السلالات البكتيرية التي تم اختبارها.

يظهر التحليل الكيميائي النباتي أن أوراق نبات التين غنية بشكل رئيسي بالبوليفينول الكلي والتانين والفلافونويد.

تبين منهجية سطح الاستجابة المنفذة لتحسين معدلات استخراج المواد النشطة حيوياً ، تحت تأثير المعابير الثلاثة (درجة الحرارة ، وحجم الجسيمات ووقت الحضانة) ، أن ظروف الاستخراج المثلى هي: 36 دقيقة عند 41.15 درجة مئوية وحجم الجسيمات من 52.27 ميكرون. قيم الاستجابة القصوى التي تم الحصول عليها لكل معلمة هي كما يلي: العائد الكلي للمركبات الفينولية (203.71) (TPPT ملغ / EAG غرام (0.45) ، محتوى الفلافونويد (0.45) (TPPT ملغ / EAG ) ، تركيز التانين (ترينيداد وتوباغو) (28.33 ملغ (0.80) ملغ / غرام).

الكلمات الأساسية: المواد النشطة حيوياً، أوراق التين، النشاط البكتيري، الاستخراج، التحسين.

#### Liste des abréviations

**KV**: Kilo Volte.

**CPG**: Chromatographie Phase Gazeuse.

**PPT:** Polyphénols Totaux.

**EAG**: Equivalent d'Acide Gallique.

**EQ**: Equivalent de la Quercetine.

**MH**: Muller Hinton.

MS: Matière Sèche.

**MO**: Matière Organique.

**MEB**: Microscope Electronique à Balayage.

**TF**: Teneur en Flavonoïdes.

TT: Teneur en Tannins.

### Liste des figures

Numéro de figure	Titre de figure	Page
Figure 01	Arbre de figuier Ficus carica L.	4
Figure 02	re 02 Insecte pollinisateur sur le fruit de figuier	
Figure 03	Production des figues en tonnes dans les principaux pays du monde	7
Figure 04	gure 04 Image représentative du la	
Figure 05	Figure 05 Photo d'un bourgeon terminal du Figuier	
Figure 06	Image de la fleur à l'intérieur du fruit	10
Figure 07	Figure 07 Coupe transversale d'une figue 11	
Figure 08	Aspect des feuilles de Ficus carica L.	12
	Symptômes d'une phytophotodermatite causée par les feuilles	14
Figure 09	de Ficus carica	
Figure 10	Structure de base des flavonoïdes	16
Figure 11	Structure générale des anthocyanes	18
Figure 12	Structure des coumarines	18
Figure 13	Figure 13 Structure de 1,4-benzoquinone (A) et 9,10-antraquinone (B) 19	
Figure 14	Figure 14 Structure de la Cocaïne (A) et la morphine (B) 20	
Figure 15	Etapes d'obtention de la poudre des feuilles de Ficus carica	22
TI 46	Aspect de la poudre des feuilles de <i>Ficus carica</i> non tamisée 23	
Figure 16	Aspect de l'infusé de la poudre des	24
Figure 17	feuilles de figuier	
Figure 18	Granulométre (Laser MASTERSIZER 2000)	33
	Images de matériels utilisés pour l'extraction de la matière	35
Figure 19	grasse des feuilles de figuier: a) Soxhlet, b) Rotavapeur	
Figure 20	Etapes de dosage des PPT	38
Figure 21	Etapes de dosage des flavonoïdes	39
Figure 22	Etapes de dosage des tannins	40
Figure 23	Composition des feuilles de figuier en sucres	46
	Distribution granulaires de la poudre des feuilles de figuier à	48
Figure 24	différente tailles de grains tamisée au moyen de différents	
	tamis: a) 80μm, b) 100μm, c) 160μm, d) 200μm, e) 315μm	

	structure des poudres des feuilles de figuier de taille 115µm	50
Figure 25	(a), (b), (c) et de taille 52µm (d), (e), (f) observées sous le	
	Microscope Electronique à Balayage	
Figure 26	Contour des iso réponses des PPT	56
Figure 27	Contour des iso réponses des TF	58
Figure 28	Contour des iso réponses des TT	59
Figure 29	Contour des iso réponses de la chlorophylle totale	61

#### Liste des tableaux

Numéro de tableau		
Tableau I	Composition chimique des feuilles de Figuier <i>Ficus</i> carica	12
Tableau II	Souches bactériennes utilisées	22
Tableau III	bleau III Conditions opératoires d'analyse de CPG	
Tableau IV	Niveaux des variables utilisées dans cette étude pour la construction du plan composite centré	37
Tableau V	Matrice adoptée afin de réaliser les différentes macérations	37
Tableau VI	Extraits aqueux testés vis-à-vis les souches bactériennes	41
Tableau VII	Résultats des tests phytochimiques effectués sur la poudre des feuilles de figuier	44
Tableau VIII	Résultats de paramètres physico-chimiques des feuilles de figuier	45
Tableau IX	Résultats d'analyse granulométrique de la poudre des feuilles de figuier <i>Ficus carica</i>	49
Tableau X	Résultats d'extraction de la matière grasse de la poudre des feuilles de figuier	51
Tableau XI	Résultats de profil d'acide gras de la poudre des feuilles de figuier	51
Tableau XII	Résultats d'extraction des substances bioactives	54
Tableau XIII	Diamètres des zones d'inhibition des extraits aqueux de la poudre des feuilles de figuier	62
Tableau XIV	Photographie des résultats de l'activité antibactérienne des feuilles de figuier	63

## Introduction générale

#### Introduction générale

Depuis la plus haute antiquité, les hommes se sont soignés avec les plantes qu'ils avaient à leur disposition. Ils sont habitués à consommer et à digérer différentes espèces végétales qui sont souvent appréciées pour leurs qualités aussi bien médicinales que nutritives (Iserin et *al.*, 2001).

Cependant, l'exigence humaine de ces plantes médicinales qui sont avérées efficaces, sécurisées, peu coûteuses et culturellement acceptables augmente de plus en plus dans le monde et ce, en raison de la croissance démographique, offre insuffisant du traitement mais aussi, en raison de la résistance aux médicaments et leurs effets secondaires (Adefa et Abraha, 2011).

A cet égard, des études indiquent que, 25% des médicaments modernes sont dérivés des extraits de plantes médicinales (Robert et John, 1983).

En Algérie, la pratique de la médecine par les plantes existe depuis longtemps, en raison de la diversité de la flore qui est riche en plantes et particulièrement en plantes médicinales. Le figuier est un arbre majestueux extrêmement productif qui symbolise souvent la richesse et la fécondité. Sa culture se rencontre, en petites plantations, un peu partout en Algérie (Oran, Mostaganem, Mascara, Sétif...etc.) mais la majorité se concentre dans les arrondissements de Bejaia et de Tizi-Ouzou. Pour cette raison, il est préférable de s'attacher plus spécialement à l'étude de figueraies Kabyles qui forment le fond de la production algérienne (Tabta et Takka, 2013).

La valeur nutritionnelle et médicinale de figuier « Ficus carica L. » n'a été établie qu'avec les progrès de la médecine et de la biotechnologie. Grace à son importance économique et les hautes valeurs nutritionnelles de ces constituants tels que : les feuilles, les tiges et le fruit, qui représentent une excellente source d'antioxydants (Visioli, 1995 ; Rigide, 2002), cet arbre doit figurer dans le programme de recherche pour intégrer et mériter la place qui lui convient.

Plusieurs travaux de recherche ont été effectués sur le figuier, mais le profil phytochimique des ses feuilles n'a pas été suffisamment étudié. Lors de notre recherche bibliographique nous n'avons pas rencontré ni d'ouvrages ni de rapports comportant une étude détaillée sur les feuilles de figuier, pour cette raison, le but de la présente étude était d'enquêter sur les constituants phytochimiques, d'analyser les paramètres physicochimiques,

l'activité antibactérienne mais aussi d'optimiser les taux d'extraction des substances bioactives, des feuilles de *Ficus carica* L.

Notre travail s'articulera sur trois grandes parties : la première partie, résumera les données bibliographiques sur le figuier *Ficus carica* L. et ses substances bioactives. La deuxième partie, englobera l'étude expérimentale. La troisième partie, présente les différents résultats obtenus et leur discussion. En fin, une conclusion ponctuera notre travail.

## **Chapitre I**

Généralités sur Ficus carica

#### I.1. Historique

Le figuier *Ficus carica* L. a évolué à travers les âges, d'une plante sauvage à un arbre cultivé très apprécié. Il est souvent évoqué dans les textes anciens mais aussi dans la "Sourat Attine" du Coran (Jeddi, 2009). Les premiers rapports des recherches agronomiques sur le genre *Ficus*, ont été publiés en japonais en 1917, suivi de rapports sur la biochimie appliquée, la taxonomie et la phénologie en chinois. Ce genre a été publié pour la première fois en Systema Naturae de Carolus Linnaeus en 1735.

Le fruit de figuier est présumé à l'origine de l'Asie Occidental, ensuite il est propagé vers la région méditerranéenne par l'homme (Starr et *al.*, 2003). Sa culture remonte à 3 000 - 2 000 ans avant Jésus Christ (Jeddi, 2009).

La figue est apportée à l'Amérique en 1520 par les Espagnols, et en 1769, elle est introduite au Californie à partir du Mexique (Crisosto et *al.*, 2010). Aujourd'hui, ce fruit est cultivé dans toutes les régions du monde (Starr et *al.*, 2003). Notamment, il est utilisé comme édulcorant bien qu'avant le sucre ne soit connu (Deborah et Stéphanie, 2008).

#### I.2. Définition

Le figuier est un arbre de la famille des Moracées (Emberger, 1930). Cette famille comprend environ 1500 espèces regroupées en 52 genres, dont le genre *Ficus* décrit par Linné, représente l'un des plus grands genres de plantes médicinales, avec environ 750 espèces qui, peuvent se reconnaitre sans aucune difficulté grâce à la figue ou sycone, inflorescence puis fruit très particulier et très homogène mais aussi par la production du latex (Jander et Machado, 2008). Parmi toutes ces espèces *Ficus carica* L. est la seule espèce très cultivée et qui s'adapte très bien au climat méditerranéen.

Ficus carica L. (Figure 01) est une espèce diploïde (2n = 26) qui présente une grande diversité génétique. Elle donne de délicieux fruits comestibles appelés figues. Son arbre est habituellement d'une taille de 3 à 5 mètres mais il peut atteindre, dans certaines régions qui lui convienne particulièrement, jusqu'à 10 et 12 mètres de hauteur (Bretaudeau et Faure, 1990). Le genre Ficus signifie verrue (le lait du figuier pour soigner la verrue) et carica fait allusion à une région en Turquie (Jeddi, 2009).



Figure 01 : Arbre de figuier Ficus carica L. (photo originale).

#### I.3. Taxonomie

La taxonomie de Ficus carica L. rapportée par Chawla et al., (2012) est la suivante :

Règne: Végétal

Super-embranchement: Spermatophyte

Embranchement: Phanérogames

Sous embranchement : Angiospermes

Classe: Dicotylédones

Sous classe: Hamamélidées

Ordre: Urticales

Famille: Moracées

Genre: Ficus

Espèce: Ficus carica L.

#### I.4. Types de figuiers Ficus carica L.

Il existe deux catégories de figuiers :

#### I.4.1. Formes horticoles

Chez le figuier domestique, on trouve des variétés qui ne produisent que les figues d'automne, ils sont appelées « uniféres ». D'autres, donnent en plus une production de figues fleurs sont de type « biféres ».

#### • Figuiers bifères

Cette variété de figuier donne deux récoltes par an. Une première récolte de figues fleurs (El bakkor), en Juin-Juillet qui sont formées sur les rameaux défeuillés de l'année précédente. Elle passe l'hiver au stade « grains de poivre » pour reprendre leur développement au printemps et elle présente environ un quart de la production. Une deuxième récolte de figues d'automne (formées à l'aisselle des feuilles et des rameaux en croissance) à partir d'Août avec des figues plus petites mais plus sucrées et plus savoureuses (Mauri, 1952).

L'évolution des figues fleurs ne nécessite pas de pollinisation, elle se fait d'une manière parthénocarpique (Oukabli, 2003).

#### • Figuiers unifères

Ils ne fructifient qu'une seule fois, à la fin du mois d'Août-début septembre. Les figues se forment à partir des bourgeons de forme conique, visibles sur les rameaux en hiver.

Cependant, elles ne murissent que si elles sont visitées par le blastophage (insecte polinisateur) (Mauri, 1952).

#### I.4.2. Caprifiguiers ou dokkares

C'est la forme qui produit le pollen et assure la survie du blastophage. Ce dernier se reproduit exclusivement dans les réceptacles de cette forme. Le fruit du caprifiguier est généralement non comestible, en raison de son goût et de son consistance pailleuse (Rebour, 1968).

#### I.5. Reproduction

Ficus carica L. est une espèce dioïque, dont le pied mâle et le pied femelle sont distincts et chacun est spécialisé dans l'une des deux fonctions reproductrices du figuier (Berg, 1990).

L'arbre mâle (caprifiguier) assure la production du pollen par les étamines et l'accomplissement du cycle de l'insecte pollinisateur, qui nécessite des fleurs femelles pour se développer.

Ainsi, les figues "mâles" renferment des étamines et des fleurs femelles à styles courts, dans lesquelles les œufs sont pondus. L'arbre femelle assure la production des figues comestible. Leurs figues renferment des fleurs femelles à styles plus longs que l'ovipositeur du pollinisateur. Cependant, l'insecte pollinisateur ne peut pondre dans aucune fleur qui va se développer en graines (Kjellberg et *al.*, 1983 ; Harry et *al.*, 1994 ; Oukabli, 2003).

La pollinisation des fleurs femelles (Figure 02), s'effectue lorsque l'insecte pollinisateur dit Blastophaga psenses (Starr et *al.*, 2003) quitte les mammes (figues du caprifiguier) chargées du pollen et recherche une figue réceptive pour déposer ses œufs (Mamouni, 2002). La communication entre la cavité et l'extérieur est assurée par un orifice (l'ostiole) (Verkerke, 1989).

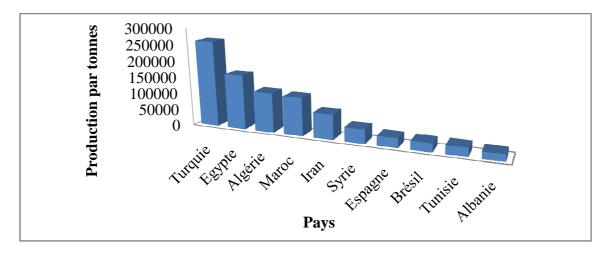


Figure 02: Insecte pollinisateur sur le fruit de figuier (Starr et al., 2003).

#### I.6. Production mondiale

L'intérêt que l'homme porte au figuier entraine sa dispersion dans plusieurs régions du monde, prouvant ainsi sa grande faculté d'adaptation et ses affinités avec les climats chauds.

Environ un million de tonnes de figues sont produites dans le monde chaque année, soit en totale 974414 tonnes en 2015 (Faostat, 2015), ainsi qu'environ 75% de la production des figues dans le monde se cultive dans les pays de la Méditerranée (Caliskan et Polat, 2011). La Turquie est en première position près du quart de la production mondiale, suivi par l'Egypte, l'Algérie et le Maroc (Faostat, 2015) (Figure 03). Les principaux clients se trouvent sur le marché européen (50% des importations mondiales de figues fraiches et 75% des importations mondiales de figues séchées). Les autres pôles de consommation sont constitués par l'Amérique du nord et Moyen-Orient (Vidaud, 1997).



**Figure 03**: Production des figues en tonnes dans les principaux pays du monde (Faostat, 2015).

#### I.7. Production en Kabylie

Plus que l'olivier, le figuier est l'arbre par excellence, celui qui est étroitement associé à la vie rurale des Berbères (E.B. et S. Chaker, 1997).

La Grande Kabylie est parmi les régions où le figuier prospère le plus et joue le rôle le plus important dans l'alimentation et la vie sociale. Peu exigeant, cet arbre pousse dans les fissures des roches aussi bien que dans les bonnes terres, mais sa production exige des soins apportés à sa culture et à son entretien. La Kabylie est la région où la culture du figuier fut la mieux étudiée (E.B. et S. Chaker, 1997).

Les Kabyles distinguent vingt-huit variétés de figuiers outre celles, dont les fruits appelés dukkar servent à la caprification. Les principales variétés sont, parmi les figues blanches : abakur amellal, tayanimt,... Pour les figues violettes : abakur aberkan, ajanjar,... La variété appelée tayanimt est la plus estimée parmi les figues blanches et la variété dite ajanjar parmi les figues violettes (E.B. et S. Chaker, 1997).

#### I.8. Exigences pédoclimatiques

#### I.8.1. Température

Le figuier se développe bien dans des zones à faible hygrométrie, fort ensoleillement et des étés chauds et secs. La température optimale moyenne pour la croissance est de 18 à 20°C, mais elles requièrent une température plus élevée (environ 30°C) durant la maturation du fruit et la phase de séchage qui apparait en août et en septembre. Pour obtenir une récolte

de haute qualité, l'humidité relative doit être autour de 40 à 50% durant la période de séchage (Commission du Codex Alimentarius, 2010).

#### I.8.2. Pluviométrie

Le figuier exige une pluviométrie de 600 à 700 mm et un mois de septembre qui doit être sec pour le séchage (Rebour, 1968). Les pluies en excès peuvent être néfastes car elles provoquent des pertes en fruits qui peuvent aller jusqu'à 50% de la récolte (Vidaud, 1997). La fécondation peut être gênée par les pluies de juin, ce qui constitue une raison pour éviter les régions trop pluvieuses (Rebour, 1968).

#### I.8.3. Types de sol

Le figuier s'adapte à une large gamme de sols, depuis les sols sableux aux sols argileux, mais il préfère les sols limono-argileux. Il tolère des pH de 6 à 7,7 mais craint les fortes concentrations en sodium et en bore (Skiredj et *al.*, 2003).

#### I.9. Caractères morphologiques

#### I.9.1. Partie sous terraine (Système racinaire)

L'activité racinaire est l'un des points forts dans l'écologie du figuier. La forte densité de son chevelu racinaire, lui permet une exploitation optimale de l'eau disponible dans le sol, ce qui explique sa résistance dans les situations très sèches (Vidaud, 1997).

#### I.9.2. Partie aérienne

#### I.9.2.1. Tronc et écorce

Le tronc est souvent droit et circulaire, son bois est tendre et cassant traversé par un canal médullaire.

L'écorce est lisse peu fissurée de couleur gris clair, conservant longtemps les traces d'insertion des feuilles. Il se manifeste sur les parties âgées de 2 à 3 ans, les parties plus jeunes passant d'un épiderme vert tendre à un brun vernissé (Vidaud, 1997).

#### I.9.2.2. Charpentières

Les branches charpentières d'un arbre sont celles qui partent directement du tronc et forme la charpente de l'arbre (Vidaud, 1997).

#### I.9.2.3. Rameaux fructifères

Le rameau est constitué d'un ensemble d'entre nœuds chaque nœud constitue le point d'insertion d'une feuille et des bourgeons axillaires (Bachi, 2011). Ces rameaux contiennent du latex (Aubineau, 2002).

#### I.9.2.4. Latex

C'est un liquide visqueux de couleur blanche (Figure 04). Il est largement distribué dans la plante (Kim et *al.*, 2008).

Par incision du tronc, le latex est recueilli. Il coagule rapidement, filtré puis desséché, il constitue la ficine brute (Bruneton, 2009). Ainsi, le latex est constitué de caoutchouc, de résine, d'albumine, de sucre, d'acide malique, d'enzymes protéolytiques (diastase, estérase, lipase), la catalase et la peroxydase (Raj et Baby, 2011). Traditionnellement, il est utilisé dans le traitement de la goutte, des ulcères et des verrues (Oliveira et *al.*, 2010).



Figure 04 : Image représentative du latex (Kim et al., 2003).

#### I.9.2.5. Bourgeon

Le bourgeon terminal du Figuier (Figure 05), est constitué de deux stipules correspondant à la dernière feuille mise en place. Dans ce bourgeon se trouve de 9 à 11 ébauches de feuilles avec leurs stipules.



Figure 05: Photo d'un bourgeon terminal du Figuier (Vidaud, 1997).

#### I.9.2.6. Inflorescence de la fleur

L'inflorescence du Figuier est très particulière. Les fleurs de la figue (Figure 06), sont hors de vue et groupés à l'intérieur du fruit.



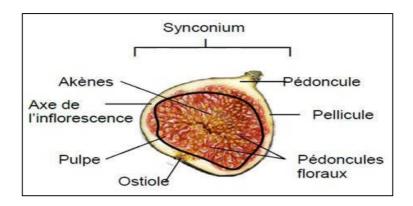
Figure 06 : Image de la fleur à l'intérieur du fruit (Vidaud, 1997).

#### I.9.2.7. Fruit

La figue n'est pas un vrai fruit, mais un réceptacle charnu (le synconium) qui abrite un grand nombre de fleurs. Lorsque la fécondation se fait, le réceptacle gonfle et les fleurs deviennent les petites graines (akènes) qui forment le fruit (Haesslein and Oreiller, 2008).

Le poids de la figue varie selon les variétés de 30 à 65g (Ouaouich et Chimi, 2005). Elle est composée d'une peau externe pigmentée (verte pur, marron, pourpre ou noire) (Chawla et *al.*, 2012), une partie interne blanche qui contienne de nombreux akènes (Joseph et Justin Raj, 2011), un ostiole (œil ou opercule) et un pédoncule (Haesslein and Oreiller, 2008)(Figure 07).

La figue peut être consommée à l'état frais, comme aliment très nourrissant, ou servie comme produit industriel. Elle peut être aussi séchée et transformée de plusieurs manières (Oukabli, 2003).

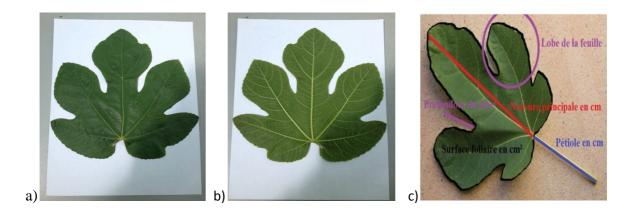


**Figure 07**: Coupe transversale d'une figue (Haesslein et Oreiller, 2008).

#### **1.9.2.8.** Feuilles

Les feuilles du figuier sont très polymorphes, caduques, grandes, larges, et fortement lobées (3 à 5 ou 7 lobes profonds selon les variétés). La face supérieure est rugueuse et de couleur vert foncé, quant à la face inférieure elle présente des nervures très saillantes de couleur vert clair (Figure 08). Leur développement est très rapide et se disposent d'une manière alterne et rarement opposée sur le rameau (Vidaud, 1997). Leurs goût est légèrement amer (Chawla et *al.*, 2012). Chaque feuille présente :

- Un limbe de plus en plus découpé (Vidaud, 1997).
- Une nervation palmée associée à ce limbe (Vidaud, 1997) qui apporte de la sève brute et reçoit de la sève élaboré (Chawla et *al.*, 2012).
- Un pétiole long et de couleur vert clair, avec une dimension variable (8 à 20 cm) (Starr et *al.*, 2003).
- Des stipules de 1 à 1,2cm (Starr et al., 2003).



**Figure 08** : Aspect des feuilles de *Ficus carica* L. (Photo originale)

a) : face supérieure, b) : face inférieure, c) : Paramètres mesurés pour la feuille.

#### I.10. Composition chimique des feuilles de figuier

La composition chimique des feuilles de l'espèce *Ficus carica* L. est mentionnée, en pourcentage, dans le tableau Suivant :

**Tableau I**: Composition chimique des feuilles de Figuier *Ficus carica*. (Baby et Justin Raj, 2011).

Composition	Feuilles (%)
Humidité	67,6
Cendres	5,3
Protéines	4,3
Fibres	4,7
Graisse	1,7
Pentosane	3,6

Il est à noter que les feuilles de Figuier contiennent aussi les carotènes, les bergaptènes, les phytostérols comme le  $\beta$ -sitostérol, les rutosides, les saponines, les acides gras libres (Baby et Justin Raj, 2011).

#### I.11. Utilisation thérapeutique et propriétés pharmacologiques

L'espèce *Ficus carica* L. est une plante médicinale. Ses diverses parties comme le fruit, l'écorce, le latex et les feuilles sont traditionnellement utilisées pour traiter plusieurs maladies telles que : les maladies gastro-intestinaux (colique, indigestion, perte d'appétit et diarrhée), respiratoires (les gorges endolories, les toux, l'asthme et les problèmes bronchiques), inflammatoires, diabète, maladies de peau, ulcères, troubles cardio-vasculaires,

les maladies du foie, la gingivite, la grippe, la dysenterie, les hémorroïdes et les cancers (Patil et *al.*, 2010 ; Josepht et Raj, 2011 ; Chawla et *al.*, 2012 ). L'activité antimicrobienne a été aussi associée à cette espèce (Monqith et Luma, 2014).

En s'intéressant à l'un des constituants de cet arbre, les feuilles de Figuier *Ficus* carica L. possèdent de nombreuses propriétés pharmacologiques et servent de source de médicaments pour plusieurs maladies :

- Elles exercent plusieurs activités d'ordre anti-inflammatoire, antioxydante, antitumorale, hypolipidémique et antimicrobienne (Badgujar et *al.*, 2014; Mawa et *al.*, 2013). Ainsi, des activités cytotoxique (Canal et *al.*, 2000), anthelminthique (Stepek et *al.*, 2005) et anticalcaire (Abdel-Gaber et *al.*, 2008).
- Elles présentent de différents principes actifs qui agissent sur l'hyperglycémie, l'hypertriglycéridémie et l'hypercholestérolémie associées au diabète. (Canal et *al.*, 2000).
- Agent hépatoprotecteur efficace en exerçant un effet protecteur significatif contre l'hépatotoxicité induite par le CCl4 (tétrachlorure de carbone) (Manik et al., 2017) et en diminuant le risque de déclenchement de la stéatose hépatique (Kherbouche et Rabah, 2016).
- Elles jouent un rôle utile dans l'accélération de la guérison des vieilles plaies en éradiquant l'infection déjà établie (Nonyelum Umeh et *al.*, 2014).
- Elles traitent les cors et les verrues (Gilles, 2012), et de la gingivite (Chawla et *al.*, 2012).
- La présence des substances biologiquement actives dans les feuilles de *Ficus carica* L. révèle leur potentiel d'application dans le secteur cosmétique (Dweck, 2003). Notamment, les phytostérols des feuilles de figuier ont été utilisés en tant qu'émulsion d'écran solaire et des additifs anti-âge dans les produits cosmétiques (Dweck, 2003).

- Elles stimulent aussi la différenciation des cellules et inhibent l'angiogenèse (Quirin, 2011).
- Elles sont traditionnellement utilisées dans le traitement du vitiligo, toux, asthme et constipation (Canal et *al.*, 1999).

#### I.12. Inconvénients des feuilles de Ficus carica L.

Les feuilles de figuier sont utilisées comme un remède populaire, mais elles doivent être utilisées avec précaution car elles peuvent causer des événements indésirables graves. La décoction de cette plante provoque une phytophotodermatite, qui est une affection provoquée par une exposition séquentielle à des substances photosensibilisantes présentes dans la plante (par exemple, les furocoumarines) et à la lumière ultraviolette. Il est important que, les dermatologues reconnaissent la phytophotodermatite (Figure 09) car elle peut parfois être diagnostiquée à tort comme une autre affection cutanée, notamment la cellulite, la teigne et la dermatite de contact allergique (Son et *al.*, 2017).



**Figure 09** : Symptômes d'une phytophotodermatite causée par les feuilles de *Ficus carica*. (Son et *al.*, 2017).

# **Chapitre II**

Généralités sur les métabolites secondaires

#### II.1. Définition

Les métabolites secondaires peuvent être définis comme des molécules indirectement essentielles à la vie des plantes, par opposition aux métabolites primaires (glucides, protéines, lipides et les acides nucléiques) qui, alimentent les grandes voies du métabolisme basal (Hanson, 2003). Ces métabolites exercent cependant une action déterminante sur l'adaptation des plantes dans leur environnement. Ils participent ainsi, de manière très efficace, à la tolérance des végétaux à des stress variés (attaques des pathogènes, prédations d'insectes, sècheresse, lumière UV) (Judd et *al.*, 2002).

Ces métabolites sont rencontrés chez toutes les plantes, mais elles sont distribuées différemment selon leurs rôles. Cette distribution varie d'une plante à l'autre. Parmi les métabolites secondaires trouvés chez les plantes, on distingue :

#### II.2. Composés phénoliques

L'appellation « polyphénols » ou « composés phénoliques » regroupe un vaste ensemble de plus de 8 000 molécules, divisées en une dizaine de classes chimiques, qui présentent toutes, un point commun : la présence dans leur structure d'au moins un cycle aromatique à 6 carbones, lui-même porteur d'un nombre variable de fonctions hydroxyles (OH) (Hannebelle et *al.*, 2004).

Les composés phénoliques sont présents dans toutes les parties des végétaux supérieures (racines, tiges, feuilles, fleurs, pollens, fruits, graines et bois) et ils sont impliqués dans de nombreux processus physiologiques comme la croissance cellulaire, la rhizogénèse, la germination des graines et la maturation des fruits. Ils sont considérés comme des molécules biologiquement actives, largement utilisés en thérapie comme vasoconstricteurs, anti-inflammatoires, inhibiteurs enzymatiques, antioxydants, anti-radicalaires et antimicrobiens (Djmai, 2008). Benahmed Djilali et *al.*, (2014) ont élaboré un jus fonctionnel naturel à base de sirop de jujube et extrait de spiruline. Les propriétés antimicrobienne, antioxydante de ce jus sont dues aux composés phénoliques du jujube et la phycocyanine comme substance anti-inflammatoire.

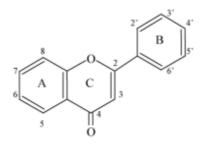
#### II.2.1. Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des substances naturelles issues de plantes, présentes dans tout le règne végétal. Ce sont des pigments responsables de la coloration des fleurs, des fruits et des feuilles. Ils sont universellement présents dans la cuticule foliaire et dans les cellules

épidermiques des feuilles, et ils sont susceptibles d'assurer la protection des tissus contre les effets nocifs du rayonnement UV.

Ces substances sont des polyphénols complexes, dont la structure (Figure 10) est constituée de deux noyaux aromatiques (noyaux A et B) reliés par un hétérocycle oxygéné (cycle C). (Docosta, 2003).

Les flavonoïdes possèdent plusieurs activités biologiques intéressantes telles que l'activité antimicrobienne (Ulanowska et *al.*, 2006), antifongique (Ortun et *al.*, 2006), anti-inflammatoire (Park et *al.*, 2008). Benahmed Dilali et *al.*, (2016), ont préparé des comprimés à base de la poudre de jujube riche en flavonoides et en croténoides. Ces comprimés peuvent être utilisés pour traiter plusieurs maladies principalement l'anémie.



**Figure 10**: Structure de base des flavonoïdes (Cushnie et Lamb, 2005).

#### II.2.2. Tannins

Les tanins sont des composés phénoliques complexes, hydrosolubles ayant un poids moléculaire compris entre 500 et 3000 Da (Kamra et *al.*, 2006). Ils sont responsables de l'astringence de nombreux fruits et légumes et de leurs produits dérivés (Sarni-Manchado et Cheynier, 2006). Ces composés naturellement produits par les plantes se caractérisent par leur facilité à se combiner à des macromolécules (protéines, polysaccharides....) (Gazengel et Orecchioni, 2012).

Ils sont utilisés comme anti-diarrhéiques et hémostatiques, mais surtout comme protecteur veineux dans le traitement des varices. Ils favorisent aussi, la régénération des tissus en cas de blessures superficielles et de brûlures.

Ces composés phénoliques sont largement employés dans l'industrie du cuir, des vernis et de la peinture (Bouhadjera, 2004) et en cosmologie sous forme de lotions.

Les scientifiques portent un très grand intérêt aux tannins. Ces derniers sont connus pour la première fois par leur propriété de transformer la peau en matériaux imputrescibles,

ainsi plusieurs études ont été menées, et qui ont aboutit à des résultats encouragent dans le domaine pharmaceutique car celles-ci présentent un effet antibactérien, antifongique, anti inflammatoire, anti diarrhéique...etc (Biayem, 2002). Benahmed Djilali et *al.*, (2018) ont préparé un gel fonctionnel antiinflammatoire cicatrisant de la membrane gastrique à base de la poudre de *Schinus terebinthifolius Raddi* qui est riche en tannins.

Selon une étude ethnobotanique réalisée par Benahmed Djilali, (2018) montre que *Pulicaria odora* est une plante médicinale classiquement utilisée par la population locale de Tizi-Ouzou et de Tipaza (nord de l'Algérie). Ses feuilles et tiges sont riches en composés phénoliques (tannins) et ont diverses utilisations populaires traditionnelles (traitement des troubles gastriques, douleurs abdominales et plaies) (Article sous presse).

On distingue deux groupes de tannins classés selon leur structure chimique en tanins hydrolysables et cathéchiques (condensés) (Charnay et Tourmeau, 2007).

#### II.2.2.1. Tannins hydrolysables

Ils sont des oligo- ou des polyesters d'un sucre qui est très généralement le glucose et d'un nombre variable de molécules d'acide phénolique, qui est soit l'acide gallique dans le cas des tannins galliques, soit l'acide hexahydroxydiphénique (HHDP) et ses dérivés d'oxydation dans le cas des tanins ellagiques (Khanbaba et Ree, 2001).

#### II.2.2.2. Tannins condensés

Appelés aussi proanthocyanidines, se sont des composés qui ne possèdent pas de sucre dans leur molécules et leur structures. Il s'agit des polymères flavoniques constitués d'unités de flavan-3-ols liées entre elles par des liaisons carbone-carbone (Bruneto, 1999).

#### II.2.3. Anthocyanes

Les anthocyanines sont des pigments hydrosolubles, responsables de la plupart des couleurs, rouges, bleues et pourpres des tissus végétaux (Figure 11). Ces substances diffèrent des flavonoïdes par leur capacité à former des structures de résonance par des changements de pH (Bagchi et *al.*, 2004). Ils sont utilisés comme diurétiques, antiseptiques urinaires et dans les troubles de la fragilité capillaire (Hennebelle et *al.*, 2004).

**Figure 11** : Structure générale des anthocyanes (Bessas et *al.*, 2007).

#### II.2.4. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments synthétisés par les végétaux. Grâce à ces pigments, les fruits et les légumes prennent des couleurs différentes orange, rouge et jaune. Les pigments les plus importants sont le béta-carotène, l'alpha-carotène et le lycopène. La plupart des caroténoïdes ont une propriété antioxydante. Leur structure polyéne leur permet d'absorber la lumière et de neutraliser l'oxygène singulet (Causse, 2008).

#### II.2.5. Coumarines

Les coumarines sont des 2H-1-benzopyran-2-ones (Figure 12). Elles sont produites en grande quantité en réponse à une attaque biotique ou abiotique. Ces composés sont connus pour leurs propriétés anticoagulante, antivirale, immunostimulante, tranquillisante, vasodilatatrice et hypotensives. Ils sont bénéfiques en cas d'infection cutanée (Vivas et Gaulejac, 2003; Bruneton, 2009).

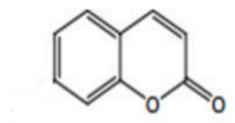


Figure 12 : Structure des coumarines (Crozier et al., 2006).

#### II.2.6. Quinones

Les quinones sont des composés oxygénés qui résultent de l'oxydation de dérivés aromatiques caractérisés par un motif 1,4-dicétocyclohexa-2,5-diénique (para-quinones) ou 1,2-dicétocyclohexa-3,5-diénique (ortho-quinones) (Figure 13) (Bruneton, 2009). Elles sont ubiquitaires dans la nature, principalement dans le règne végétal et sont très réactives (Cowan, 1999).

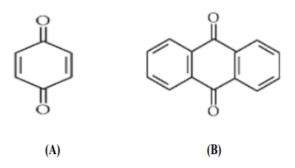


Figure 13: Structure de 1,4-benzoquinone (A) et 9,10-antraquinone (B) (Socaciu, 2007).

Les composés quinoniques existent dans le végétal à l'état libre ou combiné (sous forme d'hétérosides). Ils sont classés en benzoquinones, naphtoquinones, anthraquinones, anthracyclinones, ...selon le noyau présent dans leurs molécules (Charles et Linden, 1997).

# • Action pharmacologique et emplois

Les quinones sont des composés irritants qui ont des propriétés laxatives (émodol), phytotoxiques (juglone) et allergiques (alkyl benzoquinones). Certaines d'entre elles ont des propriétés tinctoriales comme par exemple la lawsone localisée dans les feuilles de l'arbuste tropical Henne. Elle sert à teindre en orange la soie,...et les cheveux (El Abed et Kambouche, 2003).

#### II.2.7. Saponines

Les saponines constituent un vaste groupe d'hétérosides très fréquents chez les végétaux, caractérisés par leurs propriétés tensioactives grâce à leur composition d'aglycones non polaires qui, sont liés à un ou à plusieurs sucres. Cette combinaison d'éléments structuraux polaires et non polaires explique leur comportement moussant en solution aqueuse (Vincken et *al.*, 2007 ; Bruneton, 2009).

Les saponines sont connues par leur capacité à baisser la tension superficielle. Elles facilitent la pénétration des autres substances au niveau de la peau, de l'intestin et de toutes les muqueuses (Lacaille-Dubois et Wagner, 1996). A cet effet, elles sont utilisées pour élaborer des pommades citant la pommade antibactérienne élaborée à base des saponines de feuilles de noyer (Benahmed Djilali et *al.*, 2017).

# II.2.8. Alcaloïdes

Les alcaloïdes sont des substances azotées, basiques, d'origine naturelle, avec une structure complexe qui, possèdent des activités pharmacologiques significatives.

Ils ont joué un rôle important dans la découverte des médicaments (morphines, quinine cocaïne, atropine...) (Figure 14) et dans le développement de l'industrie pharmaceutique (Omulokoli et *al.*, 1997; Bruneton, 2009). L'étude de leur mécanisme d'action a conduit à les employer comme réactifs biologiques en neurochimie et en chimiothérapie. Ils sont dotés aussi d'un pouvoir antioxydant (Račkova et *al.*, 2004).

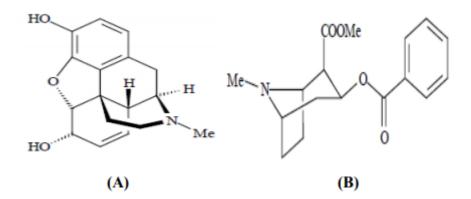


Figure 14 : Structure de la Cocaïne (A) et la morphine (B) (Hopkins, 2003).

# **Chapitre III**

Matériel et méthodes

#### Cadre de l'étude

Notre étude expérimentale a été réalisée au niveau des laboratoires pédagogiques communs (I et II ) d'analyses physicochimiques et de microbiologie de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou (UMMTO), ainsi que, le laboratoire de l'Unité de Recherche, Matériaux, Procédés et Environnement (UR-MPE) de l'Université de Boumerdès.

#### Objectif de l'étude

L'objectif principal de cette étude est d'évaluer certaines propriétés phytochimiques, physicochimiques, biologiques et rhéologiques de la poudre des feuilles de *Ficus carica*.

Le travail pratique est subdivisé en 03 parties suivantes :

- Analyses phytochimiques, physico-chimiques et rhéologiques de la poudre des feuilles de Ficus carica.
- Quantification et optimisation des taux d'extraction des substances bioactives (polyphénols totaux, tannins, flavonoïdes et chlorophylle) caractérisant l'extrait aqueux de la poudre des feuilles de *Ficus carica* séchées à 40°C en appliquant le plan d'expériences .
- Activité antibactérienne des extraits aqueux des feuilles de *Ficus carica*.

#### III.1. Matériel

#### III.1.1 Matériel de laboratoire

L'ensemble des appareillages, solvants, réactifs chimiques et milieux de culture utilisés est cité dans l'annexe 01.

#### III.1.2. Matériel végétal

L'étude est réalisée sur les feuilles de figuier *Ficus carica* de la variété blanche (TAGHANIMT), récoltées en Kabylie au niveau du village Taourirt Iheddadene (Ain el Hammam, Tizi-Ouzou), durant la période allant du mois d'avril jusqu'au mois de juin 2019.

# III.1.3 Matériel biologique

L'activité antibactérienne des extraits aqueux des feuilles de *Ficus carica* a été effectuée sur quatre souches bactériennes de référence, fournies par le laboratoire de microbiologie de département Microbiologie-Biochimie de l'Université Mouloud Mammeri (Tizi-Ouzou) (Tableau II).

Tableau II : Souches bactériennes utilisées.

Souches	Types	Références
Pseudomonas aeruginosa	Bactérie Gram négatif	ATCC 27853
Staphylococcus aureus	Bactérie Gram positif	MU50
Staphylococcus aureus	Bactérie Gram positif	ATCCC 25923
Escherichia coli	Bactérie Gram négatif	ATCC 25922

# III.2. Méthodes d'analyses

# III.2.1. Méthodologie de séchage

Les feuilles de figuier sont séchées par le procédé de séchage conventionnel à air chaud à 40°C. La Figure (15) regroupe les différentes étapes de la transformation des feuilles de figuier fraiches en poudre :

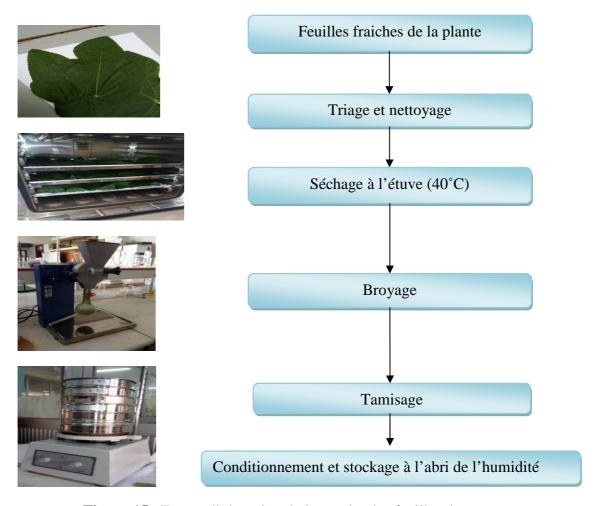


Figure 15 : Etapes d'obtention de la poudre des feuilles de Ficus carica.



Figure 16: aspect de la poudre des feuilles de Ficus carica non tamisée.

# III.2.2. Analyse phytochimique de la poudre des feuilles de Ficus carica.

Les tests phytochimiques (Screening) sont des tests qualitatifs qui permettent de caractériser les différents groupes chimiques contenus dans un organe végétal. Ce sont des réactions physicochimiques qui permettent d'identifier la présence des substances chimiques.

La mise en évidence des différentes classes des métabolites secondaires constituants la poudre des feuilles du figuier *Ficus carica*, a été faite selon les méthodes standards de screening phytochimique (Dahou et *al.*, 2013 ; Kumar et *al.*, 2010).

La quantité de la substance recherchée est proportionnelle, soit à l'intensité de précipité formé ou à la coloration.

# III.2.2.1. Préparation de l'infusé

- 10 g de la poudre non tamisée sont macérés dans 100 ml d'eau distillée ;
- Porter le mélange à l'ébullition pendant 15 min puis on filtre avec papier Wattman;
- Le filtrat est ajusté à 100 ml d'eau distillée.

L'infusé (Figure 17) ainsi obtenu est utilisé pour la recherche de certaines composés chimiques.

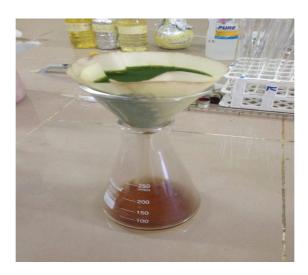


Figure 17 : aspect de l'infusé de la poudre des feuilles de figuier.

#### III.2.2.2. Anthocyanes

Introduire dans un Erlenmeyer 5 ml de l'infusé, puis on ajoute quelques gouttes d'HCl (1N). Une réaction positive donne une coloration rouge en présence des anthocyanes.

#### III.2.2.3. Tannins

Quelques gouttes de la solution de FeCL<sub>3</sub> (5%) sont ajoutées à 5 ml de l'infusé. La présence des tannins est identifiée par une coloration bleue noire de la solution.

# III.2.2.4. Tannins galliques

On sature le filtrat par l'acétate de sodium (CH<sub>3</sub>COONa), puis on lui ajoute quelques gouttes de FeCl<sub>3</sub>. La réaction est dite positive lorsqu'une coloration bleue foncée apparait.

#### III.2.2.5. Flavonoïdes

5 ml d'HCl (1N), des copeaux de Mg et 1 ml d'alcool iso butanol sont ajoutés à 5 ml de l'infusé. La réaction est dite positive lorsqu'une coloration rouge orangé apparait.

#### III.2.2.6. Saponosides

Dans deux tubes à essai fermés, on met dans l'un 5 ml d'HCl (1N) dans l'autre 5 ml de NaOH (1N). On introduit dans chacun des tubes, deux à trois gouttes de l'infusé, ensuite on l'agite verticalement pendant 30 sec et laisser reposer 15 min.

Une réaction positive est révélée par la présence ou non d'une mousse persistante.

Deux cas sont possibles :

• <u>1 <sup>er</sup> cas</u> : en présence des saponines stéroïdiennes, on obtient dans les deux tubes le même volume de la mousse.

• 2 <sup>éme</sup> cas: Si les feuilles contiennent des saponines tri terpéniques, en milieu basique il y'aura formation d'une mousse plus grande par stabilité et par volume.

#### III.2.2.7. Quinones libres

2 ml d'HCl (1N) et 20 ml de chloroforme sont ajoutés à 2 g de la poudre des feuilles de *Ficus carica*, puis on laisse le mélange reposer pendant 3 heures. Après filtration par papier filtre, 5 ml d'ammoniaque diluée dans l'eau distillée (1/2) sont ajoutés au filtrat. La réaction est dite positive lorsqu'une coloration rouge violette apparait.

#### III.2.2.8. Alcaloïdes

20 ml d'ammoniaque (1/2) et 50 ml de mélange éther-chloroforme (3/2) ont été ajoutés à 5g de la poudre de *Ficus carica*. Le filtrat est épuisé par HCl (2N).

L'identification des alcaloïdes a été réalisée grâce au réactif de Dragendroff qui donne un précipité rouge.

#### III.2.2.9. Glucosides

Quelques gouttes d'H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ont été ajoutées à 2g de la poudre des feuilles de figuier. Une coloration rouge brique ensuite violette se manifeste en présence des glucosides.

#### III.2.2.10. Coumarines

20 ml (éthanol / eau distillée) sont ajoutés à 2g de la poudre des feuilles de figuier. Bouillir le mélange pendant 15 min à reflux puis filtrer et laisser refroidir. L'identification des coumarines se fait par l'ajout de 10 gouttes de la solution KOH pure à 3 ou 5 ml de filtrat et quelques gouttes d'HCl (1N) jusqu'à l'obtention d'un milieu fortement acide. L'apparition d'un trouble traduit la présence des coumarines.

# III.2.2.11. Sennosides

On introduit 2,5 g de la poudre des feuilles de figuier dans une fiole conique plus 50 ml d'eau distillée plus 2 ml d'HCl pure concentré. Le mélange est chauffé au bain marie pendant 15 min. Après refroidissement on additionne 40 ml d'éther.

La phase organique éthérée est séparée de la phase aqueuse. La phase éthérée est séchée par l'addition du sulfate de sodium anhydre ( $Na_2SO_4H_2O$ ). Ensuite, l'excès d'eau est évaporé à température ambiante. Lorsque le résidu est refroidi, on lui ajoute 5 ml d'ammoniaque (1/2).

Les Sennosides sont caractérisées par une coloration jaune ou orange de la solution. Le chauffage de cette solution au bain-marie pendant 2 min donne une coloration violette rouge.

# III.2.3. Caractérisation physicochimique des feuilles de figuier

# III.2.3.1. Mesure de pH (NF V 05-108,1970)

# **Principe**

Le pH d'une solution des feuilles de figuier à 4% (4g de poudre des feuilles de figuier diluée dans 100 ml d'eau distillée) a été déterminé à l'aide d'un pH mètre préalablement étalonné.

# Mode opératoire

- 100 ml d'eau distillée sont ajoutés à 4 g d'échantillon broyé ;
- Bien agiter;
- Filtrer le mélange et récupérer le filtrat ;
- Etalonner le pH-mètre en utilisant une solution tampon ;
- Prélever 50 ml du volume de filtrat suffisamment important pour permettre l'immersion de l'électrode ;
- Noter ensuite la valeur du pH affichée sur le pH-mètre.

Il faut rincer l'électrode avec l'eau distillée avant et après chaque mesure puis sécher à l'aide du papier absorbant.

# III.2.3.2. Détermination de la teneur en cendres (NF V 05-113,1972)

#### **Principe**

L'échantillon est calciné à une température de 550°C dans un four à moufle jusqu'à l'obtention des cendres blanchâtres de poids constant.

# Mode opératoire

- Peser et tarer trois creusets en porcelaine vides ;
- Dans chacun de ces creusets, peser 3g d'échantillon;
- Placer les creusets dans un four à moufle fermé;
- La température est augmentée progressivement de manière à éviter une calcination violente de produit ce qui entrainerait des pertes, puis elle est maintenue à 550°C ± 15°C jusqu'à l'obtention d'une couleur blanchâtre de poids constant ;
- Retirer les creusets du four et les mettre à refroidir dans le dessiccateur, puis les peser.

# **Expression des résultats**

La matière organique a été calculée selon l'équation suivante :

$$M0\% = \frac{M1 - M2}{P} \times 100 \dots \dots \dots \dots (1)$$

Soit:

MO: Matière organique en (g);

M1: Masse de creuset + la prise d'essai en (g);

M2 : Masse de creuset après incinération en (g) ;

P: Masse de la prise d'essai (g).

La teneur en cendres (Tc %) a été déterminée comme suit :

$$Tc\% = 100 - M0\%....(2)$$

# III.2.3.3. Détermination de la teneur en eau (NF V 03-903)

# **Principe**

Le séchage des feuilles de figuier a été réalisé dans une étuve avec ventilation d'air de type Mammert à 105±03°C.

# Mode opératoire

- Peser et tarer trois capsules en aluminium ;
- Peser dans chaque capsule 50 g d'échantillon et les placer dans une étuve réglée à une température de 105±03°C;
- Attendre 15 minutes;
- Retirer les capsules de l'étuve, les placer dans un dessiccateur et les peser après refroidissement ;
- L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

# Expression des résultats

La teneur en eau a été déterminée selon la formule suivante :

$$H\% = \left(\frac{M1 - M2}{P}\right) X 100 \dots (3)$$

Soit:

H (%): Humidité

M1 : Masse de la capsule + la matière fraîche avant séchage en (g) ;

M2 : Masse de la capsule + la matière après séchage en (g) ;

P: Masse de la prise d'essai en (g).

A partir de la teneur en eau, on détermine le taux de la matière sèche qui est donné par la formule suivante :

Matière sèche 
$$\% = 100 - H\%....(4)$$

#### III.2.3.4. Détermination de l'acidité titrable (NF V 05-101,1974)

L'acidité titrable est la somme des acides minéraux et organiques libres, elle est exprimée en gramme d'acide citrique pour 100 g d'échantillon.

#### **Principe**

Il consiste en un titrage avec une solution d'hydroxyde de sodium (Na OH) à (0,1 N) en présence de phénolphtaléine comme indicateur de couleur.

#### Mode opératoire

- Peser 10 g de l'échantillon broyé ;
- Placer l'échantillon dans une fiole conique, ajouter 70 ml d'eau distillée récrément bouillie et refroidie, puis mélanger jusqu'à l'obtention d'un liquide homogène ;
- Chauffer le contenu au bain marie pendant 30 mn;
- Refroidir, transvaser quantitativement le contenu de la fiole conique dans une fiole jaugée de 100 ml et compléter jusqu'au trait de jauge avec l'eau distillée, bien mélanger puis filtrer;
- Prélever 10 ml du filtrat dans 10ml d'eau distillée ;
- Ajouter trois gouttes de phénolphtaléine et tout en agitant ;
- Titrer avec la solution (Na OH) à (0,1 N) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistant pendant 30 secondes.

#### Expression des résultats

L'acidité titrable est calculée par la formule suivante :

Soit:

M : Masse, en grammes du produit prélevé ;

V<sub>0</sub>: Volume en ml de l'extrait des feuilles de figuier ;

V<sub>1</sub>: Volume en ml de la solution (Na OH) à (0,1 N) utilisé.

# III.2.3.5. Dosage des sucres

Pour ce dosage, trois catégories de sucres ont été mises en évidence, à savoir :

- Les sucres totaux.
- Les sucres réducteurs.

Le saccharose

Avant de procéder aux différents dosages, on prépare les solutions suivantes :

#### > Fehling A

- 40g de sulfate de cuivre ;
- 2 ml d'acide sulfurique pur ;
- 1000 ml d'eau distillée.

### > Fehling B

- 200g de tartrate de sodium et de potassium ;
- 150g de NaOH pur ;
- 1000 ml d'eau distillée.

# > Filtrat (1)

- Peser 10g de l'échantillon dans un bécher de 100ml;
- Ajouter 2,5 ml d'acétate de plomb ;
- Remplir jusqu'au 2/3 du volume de bécher avec l'eau distillée ;
- Agiter à plusieurs reprises et laisser reposer pendant 15 min ;
- Ajuster avec l'eau distillée à 100 ml;
- Homogénéiser, filtrer sur papier filtre et récupérer le filtrat.

#### > Filtrat (2)

- Prélever 25 ml du filtrat (1) et ajouter 2,5 ml d'HCL concentré ;
- Chauffer le mélange au bain marie à 70°C pendant 5 min ;
- Neutraliser avec (Na OH) à (10N) en présence de phénolphtaléine à 1%.

#### III.2.3.5.1. Dosage des sucres totaux

# Mode opératoire

- Prélever 2,5 ml de la solution Fehling A et 2,5 ml de la solution Fehling B dans un bécher de 100 ml;
- Ajuster jusqu'à 50 ml avec l'eau distillée ;
- Chauffer le contenu jusqu'à ébullition durant 2 mn;
- Titrer par le filtrat (2) obtenu jusqu'à la disparition de la couleur bleue ;
- Ajouter 2 gouttes de bleue de méthylène jusqu'à ce que la coloration bleue soit remplacée par une coloration marron cuivrée ;

• Arrêter le titrage et noter le volume de filtrat (2) dépensé.

# **Expression des résultats**

La quantité des sucres totaux de l'extrait des feuilles de figuier est estimée par la formule suivante :

$$ST = \frac{500}{V(V2 - 0.05)} \times 10 \dots (6)$$

Soit:

S<sub>T</sub>: Quantité des sucres totaux (g/l);

V : Volume de l'extrait des feuilles de figuier (ml) ;

V<sub>2</sub>: Volume du filtrat (2) dépensé (ml).

#### III.2.3.5.2. Dosage des sucres réducteurs

# Mode opératoire

- Introduire 2,5 ml de la solution Fehling A et 2,5 ml de la solution Fehling B dans un bécher de 100 ml;
- Ajuster jusqu'à 50 ml avec l'eau distillée ;
- Chauffer le contenu jusqu'à l'ébullition durant 2mn;
- Titrer par le Filtrat (1) jusqu'à ce que la teinte bleue disparaitre ;
- Ajouter 2 gouttes de bleue de méthylène et continuer le titrage jusqu'à ce que la coloration bleue soit remplacée par une coloration rouge brique ;
- Arrêter le titrage et noter le volume du Filtrat (1) dépensé.

# **Expression des résultats**

La quantité des sucres réducteurs de l'extrait des feuilles de figuier est donnée par la formule suivante :

$$SR = \frac{240}{V \ (V1 - 0.05)}.....(7)$$

Soit:

S<sub>R</sub>: Quantité des sucres réducteurs (g/l);

V : Volume de l'extrait de feuilles de figuier (ml) ;

V<sub>1</sub>: Volume du Filtrat (1) dépensé (ml).

#### III.2.3.5.3. Taux de saccharose

La quantité de saccharose est calculée selon la formule suivante :

$$S = (ST - SR) \times 0.95 \dots \dots (8)$$

Soit:

S: Quantité de saccharose en (g/l);

**S**<sub>T</sub>: Quantité des sucres totaux en (g/l);

**S**<sub>R</sub>: Quantité des sucres réducteurs en (g/l).

# III.2.4. Analyses rhéologiques de la poudre des feuilles de figuier

# III.2.4.1. Indice de gonflement

#### **Principe**

L'indice de gonflement est le volume, en millilitre qu'occupe 1g de drogue gonflée dans l'eau, y compris le mucilage qui y adhère. Ce paramètre confirme la présence des polysaccharides (mucilages, gommes) dans la poudre des feuilles de figuier.

# Mode opératoire

Dans une éprouvette graduée, de 20 cm de hauteur sur 20 mm de diamètre, introduire 1g de la poudre des feuilles de figuier. Humecter la poudre avec 1ml d'alcool et ajouter 25 ml d'eau. Agiter énergiquement toutes les 10 min pendant 1h. Laisser reposer pendant 3 h. Mesurer le volume occupé par la poudre. Effectuer 3 essais simultanément.

L'indice de gonflement est donné par la moyenne des 3 essais.

$$IG = \frac{(V1 + V2 + V3)}{3} \dots \dots (9)$$

# III.2.4.2. Analyse de la granulométrie

# **Principe**

La granulométrie est une méthode, qui consiste à déterminer la répartition granulométrique par la technique de diffraction de la lumière Laser après mise en suspension de l'échantillon dans un dispersant (MASTERSIZER 2000). (Figure 18)

Les particules passant devant un faisceau de Laser, provoquant une déviation de la lumière. La quantité de la lumière déviée est proportionnelle à la taille des particules. Ce type d'appareil permet de mesurer des particules sphériques à partir de 0,5µm. Cette analyse a été réalisée au niveau de laboratoire de l'Unité de Recherche, Matériaux, Procédés & Environnement de l'Université de Boumerdès (UR-MPE).



Figure 18: Granulométre (Laser MASTERSIZER 2000).

#### III.2.4.3. Détermination de la microstructure des poudres

#### **Principe**

L'analyse de la microstructure des poudres des feuilles de figuier, est une méthode qui consiste à broyer la surface d'un échantillon par un faisceau focalisé d'électrons accélérés à des tensions de 5 à 30 (Kv). Ces électrons vont interagir avec la surface de l'échantillon.

Le signal émis en chaque point de la structure de l'objet est synchronisé avec celui d'un écran vidéo, permet la formulation d'une image composite modulée par l'intensité de signal détecté (Fontanille et Gnanou, 1994).

Les structures microscopiques des poudres issues d'un seul mode de séchage étudié ont été analysées avec un Microscope Electronique à Balayage de type PHILIPS ESEM XL 30. Cette analyse a été réalisée au niveau du laboratoire de chimie de l'UMMTO.

# III.2.5. Extraction de la matière grasse

En vue l'obtention d'un bon rendement riche en acides gras avec une méthode rapide et moins couteuse, la méthode d'extraction par Soxhlet a été utilisée.

#### III.2.5.1 Extraction par soxhlet

L'extraction de la matière grasse des feuilles de notre plante a été faite à la faculté des hydrocarbures (INH) de Boumerdès.

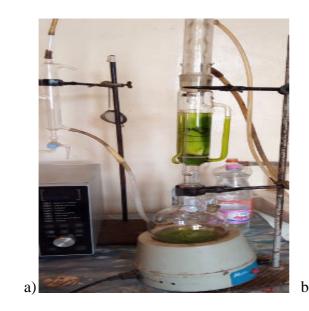
#### **Principe**

Le principe consiste en une extraction par solvant organique à l'aide de dispositif Soxhlet d'une capacité de 350 ml. Une fois l'extraction est terminée le solvant peut être éliminé par un Rotavapeur. Cette extraction repose sur le principe suivant :

Les composés apolaires comme les corps gras sont insolubles dans les composés polaires comme l'eau, mais solubles dans les solvants apolaires tels que l'hexane. Le point d'évaporation de l'hexane étant inferieur à celui de la matière grasse à extraire, il est donc très facile de les séparer par chauffage.

#### Mode opératoire

- Peser 30g de la poudre des feuilles (un poids qui suffira pour l'extraction);
- Verser la poudre dans une cartouche qui sera par la suite placée dans le soxhlet ;
- Introduire 300 ml d'hexane dans le ballon;
- Réaliser le montage de l'appareil puis alimenter le réfrigérant en le branchant à un robinet ;
- Brancher la prise de chauffe-ballon et régler la température à 60°C pendant 1h et 30min;
- Arrêter le robinet et démonter l'appareil ;
- Récupérer le ballon et chasser la majeur partie du solvant à l'aide d'un Rotavapeur ;
- Peser, après avoir séché le ballon le poids de la matière grasse obtenue.





**Figure 19** : Images de matériels utilisés pour l'extraction de la matière grasse des feuilles de figuier: a) Soxhlet, b) Rotavapeur,.

### III.2.5.2. Estérification

La méthode utilisée est la trans-estérification à froid au moyen d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium pour la préparation des esters méthyliques d'acides gras.

#### **Principe**

Les esters méthyliques se forment par transestérification dans une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification (point 5 de la méthode ISO 5509:2000, point 5 de la méthode IUPAC 2.301).

Le profil d'acides gras des feuilles de figuier a été déterminé par la chromatographie phase gazeuse au niveau de l'ENA El Harrach (Alger). Le tableau (III), résume les conditions opératoires respectées pour cette analyse.

Tableau III : conditions opératoires d'analyse de la C.P.G

Chromatographe	Chrompack CP 9002	
Détecteur	FID (250°C)	
Injecteur	SPLIT 1/100 (250°C)	
Gaz vecteur	Azote	
Colonne Capillaire	Cp Sil 88 CB (5%Phénol+	
	95% dimethylpolysiloxane)	
Longueur	30 m	
Diamètre intérieur	0.32 mm	
Epaisseur	0,25 μm	
Injecteur	250°C	
Détecteur	280 °C	
Four	150 °C- 200 °C (4°C/min)	
Quantité injectée	0,8μ1	
Vitesse du papier	0,5 cm/ min	

# Mode opératoire

- Mettre 0,1g de l'échantillon d'huile dans un tube à bouchon vissant de 5 ml;
- Ajouter 2 ml d'heptane ou hexane et agiter ;
- Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique (2 N) d'hydroxyde de potassium ;
- boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes ;
- Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire ;
- Décanter la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques ;
- La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le Chromatographe.

**Remarque :** Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique. Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant plus de 12 heures.

# III.2.6. Optimisation des taux d'extraction des substances bioactives de la poudre des feuilles de *Ficus carica*.

Afin d'optimiser les taux d'extraction des substances bioactives (polyphénols totaux, flavonoïdes, tannins et la chlorophylle totale) de la poudre des feuilles de figuier nous avons opté pour une extraction aqueuse en appliquant le plan d'expériences (Tableau IV).

**Tableau IV:** Les niveaux des variables utilisées dans cette étude pour la construction du plan composite centré.

Variables	Etiquette	niveaux codés				
		-1.682	-1	0	1	1.682
$x_1$	Température d'air [°C]	40	52	70	88	100
$x_2$	Granulométrie [µm]	52	78	117	155	240
$x_3$	Temps [min]	10	20	35	50	60

0,5g de la poudre de feuilles de figuier est soumis à une extraction aqueuse (100 ml d'eau distillée). Le tableau (V), résume les conditions des différentes macérations.

**Tableau V:** matrice adoptée afin de réaliser les différentes macérations.

Température (°C)	Taille de la poudre (µm)	Temps d'incubation (min)
70	117	35
52	78	20
88	78	20
52	155	20
88	155	20
52	78	50
88	78	50
52	155	50
88	155	50
70	117	35
70	117	35
40	117	35
100	117	35
70	52	35
70	240	35
70	117	10
70	117	60
70	117	35

#### III.2.6.1. Dosage des polyphénols totaux

# **Principe**

Le taux des PPT a été déterminé par spectrophotométrie selon la méthode de Folin-Ciocalteu (Singleton et *al.*, 1999). Ce réactif de couleur jaune est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique (H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) et d'acide phosphomolybdique (H<sub>3</sub>PMoO<sub>40</sub>).

Lorsque les polyphénols sont oxydés, ils réduisent le réactif Folin-ciocalteu en un complexe ayant une couleur bleue, constitue d'oxyde de tungstène ( $W_8O_{23}$ ) et de molybdène ( $MO_8O_{23}$ ). L'intensité de la couleur est proportionnelle aux taux des composés phénoliques oxydés (Biozot et Charpentier, 2006).

#### Mode opératoire

Les PPT sont dosés dans chaque extrait selon les étapes représentées dans la figure (20).

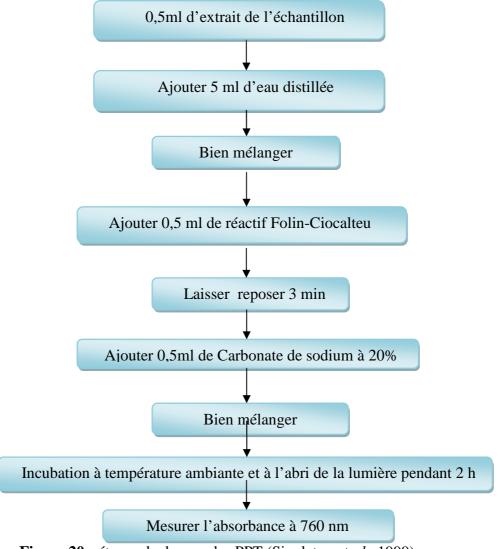


Figure 20 : étapes de dosage des PPT (Singleton et al., 1999).

#### Courbe d'étalonnage

La concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard d'étalonnage (Annexe 03).

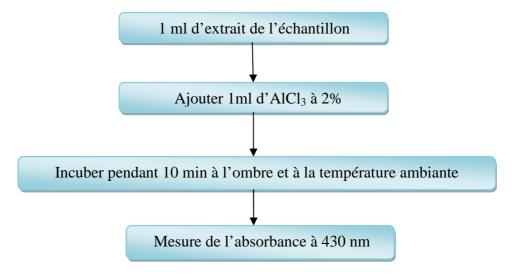
#### **Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés en milligramme d'Equivalant d'Acide Gallique par gramme de Matière Sèche de poudre des feuilles du figuier (mg EAG/g MS).

# III.2.6.2. Dosage des flavonoïdes

La méthode du trichlorure d'aluminium AlCl<sub>3</sub> proposée par Kosalec et *al.*, (2004) a été adoptée pour le dosage des flavonoïdes, qui constituent une grande classe des polyphénols en possèdant un groupement hydroxyles (OH) libre, susceptible de donner en présence du chlorure d'aluminium un complexe jaunâtre, dont l'intensité de la couleur est proportionnel à la quantité des flavonoïdes présente dans l'extrait (Djeridane et *al.*, 2006).

Le diagramme ci-dessous montre les différentes étapes respectées pour doser les flavonoïdes dans chaque extrait :



**Figure 21 :** Etapes de dosage des flavonoïdes (Kosalec et *al.*, 2004).

### Courbe d'étalonnage

La quantification des flavonoïdes se fait en fonction d'une courbe d'étalonnage réalisée en utilisant la Quercetine comme un flavonoïde standard (Annexe 03).

# **Expression des résultats**

La teneur en flavonoïdes est exprimée en milligramme d'Equivalent de Quercetine par gramme de Matière Sèche de poudre des feuilles de figuier (mg EQ/g MS).

# III.2.6.3. Dosage des tannins

Le dosage des tannins est réalisé suivant la technique de précipitation à la caséine (figure 22), en utilisant l'extrait aqueux des feuilles de figuier.

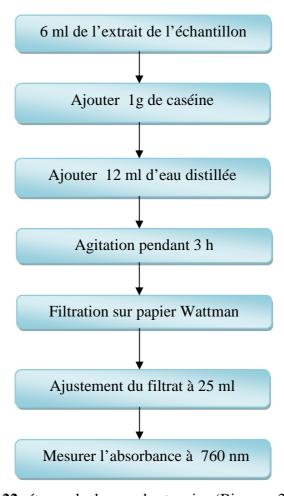


Figure 22: étapes de dosage des tannins (Biayem, 2002).

#### Courbe d'étalonnage

La concentration en composés phénoliques totaux obtenus après fixation des tannins sur la caséine est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard d'étalonnage (Annexe 03).

### **Expression des résultats**

La quantité des tannins est donnée par la différence entre la quantité des polyphénols totaux et la quantité des phénols totaux qui sont obtenus après fixation des tannins sur la caséine.

# III.2.6.4. Dosage de la chlorophylle

La densité optique de chaque extrait aqueux, de la poudre des feuilles de figuier est déterminée à 660 nm et à 642,5 nm (Ramesh, 2000). On détermine la quantité de la chlorophylle (a) et (b) selon les formules suivantes :

Chlorophylle totale = 
$$7,12xA660 - 16,8xA642,5....(10)$$

Chlorophylle (a) = 
$$9.93xA660 - 0.777xA642.5...(11)$$

Chlorophylle (b) = 
$$176xA660 - 2,81A642,5 \dots (12)$$

# III.2.7. Activité antibactérienne des extraits aqueux des feuilles de figuier

Après avoir analysé les substances bioactives de différents extraits aqueux de la poudre des feuilles de figuier, deux extraits ont été testés vis-à-vis des souches bactériennes (Tableau VI).

Tableau VI: Extraits aqueux testés vis-à-vis les souches bactériennes.

Type de l'extrait aqueux testé	Méthode d'obtention	
	Macérer 0,5 g de poudre des feuilles de	
Extrait aqueux 01	figuier de taille de grain 117µm dans 100 ml	
	d'eau distillée à 70°C pendant 10 min.	
	Macérer 0,5 g de poudre des feuilles de	
Extrait aqueux 02 figuier de taille de grain 117µm dans		
	d'eau de robinet pendant 10min à	
	température ambiante.	

La méthode de diffusion sur des disques dont le principe est la détermination de la sensibilité des souches bactériennes vis-à-vis les extraits aqueux à tester a été utilisée (Benjelali et *al.* 1986).

#### • Test antibactérien

#### Premier jour : repiquage

Les souches bactériennes (*Pseudomonas aeruginosa*, *Staphylococcus aureus* MU50, *Staphylococcus aureus* ATCCC 25923 et *Escherichia coli*) ont été repiquées sur milieu gélose Muller Hinton, puis incubées à l'étuve pendant 18 à 24 heures à 37°C.

#### Deuxième jour : préparation de l'inoculum

- Quelques colonies isolées des souches bactériennes utilisées ont été prélevées à partir des boites repiquées la veille et mises dans des tubes à essais contenants 10 ml d'eau physiologique stérile. Les suspensions bactériennes sont bien homogénéisées.
- L'absorbance de chaque suspension est mesurée à une longueur d'onde de 620 nm et doit être comprise entre 0,08 et 0,1 équivalent de 10<sup>8</sup> UFC/ml.
- Quatre inocula obtenus, chacun contient un type de bactérie utilisée.
- La gélose MH est coulée dans des boites de Pétri et laissée refroidir.
- En utilisant une micropipette, prélever 100 µl de chaque inoculum et les faire étaler avec un râteau sur le milieu.
- Laisser sécher à température ambiante de laboratoire pendant 30min.
- A l'aide d'une pince, stérilisée par passage dans la flamme de bec bunsen, déposer sur la boite, trois disques de papier buvard (l'un pour déposer l'eau physiologique comme témoin négatif et les deux autres pour déposer notre échantillon) et un disque d'antibiotique(Gentamicine) comme témoin positif.
- Appuyer légèrement sur les disques avec la pince stérile pour les faire adhérer à la gélose.
- Déposer 20µl de chaque extrait aqueux sur les deux disques de papier buvard et 20µl d'eau physiologique sur le troisième disque.
- Laisser les boites à température ambiante pendant 20min (ce délai permet aux extraits de diffuser avant le démarrage de la culture).

 Incuber les boites renversées après les avoir bien enveloppées par le papier film à 37°C pendant 24 h.

**Remarque :** plus de trois essais ont été effectués pour chaque type de bactérie et pour chaque extrait (16 boites de Pétri ont été ensemencées).

# Troisième jour : la lecture

La lecture se fait par la mesure des diamètres des zones d'inhibition et peut être symbolisée par des signes rapporté par Ponce et *al.*, (2003).

En fonction des zones d'inhibition on peut distinguer :

- Diamètre ≤ à 0,8 cm: bactérie dite non sensible ou résistante.
- Diamètre compris entre 0,9 et 1,4 cm : bactérie dite sensible.
- Diamètre compris entre 1,5 et 1,9 cm : bactérie dite très sensible.
- Diamètre ≥ à 2,0 cm : bactérie dite extrêmement sensible.

# **Chapitre IV**

Résultats et discussion

# IV.1. Résultats d'analyse phytochimique

Les résultats de l'analyse phytochimique de la poudre des feuilles de figuier sont présentés dans le tableau suivant :

**Tableau VII :** Résultats des tests phytochimiques effectués sur la poudre des feuilles de figuier.

Métabolites secondaires	Observation	Résultats
Anthocyanes	Absence de couleur rouge	-
Tanins	Coloration bleu noire	+++
Tanins galliques	Coloration bleu foncée	+++
Flavonoïdes	Coloration rouge orangée	+++
Saponosides	Absence de mousse	-
Quinones libres	Absence de couleur rouge violette	-
Alcaloïdes	Absence de précipité rouge	-
Glucosides	Absence de couleur rouge brique	+
Coumarines	Absence d'un trouble	-
Sennosides	Coloration orange	++

(+++): Abondance; (++): Moyen; (+): faible; (-): Absence

Les résultats de cette analyse montrent que, la poudre des feuilles de Figuier est riche en tannins, tannins galliques et en flavonoïdes. On enregistre des teneurs moyennes en sennosides et des teneurs faibles en glucosides. Par contre, les anthocyanes, saponosides, quinones libres, alcaloïdes et les coumarines sont absents (Annex 02).

Nos résultats coïncident avec ceux rapportés par Vinson, (1999) et Gilani et *al.*, (2008). Ces auteurs ont signalé la présence des tanins, tanins galliques, flavonoïdes, glucosides et les sennosides dans les feuilles et le fruit de figuier.

Chapitre IV Résultats et discussion

# IV.2. Résultats des paramètres physico-chimiques des feuilles de figuier

Les résultats de la caractérisation de certains paramètres physicochimiques des feuilles de *Ficus carica*, sont résumés dans le tableau (VIII). Ces résultats sont présentés sous forme de la moyenne de trois essais  $\pm$  écart-type (ET).

**Tableau VIII** : Résultats de paramètres physicochimiques des feuilles de figuier.

Paramètres	Teneurs moyennes ± (ET)
pH à 22°C	6,60±0,006
Taux d'humidité (%)	65,63±2,09
Matière sèche (%)	34,37±2,09
Teneur en cendres (%)	7,43±0,64
Matière organique (%)	92,60±0,64
Acidité titrable (g d'acide citrique pour 100g	6,65±0,93
d'échantillon)	
Sucres totaux (g/l)	25,41±1,94
Sucres réducteurs (g/l)	1,44±0,21
Saccharose (g/l)	22,77±1,64

#### IV.2.1. Le pH

Il ressort de ce tableau que, les feuilles de *Ficus carica* présentent un pH plus ou moins neutre (pH= 6,60).

#### IV.2.2. Acidité titrable

Dans la présente étude, la poudre des feuilles de figuier présente une faible acidité titrable.

#### IV.2.3. Teneur en eau

Le taux d'humidité dans les feuilles de figuier est élevé (H% =65,63%). Ce résultat est comparable à celui déclaré par Baby et Justin Raj, (2011) qui rapporte un taux d'humidité de (67.6%) dans les feuilles de *Ficus carica*. En outre, ces feuilles possèdent un pourcentage moyen (34,37%) en matière sèche.

La teneur en eau trouvée renseigne sur le degré de conservation de cette matière végétale qu'est plus susceptible aux différentes altérations, raison pour laquelle, le séchage est préconisé dans notre cas, afin de sauvegarder ses qualités biochimiques et pharmacologiques initiales pendant une longue durée de conservation.

#### IV.2.4. Teneur en cendres

Par définition, le taux de cendres représente la quantité totale en sels minéraux présents dans un échantillon. La valeur trouvée dans la présente étude est de (7,43 %). Cette valeur est proche à celle étudiée par Baby et Justin Raj, (2011) qui rapporte une teneur de (5,30%) caractérisant les feuilles de figuier *Ficus carica*. En outre, Ces feuilles sont très riches en matière organique (MO% = 92,57%).

#### IV.2.5. Composition en sucres

Nous constatons d'après le tableau que, les feuilles de figuier étudiées possèdent une teneur importante en sucres totaux (25,41g/l) et en saccharose (22,77g/l) alors que les sucres réducteurs sont présents à faible teneur (1,44 g/l).

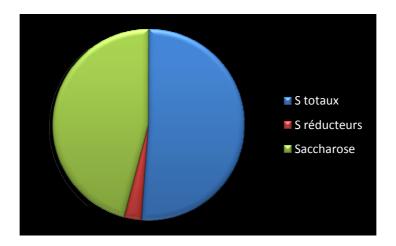


Figure 23 : Composition des feuilles de figuier en sucres.

# IV.3. Résultats d'analyses rhéologiques

#### IV.3.1. Indice de gonflement

Après 3 h de repos, deux phases sont observées, une présente les particules gonflées et l'autre le surnagent. La poudre des feuilles de figuier possède des mucilages (IG= 12±0,11).

Il est important de signaler que, les plantes à mucilages possèdent un indice de gonflement supérieur ou égal à 10 (Moyes, 1976).

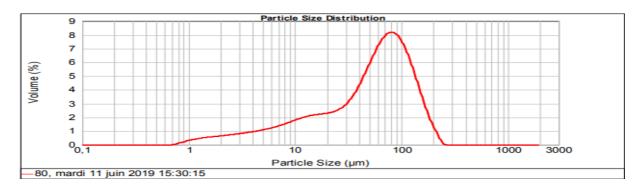
Par définition, les mucilages sont des polysaccharides, qui gonflent au contact avec de l'eau générant une consistance visqueuse, parfois collante, semblable à la gélatine. Ces substances facilitent l'opération de pastillage de la poudre et sans ajouter des agents liants.

Nous préconisons d'utiliser cette poudre soit comme principe actif à effet thérapeutique (propriété anti-inflammatoire) soit comme excipient (agent liant) en utilisant ses composés de mucilages par exemple.

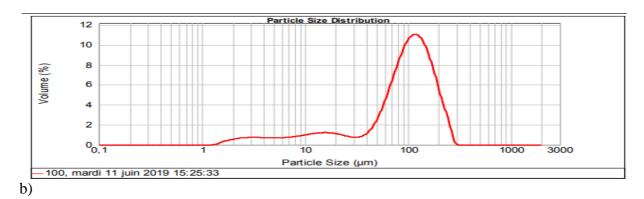
# IV.3.2. Résultats d'analyse de la granulométrie

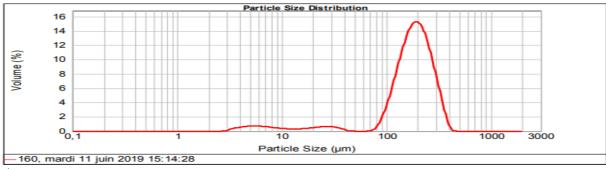
La granulométrie est une analyse qui permet de déterminer les démentions et la forme des particules, dans le but de décrire l'ensemble des caractéristiques qui définissent l'état granulaire d'une poudre.

Les résultats de la distribution granulaire des différentes poudres utilisées dans l'étude d'optimisation des taux d'extraction des substances bioactives sont illustrés dans la Figure (24).

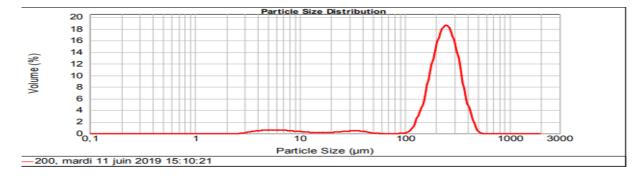


a)

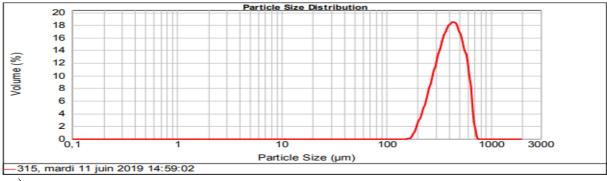




c)



d)



e)

**Figure 24**: Distribution granulaires de la poudre des feuilles de figuier à différente tailles de grains tamisée au moyen de différents tamis : a) 80μm, b) 100μm, c) 160μm, d) 200μm, e) 315μm.

Les poudres obtenues possèdent des particules majoritaires variant de 52  $\mu$ m, 78  $\mu$ m, 117  $\mu$ m, 155  $\mu$ m et 240  $\mu$ m (Tableau IX).

Chapitre IV Résultats et discussion

**Tableau IX** : Résultats d'analyse granulométrique de la poudre des feuilles de figuier *Ficus carica*.

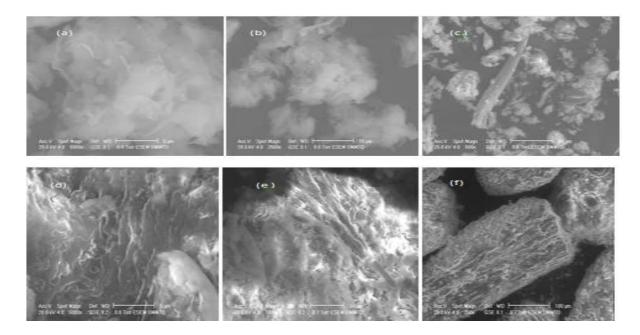
Taille de tamis (µm)	Taille de la poudre majoritaire traversée (µm)	Volume maximal (%)	Aspect de la poudre
80	52	7,38	
100	78	9,94	
160	117	13,82	
200	155	16, 78	
315	240	16,69	

Les différentes tailles attribuent à la poudre des feuilles de figuier une propriété pharmacodynamique très intéressante de point de vue écoulement et même la possibilité de

pastillage. Nos résultats sont similaires à ceux trouvés par Benahmed Djilali et *al.*, (2016) et Benahmed Djilali et *al.*, (2011), travaillant sur deux poudres de fruits (date sèche et jujube).

# IV.3.3. Structures microscopiques des poudres

Les résultats d'analyse de MEB des poudres de feuilles de figuier sont présentés dans la figure (25).



**Figure 25 :** structure des poudres des feuilles de figuier de taille 115μm (a), (b), (c) et de taille 52μm (d), (e), (f) observées sous le Microscope Electronique à Balayage.

La poudre des feuilles de figuier a une couleur verte, d'odeur forte, et de goût légèrement amer.

La poudre qui présente la taille très fine (52µm), est formée de particules avec des formes relativement irrégulières. La surface de ces particules parait non rugueuse poreuse et la structure de chaque grain ressemble à des feuilles superposées.

Par contre, la poudre ayant une taille de 155µm, la surface de ses particules parait rugueuse non poreuse ressemble à la structure des polymères.

Globalement, la poudre de taille 52µm présente un bon écoulement qu'est une caractéristique très intéressante de point de vue propriété pharmacodynamique des poudres fonctionnelles (libération des substances bioactives).

# IV.4. Résultat d'extraction de la matière grasse

Le rendement de la matière grasse extraite de la poudre des feuilles de figuier est présenté dans le tableau ci-dessous :

**Tableau X:** Résultats d'extraction de la matière grasse de la poudre des feuilles de figuier.

Masse prise d'essai (g)	Rendement (%)	Photographie de la matière grasse
30g	3,1%	

Dans la présente étude, le rendement en matière grasse des feuilles de notre plante est plus élevé (3,1%) par rapport aux résultats montrés par Baby et Justin Raj, (2011) en travaillant sur la composition chimique des feuilles de figuier *Ficus carica*.

La matière grasse obtenue est soumise à une estérification. Le tableau (XI), regroupe les différents acides gras constituant les feuilles de figuier.

Tableau XI: Résultats de profil d'acide gras de la poudre des feuilles de figuier.

Composition et teneur en acides gras (%)			
Acide gras	Dénomination	Composition de l'échantillon	
C12:0	Acide Laurique	0.38	
C14:0	Acide Myristique	1.26	
C16:0	Acide Palmitique	16.12	
C16:1 ω7	Acide palmitoléique	1.74	
C17:0	Acide Margarique	0.26	
C18:0	Acide stéarique	2.65	
C18: 1ω9	Acide oléique	5.54	
C18: 2ω6	Acide linoléique	14.52	
C18:3ω3	Acide linolénique	52.08	
C20:0	Acide arachidique	-	
C20 : 1ω9	Acide gondoïque	2.37	
C22:1	Acide érucique	1.89	
C24:0	Acide Lignocérique	0.82	

Quatre acides gras majoritaires sont identifiés dans la poudre des feuilles de figuier, à savoir l'acide linolénique (52.08%), Palmitique (16.12%), linoléique (14.52%) et oléique (5.54%). Les résultats obtenus sont en accord avec ceux déclarés par Ivanov et *al.*, (2018) travaillant sur les feuilles de *Ficus carica*.

D'après ces résultats nous constatons que, les teneurs en acides palmitique et linoléique sont comparables à la composition de l'huile d'olive qui représente les pourcentages suivants : 17,06% et 18,54% respectivement pour l'acide palmitique et pour l'acide linoléique. Néanmoins, les feuilles de figuier sont très riches en acide linolénique par rapport à l'huile d'olive (1,01%) (Aliboudhar *et al.*, 2013). Sachant que cet acide est un acide essentiel non synthétisé par l'organisme humain.

A la lumière de ces résultats nous pouvons conclure que, les feuilles de figuier constituent une source des substances bioactives de haute valeur biologique, qui peut être due à la présence de ces acides gras essentiels qui exercent certaines propriétés physiques de la membrane cellulaire telles que la fluidité et la perméabilité (Ward et Singh, 2005), réduisent le risque des maladies cardiovasculaires (Reiffel et McDonald, 2006). De plus ces acides sont essentiels dans l'alimentation humaine (Boelsma et *al.*, 2001).

# IV.5. Résultats d'optimisation des taux d'extraction des substances bioactives

Dans cette étude, les conditions optimales d'extraction de substances bioactives dans les feuilles de figuier ont été déterminées à l'aide de la méthodologie de la surface de réponse (RSM).

Les effets de trois variables indépendantes (température, granulométrie et temps d'incubation) sur le processus d'extraction ont été étudiés. La méthode d'optimisation associant RSM à la fonction de désirabilité a été choisie pour trouver les meilleures conditions d'extraction. La méthodologie de surface de réponse de toutes les réponses prises ensemble simultanément a été réalisée, montrant que les conditions d'extraction optimales étaient: 18,36 minutes à 41,15 ° C et une granulométrie de  $52,27~\mu m$ .

Les valeurs de réponses maximales obtenues pour chaque paramètre sont les suivantes: rendement total en composés phénoliques (TPPT) (203,713 mg EAG / g MS), teneur en flavonoïdes (TF) (0,4568 mg EQ / g MS), concentration en tannins (TT) (28,3343 mg EAG / g MS.) et la concentration maximale de chlorophylle totale (0,8007 mg /g). Les extraits

obtenus pourraient être utilisés comme composés bioactifs naturels dans plusieurs applications industrielles.

L'importance des composés phénoliques réside dans leur contribution à la protection cellulaire à l'intérieur du corps (Nawaz et *al.*, 2006).

Babar et *al.*, (2007) rapportent que, les composés phénoliques possèdent des propriétés biologiques diverses telles que : des propriétés antibactériennes, anti-inflammatoires, antivirales et antioxydantes .

La teneur en composés phénoliques d'une plante dépend d'un certain nombre de facteurs intrinsèques (génétiques) et extrinsèques (conditions climatiques et facteurs géographiques) (Generalic et *al.*, 2012).

Madi, (2010) a prouvé que, les teneurs des polyphénols totaux et des flavonoïdes sont élevées lorsque le milieu de vie de la plante n'est pas adéquat, dans ce cas la plante favorise la synthèse des métabolites secondaires afin de s'adapter et de survivre.

Dans notre cas la teneur en polyphénols totaux (203,713 mg EAG / g MS) est beaucoup plus élevée par rapport à celle déclarée par Mahmoudi et al., (2015) en travaillant sur les activités phénoliques et flavonoïdes des extraits des feuilles de dix variétés de *Ficus carica* en Algérie, trouvent que les teneurs en polyphénols totaux sont comprises entre (52,296  $\pm$  5,232) et (48,973  $\pm$  2,015) mg E.A.G /g de MS. Par contre, la teneur en flavonoïdes (0,4568 mg EQ / g MS) est faible par rapport à leur résultats (14.388  $\pm$  0.333) et (14.136  $\pm$  1.082) mg E.Q/g de MS.

La teneur en tannins (28,3343 mg EAG / g MS) est supérieure à celle déclarée par Kherbouche et Rabah, en travaillant sur des feuilles de *Ficus carica*.

Les différences observées entre les résultats de la présente étude et celles rapportées, peuvent être attribuées à divers facteurs tel que la méthode d'extraction utilisée, le degré de maturité, les conditions climatiques et géographique (Veberic et *al.*, 2008), la technique de conservation de la plante (Rawel et *al.*, 2005).

#### IV.5.1. Modélisation expérimentale et statistique

Toutes les valeurs de réponse ont été démontrées par des analyses statistiques pour correspondre au mieux aux équations polynomiales du second ordre exprimant la relation

entre les variables expérimentales et les réponses. Les modèles de régression ont permis le calcul des valeurs prédites, analysées pour le calcul des coefficients de détermination (R<sup>2</sup>).

Les modèles présentaient des niveaux d'adéquation satisfaisant, montrés par les valeurs (R²) (0.35, 0.68, 0,74, 0,80 pour TPPT, TF, TT, et la chlorophylle totale, respectivement), indiquant un degré moyen de corrélation entre toutes les valeurs observées et prédites sauf pour le TPPT (corrélation faible). Cela signifie qu'un accord raisonnable entre le modèle correspondant et les résultats expérimentaux.

### IV.5.2. Ajustement du modèle

Les rendements en TPPT (Y1), en TF (Y2), en TT (Y3) et en Chlorophylle totale (Y4) obtenus de toutes les expériences sont présentés dans le tableau (XII). Les valeurs sont données sous la forme de moyenne de 3 essais ± Ecartype (ET).

**Tableau XII**: Résultats d'extraction des substances bioactives.

Expériences	Facteurs						Réponse					
	,	Variables codé	es		Variables nom	nale	les concentrations des substances bioactives (Moyenne± ET)					
	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>	х <sub>3</sub>	T[°C]	G [µm]	t[min]	Poyphénols totaux	flavonoïdes	Tanins	Chlorophylle totale	Chlorophylle (a)	Chlorophylle (b)
1	0	0	0	70	117	35	99,555 ± 6,293	0,255±0,010	15,5±2,167	0,420±0,118	0,447±0,032	8,437±0,544
2	-1	-1	-1	52	78	20	199,110 ± 21,414	0,372±0,002	24±12,124	0,705±0,261	0,444±0,011	8,564±0,091
3	1	-1	-1	88	78	20	168,888 ± 3,660	0,291±0,002	6,722±7,192	0,522±0,086	0,404±0,112	7,720±2,101
4	-1	1	-1	52	155	20	148,499 ± 11,129	0,273±0,003	9,278±3,591	0,508±0,201	0,475±0,111	9,004±2,158
5	1	1	-1	88	155	20	170,333 ± 2,728	0,245±0,001	12,722±10,2	0,528±0,058	0,449±0,037	8,535±0,720
6	-1	-1	1	52	78	50	135,221 ± 6,904	0,352±0,007	7,722±1,540	0,798±0,150	0,600±0,028	11,461±0,452
7	1	-1	1	88	78	50	172,944 ± 7,775	0,376±0,011	10,222±6,447	0,319±0,063	0,263±0,066	5,003±1,255
8	-1	1	1	52	155	50	168,277 ± 13,008	0,357±0,050	13,056±3,657	0,409±0,061	0,282±0,009	5,408±0,194
9	1	1	1	88	155	50	165,499 ± 9,018	0,274±0,010	11,944±0,096	0,264±0,190	0,288±0,179	5,433±3,369
10	0	0	0	70	117	35	183,388 ± 14,72	0,28±0,020	6,611±1,540	0,313±0,065	0,318±0,070	6,007±1,324
11	0	0	0	70	117	35	184,5 ± 9,733	0,28±0,020	6,611±1,540	0,315±0,139	0,315±0,077	4,949±1,114
12	-1.682	0	0	40	117	35	165,388 ± 7,697	0,355±0,006	6,778±1,347	0,489±0,061	0,329±0,050	6,327±0,869
13	+1.682	0	0	100	117	35	169,888 ± 4,001	0,354±0,020	6,945±0,385	0,360±0,035	0,207±0,023	4,018±0,435
14	0	-1.682	0	70	52	35	140,333 ± 16,971	0,354±0,003	7,056±1,059	0,265±0,015	0,317±0,045	5,957±0,826
15	0	+1.682	0	70	240	35	169,833 ± 15,012	0,336±0,026	27,111±4,715	0,22±0,092	0,236±0,079	4,449±1,512
16	0	0	-1.682	70	117	10	200,5 ± 7,512	0,369±0,010	28,222±2,213	0,285±0,056	0,175±0,028	3,389±0,553
17	0	0	+1.682	70	117	60	172,277 ± 8,202	0,314±0,012	15,166±2,021	0,312±0,024	0,251±0,030	4,784±0,559
18	0	0	0	70	117	35	184,5 ± 9,733	0,306±0,063	13,667±9,526	0,416±0,057	0,31±0,071	5,932±1,326

Le logiciel de Statgraphics Centurion génère quatre équations de régression (la relation empirique entre les valeurs de réponse et les variables indépendantes (température  $(X_1)$ , granulométrie  $(X_2)$  et temps d'incubation $(X_3)$ ) comme suit :

a)

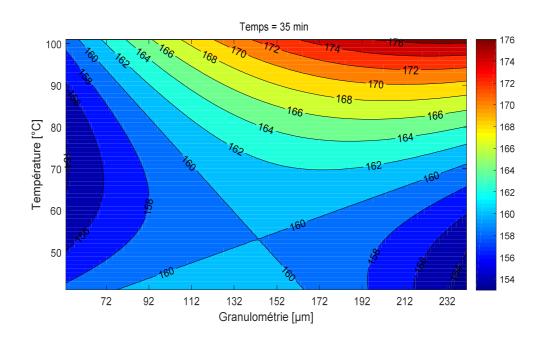
 $Y1 = 355,842 - 1,55871*X_1 - 0,513109*X_2 - 6,38549*X_3 + 0,00539045*X_1^2 + 0,00206896*X_1*X_2 + 0,0200616*X_1*X_3 - 0,000563668*X_2^2 + 0,0161581*X_2*X_3 + 0,0377623*X_3^2$ 

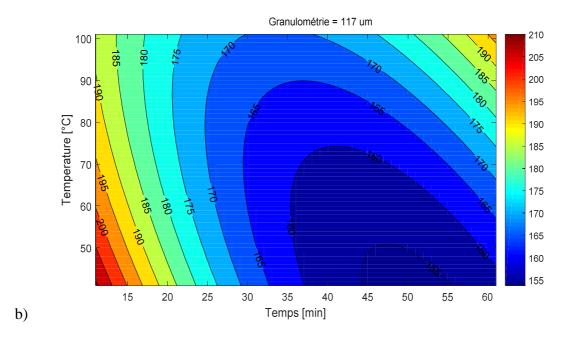
 $Y3 = 79,4523 - 0,0125197*X_1 - 0,473827*X_2 - 2,24046*X_3 - 0,00461137*X_1{}^2 + 0,00309834*X_1*X_2 + 0,00704722*X_1*X_3 + 0,00073594*X_2{}^2 + 0,00339008*X_2*X_3 + 0,0170916*X_3{}^2$ 

 $Y4 = 1,90144 - 0,0329055*X_1 - 0,00713598*X_2 + 0,0153285*X_3 + 0,000177943*X_1^2 + 0,0000973131*X_1*X_2 - 0,000213426*X_1*X_3 + 0,00000430343*X_2^2 - 0,0000541386*X_2*X_3 + 0,0000546372*X_3^2$ 

### IV.5.3. Effet des paramètres d'extraction sur le TPPT

Les courbes de la surface de réponse illustrées dans la figure (26) (a, b, c) donnent,par leur forme, des informations sur la signification de chaque paramètre expérimental.





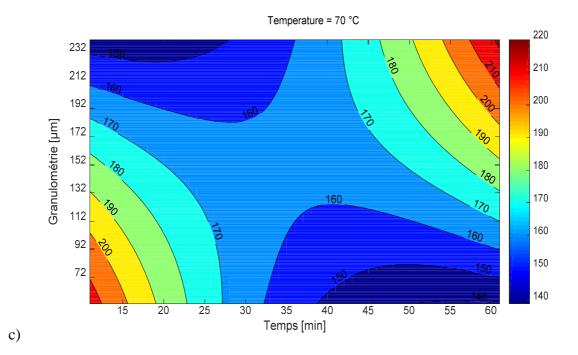
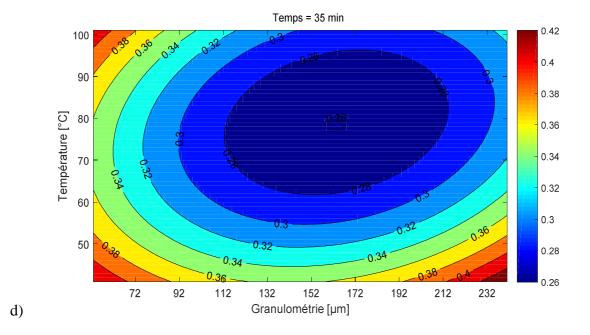


Figure 26 : Contour des iso réponses des PPT.

e)

### IV.5.4. Effet des paramètres d'extraction sur le TF

Les courbes de la surface de réponse illustrées dans la figure (27) (d, e, f) donnent, par leur forme, des informations sur la signification de chaque paramètre expérimental.



Granulométrie = 117 um 0.4 100 0.38 90 0.36 Temperature [°C] 80 0.34 70 0.32 60 0.3 50 0.34 0.28 20 35 15 25 30 40 45 50 55 60 Temps [min]

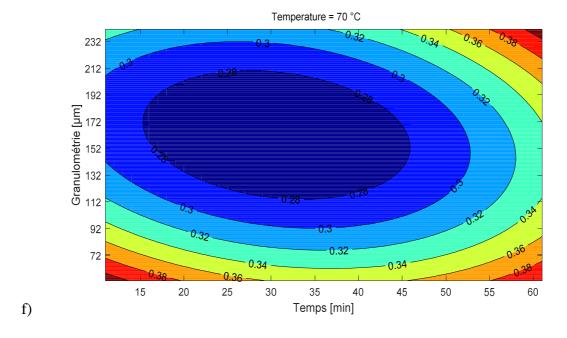
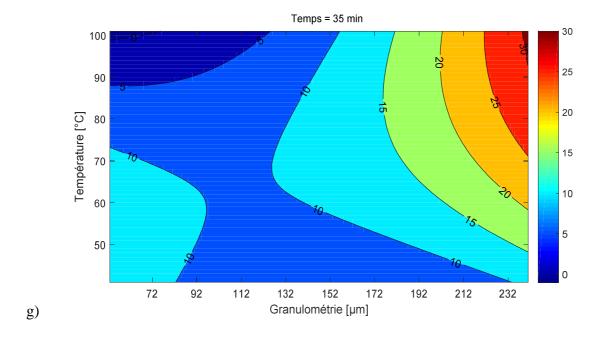
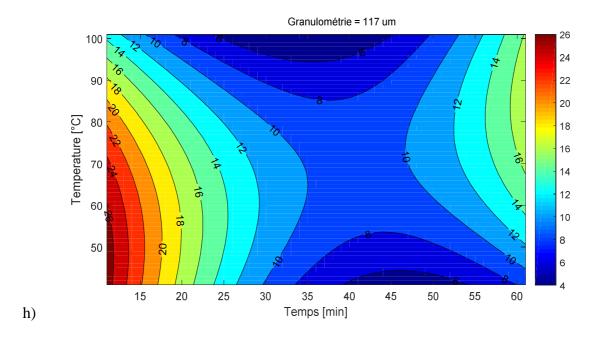


Figure 27 : Contour des iso réponses des TF.

### IV.5.5. Effet des paramètres d'extraction sur le TT

Les courbes de la surface de réponse illustrées dans la figure (28) (g, h, i) donnent, par leur forme, des informations sur la signification de chaque paramètre expérimental.





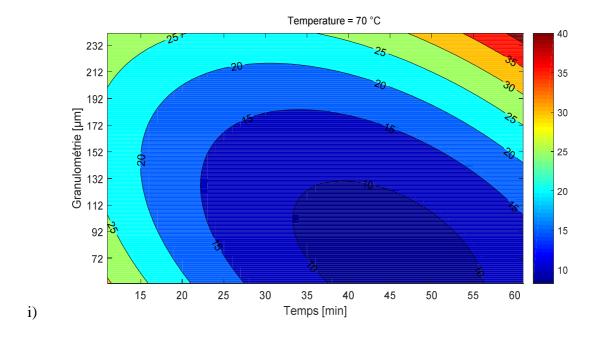
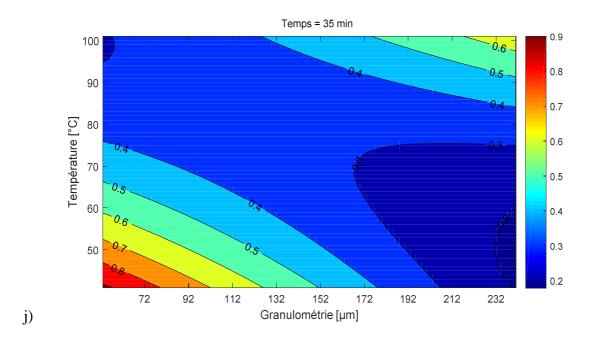


Figure 28 : Contour des iso réponses des TT.

### IV.5.6. Effet des paramètres d'extraction sur la Chlorophylle totale

Les courbes de la surface de réponse illustrées dans la figure (29) (j, k, l) donnent, par leur forme, des informations sur la signification de chaque paramètre expérimental.

k)



Granulométrie = 117 um 0.75 100 0.7 90 0.65 0.6 Temperature [°C] 80 0.55 0.5 70 0.45 0.4 60 0.45 0.35 0.45 0.5 0.3 50 0.5 0.55 0.25 20 25 30 35 50 55 60 15 40 45 Temps [min]

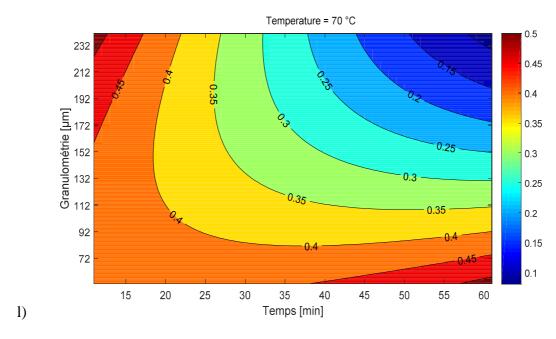


Figure 29 : Contour des iso réponses de la chlorophylle totale.

### IV.6. Résultats d'activité antibactérienne

Deux extraits aqueux issus de la poudre des feuilles de figuier, ont été testés pour l'activité antibactérienne, vis-à-vis quatre souches étudiées dans ce travail. Le tableau (XIII), récapitule les résultats obtenus.

**Tableau XIII :** Diamètres des zones d'inhibition des extraits aqueux de la poudre des feuilles de figuier.

Souches	Diamètre de la zone d'inhibition (mm)							
étudiées extraits	Pseudomonas Aeruginosa	S. aureus MU50	S. aureus ATCCC 25923	E. coli ATCC 25922				
testés	ATCC 27853							
Extrait aqueux macéré avec l'eau distillée	6,25± 0,5	06	06	8± 1,825				
pendant 10 min à 70°C	(-)	(-)	(-)	(-)				
Extrait aqueux macéré avec l'eau de robinet	06	06	06	06				
pendant 10min à température ambiante	(-)	(-)	(-)	(-)				
Témoin négatif	06	06	06	06				
(eau physiologique)	(-)	(-)	(-)	(-)				
Témoin positif (l'antibiotique Gentamicine)	$17,25 \pm 0,957$	22,5± 2,380	21,25± 1,258	17,75±7,088				
	(++)	(+++)	(+++)	(++)				

Non sensible ou résistante(-); sensible(+); très sensible (++); extrêmement sensible (+++).

Remarque : le diamètre des disques (6mm) est inclut dans les mesures

Tableau XIV : Photographie des résultats de l'activité antibactérienne des feuilles de figuier.

	Extrait	s aqueux
Souches bactériennes testés	Eau distillée	Eau de robinet
Staphylococcus aureus MU50	T n Ech	eche és ly
E. coli ATCC 25922	48 10 48 17 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	
P.aeruginosa ATCC 27853	ach 1	and
S. aureus ATCCC 25923		

Tp: Témoin positif; Tn: Témoin négatif; Ech: Echantillon testé.

Nous remarquons d'après les tableaux (XIII) et (XIV) que, les deux extraits aqueux de la poudre des feuilles de figuier testés n'ont exercé aucune activité bactériostatique vis-à-vis les souches choisies.

Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que, les substances bioactives citant les flavonoïdes et les tannins, ne sont pas suffisamment libérées dans les deux extraits aqueux et cela, peut être expliqué par une faible quantité de la poudre des feuilles de figuier utilisée dans les extraits (0,5 g).

# Conclusion générale

### Conclusion générale

Ce travail est focalisé sur l'étude des constituants phytochimiques, les paramètres physico-chimiques, l'activité antimicrobienne et l'optimisation des taux d'extraction des substances bioactives des feuilles de figuier.

Nous pouvons conclure que, les feuilles de figuier sont riches en composés phénoliques et en pigment. Elles présentent un pH plus ou moins neutre (pH=6,60), une humidité très élevée (H%= 65,63%) qui peut être expliquée par le taux de la matière sèche (MS%=34,37%).

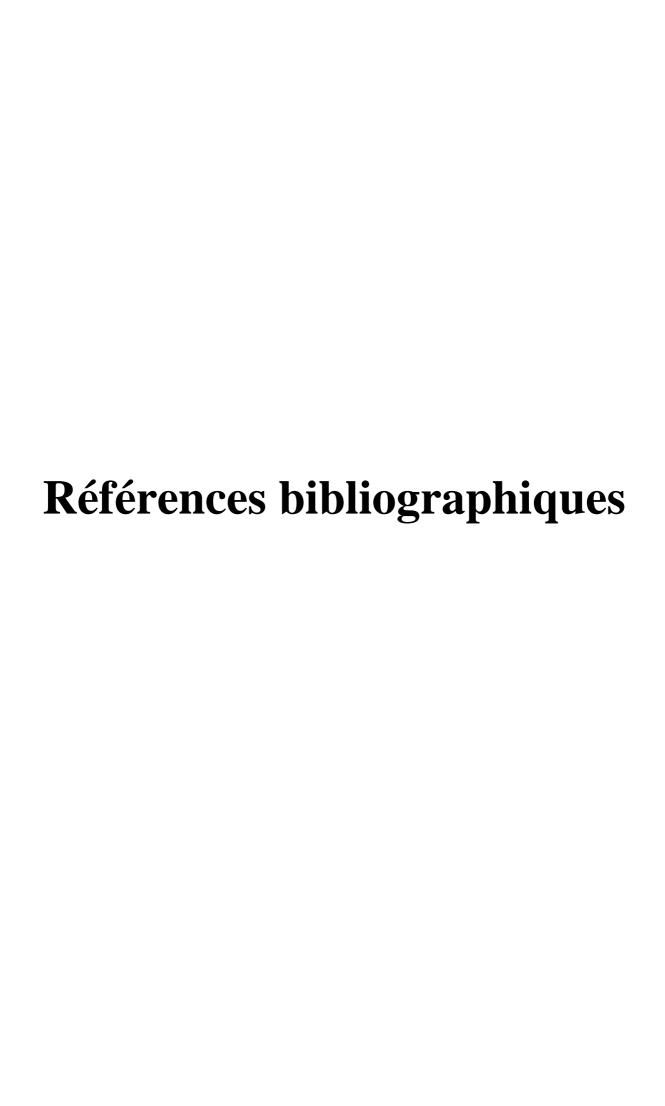
La poudre de feuilles de figuier est riche en acides gras essentiels. Quatre acides gras majoritaires sont identifiés à savoir l'acide linolénique (52.08%), Palmitique (16.12%), linoléique (14.52%) et oléique (5.54%).

L'optimisation d'extraction des substances bioactives de la poudre des feuilles de figuier en appliquant le plan d'expériences à trois facteur (température, granulométrie et temps d'incubation) a révélé que, l'extrait aqueux préparé à partir de la poudre de 52,27µm à 41,15°C pendant 18,36 minutes présente les meilleurs teneurs en composés phénoliques totaux, en flavonoïdes, en tannins et en chlorophylle totale respectivement les valeurs de 203,71 mg EAG/g MS; 0,45 mg EQ/g MS; 28,33 mg EAG/g MS; 0,80 mg/g. Cet extrait pourrait être utilisé comme un extrait thérapeutique (antiinflammatoire).

L'étude de l'effet antimicrobien de l'extrait des feuilles de figuier sur des souches bactériennes, n'a montré aucune zone d'inhibition constatée contre les espèces testées.

Au terme de ce travail, et pour compléter la présente étude, il serait intéressent :

- De faire des travaux supplémentaires afin d'identifier et d'isoler les composés bioactifs en utilisant d'autres solvants et techniques plus fines.
- D'approfondir les recherches sur les propriétés pharmacologiques (antioxydante, antiinflammatoire et biologique....) des feuilles de figuier par des études in-vitro et invivo.



А

Abdel-Gaber, A.M., Abd-El-Nabey, B.A., Khamis, E., Abd-El-Khalek, D.E., (2008). Investigation of fig leaf extract as a novel environmentally friendly antiscalent for CaCO3 calcareous deposits. Science direct. Vol 230, pp 314-328.

**Adefa, M., Abraha, B., (2011).** Ethnobotanical Survey of Traditional Medicinal Plants in Tehuledere District, South Wollo, Ethiopia. *Journal of Medicinal Plants Research*. Vol 5, N° 26, pp 6233- 6242.

Aliboudhar, H., Tigrine-Kordjani, N., Hanifi, N., Youcef Meklati, B., (2013). Volatiles Profiling and Antioxidant Activity Evaluation of Different Parts of a Medicinal Plant: Anacyclus Clavatus. *Journal of Herbs, Spices & Medicinal Plants. Vol* 19, pp 33–47.

Aubineau, M., (2002). La rousse agricole.

 $\mathcal{B}$ 

**Babar, A.M., Hahn, E.J., Paek, M.K.Y., (2007).** Methyl jasmonate and Salicylic Acide introduced oxidative stress and accumulation of phenolics in Panax ginseng bioreactor root suspension cultures. Molecules. Vol 12, N°3, pp 607-621.

**Baby**, **J.**, **Justin Raj**, **S.**, (2011). Pharmacognostic and phytochemical properties of Ficus carica Linn –An overview. *International Journal of PharmTech Research*. Vol 3, N°1, pp 09.

**Bachi, K., (2011).** Etude de l'infestation de différentes variétés de figuier (ficus carica.L) par la mouche méditerranéenne des fruits, ceratitis capitata. Effets des essentielles sur la longévité des adultes. Mémoire de Magistère en Ecologie et biodiversité des Ecosystémes Continentaux, Université Mouloud Mameri de Tizi Ouzou. pp 1-113.

**Badgujar, S.B., Patel, V.V., Bandivdekar, A.H., Mahajan, R.T., (2014).** Traditional uses, phytochemistry and pharmacology of Ficus carica: *a review. Pharm. Biol.* Vol 52, pp 1487-503.

**Bagchi, D., Sen, C.K., Bagchi, M., Atalay, M., (2004).** Anti-angiogenic, antioxidant, and anti-carcinogenic properties of a novel anthocyanin-rich berry extract formula. Biochemistry (Moscow). Vol 69, pp 75-80.

Benahmed Djilal, A., Mahouel, H., Kasi Mohand, N., Ouarzene, D., Boukssaim, M., Benamara, S., (2014).Development of possibility of natural iuice using ZiziphusjujubaandSpirulina.Industrial, Medical Environmental **Applications** and of Microorganisms.

**Benahmed Djilali, A., Benamara, S., Saidi, N., Meksoud, A., (2011)**. Preliminary characterization of food tablets from date (*Phoenix dactylifera L.*) and spirulina (*spirulina sp.*) powders. *Journal. Powder. Technology*. Vol 208, pp 725-730.

Benahmed Djilali, A., Besombes, C., Allaf, K., Nabiev, M., (2018). Technological aptitudes and pharmaceutical applications of Schinus terebinthifolius Raddi leaf and seed oil and fruit powders of Zizyphus jujuba Mill. Phytothérapie DOI 10.3166/phyto-2018-0083.

Benahmed Djilali, A., Nabiev, M., Gelicus, A., Benamara, S., Allaf, K., (2016). Evaluation of Physical-Chemical, Pharmacodynamic and Pharmacological attributes of hot air dried and swell dried jujube powders. *Journal of Food Process Engineering*. pp 1- 4530.

Benahmed Djilali, A., Chemoul, T., Kal, S., Nabiev, M., Besombes, C., (2017). Propriétés d'une pommade antibactérienne formulée à base de saponines extraites des feuilles de noyer. Phytothérapie. pp 1-9. DOI10.1007/s10298-017-11459.

Benjelali, B., Tantaouie, A., Esmaili-Alaouim, M., (1986). Méthodes d'études des propriétés antiseptiques des huiles essentielles par contact direct en milieu gélosé. *Plantes médicinales et Phytothérapie*. Vol 20, pp155-167.

**Berg, C.C., (1990).** Reproduction and evolution in Ficus (Moraceae): traits connected with adequate rearing of pollinators. Mem. N-Y. Bot. Gard. Vol 55, pp 169-185.

Bessas, A., Benmoussa, L., Kerarma, M., (2007). Dosage biochimique des composés phénoliques dans les dattes et le miel récoltés dans le sud Algérien. Mémoire d'ingénieur en biologie. université djillali liabes, (sidi bel-abbès). pp 14-17.

**Biozot, N., Charpentier, J.P., (2006).** Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénolique des organes d'un arbre fustier. *Le cahier des techniques de l'Intra.* pp 79-82.

**Boelsma, E., Hendriks, H.F., Roza, L., (2001).** Nutritional skin care: health effects of micronutrients and fatty acids. *The American Journal of Clinical Nutrition*. Vol 73, pp 853–864.

**Bouhadjer, K.,** (2004). Contribution a l'étude chimique et biologique de deux plantes médicinales Saharienne. Oudneya ; africana R.Br. et Aristida pungens L.Thése de doctorat d'état. Université Abou Bekr Belkaid. pp 28-29.

**Bretaudeau, J., Faure, Y., (1990).** Atlas d'arboriculture fruitière. Ed. Tes et doc Lavoisier, 3eme Edition. Vol 1, pp289.

**Bruneton, J., (1999).** Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes medicinales. Paris, Ed. Tec & Doc.

**Bruneton, J., (2009).** Pharmacognosie, photochimie, plantes médicinales. Éd Lavoisier, France. pp1292.

C

Canal, J.R., Torres, M.D., Romero, A., Perez, C., (2000). A Chloroform extract obtained from a decoction of Ficus carica leaves improves the cholesterolaemic status of rats with streptozotocin-induced diabetes. *Acta Physiologica Hungarica*, Vol 87, N° 1, pp 71-76.

Causse, M., Renard, C., (2008). Les sources de variabilité des qualités nutritionnelles des fruits et légumes. Combris P. et *al*. Les fruits et légumes dans l'alimentation, enjeux et déterminants de la consommation. Paris: Ed Quae. pp 43-60.

Charles, A.Q., Linden, G., (1997). « Abrégé de biochimie alimentaire », 4éme Ed. pp 118-119.

Charnay, P., Tourmeau, J., (2007). Petit Futé Guide pratique de la Dégustation. Ed. PGA, Paris. pp 235.

Chawla, A., Kaur, R., Sharma, A.K., (2012). Ficus carica Linn.: A review on its pharmacognostic, phytochemical and pharmacological aspects. *International Journal of Pharmaceutical and Phytopharmacological Research*. Vol 1, N°4, pp 215-232.

Commission du Codex Alimentaire., (2010). Avant-projet de nivaux maximaux pour les aflatoxines totales dans les figues sèches. Comité du Codex sur les contaminations dans l'alimentation, 5 ème session, La Haye, Pays-Bas. pp 1-27.

**Cowan, M.M., (1999).** Plant products as antimicrobial agents. *Clinical microbiology reviews*. Vol 12, pp 564-582.

**Crisosto, C.H., Bremer, V., Ferguson, L., Crisosto, G.M., (2010).** Evaluating quality attributes of four fresh fig (Ficus carica L.) cultivars harvested at two maturity stages. *Journal of Horticultural Science*. Vol 4, N°45, pp 707–710.

Cushnie, T.P., Lamb, J., (2005). Antimicrobial activity of flavonoids: *International Journal of Antimicrobial Agents*. Vol 26, pp 343–356.

 $\mathcal{D}$ 

Dacosta, Y., (2003). Les phytonutriments bioactifs, Ed. Yves Dacosta, Paris. pp 317.

Dahou, N., Yamni, K., Tahrouche, S., Idrissi, L.M., Badoc, A., Gmira, N., (2013). Screening phytochimique d'une endemique Ibéro-Marocaine. Thymelaea lythroides. *Bulletin de la Société de Pharmacie de* Bordeaux. Vol 142, pp 61-78.

**Deborah, H., Stéphanie, O., (2008).** fraiche ou séchée, la figue est dévoilée. Genève, Filière Nutrition et diététique. *Heds Ecole de Santé*. pp 1-4.

**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*. Vol 97, pp 654–660.

**Djmai, Z.S., (2008).** Etude de l'activité biologique des extraits du fruit de Zizyphus lotus L. Mémoire de magister. Département de biologie .Université -El Hadj Lakhder –Batna. pp06.

**Dweck, A.C., (2003).** The role of natural ingredients in antiageing of the skin. Australian Society of Cosmetic Chemists Annual Congress, Retrieved on September 16, 2015 from The Natural Ingredient Resource Center Website: http://www.naturalingredient.org/Articles/ASCC\_paper.pdf.

 ${\cal E}$ 

**E, B., Chaker, S., (1997).** Figue/Figuier. Encyclopédie berbère. Vol 18 | Escargotière – Figuig. pp 1-2.

El Abed, D., Kambouche, N., (2003). « Les huiles essentielles » Ed. Dar El Gharb.

**Emberger, L., (1930).** La végétation de la région méditerranéenne : essai de classification des regroupements végétaux, *Rev. Gen. Bot.* N° 42, pp 641-721.

 ${\it F}$ 

Fontanille, M., Gnanou, Y., (1994). Technique de l'ingénieur « structure moléculaire et morphologique des polymères. pp 1-17.

 $\mathcal{G}$ 

**Gazengel, J.M., Orecchioni, A.M., (2012)**. Le préparateur en pharmacie. Guide théorique et pratique (2émeEdition. Ed. Lavoisier Paris). pp374.

Generalic, I., Skroza, D., Surjak, J., Mozina, S.S., Ljubenkov, I., Katalinic, A., Simat, V., Katalinic, V., (2012). Seasonal Variations of phenolic compounds and Biological proprerties in Sage (Salvia officinalis L.). *Chemistry & Technology*. Vol 9, N°2, pp 441-457.

Gilani, A.H., Mehmood, M.H., Janbaz, K.H., Khan, A.U., Saeed, S.A., (2008). Ethnopharmacological studies on antispasmodic and antiplatelet activities of Ficus carica. *Ethnopharmacol*. Vol 119, N°1, pp 1-5.

 $\mathcal{H}$ 

**Haesslein, D., Oreiller, S., (2008).** Fraîche ou séchée, la figue est dévoilée! Heds (Haue école de santé) Genève, filière nutrition et diététique. pp 1-4.

**Hanson, J.R., (2003).** Natural products: the secondary metabolites. *Royal Society of Chemistry*. Vol 17, pp 149.

Harry, M., Rasplus, J.Y., Lachaise, D., (1994). La coévolution plantes- insectes: l'engrainage de deux enjeux génétiques (seconde partie). *Biologie des espèces*. Vol 95, N°4, pp 2-5.

Hennebelle, T., Sahpaz, S., Bailleul, F., (2004). Polyphénols végétaux, sources, utilisations et potentiel dans la lutte contre le stress oxydatif. Phytothérapie. Vol 2, pp 3-6.

Hopkins, W.G., (2003). Physiologie végétale. De Boeck Supérieur.

I

Iserin, P., Masson, M., Restellini, J.P., Ybert, E., (2001). Encyclopédie des Plantes Médicinales. Larousse.

**Ivanov, I., Dincheva, I., Badjakov, I., Petkova, N., Denev, P., Pavlov, A., (2018).** GC-MS analysis of unpolar fraction from Ficus carica L. (fig) leaves. *International Food Research Journal.* Vol 25, N°1, pp 282-286.

 $\mathcal{J}$ 

**Jander, E.A., Machado, K.C., (2008).** Evolutionary ecology of figs and their associates: Recent progress and outstanding puzzles. *Ann. Rev. Evol. Syst.* Vol 39, pp 439-458.

**Jeddi, L., (2009).** Valorisation des figues de Taounate : Potentiel. mode et stratégies proposées. Thèse présenté dans le cadre de l'examen d'aptitude professionnelle pour l'avancement de grade dans le cadre d'ingénieur d'état. pp 29.

**Judd, W.S., Campbell, C.S., Kellogg, E.A., Stevens, P., (2002).** Botanique systématique : une perspective phylogénétique. De Boeck Supérieur.

**Justin Raj, S., Baby, J., (2011).** Pharmacognostic and phytochemical properties of Ficus carica Linn – Anoverview. Inter. J. of Pharm. Tech. Research. Vol 3, N°1, pp 08-12.

K

**Kalişkan, O., Polat, A.A., (2011).** Phytochemical and antioxidant properties of selected fig (Ficus carica L.) accessions from eastern Mediterranean region of Turkey. *Scientia Horticulturae*. Vol 128, pp 473-478.

Kamra, D., Agarwal, N., Chaudhary, L., (2006). Inhibition of ruminal methanogenesis by tropical plants containing secondary compounds. Elsevier. pp 156-163.

**Khanbaba, K., Ree, T.R., (2001)**. Tannins: Classification and Defenition. *Journal of Royal Society of Chemistry*. Vol 18, pp 641-649.

**Kherbouche, Z., Rabah, S., (2016).** Etude in vivo de l'effet anti-hyperlipidémie des extraits (feuilles, fibres et rameaux) de figuier Ficus carica L. Mémoire de fin d'études en science alimentaire. Université A. MIRA – Bejaia. pp30-44.

Kim, Y.S., Park, S.J., Lee, E.J., Cerbo, R.M., Lee, S.M., Rye, C.H., (2008). Antibacterial compounds from rose bengal-sensitized photooxidation of b caryophyllene. *Journal of Food Science*. Vol 73, pp 540–545.

**Kjellberg, F., Aljibouri, A., Valdeyron, G., (1983).** Observation récentes sur la pollinisation du figuier. Fruits. Vol 38, N° 7-8, pp 567- 569.

Kosalec, I., Bakmaz, M., Pepeljnjak, S., Vladimir-Kneževič, S., (2004). Quantitative analysis of the flavonoids in raw propolis from northern Croatia. Acta *Pharn*. Vol 54, pp 65-72.

**Kumar, U., Kumar, B., Bhandari, A., Kumar, Y., (2010).** Phytochemical investigation and comparison of antimicrobial screening of clove and cardamom. *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research.* Vol 1, pp 138-147.

L

**Lacaille-Dubois, M.A., (1996).** A review of the biological and pharmacological activities of saponins,02, issue 4, Martch. pp 263-386.

M

Madi, A., (2010). Caractérisation et comparaison du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales (Thym et sauge) et la mise en évidence de leurs activités biologiques. Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de magister en Biotechnologie végétale. Université Mentouri Constantine. pp116.

**Mahmoudi, S., Khali, M., Benkhaled, A., Benamirouche, K., Baiti, I., (2015).** Phenolic and flavonoid contents antioxidant and antimicrobial activities of leafextracts from ten Algerian Ficus carica L. varieties. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*. Vol 1691, N°15, pp 30936-9.

**Mamouni**, **A.**, **(2002)**. Caprifigation: Potentialités et contraintes pour la production de figues sèches. Compt rendu de la journée scientifique et d'information sur le figuier. pp 42-51.

Manik, S., Abid, R., Younus, A., Nelofar, G.N., (2017). Protective Effect of Leaves of Ficus carica Against Carbon Tetrachloride-Induced Hepatic Damage in Rats. *UK Journal of Pharmaceutical and Biosciences*. Vol 5, N°1, pp 09.

**Mauri, N., (1952).** Les figuiers cultivés en Algérie. Documents et renseignements agricoles, bulletin n°105, Alger. pp57.

**Mawa, S., Husain, K., Jantan, I., (2013).** Ficus carica L. (Moraceae): Phytochemistry Traditional uses and biological activities. Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine. Vol 53, N°03, pp 08.

Monqith, A.A; Luma Burhan, K.H., (2014). Antimicrobial activity of fig (Ficus carica Linn.) leaf extract as compared with latex extract against selected bacteria and fungi. *Journal of Babylon University/Pure and Applied Sciences*. Vol 22, pp 5.

 ${\mathcal N}$ 

Nawaz, H., Shi, J., Mittal, G.S., Kakuda, Y., (2006). Extraction of polyphenols from grape seeds and concentration by ultra filtration. Separation and Purification Technology. Vol 48, pp 176-181.

NF V 03-903.

NF V 05-101,1974.

NF V 05-108,1970.

NF V 05-113,1972.

Nonyelum Umeh, V., Emeha Ilodigwe, E., Lotanna Ajaghaku, D., Oghenesuvwe erhirhie, E., Emuesiri Moke, G., Achunike Akah, P., (2014). Wound-healing activity of the Aqueous Leaf Extract and Fraction of Ficus exasperate (Moraceae) andits safety Evaluation on Albino Rats. *Journal of traditional and complementary Medicine*. Vol 4, pp 246-252.

0

Oliveira, A.P., Silva, L.R., Depinho, P.G., Gil- Izquierdo, A., Valentao, P., Silva, B.M., et al., (2010). Volatile profiling of Ficus carica varieties by HS-SPME and GC-ITMS. Food Chemistry. Vol 123, pp 548–557.

**Omulokoli, E., Khan, B., Chhabra, S.C., (1997).** Antiplasmodial activity of four Kenyan medicinal plants. *Journal of ethnopharmacology*. Vol 56, pp 133-137.

Ortuño, A., Báidez, A., Gómez, P., Arcas, M.C., Porras, I., García-Lidón, A., Del Rio, J.A., (2006). Citrus paradisi and Citrus sinensis flavonoids: Their influence in the defence mechanism against Penicillium digitatum. Food *Chemistry*. Vol 98, pp 351-358.

Ouaouich, A., Chimi, H., (2005). Guide du secheur de figues, Maroc. Projet de développement du petit entreprenariat agroindustriel dans les zones péri-urbaines et rurales des régions prioritaires avec un accent sur les femmes au Maroc. pp 1-27.

**Oukabli, A., (2003).** Le figuier, Un patrimoine génétique diversifié à exploiter. Unité de recherche sur l'amélioration des plantes et conservation des ressources phyto-génétiques INRA .Centre régionale de Meknès. pp 1-4.

 ${\it P}$ 

Park, H.H., Lee, S., Son, H.Y., Park, S.B., Kim, M.S., Choi, E.J., Hyun, M.C., (2008). Flavonoids inhibit histamine release and expression of pro inflammatory cytokines in mast cells. *Archives of pharmacal research*. Vol 31, pp 1303-1311.

**Patil, A.P., Patil, V.R., Chaudhary, R.Y., (2010).** Anthelmintic and preliminary phytochemical screening of leaves of Ficus carica Linn againt intestinal helminthiasis. *International Journal of Research in Ayurveda and Pharmacy.* Vol 1, N°2, pp 601-605.

Ponce, A.G., Fritz, R., Delvalle, C., Roura, S.I., (2003). Antimicrobiol activity of essential oils on the native microflora of organic Swiss chard. *Swiss society of Food Science and technology*. Vol 36, pp 679-684.

Q

**Quirin, K.W., (2011).** Phytosterol-rich soy germ and guggul extracts provide anti-ageing benefits. *Cosmetic Science Technology*. Vol 8, pp 18-27.

R

Račková, L., Májeková, M., Košťálová, D., Štefek, M., (2004). Antiradical and antioxidant activities of alkaloids isolated from Mahonia aquifolium. Structural aspects. Bioorganic & medicinal chemistry. Vol 12, pp 4709-4715.

**Ramesh, M.N., (2000).** Effet of cooking and drying on the thermal conducting of rice. *Int. Journal. Food. Properties.* Vol 3, N° 1, pp 77-92.

Rawel, H.M., Meidtner, K., Kroll, J., (2005). Binding of selected phenolic compounds to proteins. *journal of agricultural and food chemistry*. Vol 53, pp 4228-4235.

**Rebour, H., (1968).** Fruit méditerranéens autre que les agrumes. Ed. La maison rustique, pp 190-206.

**Reiffel, J., McDonald, A., (2006).** Antiarrhythmic effects of omega-3 fatty acids. *American Journal of Cardiology*. Vol 98, pp 50-60.

**Rigide**, **A.H.**, (2002). Madar, huile d'olive de Z. comme aliment fonctionnel : épidémiologie et approches alimentaires. *Nutr. Rév.* Vol 60, pp 170-176.

**Robert, H., John, B., (1983).** Traditional medicine and healthcare coverage.WHO/ Geneva. pp 01.

S

Sarni-Manchado, P., Cheynier, V., (2006). Les polyphénols en agroalimentaire. Tec & doc.

**Singleton, V.L., Orthofer, R., Lamela-Raventos, R.M., (1999).** Analysis of total phenols and other oxidation substates and antioxidants by means of FolinCiocalteu reagent. *Method. Enzymol.* Vol 299, pp 152-17.

**Skiredj, A., Walali, L.D., Ellatir, H., (2003).** L'amendier, l'olivier, le figuier, le grenadier. Institut agronomique et vétérinaire, Hassan II, Rabat, Transfer de technologie en agriculture, Maroc, N°105, pp 1-4.

Socaciu, C., (2007). Food colorants: chemical and functional properties. CRC Press.

Son, J.H., Hyunju, J., Hyang, S.Y., Woo, H.S., Jeong, M.K., Gun, W.K., Hoon, S.K., Hyun, C.K., Moon, B.K., Byung, S.K., (2017). Five Cases of Phytophotodermatitis Caused by Fig Leaves and Relevant Literature Review. Ann Dermatol. Vol 29, N° 1, pp 86-89.

Starr, F., Starr, K., Loope, L., (2003). Ficus carica Edible fig Moraceae. *United States Geological Survey--Biological Resources Division Haleakala Field Station*.pp 1-6.

**Stepek, G., Buttle, D.J., Duce, I.R., Lowe, A., Behnke, J.M., (2005).** Assessment of the anthelmintic effect of natural plant cysteine proteinases against the gastrointestinal nematode, Heligmosomoides polygyrus, in vitro School of Biology. Vol 130, pp 203-211.

 ${\mathcal T}$ 

**Tabta, N., Takka, M., (2013)**. Influence des facteurs du milieu sur la production de figues de quelques zones de la région de Bejaïa, Mémoire de fin d'étude en Environnement et Santé Publique. Université Abderrahmane Mira de Bejaïa. pp 01.

 $\mathcal{U}$ 

**Ulanowska, K., Tkaczyk, A., Konopa, G., Węgrzyn, G., (2006).** Differential antibacterial activity of genistein arising from global inhibition of DNA, RNA and protein synthesis in some bacterial strains. *Archives of Microbiology*. Vol 184, pp 271-278.

V

**Veberic, R., Mateja, C., Franci, S., (2008).** Phenolic acids and flavonoids of fig fruit (Ficus carica L.) in the northern Mediterranean region. *Food Chemistry*. Vol 106, pp 153–157.

Verkerke, W., (1989). Structure and function of the fig. Experientia. Vol 45, pp 612-622.

**Vidaud, J., (1997).** Le figuier. Editions : centre technique interprofessionnel des fruits et légumes. pp 335.

**Vidaud, J.,** (1997). Le figuier. Monographie de CTIFL (Centre international interprofessionnel des fruits et légumes). pp 267.

Vincken, J.P., Heng, L., Groot, A., Gruppen, H., (2007). Saponins, classification and occurrence in the plant kingdom. Phytochemistry. Vol 68, pp 275-297.

**Vinson, J.A., (1999).** The Functional Food Properties of figs. *Cereal Foods World.* Vol 44, N° 2, pp 82-87.

**Visioli, F., (1995).** Antioxydants normaux de Galli, de C. et prévention de maladie cardiaque coronaire : le rôle potentiel d'huile d'olive et de ses constituants mineurs. *Nutr. Metab. Cardio-. DIS.* Vol 5, pp 306-314.

Vivas, N., Gaulejac, N.V., Nonier, M.F., (2003). Sur l'estimation et la quantification des composés phénoliques des vins. L'OIV. Vol 865, pp 281.

W

Ward, O.P., Singh, A., (2005). Omega-3/6 fatty acids: Alternative sources of production. *Process Biochemistry*. Vol 40, pp 3627–3652.

Site:

http://faostat.fao.prg,2015

# Annexes

# Annexe 01

Tableau0 1: appareillages, solution, solvants, réactifs chimiques et milieux de culture utilisés.

Appareillages, verrerie de	Solvants	Milieu de culture
Spatule, passoire, cuves. Papiers filtres, verre de montre. Béchers, burettes, fioles, entonnoir, flacons, pipettes graduées. Pipettes pasteur, éprouvettes, tubes à essais, flacons Spectrophotomètre visible (EV 9200) Réfrigérateur Mastersizer(SCIROCCO) Plaque chauffante (RYPA) pH-mètre (INOLAB) agitateur magnétique balance de précision 0.001g (KERN770) bain-marie Etuve(MAMMERT) Four a moufle(NABERTHERM) Microscope électronique à balayage (PHILIPS ESEM XL 30)	Chloroforme Chlorure ferrique Acide gallique Carbonate de sodium Eau distillée Ethanol Acétate de sodium Ammoniaque Ether diéthylique Méthanol Propanol Sulfate de sodium anhydre Réactif de Dragendroff Réactif de Folin-ciocalteu	Muller Hinton (MH).
Appareillages utilisées pour l'activité antimicrobienne	Matériels	solutions
Spectrophotomètre visible	Tubes a essai, portoir,	Eau distillée
(MEDLINE)	pipettes pasteur, pince,	Eau physiologique stérile
Bain-marie (MIMMERT)	embouts en plastique stériles,	Eau de javel
Autoclave de paillasse	micropipettes, écouvillons,	
(WEBECO)	cuves, boites de pétri, bec	
Etuve	bunsen, disque de papier	
bactériologique(MEMMERT)	buvard stériles, anse de	
Réfrigérateur	platine.	

Annexe 2: résultats du screening phytochimique.



Anthocyane (-)



**Tanins** (+++)



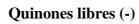
tanins galliques (+++)



Flavonoïdes (+++)

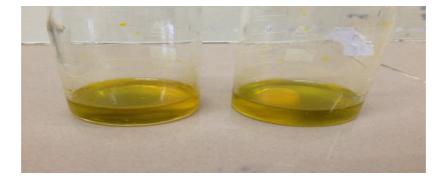




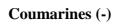




Alcaloïdes (-)











Sennosides (++)





#### Annexe 03

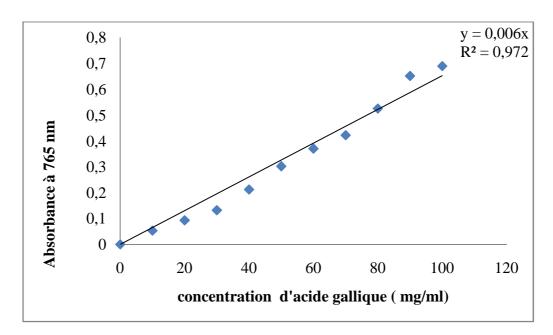
### Courbe d'étalonnage de dosage des polyphénols totaux

### Préparation de la gamme d'étalonnage

Une courbe d'étalonnage est préparée à partir de la solution mère (SM) 0,01g/100 ml de la solution méthanol/eau (60/40), on prépare des dilutions allant de 10 mg/ml à 100 mg/ml.

### • Résultats

[ ] en	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Mg/ml											
DO en	0	0,053	0,093	0,132	0,212	0,302	0,37	0,422	0,525	0,651	0,689
nm											



**Figure01 :** Courbe d'étalonnage pour le dosage des PPT en équivalent d'acide gallique.

### > Courbe d'étalonnage du dosage des flavonoïdes

### Préparation de la gamme d'étalonnage

Une courbe d'étalonnage est préparée à partir de la solution mère (SM) 0,2mg/ml de méthanol, on prépare des dilutions allant de 0,02 à 0,12mg/ml.

## • Résultats

Concentration (Mg /ml)	0	0,02	0,04	0,06	0,08	0,1	0,12
DO	0	0,083	0,170	0,267	0,356	0,427	0,566

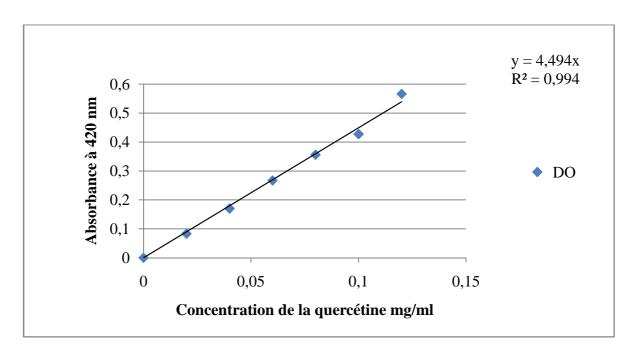


Figure 02: Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes en équivalent de quercetine.