

V.1. Rendement en extraits bruts secs

Les rendements ont été déterminés selon la formule indiquée dans la partie expérimentale, les résultats sont exprimés en pourcentages, les rendements obtenus sont figurés dans les deux tableaux suivants:

Tableau.V.1: Couleurs et rendements des extraits de la fleur

Extrait	Couleur	Rendement (%)
Ether de pétrole	Jaune foncée	1.06
Dichlorométhane	jaune	4.75
Acétate d'éthyle	Marron clair	8.18
n-butanol	Marron foncée	10.02
Aqueux	marron	15.68

Tableau.V.2: Couleurs et rendements des extraits de la raquette

Extrait	Couleur	Rendement (%)
Ether de pétrole	vert foncée	1.91
Dichlorométhane	vert	5.58
Acétate d'éthyle	vert	11.33
n-butanol	Rouge-noir	19.89
Aqueux	Marron	24.45

Au regard de ces tableaux (1,2), nous avons observé pour les extraits polaires des rendements élevés que les extraits apolaires. On peut remarquer également que le rendement est plus grand dans les extraits aqueux, n-butanolique et acétate d'éthylique de la raquette que celui des extraits de la fleur.

V. 2. Analyse des extraits d'*Opuntia ficus indica*

V.2.1. Analyse qualitative de l'*Opuntia ficus indica*

V.2.1.1. Tests des flavonoïdes

Les tests phytochimiques consistent à détecter les différentes familles de composés existants dans la partie étudiée de la plante par les réactions qualitatives de caractérisation. Ces réactions sont basées sur des phénomènes de précipitation ou de coloration par des réactifs spécifiques à chaque famille de composé. Les résultats des tests phytochimiques des flavonoïdes effectués sur les différents extraits obtenus du plante sont regroupés consécutivement dans les tableaux 3 et 4.

Tableau.V.3:Résultats de recherches des flavonoïdes des extraits secs de la plante
Opuntia ficus indica (fleur)

Méthodes de test	Les extraits				
	Ethéro pétrolique	Dichloro méthanique	d'acétate d'éthyle	n-butanol	aqueux
Réaction à la cyanidine (M₁)	-	+	++	+++	++++
	X	Rouge cerise	Rouge cerise	Rouge cerise	Rouge cerise
Méthode de l'ammoniaque (NH₄OH) (M₂)	-	++	++	++++	++++
	X	jaune	Jaune	Jaune	Jaune foncée
Méthode NaOH/HCL (M₃)	-	-	++	++++	-
	X	X	Jaune	Jaune	X
Méthode de L'aluminium AlCl₃ (M₄)	+	++	+++	++	+++
	Jaune	Jaune	Jaune foncée	Jaune foncée	Jaune foncée

Tableau.V.4:Résultats de recherches des flavonoïdes des extraits secs de la plante *Opuntia ficus indica* (raquette).

Méthodes de test	Les extraits				
	Ethéro pétrolique	Dichloro méthanique	d'acétate d'éthyle	n-butanol	aqueux
Réaction à la cyanidine (M₁)	-	-	+	+++	+++
			rouge cerise	rouge cerise	Rouge cerise
Méthode de l'ammoniaque (NH₃) (M₂)	-	+	++	+++	-
		Jaune claire	Jaune	Jaune foncée	
Méthode NaOH/HCL (M₃)	-	-	++	+++	++++
			jaune clair	jaune foncé	jaune
Méthode de L'aluminium AlCl₃ (M₄)	-	-	++	+++	+++
			Jaune	Jaune foncée	Jaune

Le test préliminaire a indiqué la présence des flavonoïdes dans les extraits de deux parties de la plante. Au préalable, l'intensité de la couleur observée indique la richesse de la plante en flavonoïdes. L'apparition de la couleur rose orange et rouge cerise très foncée indique la présence des flavonoïdes de type flavones et flavanols. L'apparition de la couleur jaune par les autres méthodes d'analyses M (2.3.4) indiqué la présence des flavonoïdes de type flavanols

Les extraits	fleur	raquette
Aq		
n-but		

Photo.V.1:photos de test de cyanidine des extraits de deux parties de la plante

V.2.1.2. Tests des tanins

Les résultats des tests phytochimiques effectués sur la partie aérienne de deux parties de la plante étudiés fleurs et raquettes de différents extraits sont regroupés dans le tableau.V.5.

Tableau.V.5: Résultats de caractérisation des tanins du fleur et raquette
(*d'opuntia ficus indica*)

	Les extraits				
	Ethéropétrolique	Dichlorométhanique	d'acétate d'éthylique	n-butanolique	aqueux
fleur	-	-	+	++++	++++
			vert	vert-noir	vert-noir
raquette	-	++	++	++++	+++
		Vert noir	Vert noir	vert-noir	vert-noir

Dans la partie fleur de la plante *opuntia ficus indica*, la recherche des *tanins* est très positive dans les extraits Aqueux et n-butanolique et négative dans les autres extraits. L'apparition d'une coloration vert-noir indiqué la présence de tanins gallique. Ces résultats sont en bon accord avec la littérature [1]. Alors, on constate que *l'opuntia ficus indica* étudiée est très riche en tanins.

En parallèle, la recherche des tanins dans les extraits polaires (Aqueux et n-butanolique) de la raquette, est très positive mais négative par rapport aux autres extraits.

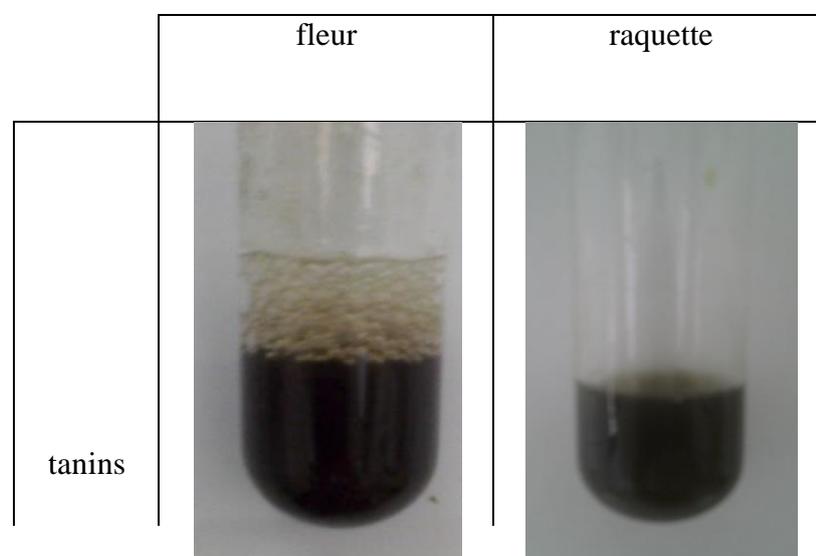


Photo.V.2: Photos de test des tanins des extraits de deux parties de la plante

V.2.1.3. Test des alcaloïdes :

Tableau.V.6: Résultats de caractérisation des alcaloïdes de la fleur et la raquette

	Les extraits				
	Ethéropétrolique	Dichlorométhanique	d'acétate d'éthylique	n-butanolique	aqueux
<i>fleur</i>	-	+	++	+++	++++
		T/Précipité orangé	Précipité orangé	Précipité orangé	Précipité orangé
<i>raquette</i>	-	-	+	++	+++
			Précipité orangé	Précipité orangé	Précipité orangé

Dans la partie fleur de la plante *opuntia ficus indica*, la recherche des alcaloïdes est très positive dans les extraits Aqueux et n-butanolique et négative dans les autres extraits. L'apparition d'un précipité orangé indique la présence des alcaloïdes.

V.2.2. Analyse quantitative de l'*opuntia ficus indica*

V.2.2.1. Dosage des saponines de deux parties de la plante:

Mesure de « l'indice de mousse » :

Les résultats de mesure dans les tableaux suivants :

Tableau V.7: Les résultats obtenus de l'évaluation de l'indice de mousse (fleur).

Tube n°	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
L'hauteur 5cm après 5 min	0	0.1	0.3	0.4	0.3	0.3	0.6	0.5	0.4	0.4	0.5
L'hauteur après 10 min	0	0	0.1	0.2	0.2	0.3	0.4	0.4	0.3	0.3	0.4
L'hauteur après 15 min	0	0	0	0.1	0.1	0.1	0.3	0.2	0.2	0.2	0.2

On remarque qu'après les 15min au repos :

- Concernant **la fleur** : le test est négatif dans tous les tubes ou la hauteur de mousse est inférieure à 1 cm dans tous les tubes , donc on ne peut pas calculer l'indice de mousse .

Tableau.V.8 : Les résultats obtenus de l'évaluation de l'indice de mousse (raquette).

Tube n°	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
L'hauteur(cm) après 5 min	0	0.5	0.7	0.9	1	1.4	1.5	1.7	1.8	2	2.2
L'hauteur(cm) après 10 min	0	0	0	0.2	0.3	0.7	0.9	1.2	1.3	1.5	1.8
L'hauteur(cm) après 15 min	0	0	0	0	0	0.2	0.4	0.7	0.9	1.2	1.5

On remarque qu'après les 15min :

- Concernant **la raquette** : le test est positif dans le tube n° : 10 ou la hauteur de mousse est égal à 1.5cm.

Donc on peut calculer l'indice de mousse :

$$1/100 * 5/10 = 5/1000$$

L'indice de mousse c'est l'inverse de dilution[2]

$$I_m = 1000/5 = 200$$

Concentration

dilution dans ce tube N°10 du décocté

initiale

du décocté

V.2.L'effet biologique des extraits de deux parties de la plante

V.2.1.Activité anti-lithiasique

➤ Résultats obtenus par spectrophotomètre UV-visible

Le nombre d'essais effectué permet d'estimer un certain nombre de paramètres bien précis, pris en considération, et régissant cette étude à $\lambda=620\text{nm}$, ce sont :

- ✓ Les valeurs de la pente turbidimétrique, que sont les plus importantes.
- ✓ La régression linéaire (R).

➤ Essais sans inhibiteurs

Les résultats obtenus en essais sans inhibiteurs à concentration 10mmol/l de chlorure de calcium CaCl_2 et 1 mmol/l de l'oxalate de sodium $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, sont répertoriés dans le tableau 9.

Tableau 9: Résultats obtenus sans inhibiteurs

concentration en Ca^{2+} (mmol/l)	concentration en $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$ (mmol/l)	Pente (Abs/s)	R
10	1	0.125	0.99725

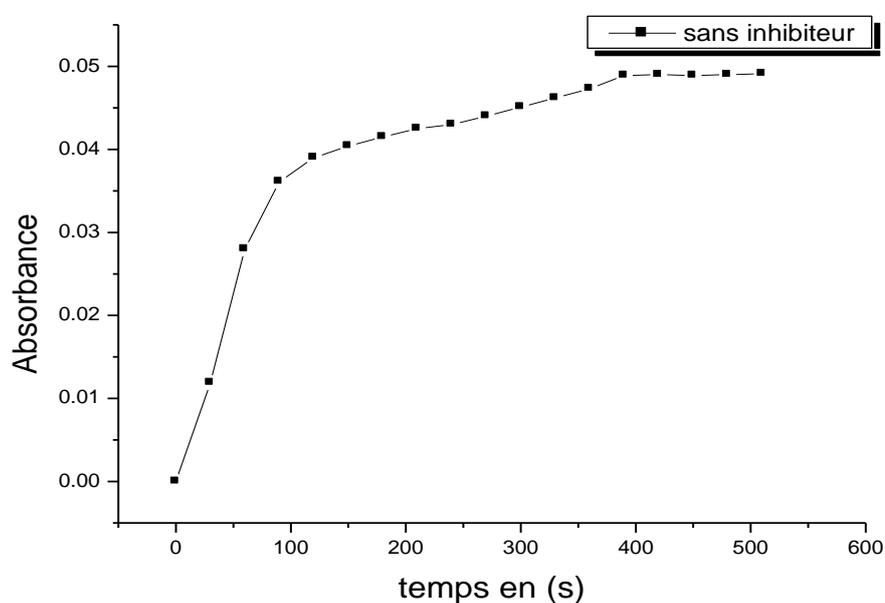


Schéma.V.1 : Cristallisation sans inhibiteurs.

Le **Schéma.V.1**, représente une courbe de l'absorbance en fonction du temps pour l'essai sans inhibiteurs, cette courbe de cristallisation possède l'allure générale à celle rapportée dans le chapitre III(**Figure.III.1**), on y examine seulement les deux étapes suivantes:

- ✓ L'étape de croissance cristalline.
- ✓ L'étape d'agrégation cristalline.

Car, la phase de nucléation cristalline (germination) n'apparaît pas sur la courbe de cristallisation sans inhibiteur, parce que cette étape est caractérisée par le temps d'induction qui correspond à un temps de latence pendant laquelle l'absorbance est presque nulle, donc l'étape de germination n'apparaît pas pour de fortes concentrations en solution cristallisables qui ont données la rapidité de cristallisation à cause de l'absence de l'agitation. Au cours de l'étape de croissance, l'absorbance atteint une valeur maximale, et est presque constante au niveau de l'étape d'agrégation. Donc les résultats trouvés sont étroitement proches de ceux rapportés par les auteurs [3].

Cette comparaison conduit à une bonne reproductibilité des expériences et à partir de courbe originale(**Figure.III.1**), on constate que les courbes obtenues sont plus exploitables. Sachant que la pente turbidimétrique varie inversement en fonction des concentrations des ions calcium et oxalate et que la régression reste toujours constante [3].

➤ **Essais avec inhibiteurs**

Dans notre travail, nous avons testé l'effet de l'inhibition des extraits de deux parties *fleurs* et *raquettes* et donc l'efficacité de la plante, à différentes concentrations de ces extraits (10%, 50%). Pour une concentration en ion calcium de 10mmol/l, et oxalate de 1mmol/l, à température ambiante.

1- Inhibiteur de l'extrait dichlorométhane de la fleur et raquette (10% et 50%)

Les résultats obtenus sont donnés dans le **tableau.V.10**.

Concentration de l'inhibiteur	Pente Abs/s	R
DCM10% (fleur)	0.00042	0.99122
DCM50% (fleur)	0.00022	0.98415
DCM10% (raquette)	0.0078	0.98873
DCM50% (raquette)	0.00123	0.98437

Nous avons représenté des schémas ci-après (2,3) montrant les courbes de la cinétique de cristallisation pour différentes concentration de l'extrait de dichlorométhane de deux parties du plantes.

Ces courbes obtenues sont du même type avec la courbe de cristallisation en absence des solutions inhibitrices, qui donnant l'absorbance en fonction du temps permettent de détermination les valeurs des pentes turbidimétriques et des coefficients de régression.

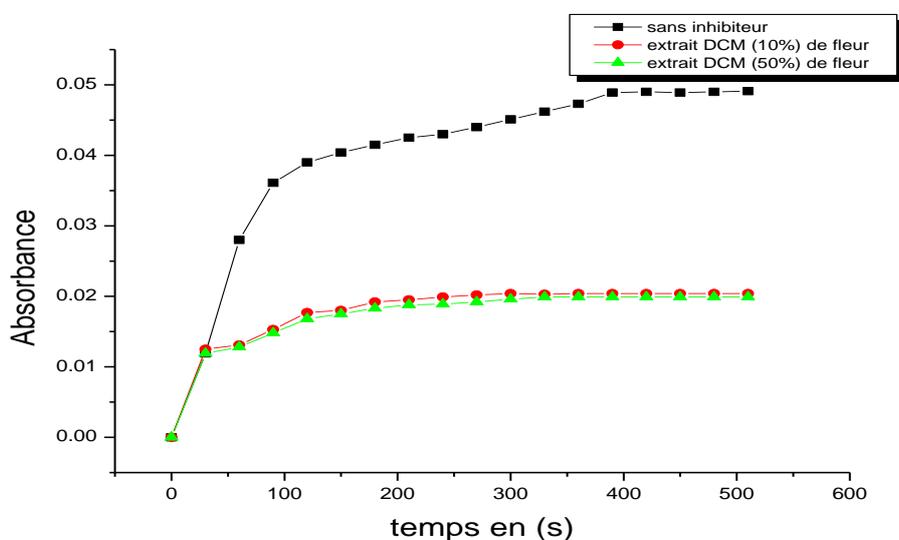


Schéma.V.2: Cristallisation avec inhibiteurs (10% et 50% de l'extrait DCM de la fleur)

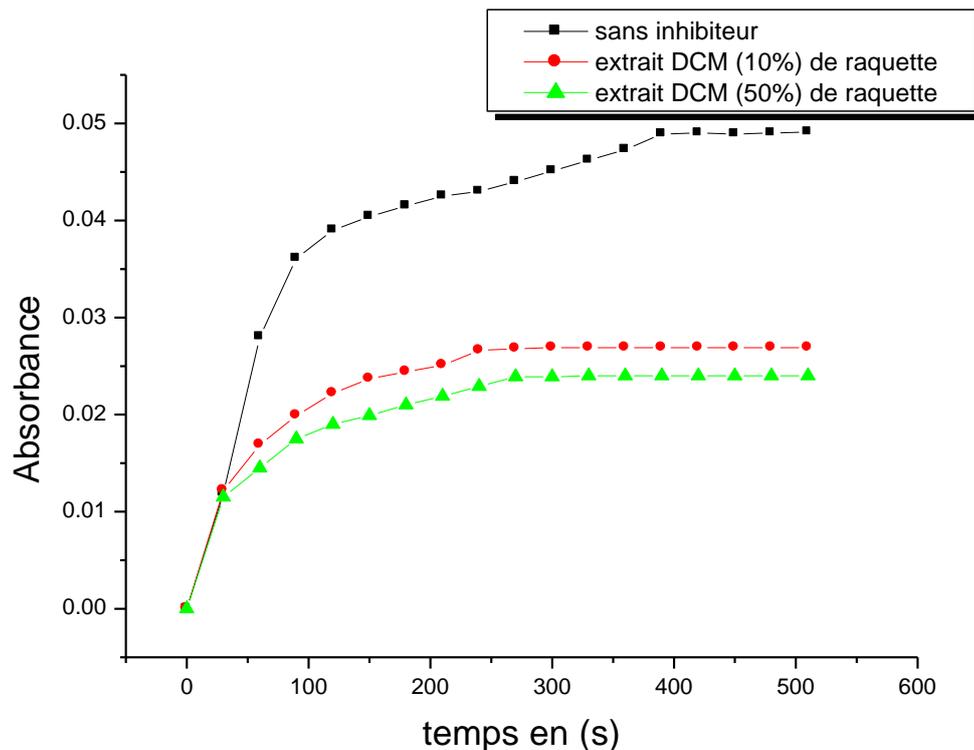


Schéma.V.3 : Cristallisation avec inhibiteurs (10% et 50% de l'extrait DCM de la raquette).

Selon les résultats obtenus (**tableau.V.10** et **Schéma.V.2** et **Schéma.V.3**) pour l'extrait dichlorométhane de la fleur et de la raquette, on constate qu'il y'a une inhibition de cristallisation de l'oxalate de calcium plus au moins forte. Les courbes que nous avons obtenues en présence d'inhibiteur présentent la même allure qu'en absence d'inhibiteur, mais de pentes turbidimétriques différentes. Ces pentes reflètent la phase de croissance cristalline et leurs valeurs sont l'indicatrice de l'effet d'inhibition. Plus la pente diminue plus le pouvoir inhibiteur augmente.

L'examen du **tableau.V.10** nous a permis de conclure: Pour l'extrait de fleur de concentration de 50% présente la faible pente de l'ordre (0.00022Abs/s) donc le bon pouvoir inhibiteur, et pour raquette, la concentration de 50% présente la faible pente de l'ordre (0.00123Abs/s) donc est aussi un bon pouvoir inhibiteur. Entre les extraits ; la fleur est la plus inhibitrice que la raquette.

L'augmentation du pouvoir d'inhibition (donc la concentration de l'extrait) entraîne une diminution de la pente turbidimétrique est bien en accord avec ce qui a été démontré dans

la littérature. L'extrait de la fleur inhibé de la formation des complexes oxalo-calcique, en produisant des chélation au moyen des hydroxyles des flavonoïdes avec les ions de calcium.

2- Inhibiteur de l'extrait acétate d'éthyle de la fleur et raquette (10% et 50%)

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau n° 11.

Tableau.V.11: Inhibition de l'extrait AcOEt.

Concentration de l'inhibiteur	Pente Abs/s	R
AcOEt10% (fleur)	0.00225	0.98230
AcOEt50% (fleur)	0.00032	0.99422
AcOEt 10% (raquette)	0.00076	0.98725
AcOEt50% (raquette)	0.000125	0.99142

Nous avons représenté des schémas ci-après (4,5) montrant les courbes de la cinétique de cristallisation d'oxalo-calcique pour différentes concentration de l'extrait d'acétate d'éthyle de deux parties.

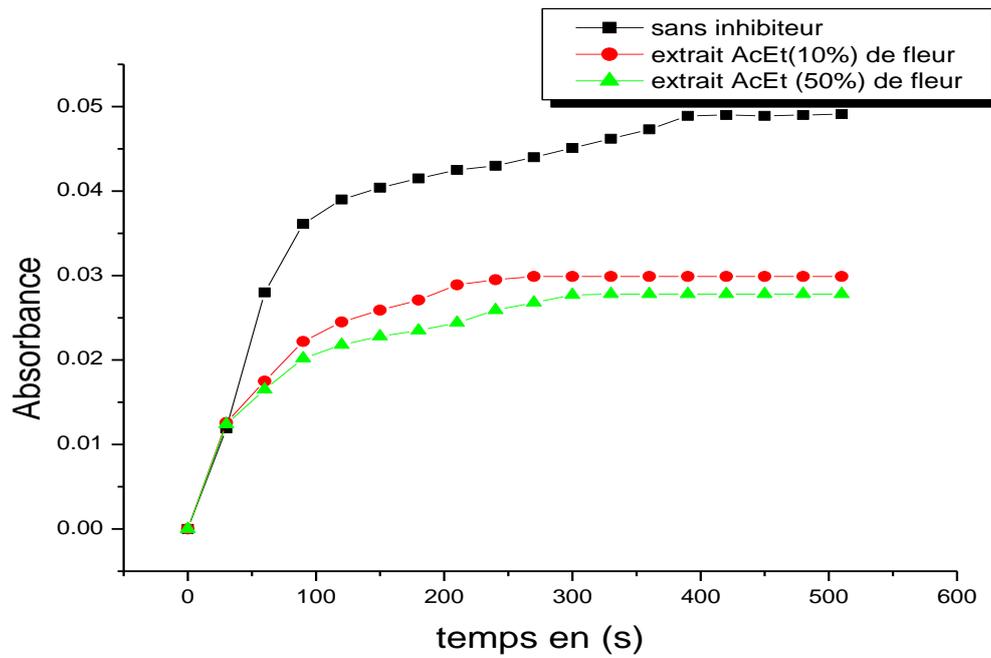


Schéma.V.4 : Cristallisation avec inhibiteurs (10%,50% AcOEt de la fleur).

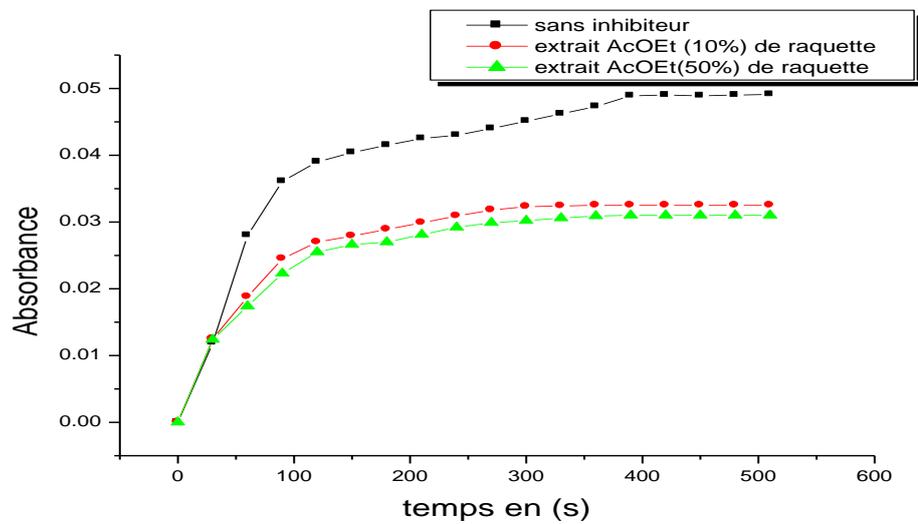


Schéma.V.5: Cristallisation avec inhibiteurs (10%,50% AcOEt de la raquette).

Les résultats obtenus grâce aux extraits d'acétate d'éthyle de deux parties du plante qui sont donnés dans le **tableau.V.11** et les courbes correspondant sont représentées sur les schéma n°4 et5.

De la même manière, on constate l'inhibition de cristallisation de l'oxalate de calcium plus au moins forte. Les valeurs de pentes ont déterminées l'effet de l'inhibition. C'est-à-dire, que le pouvoir inhibition diminue lorsque la valeur de pente augmente [3].L'examen des figures représentant l'absorbance en fonction du temps, nous a permet de constater que la plus forte pente (0.00225 Abs/s) correspond à la plus faible concentration de l'inhibiteur (10% de l'extrait), contrairement à la plus faible pente (0.00032Abs/s) relative à la plus grande concentration de l'inhibiteur (50% de l'extrait).Sur la base de cette constatation, la même chose se dit pour l'extrait de la raquette. Nous a permet de constater que la plus forte pente (0.00076 Abs/s) correspond à la plus faible concentration de l'inhibiteur (10% de l'extrait), contrairement à la plus faible pente (0.000125Abs/s) relative à la plus grande concentration de l'inhibiteur (50% de l'extrait). Entre les extraits; la raquette est le plus inhibitrice que la fleur. Ces extraits de raquette inhibé de la formation du complexe oxalate de calcium, en produisant des coordinations au moyen des hydroxyles des flavonoïdes avec les ions de calcium.

3- Inhibiteur de l'extrait n-butanolique de la fleur et raquette (10% et 50%)

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau n° 12.

Tableau.V.12: Inhibition de l'extrait n-butanolique

Concentration de l'inhibiteur	Pente Abs/s	R
n-but 10% (fleur)	0.0047	0.99256
n-but50% (fleur)	0.00054	0.98512
n-but 10% (raquette)	0.009	0.98126
n-but 50% (raquette)	0.0008	0.99011

Nous avons représenté des schémas ci-après (6,7) montrant les courbes de la cinétique de cristallisation d'oxalo-calcique pour différentes concentration de l'extrait n-butanolique.

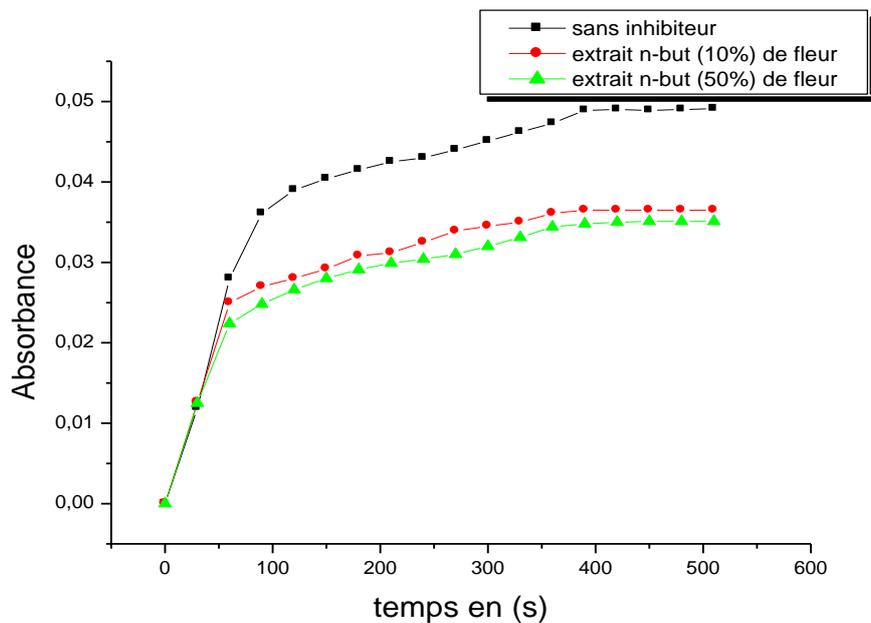


schéma.V.6 : Cristallisation avec inhibiteurs (10%,50% n-but de la fleur).

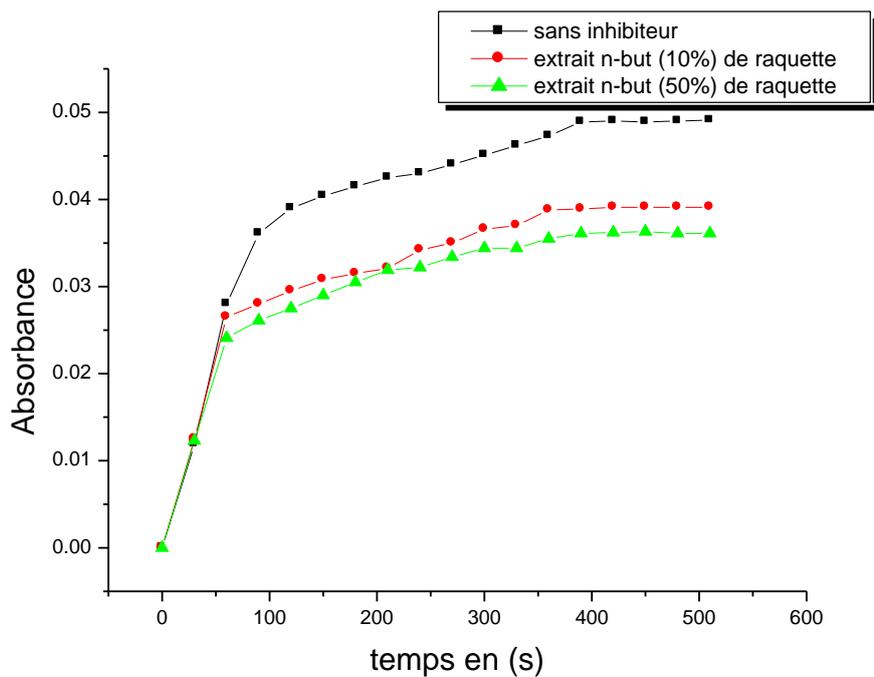


Schéma.V.7 : Cristallisation avec inhibiteurs (10%,50% n-but de la raquette).

Les résultats obtenus dans les extraits n-butanolique de la fleur sont donnés dans le **tableau.V.12** et les courbes sont représentées sur le **schéma.V.6**. On constate une inhibition de cristallisation de l'oxalate de calcium très forte. Les valeurs des pentes ont déterminées l'effet d'inhibition. Où, le pouvoir inhibiteur varie de la même façon qu'au précédemment (proportionnalité inverse) avec la valeur de la pente[3]. Les figures (Abs = f(t)), montrent que la plus forte pente (0.0047Abs/s) correspond à la plus faible concentration de l'inhibiteur (10% de l'extrait), bien que la plus faible pente (0.00054Abs/s) est attribuée à la plus grande concentration de l'inhibiteur (50% de l'extrait).

Néanmoins, l'extrait n-but de la raquette (**schéma.V.7**) montre que l'effet inhibiteur de cristallisation de l'oxalate de calcium est plus fort. L'évolution de l'absorbance en fonction du temps indique que la plus forte pente (0.009 Abs/s) correspond à la plus faible concentration de l'inhibiteur (10% de l'extrait), bien que la plus faible pente (0.0008Abs/s) est attribuable à la plus grande concentration de l'inhibiteur (50% de l'extrait).

On peut remarque dans le **tableau.V.12**; la fleur est le plus inhibitrice de la formation d'oxalo-calciqueque la raquette.

Conclusion

D'après nos études susmentionnées, on remarque que les extraits n-butanoliques de deux parties de la plante sont très efficaces pour l'inhibition vis-à-vis la formation d'oxalo-calcique. Bien que, l'extrait de la fleur est le plus bon inhibiteur d'oxalo-calcique, pour des concentrations de l'ordre de 10mmol/l en ion calcium et 1mmol/l en ion oxalate.

Les testes phytochimiques de deux parties de la plante dans les extraits n-butanoliques par la réaction de cyanidine montre la présence de flavonoïdes de type flavonols et flavones qui ont été révélés par l'apparition d'une coloration rose et rouge cerise et en concentrations élevée respectivement.

Les flavonols comme le quercétine, rhamnetin et isorhamnetin sont composés polycycliques possédant des groupements hydroxyles (OH) qui sont responsables de l'inhibition par la formation d'une chélation avec le calcium, comme mentionnée dans la bibliographique [4].

Par ailleurs les autres extraits dichlorométhanoliques et acétate d'éthyle possèdent des effets inhibiteurs plus au moins réduits que les extraits n-butanoliques dans la formation de cristaux d'oxalo calcique. Parce que les flavonoïdes qui sont présents dans ces extraits sont moins réactifs c'est-à-dire elles ont moins des groupes hydroxyles, donc le pouvoir inhibiteur diminue avec la diminution des phénomènes de chélation des ions de calcium. L'extrait de la fleur est le meilleur inhibiteur d'oxalo-calcique que de la raquette.

Par ailleurs pour les tests des saponines par mesure de l'indice de mousse on constate que l'extrait des fleurs plus au moins fort selon la valeur de l'indice de mousse.