

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE
جامعة عمّار ثليجي بالأغواط
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT
كلية العلوم
FACULTE DES SCIENCES
قسم علوم المادة
DEPARTEMENT Sciences de la Matière



Mémoire de Master

Domaine : Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Option : Chimie Organique Appliquée

Par :

Melle. BEHIZ Khadidja

Melle. RAMDANI Saadia

THEME

***Etude de la composition en acide gras,
tocophérols, stérols , caroténoïdes et évaluation
de l'activité antioxydante des huiles de deux
variétés de colza cultivées en Algérie***

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

Mme. AMI Yasmine	MAA	Présidente
Mlle .NIA Samira	MCB	Examinatrice
Mme. BENGUECHOUA Madjda	MCA	Promotrice
Mr. YOUSFI Mohammed	Professeur	Co-promoteur

Année Universitaire 2021/2022

Remerciement

*On remercie ALLAH le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté
d'entamer et de déterminer ce travail.*

*La réalisation de ce travail a été achevée au Laboratoire des Sciences de la matière à
l'université de Laghouat Sous la direction du DR Ben gechoua Madjda et le
professeur Yousfi Mohammed*

*Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu avoir le jour
sans l'aide et l'encadrement de notre promotrice madame Ben gechoua Madjda on la
remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience, sa rigueur,
sa disponibilité et ses précieux conseils durant notre préparation de ce travail.*

*Nous tenons à remercier aussi Mr. Yousfi Mohammed, notre Co- promoteur de ce
projet, pour son suivi permanent et pour avoir mis à notre disposition tout le matériel
nécessaire et disponible pour mener à bien ce travail*

*Nous remercions également les enseignants et le personnel du laboratoire pour leur
soutien*

*Nos remerciements également aux membres du jury : AMI Yasmine et NIA Samira
pour avoir accepté d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.*

*Nos remerciements s'adressent également à tous nos professeurs pour leurs générosités
et la grande patience.*

*Enfin nous remercions également toute personne ayant contribué de près ou de
loin à la réalisation de ce travail.*

BEHIZ KHADIDJA ET RAMDANI SAADIA

Dédicace

À mes très chers parents

*À l'homme qui a souffert sans me laisser souffrir : **mon cher père**, Ma plus grande source D'inspiration aura été votre amour, et votre grande attention qui n'ont cessé de me donner le sourire et m'ont poussé à continuer, en gardant la tête haute lorsque j'ai traversé des moments difficiles.*

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être.

*À celle qui s'est sacrifiée pour mon bonheur et ma réussite, le symbole de tendresse, à **ma Mère**, merci maman pour votre dévouement, votre patience, et toutes les bonnes qualités humaines qu'elle représente pour moi. Ce travail, est le fruit de vos efforts.*

A mes sœurs et frères, et à mon frère Mekki, mon soutien dans la vie , j'espère que dieu t'aidera dans ta vie

*Et à mon professeur **YOUSFI MOHAMMED** qui doit découvrir dans ce travail la fierté d'un savoir bien acquis et à la superviseure de ce travail, **Mme BenGuechoua Madjda**, merci d'être à nos côtés et de nous aider*

BEHIZ KHADIDJA

Dédicace

Je dédie ce modeste travail aux êtres qui me sont les plus chers,

Mon PÈRE ,même si tu n'es pas ici avec moi, tu étais mon soutien et tu le seras pour

toujours, je prie Dieu d'avoir pitié de toi et de te pardonner.

Ma MÈRE bien-aimée, à qui l'on attribue ce succès par ses efforts et la bénédiction de ses prières.

Mes Soeurs: AICHA ,FATIHA ,SARA. Merci, vous avez été mon soutien tout le temps, que dieu vous bénisse.

Mon frère AYMAN, je prie Dieu de te protéger de tout mal ,et de nous revenir en toute sécurité.

A mon amie SOMAIA, merci ,je te souhaite de réussir dans ta vie.

Je dédie ce travail de mon profond respect et de toute ma gratitude à monsieur professeur YOUSFI MOHAMED.

A mon promotrice DR BEN GUECHOVA MADJDA, je vous remercie d'avoir encadré ce travail, et j'espère qu'il répondra à vos attentes, si Dieu le veut.

RAMDANI SAADIA

LISTE DES FIGURES

Figure I. 1: les fabrications de l'huile de colza dans le monde.....	4
Figure I. 2: production mondiale d'huiles de colza en 2015.....	4
Figure II. 1: réduction du radical libre DPPH.....	15
Figure III. 1: Courbe étalonnage de la vitamine E.....	22
Figure III. 2: Courbe d'étalonnage du cholestérol.....	23
Figure III. 3: Courbe d'étalonnage de beta-carotène.....	25
Figure III. 4: Teneurs en tocophérols, stérols, caroténoïdes (mg/g d'huile) des graines de Colza.....	26
Figure III. 5: les courbes du pouvoir réducteurs des extraits lipidiques en fonction de concentration (mg/ml) dans le test DPPH.....	29

Liste des tableaux

Tableau II.1 : Réactifs chimiques utilisés dans ce travail.....	7
Tableau II.2 : classification classique et photo du colza.....	8
Tableau. III.1 : Couleurs, aspects et rendements des extraits lipidiques.....	16
Tableau III.2 : les indices d'acides des huiles des graines de colza.....	17
Tableau. III.3 : Composition en acides gras des huiles étudiées.....	19
Tableau III.4 : Esters méthyliques des huiles végétales	21
Tableau III.5 : Quantité des tocophérols dans les huiles des graines de colza.....	22
Tableau III.6 : Quantité des stérols totaux dans les huiles des graines de colza.....	24
Tableau III.7 : Quantité des caroténoïdes dans les huiles des graines de colza.....	25
Tableau III.8 : les valeurs des EC ₅₀ des extraits lipidiques	29
Tableau III.9 : Corrélation entre les tocophérols, stérols, caroténoïdes et EC ₅₀ des graines de colza.....	30

Liste des abréviations

m : la masse

V : volume

C : Concentration.

N : Normalité.

M : Masse molaire

Abs : Absorbance

K : coefficient

R % : le rendement

IP % : pourcentage d'inhibition

DPPH : Diphényle-2,2 picryl-1 hydrazine

EC50 : Efficient concentration (concentration inhibitrice 50%)

EMAG : Ester méthylique d'acide gras

IA : L'indice d'acidité

A_T : absorbance de témoin

A_E : absorbance de l'échantillon.

LS : Lipides simples

LT : Lipides totaux

LN : Lipides Neutres

ml : Millilitre

nm : Nanomètre

VE : Vitamine E

μM : Micromole

% : Pourcentage

SOMMAIRE

Remerciment.....	I
Liste des figures.....	IV
Liste des tableaux.....	V
Liste des abréviations	VI
I. Introduction générale.....	1
II. Matériels et méthodes.....	6
II.1.Réactifs chimiques et matériel végétal.....	7
II.1.1.Réactifs chimiques.....	7
II.1.2. Le matériel végétal.....	7
II.2.Méthodes.....	8
II.2.1.Extraction des lipides.....	9
II.2.1.1. Extraction des lipides simples.....	9
II.2.1.2.Extraction des lipides totaux.....	9
II.2.1.2.1. Fractionnement des classes lipidique.....	10
II.2.2. Indice d'acidité des huiles étudiées.....	10
II.2.3.Préparation des ester méthyliques des acides gras	11
II.2.4. Dosage des tocophérols totaux.....	12
II.2.5. Dosage des stérols totaux.....	13
II.2.5. Dosage des caroténoïdes.....	13
II.2.7. l'évaluation de l'activité antioxydante.....	13
II.2.7.1.Test du DPPH.....	14
III. Résultats et discussion.....	15
III.1. Rendement des extraits lipidiques.....	16
III.2. Indice d'acide.....	17
III.3. Composition en acide gras.....	18
III.4.Dosage des tocophérols.....	22
III.5.Dosage des stérols.....	23
III.6.Dosage des caroténoïdes.....	24
III.7.Méthode de réduction du radical libre DPPH.....	27
III.8. Corrélation entre la teneur en tocophérol et l'activité antioxydante.....	30
Références bibliographique.....	32
Annexes.....	33

Introduction générale

Un grand nombre de plantes aromatiques, médicinales, oléagineuses, des plantes épicées et autres, possédant des propriétés biologiques très intéressantes, qui trouvent application dans divers domaines à savoir en alimentation humaine, en médecine, en pharmacie, en cosmétologie et en agriculture. [1]

Les lipides ou graisses, font parties avec les protéines et les glucides des trois grandes familles de macro nutriments dit énergétiques. A ce titre ils occupent une place très importante dans l'alimentation humaine. Ils sont indispensables au bon fonctionnement de l'organisme et fournissent une quantité d'énergie supérieure à celle apportée par les glucides.[2]

Les lipides sont des produits naturels largement répandus dans le règne animal et végétal. Ils regroupent les huiles et les graisses d'origine animale et végétale. [3]

La valeur nutritive d'une huile végétale, repose sur son apport en acides gras essentiels (indispensables) Oméga 3 et Oméga 6 et en vitamines [4]. Plusieurs études, viennent reconforter les attributs de santé des acides gras polyinsaturés W6, W3 (ou anciennement vitamine F) représentés respectivement par l'acide linoléique et l'acide alpha-linolénique et leurs propriétés thérapeutiques dans la prévention des maladies cardiovasculaires ainsi que la synthèse des molécules biologiques hautement actives que l'homme étant incapable de les fabriquer, ces acides gras essentiels doivent être obligatoirement apportés par l'alimentation et notamment par les huiles végétales. [5]

En Algérie, l'importation des huiles d'origine végétales a augmenté avec la consommation d'année en année, elle est passée de 200 000 tonnes en 1980, à 320 000 tonnes en 2001 [6], à cette raison qu'il faut s'intéresser dans notre pays à réintroduire la culture oléagineuse pour atteindre l'autosuffisance en huile alimentaire ou au moins diminuer l'importation.

Les plantes oléagineuses, a savoir le colza, le tournesol et le soja, sont cultivées pour la richesse en huile de leurs graines mais aussi pour leurs coproduits, appelés tourteaux, formés après trituration. Les huiles issues de ces plantes oléagineuses sont principalement utilisées en alimentation humaine mais aussi en chimie verte, notamment pour la production de biocarburants, de lubrifiants et d'autres molécules plateforme. Quant aux tourteaux d'oléagineux, ils sont principalement destinés à l'alimentation animale en raison de leur forte teneur en protéines. [7]

Le colza (*Brassica napus L.*) est une plante crucifère annuelle connue sous le nom de "rape" en anglais, "raps" en allemand, "colza" en espagnol, portugais et italien (Brassicaceae). Le colza est cultivé depuis l'antiquité, notamment en Chine. Il a été introduit pour la première fois en Europe 18ème siècle : Russie, Scandinavie, Flandres, Allemagne., Le colza est unique en ce qu'il a beaucoup voyagé à travers le monde et s'est adapté à chaque nouvel environnement. Son huile était utilisée à la fois pour la nourriture et à d'autres fins telles que la lubrification, l'éclairage et la savonnerie. Aujourd'hui, le colza est largement cultivé dans les climats tempérés de divers pays pour la production d'huile comestible et non comestible (biodiesel et technique). Le colza, avec le tournesol et l'olivier, est l'une des trois principales sources d'huiles végétales en Europe. Le colza est donc, aujourd'hui, la première plante pour fabriquer l'huile alimentaire ainsi que le biocarburant en Union Européenne. [8]

La graine de colza est arrachée à partir des siliques qui renferment les graines. Ayant une composition variée, elle contient de la matière grasse, des protéines, de l'eau, de la cellulose et des éléments minéraux. La composition de la graine de colza contient environ 42% d'huile, 22% de protéine, 9% d'eau, 7% de cellulose et 20% d'autres matières. [8]

Huile de Colza est une huile végétale obtenue à partir du broyage de grains de colza. Utilisation d'une méthode d'extraction par solvant ou d'une méthode d'extraction pressée. L'huile de colza a une couleur varie du jaune au jaune doré. Il est composé à 98% triglycérides.. 2%Le reste est riche en stérols et tocophérols. Il se compose principalement de triglycérides. [9]

Les propriétés de l'huile de colza dépendent de la qualité et de l'état des graines Stockage, méthode de broyage, etc. [10]

Les fabricants de ce produit dans le monde incluent l'Inde, l'Angleterre, la Chine, l'Allemagne, la France et surtout le Canada. [11]

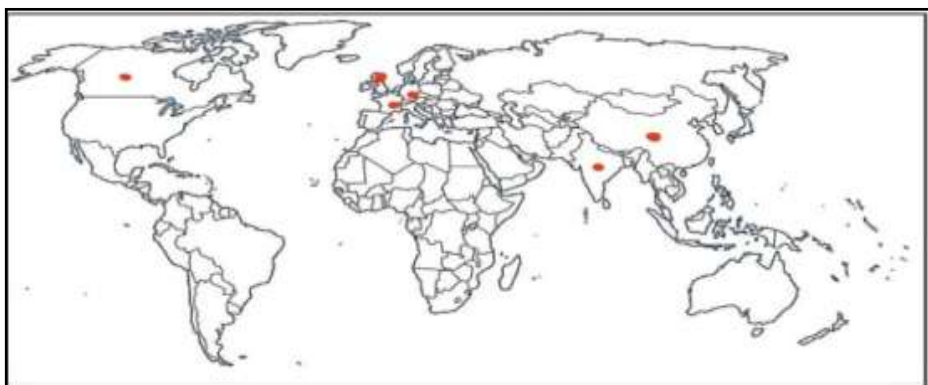


Figure I.1: Les fabricants de l'huile de colza dans le monde[11]

La quantité de graines de cet oléagineux échangée sur le marché mondial (importations-exportations) a quant à elle triplé

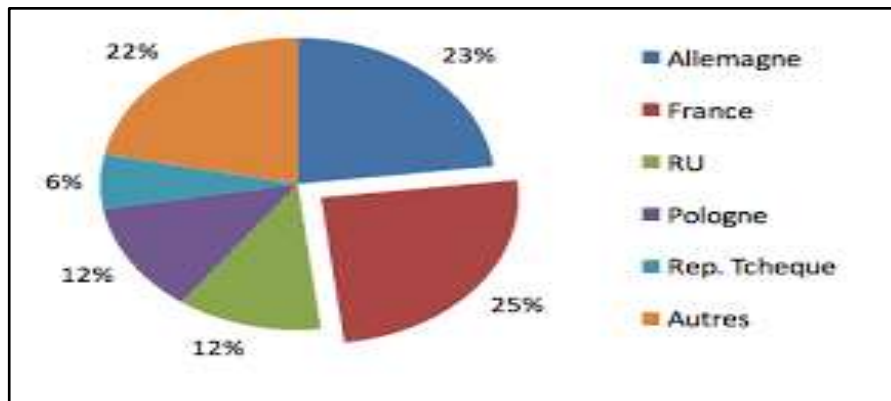


Figure I.2 : Production mondiale d’huiles de colza en 2015 . [12]

En Algérie, une superficie de 5 000 hectares a été allouée à la culture de l'huile de colza dans quatre États de l'est du pays à la nouvelle campagne agricole 2021-2022 sa culture a été testée à Bordj Bou Arreridj, Constantine et Guelma. [13]

Les radicaux libres et les espèces oxygénées réactives ont été associés à des maladies cardiovasculaires et inflammatoires, et même interviennent dans le cancer et le vieillissement. Des efforts visant à compenser les dommages causés par ces espèces sont de plus en plus reconnus comme une base pour des nouvelles approches thérapeutiques, et dans le domaine de la médecine préventive . [14]

Les antioxydants sont des composés qui réagissent avec les radicaux libres et les rendent ainsi inoffensifs . [15]

La raison pour laquelle les antioxydants sont importants vient du fait que l’oxygène est un élément potentiellement toxique puisqu’il peut être transformé en forme plus réactive telles que le superoxyde, le peroxyde d’hydrogène, l’oxygène singulet et les radicaux hydroxyles, collectivement connu sous le nom d’oxygène actif . [16]

Ils agissent en formant des produits finis non radicaux, d’autres en interrompant la réaction en chaîne de peroxydation, en réagissent rapidement avec un radical d’acide gras avant que celui-ci ne puisse réagir avec un nouvel acide gras, tandis que d’autres antioxydants absorbent l’énergie excédentaire de l’oxygène singulet pour la transformer en chaleur. D’une manière générale, un antioxydant peut empêcher l’oxydation d’un autre substrat en s’oxydant

lui-même plus rapidement que celui-ci. En même temps, les antioxydants arrêtent la réaction, la plupart du temps parce que la structure des antioxydants est relativement stable . [15]

Dans ce travail nous nous sommes intéressés à la caractérisation physico-chimique de lipide de colza et l'évaluation de l'activité antioxydante des extraits lipidiques

Ce mémoire est constitué de deux parties :

- La première partie est consacrée au matériels et méthodes utilisés dans les différentes manipulations qui s'appuient sur deux axes .le premier axe est porté sur l'extraction, le fractionnement et la composition qualitative et quantitative de l'huile en acides gras. Dans un second temps, nous avons déterminé les teneurs en tocophérols, stérols et caroténoïdes des différents extraits obtenus. Dans le deuxième axe, nous nous sommes intéressés à évaluer le pouvoir antioxydant des extraits lipidiques des grains de *colza* par une analyse mesurant le pouvoir des extraits lipidiques à balayer le radical stable DPPH

- La deuxième partie se focalise sur tous les résultats obtenus accompagnés de leur discussion.

- Une conclusion générale, avec les références bibliographiques et une partie des annexes clôturent ce manuscrit.

Matériels et

Méthodes

II. Matériels et méthodes

II.1. Réactifs chimiques et matériel végétal

II.1.1. Réactifs chimiques

Tous les produits utilisés dans ce travail sont d'un grade analytique élevé (Tableau II.1)

Tableau II.1 : Réactifs chimiques utilisés dans ce travail.

Produits Chimiques	Firme et pays
-Chloroforme, Méthanol, Ethanol, Acétone, DPPH, Chlorure de sodium, Chlorure de fer(III), Hexane, Vitamine(E et C). Anhydride acétique, Acide sulfurique, acide acétique, Cholestérol, β -carotène, DPPH (diphényl picryl-hydrate), phénolphtaléine	Sigma-Aldrich (la France)
Anhydride acétique	Merck KGaA
-Sulfate de sodium anhydre	Biochem (la France)
- Ortho-phénantroline	Fluka (la France)
- Méthanoate de sodium (NaOCH ₃ 0,5%).	Préparé au laboratoire



II.1.2. Le matériel végétal

Les espèces des grains de colza étudiées sont, colza hybridé et colza jura amenées de la région des hauts plateaux à l'est Algérien (**Bordj Bou Arreridj**) durant l'année 2021.

Le matériel végétal investigué est séché à l'abri de la lumière et de l'humidité puis broyé à l'aide d'un mortier traditionnel, notre travail était sur les graines de colza seulement (Tableau II.2).

La classification classique du colza est représentée comme suite :

Tableau II.2: classification classique et photo du colza

Classification botanique	Photo
<p>Classification : الاسم بالعربية: الكانولا / السلجم الزيتي</p> <p>Règne : Plantae</p> <p>Division : Magnoliophyta</p> <p>Classe : Magnoliopsida</p> <p>Ordre : Capparales</p> <p>Sous-famille des Brassicoidae</p> <p>Famille : Brassicacées (Crucifères)</p> <p>Nom scientifique : Brassica napus</p>	 <p data-bbox="882 801 1401 904">https://www.technoscience.net/glossaire-definition/Colza.html</p>  <p data-bbox="906 1290 1326 1357">Photo : 20/02/2022</p>

II.2.Méthodes

Dans le cadre de cette étude, les capacités matérielles mises à notre disposition, nous ont permis d'analyser les fractions lipidiques des graines de colza des deux variétés selon deux paramètres :

-l'Analyse des fractions lipidiques en acides gras, indices d'acides et leurs teneurs en tocophérols, stérols et caroténoïdes.

- L'évaluation de l'activité antioxydante dans les extraits lipidiques s'est portée sur l'application d'une analyse comprenant un balayage du radical stable DPPH.

II.2.1.Extraction des lipides

Les lipides ont été extraits par deux méthodes, la première méthode appelée la méthode de Soxhlet, on utilisant l'hexane pour extraire les lipides simples (L'extracteur de Soxhlet est une pièce de verrerie permettant d'effectuer une extraction solide-liquide avec une grande efficacité), par contre dans la deuxième méthode est celle de Folch en utilisant le système de solvant (chloroforme : méthanol, 2 :1 V/V) qui nous permet d'extraire les lipides totaux (lipides neutres, les glycolipides et les phospholipides)

II.2.1.1. Extraction des lipides simples

L'extraction des lipides des deux variétés de colza a été réalisée par Soxhlet, en utilisant l'hexane (100%), pour une masse précise de la matière végétale pendant un certain temps. Les extraits sont desséchés par une quantité suffisante de sulfate de sodium anhydre, Après filtration de l'extrait, les solvants organiques sont évaporés à l'aide d'un rota-vapeur à une température d'environ 45°C et l'huile est récupérée et mise dans des flacons.

II.2.1.2.Extraction des lipides totaux

Les lipides totaux constituent une fraction mineure dans les huiles végétales, les plus répons sont les lipides neutres, phospholipides et les glycolipides.

L'extraction des lipides est basée sur leur solubilité dans les solvants organiques. La méthode la plus utilisée est la méthode de Folch [17], elle consiste à extraire les lipides par un mélange de solvants Chloroforme : Méthanol (2/1 : V/V), l'extrait recueilli contient des substances non lipidiques qui doit être éliminées.

- **Mode opératoire**

L'extraction des lipides totaux a été réalisé a température ambiante, en utilisant un volume bien déterminée du système binaire de solvants : Chloroforme : Méthanol (2/1 : V/V), pour une masse précise des graines de colza pendant un certain temps. Après filtration de l'extrait, les solvants organiques sont évaporés sous pression réduite à 40°C. Chaque résidu obtenu est introduit dans une ampoule à décanter pour lui additionné un volume précis de NaCl 0,9% plus un autre volume de chloroforme. Le contenu de l'ampoule est agité, la phase organique est séchée par du sulfate de sodium anhydre puis filtrée, le solvant est évaporé sous pression réduite à 40°C. Cette extraction est effectuée pour les deux variétés de colza.

II.2.1.2.1. Fractionnement des classes lipidique

Les lipides totaux sont fractionnés en différentes classes en fonction de leur polarité par chromatographie solide/liquide sur colonne ouverte. Cette méthode est basée sur la différence de degré d'adsorption de composés lipidiques sur des phases mobiles et fixes. Dans le cas présent, les composés lipidiques vont réagir différemment en fonction de la polarité du solvant d'éluion. Cette technique est une extraction en phase solide, appelée également Solide Phase Extraction (SPE)[18,19,20,21], .

Dans une colonne (diamètre interne : 8-10 mm ; longueur : 20 cm) contenant de la laine de verre est introduite de la silice activée. Le gel de silice est introduit dans la colonne à l'aide de chloroforme. Ce gel est ensuite drainé avec une faible quantité de chloroforme afin de le rincer et de stabiliser la colonne. Le solvant récupéré lors de cette étape est jeté. L'extrait lipidique est ensuite introduit dans la colonne en utilisant le chloroforme comme éluant pour extraire les lipides neutres et l'acétone et le méthanol pour extraire les lipides polaires.

Les fractions correspondant à l'éluion de ces solvants sont ensuite récupérées et quantifiées par évaporation du solvant. Les fractions sont ensuite conservées dans un volume connu de chloroforme et stockées à basse température.

La teneur en huile (le rendement) est calculée selon la formule suivante :

$$R\% = \frac{\text{la masse de l'extrait}}{\text{la masse de la poudre de végétale}} \times 100$$

II.2.2. Indice d'acidité des huiles étudiées

Nous avons déterminé l'indice d'acidité des deux variétés d'huile de colza qui est en relation directe avec la nature chimique d'une huile.

Leur détermination a été effectuée en appliquant les méthodes conformes à la norme française.[22]

- **Mode opératoire**

L'indice d'acidité d'un corps gras est la quantité de potasse exprimée en milligramme nécessaire pour neutraliser l'acide gras libre contenu dans un gramme de corps gras. C'est un dosage pour connaître le pourcentage des acides gras libres.

Pour déterminer l'indice d'acide, on prend 0.5g d'huile et on ajoute 1.5 ml de solvant hexane pour solubiliser l'huile, plus quelques gouttes de phénol phtaléine comme indicateur.

On titre avec une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium 0.01M jusqu' au changement de couleur (rose).

Tenant compte qu'un ml (1ml) de solution normal de KOH correspond à 56.1mg de KOH

L'indice d'acidité et calculé d'après l'équation suivante :

$$IA = \frac{V.N.56.1}{m}$$

IA : indice d'acidité

N : normalité de solution éthanolique de KOH

V : volume de la solution éthanolique de KOH exprimé en ml

m : masse de la prise d'essai d'huile en gramme

56,1 : masse molaire de KOH

II.2.3.Préparation des ester méthyliques des acides gras

Les techniques de préparation des esters méthyliques sont relativement nombreuses [23], la méthode utilisé comporte deux étapes consistent à préparer les EMAG, puis les analyser par chromatographie en phase gazeuse [24]. Les acides gras sont analysés après transformation en esters méthyliques obtenus

- **Mode opératoire**

Dans un ballon de capacité de 100 ml, on pèse 500 mg d'huile brute, on ajoute 25 ml de solution méthanolique de méthylate de sodium, celui ci est adapté au réfrigérant et porté à une ébullition à reflux pendant 30min.

On retire le ballon de la source de chaleur et on le refroidisse sous un courant d'eau. Après refroidissement, on ajoute 20 ml d'eau distillée, les esters méthyliques sont extraits de la fraction aqueuse par l'hexane. La phase organique est lavée plusieurs fois par l'eau jusqu'à la neutralisation. Après le séchage avec le sulfate de sodium anhydre Na₂SO₄, La phase organique est filtrée, puis évaporé sous pression réduite.

Les EMAG ainsi obtenus sont conservés au réfrigérateur jusqu'à leur analyse.

L'analyse des EMAG a été effectuée par chromatographie en phase gazeuse. Lors de cette analyse, nous avons utilisé un chromatographe de type Chrompack CP 9002, muni d'un

détecteur à ionisation de flamme FID .le volume injecté est de 1µl en mode split- splitless. La chaîne chromatographique est composée d'une colonne capillaire DB23 (50% de cyanopropyl) (longueur 30 m, diamètre interne 0.32 mm, épaisseur de film 0.32 µm) avec une température du four en mode isotherme (250°C) et celle l'injecteur et de détecteur est 250°C, l'Azote est utilisé comme un gaz vecteur avec un débit de 1ml/min.

II.2.4.Dosage des tocophérols totaux

Nous avons adopté la méthode de dosage colorimétrique d'Emmerie-Engel [25], Cette méthode est basée sur la réaction d'oxydoréduction entre les tocophérols et le fer ferrique (Fe^{3+}) qui est réduit en fer ferreux (Fe^{2+}). Ce dernier, en présence de réactifs spécifiques comme l'orthophénantroline, forme un complexe rouge-orangé stable dont le coefficient d'extinction molaire à 510 nm et est très élevé.

Ce dosage peut être réalisé soit à partir de l'insaponifiable [26],soit à partir de l'huile [27] . Chacun de ces dosages a ses avantages et inconvénients. Lorsque l'on effectue l'analyse à partir de l'huile brute, on ne tient pas compte des composés tocophéroliques engagés dans des combinaisons de type esters. En effet, la réaction d'oxydo-réduction, conduisant à des composés de type quinonique, ne peut avoir lieu. L'analyse effectuée ne tient compte que des tocophérols libres. Dans le cas du dosage à partir de l'insaponifiable, on dose les tocophérols totaux, initialement libres et estérifiés. Lors des différentes manipulations nécessaires, une dégradation partielle de ces composés peu avoir lieu, sauf cas particulier des huiles végétales pauvres en esters tocophéroliques. En fin de compte, les deux méthodes de dosage donnent des résultats assez proches.

Une droite d'étalonnage tracée à partir d' α -tocophérol commercial, permet de relier la densité optique et la concentration de tocophérol exprimée en g/l. A partir d'une solution commerciale de la vitamine E, nous avons préparé dans l'hexane des solutions ayant des concentrations bien déterminées, 1ml de chaque solution fille plus 1ml de réactif (Ortho-phenantroline) et 0.5ml $FeCl_3$ (solutions éthaloniques). Après 5 min on mesure l'absorbance à 510nm.

II.2.5.Dosage des stérols totaux[27]

Ils s'agit d'une absorption spectrophotométrique suivant le test de Liebermann-Burchard [28, 29], basé sur une réaction colorée spécifique des 3 β -hydroxystéroïdes possédant une double liaison en position 5-6.les stérols forment un complexe stable avec l'anhydride acétique en milieu acide qui absorbe dans le visible à une longueur d'onde de 550

nm.(le réactif spectral de Liebermann est constitué par 60 ml d'anhydride acétique et 10 ml d'acide sulfurique concentré et 30ml d'acide acétique).

A partir d'une solution chloroformique du cholestérol, nous avons préparé une série de gamme de solutions afin de tracer une courbe d'étalonnage liant la densité optique en fonction de concentration. On prend 1ml de chaque solution et on ajoute 2ml du réactif de Liebermann puis on laisse la coloration se développer et se stabiliser pendant 25 min, on mesurant l'absorbance a 550nm de chaque solution.

II.2.6.Dosage des caroténoïdes

Le β -carotène, est généralement le composé le plus abondant et le plus commun dans les corps gras d'origine végétale. La teneur en caroténoïdes totaux a été déterminée selon la méthode de Talcott et Howard (modifiée) [30]

La teneur totale en caroténoïdes des fractions lipidiques a été déterminée par spectrophotométrie. Une courbe d'étalonnage standard a été obtenue à partir de différentes concentrations de solutions de β -carotène préparées dans du dichlorométhane. L'absorbance de chaque solution a été lue à 460 nm contre un blanc contenant uniquement le solvant.. La quantification des caroténoïdes dans les extraits lipidiques a été effectuée selon le même processus. Les résultats sont exprimés en mg équivalent de β -carotène par grammes d'huile (mg E β C/g d'huile).

II.2.7.L'évaluation de l'activité antioxydante

Les méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant d'un produit pur ou d'un mélange sont nombreuses. Elles sont fondées sur la détermination de produits qui résultent de l'oxydation ou, au contraire, mesurent l'efficacité d'une substance à piéger des radicaux.

La mise en évidence du pouvoir antioxydant de nos extraits, à été réalisé par un test chimique qui s'intéresse à mesurer l'activité de balayage d'un radical libre par les fractions antioxydantes en employant le DPPH.

II.2.7.1.Test du DPPH

Le DPPH (2,2-diphenyl-1-picryl-hydr azyl) est un radical libre stable utilisé pour les radicaux libres produits en réponses à des stress internes ou externes en présence d'un antioxydant, la couleur violette caractéristique du DPPH est transformée en une couleur jaune [31] L'intensité de la couleur est proportionnelle à la capacité des antioxydants présents dans le milieu à donner des protons, elle est mesurée à 517 nm. [32]

- **Mode opératoire**

Une quantité de 1ml de chaque extrait (concentration croissante) est additionnée à 1ml d'une solution de DPPH• (250µM) préparée dans l'éthanol. Le mélange réactionnel a été secoué immédiatement, puis il est maintenu à l'obscurité pendant 30 minutes à une température ambiante pour que la réaction s'accomplisse. L'absorbance du milieu réactionnel a été mesurée à 517 nm contre un blanc sur un spectrophotomètre ultraviolet.

Nous avons également, testé la vitamine C, la vitamine E, des antioxydants commerciaux pris comme antioxydants de références. Le pourcentage de l'activité scavenger du radical DPPH est exprimé par la formule suivante :

$$PI\% = \frac{A_t - A_e}{A_t} \times 100$$

A_t: absorbance de témoin (Solution du DPPH sans extrait).

A_e : absorbance de l'échantillon.

L'activité antioxydante de nos extraits exprimée en EC₅₀, il est définie comme étant la concentration en (g/l) de l'extrait capable de neutraliser 50% des radicaux libres .

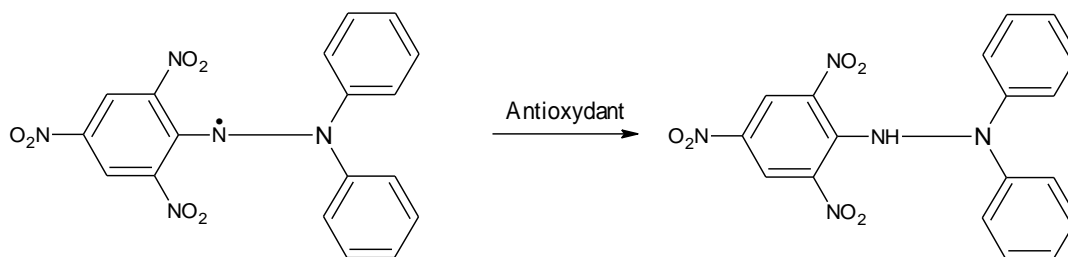


Figure II.1 : Réduction du radical libre DPPH

Résultats et

Discussion

III. Résultats et discussion

III.1 Rendement des extraits lipidiques

Les rendements d'extraction des lipides simples ont été calculés par rapport au poids de la poudre végétal par contre les lipides neutres et polaires ont été calculés par rapport aux lipides totaux.

Tableau. III.1 : Couleurs, aspects et rendements des extraits lipidiques

Les extraits lipidiques	colza jura			colza hybridé		
	R %	Couleur	Aspect à 25°C	R%	Couleur	Aspect à 25°C
LS	35.07	Jaune	Visqueux	30.30	Jaune	Visqueux
LT	25.83	Marron claire	Visqueux	24.48	Marron foncé	Visqueux
LN	73.84	Jaune	Visqueux	83.59	Jaune	Visqueux
LP (GL+PhL)	1.81	Jaune	Visqueux	1.9	Jaune	Visqueux

A la lumière des résultats donnés dans le tableau III.1, Les extraits huileux sont apparus sous deux couleurs pour les deux variétés de colza à savoir : jaune pour les lipides neutres et polaires et marron pour les lipides totaux .Ce changement de couleur est lié à l'apparition des nouvelles molécules. Les extraits lipidiques ainsi obtenus présentent généralement un aspect visqueux

Les teneurs en huiles dans les deux variétés de colza jura et hybridé présentent un rendement qui varie entre 1.81% et 83.59%, il est constatable que la plus importante quantité a été trouvée dans les lipides neutres comparativement aux autres fractions.

Le fractionnement des lipides totaux dévoile les proportions massiques des différentes classes des lipides. Les valeurs de ces proportions sont : 73.84 et 83.59 % respectivement

pour les lipides neutres de colza jura et hybridé et 1.81 % et 1.9 % respectivement pour les lipides polaires (glycolipides et phospholipides) de colza jura et hybridé.

A partir des résultats du Tableau. III.1, on remarque que les lipides neutres occupent une proportion très importante dans les lipides totaux dans les deux variétés de colza (73.84-83.59) comparativement aux lipides polaires (1.8-1.9 %)

Si nous comparons nos résultats en huile par rapport à d'autres huiles végétales alimentaires comme le tournesol, le soja, l'olive (20-42%) [33], on peut dire que les deux variétés de colza sont relativement riches en matières grasses. Donc on peut classer les graines de colza parmi les graines oléagineuses.

III.2.Indice d'acide

Nous avons déterminé les indices d'acides qui caractérisent nos huiles étudiées; nous avons utilisé les normes AFNOR .ces indices d'acidités permettent de faire quelques estimations sur la nature chimique de huile de colza. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau III.2 :

Tableau III.2 : les indices d'acides des huiles des graines de colza

Les extraits lipidiques	Les indices d'acides	
	Colza jura	Colza hybridé
LS	2.74±0.21	1.12±0.56
LT	3.36±0.17	6.17±0.78
LN	2.52±1.75	4.20±2.10

*D'après les résultats mentionnés dans le tableau III.2, on déduit que les lipides étudiés sont acides sauf les lipides simples des deux variétés et lipide neutre de colza jura. La forte acidité des huiles est peut-être due à la mauvaise conservation des graines ou leur immaturité.

L'acidité mesurée dans ce stade pourrait correspondre à la fois à la présence des acides gras libres et à l'acide phosphatidique. Ces composants sont les substrats pour la biosynthèse des triacylglycérols. [34]

Comme l'indice d'acidité atteint sa valeur minimale égale à 2 au lipides simples des deux variétés et lipide neutre de colza jura valeurs se situent dans l'intervalle des normes établies par AFNOR 1984. Donc ces lipides sont les meilleures pour les utiliser dans la nutrition.

La détermination exacte du point d'équivalence par la méthode chimique été un peu difficile et par conséquent les valeurs de l'indice d'acidité calculées ne sont pas fiables. Pour éviter ce problème il faut procéder aux méthodes physiques qui sont les meilleurs pour ce cas, par exemple : la PH-mètrie et la conductimétrie.

III.3.Composition en acide gras

A partir des chromatogrammes des esters méthyliques d'acides gras. Nous avons déterminé la composition en acides gras des extraits lipidiques des graines de colza

Nous avons établi le tableau **III.3** douze acides gras ont été identifiés dans les huiles des graines de colza Les proportions individuelles de chaque acide gras dans les huiles sont aussi mentionnées dans le tableau **III.3**

Tableau. III.3 : Composition en acides gras des huiles étudiée

Acides gras	Dénomination	LS colza jura	LS colza hybridé	LN colza jura	LN colza hybridé	LT colza jura	LT colza hybridé
C14 ; 0	Acide Myristique	0.06 %	-	0.06 %	0.08 %	0.07 %	0.06 %
C16 :0	Acide palmitique	4.87 %	4.32 %	4.16 %	5.16 %	1.84 %	4.81 %
C16 :1 ω 7	Acide palmitoléique	0.30 %	-	0.34 %	0.57 %	0.33 %	0.11 %
C17 :0	Acide Margarique	0.39 %	-	0.10 %	0.50 %	0.24 %	0.51 %
C18 :0	Acide stéarique	1.63 %	4.27 %	1.05 %	1.62 %	1.87 %	1.68 %
C18 : 1 ω 9	Acide oléique	64.99 %	65.60 %	67.19 %	64.38 %	65.10 %	64.69 %
C18 : 2 ω 6	Acide linoléique	16.97 %	16.97 %	18.03 %	16.76 %	17.96 %	16.86 %
C18 : 3 ω 3	Acide linoléique	7.73 %	7.67 %	7.25 %	7.95 %	6.98 %	7.70 %
C20 :0	Acide arachidique	0.63 %	Trace	0.64 %	0.61 %	0.62 %	0.66 %
C20 : 1 ω 9	Acide gondoïque	1.36 %	1.13 %	1.23 %	1.35 %	1.29 %	1.45 %
C22 ; 0	Acide Béhenique	0.31 %	-	0.27 %	0.31 %	0.26 %	0.36 %
C24 ; 0	Acide Lignocérique	0.12 %	-	0.06 %	Trace	Trace	0.12 %
Acide gras saturés		8.01 %	8.59 %	6.34 %	8.58 %	4.9	8.2 %
Acides gras insaturés		91.35 %	91.37 %	94.04 %	91.01 %	91.66	90.81%
Autres acides		0.64%	0.04%	-	0.41%	3.44%	0.99%
AGI/AGS		11.40%	10.63%	14.83%	10.6%	18.7%	19 11.07%

D'après les résultats du tableau. Nous notons la présence des acides gras habituellement rencontrés dans les huiles végétales à savoir les acides : palmitique, palmitoléique, stéarique, oléique, linoléique et linoléique.

Le profil chromatographique des esters méthyliques des acides gras confirme une similitude entre le lipide des graines de colza étudié et d'autres huiles végétales étudiées dans notre laboratoire comme le sorgho, l'arganier [35], Pistachier lentiscus [36] et citrouille [37]

Les acides gras saturés dans les fractions lipidiques sont les acides : palmitique, Myristique, Margarique, stéarique, arachidique, Lignocérique et Béhinique qui représentent une proportion totale 8.01 et 8.59 % dans la fraction des lipides simple de colza jura et hybridé respectivement et 6.34 et 8.58% dans les lipides neutres de colza jura et hybridé encore respectivement et pour les lipides totaux 4.9% pour colza jura et 8.2% pour colza hybridé .

L'acide palmitique est le plus dominant parmi les acides gras saturés. Sa proportion atteint une valeur maximale 5.16% dans lipide neutre de colza hybridé, et une valeur minimale 1.84% dans les lipides totaux de colza jura.

Les acides Myristique, Margarique, stéarique, arachidique, Lignocérique et Béhinique, sont, aussi détectés dans les huiles de colza mais avec des proportions plus faibles ne dépassant pas les 4.27%.

Concernant les acides gras insaturés tels que les acides palmitoléique, oléique, linoléique, linoléique et gondoïque sont détectés dans tous les fractions lipidiques de graines de colza.

Les acides gras insaturés représentent un pourcentage total plus de 90 % dans toutes les fractions lipidiques des deux variétés des graines de colza.

Pour les acides gras insaturés, on remarque l'existence des acides oléique, linoléique et linoléique. Ils représentent 6.98 à 67.19 % dans les huiles des graines de colza.

L'acide oléique est le plus majoritaire parmi les acides gras insaturés, il représente des proportions 64.38 à 67.19 % dans les huiles des graines de colza. La deuxième position revient à l'acide linoléique où les proportions enregistrées sont 16.76 et 18.03% pour les huiles des graines de colza, enfin l'acide linoléique prend la troisième position avec des proportions 6.98 à 7.95% pour les deux variétés de colza.

Le rapport acides gras insaturés / acides saturés est élevé pour les huiles des graines de colza, ce qui leur confère une stabilité remarquable

Il ressort de ces résultats que l'huile de colza est une huile de type oléique- linoléique, du point de vue alimentaire un intérêt certain car l'acide linoléique et l'acide linoléique sont des acides gras indispensables, ils ne sont pas synthétisables par l'organisme, seule l'alimentation peut nous les fournir.

L'acide linoléique, acide gras essentiel intervient dans la régulation du taux de cholestérol et diminue le risque des accidents cardiovasculaires par contre l'acide oléique intervient dans la régulation du cholestérol. [38]

Si on compare nos résultats avec celles étudiés dans notre laboratoire on suggère que les lipides des graines de colza sont des sources potentielles des acides mono et polyinsaturés.

Tableau III.4 : Esters méthyliques des huiles végétales[35,36,37] *

Les acides gras	C16 :0 %	C18 :0 %	C20 :0 %	C18 :1 %	C18 :2 %
Sorgo	14,00	1,05	-	51,07	32,21
Arganier	12,44	6,27	-	51,55	22,03
Pistachier lentisque	16,3	0,7	-	53,5	28,5
Citrouille	16,2	11,9	0,89	38,7	30,17

III.4.Dosage des tocophérols

Nous avons effectué le dosage des tocophérols totaux à partir de l'huile brute. Les taux des tocophérols totaux dans les fractions lipidiques ont été déterminés à partir de la courbe d'étalonnage de la vitamine E (figure III.1).

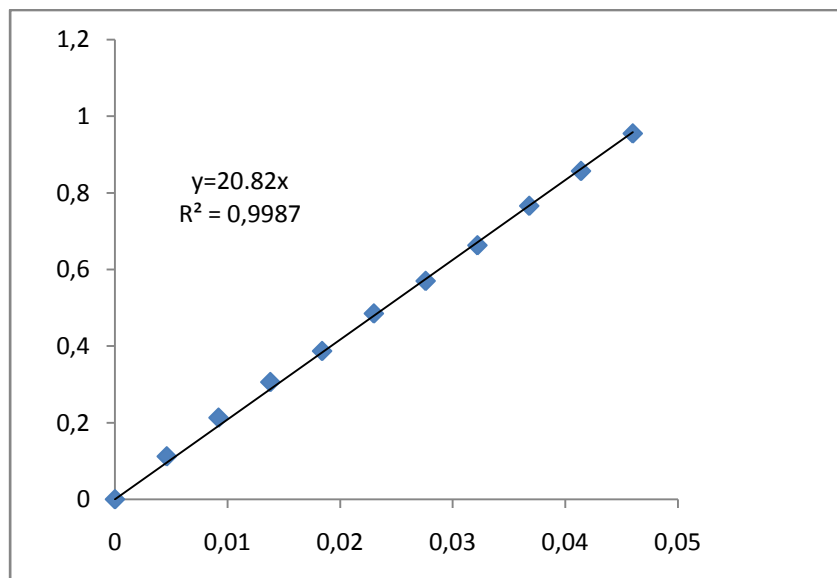


Figure III.1: Courbe d'étalonnage de la vitamine E

Les valeurs sont exprimées en milligramme équivalent la vitamine E par g de lipides (mg EVE/g de lipides). (Tableau III.5).

Tableau III.5 : Quantité des tocophérols dans les huiles des graines de colza

Les extraits lipidiques	Quantités des tocophérols (mg/g)	
	Colza jura	Colza hybridé
LS	0.71±0.14	0.38±0.025
LT	2.96 ±0.55	2.2±0.46
LN	1.16 ± 0.11	0.42±0.18

Les taux des composés tocophérols les plus élevés ont été détectés dans les lipides totaux de colza hybridé et jura (2.2 et 2.96 mg/g d'huile) respectivement. Tandis que, la teneur la plus basse est observée pour les lipides simples et neutres de la variété de colza hybridé (0.38 et 0.42 mg/g d'huile) respectivement.

Les résultats de cette analyse montrent que l'huile des variétés étudiées contient des quantités importantes en tocophérols totaux, les valeurs varient entre 0.38 et 2.96 mg/g d'huile

La comparaison de ces valeurs aux teneurs en tocophérols des huiles : d'olive (35mg/100g), de pépins de raisin (70mg/100g), de maïs (90mg/100g) [33] huile d'arganier (44.4 mg/100g) [35] et l'huile de citrouille (32.4 mg/100g) [37] nous amène à conclure que l'huile de colza est riche en tocophérols totaux, ce qui lui confère une importante résistance à l'oxydation et une action vitaminique indéniable.

III.5. Dosage des stérols

Nous avons effectué le dosage des stérols à partir de l'huile brute. Les taux des stérols dans les fractions lipidiques ont été déterminés en milligrammes en équivalent du cholestérol par grammes d'huile (mg E cholestérol/g d'huile) (figure III.2).

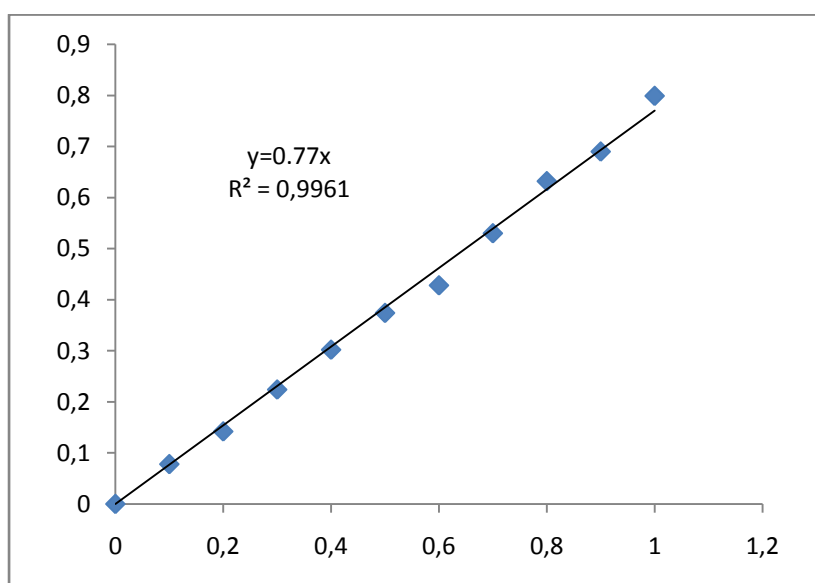


Figure III.2 : Courbe d'étalonnage du cholestérol

Les extraits lipidiques sont traités de la même manière. Les résultats obtenus sont mentionnés dans le tableau III.6

Tableau III.6: Quantité des stérols totaux dans les huiles des graines de colza.

Les extraits lipidiques	Teneurs en stérols (mg/g)	
	Colza jura	Colza hybridé
LS	6.95±0.30	4.74±1.02
LT	7.25 ±0.33	10.9±1.73
LN	8.17 ± 0.61	7.65±0.066

Les résultats de ce dosage montrent que, les taux des composés stéroliques les plus élevés ont été enregistrés pour les lipides totaux suivi* par les lipides neutres. Tandis que, la teneur basse est réservée pour le lipide simple de colza hybridé.

L'analyse de l'ensemble des résultats obtenus montre clairement que les teneurs en huiles dans les variétés étudiées de colza en stérols totaux sont importantes (4.74 -10.9mg/g).

*. Toutefois les valeurs trouvées sont plus supérieures à celles collectées de la littérature [39] et cela peut-être expliquer par l'interférence d'autres composés ayant la même structure chimique de base que les stérols lors de l'analyse ; tels les alcool tritérpéniques, les méthyls stérols, la vitamine D et le bêta carotène.

III.6.Dosage des caroténoïdes

La figure III.3 représente la courbe d'étalonnage du β -carotène. Cette courbe nous a permis de calculer les teneurs des caroténoïdes dans les huiles des deux variétés de colza. Les quantités des caroténoïdes sont exprimées en milligrammes en équivalent de la β -carotène par grammes d'huile (mg E β C/g d'huile)

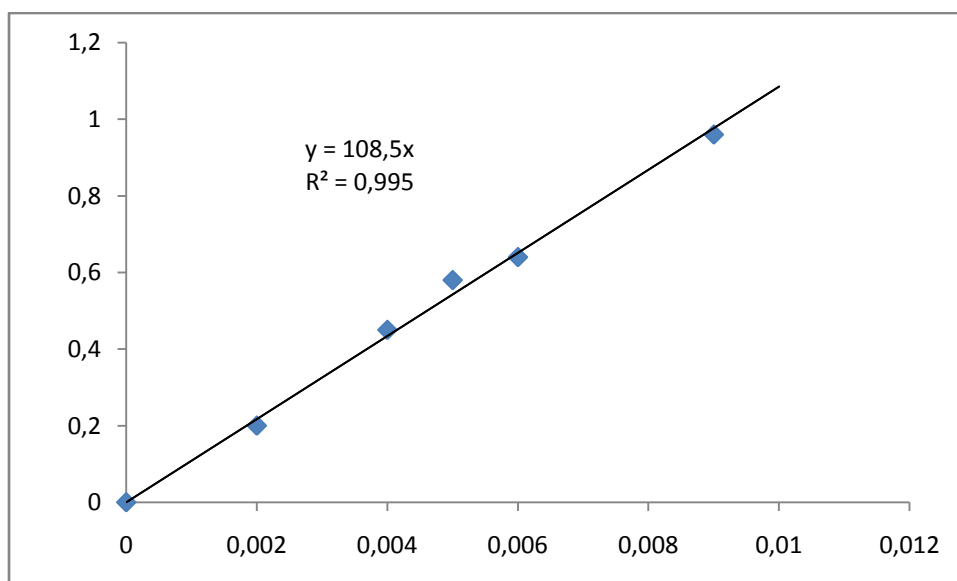


Figure III.3: Courbe d'étalonnage de β -carotène

Les résultats de la quantification des caroténoïdes totaux sont regroupés dans le tableau III.7.

Tableau III.7 : Quantité des caroténoïdes dans les huiles des graines de colza

Les extraits lipidiques	Teneur en caroténoïdes (mg/g)	
	Colza jura	Colza hybridé
LS	1.17±0.54	0.023±0
LT	0.72±0	0.87±0
LN	0.36±0	0.55±0

Les valeurs des quantités des caroténoïdes s'échelonnent entre 0,023 et 1.17 et mg /g.

On remarque que les lipides simples de colza jura présentent la plus grande quantité, par contre la plus faible quantité a été enregistrée dans les lipides simples de colza hybridé.

Si on compare nos résultats avec d'autre littérature [40] on peut conclure que les lipides des graines de colza n'est pas riches en caroténoïde

Les teneurs en tocophérols, stérols et caroténoïdes sont résumés comme suivant :

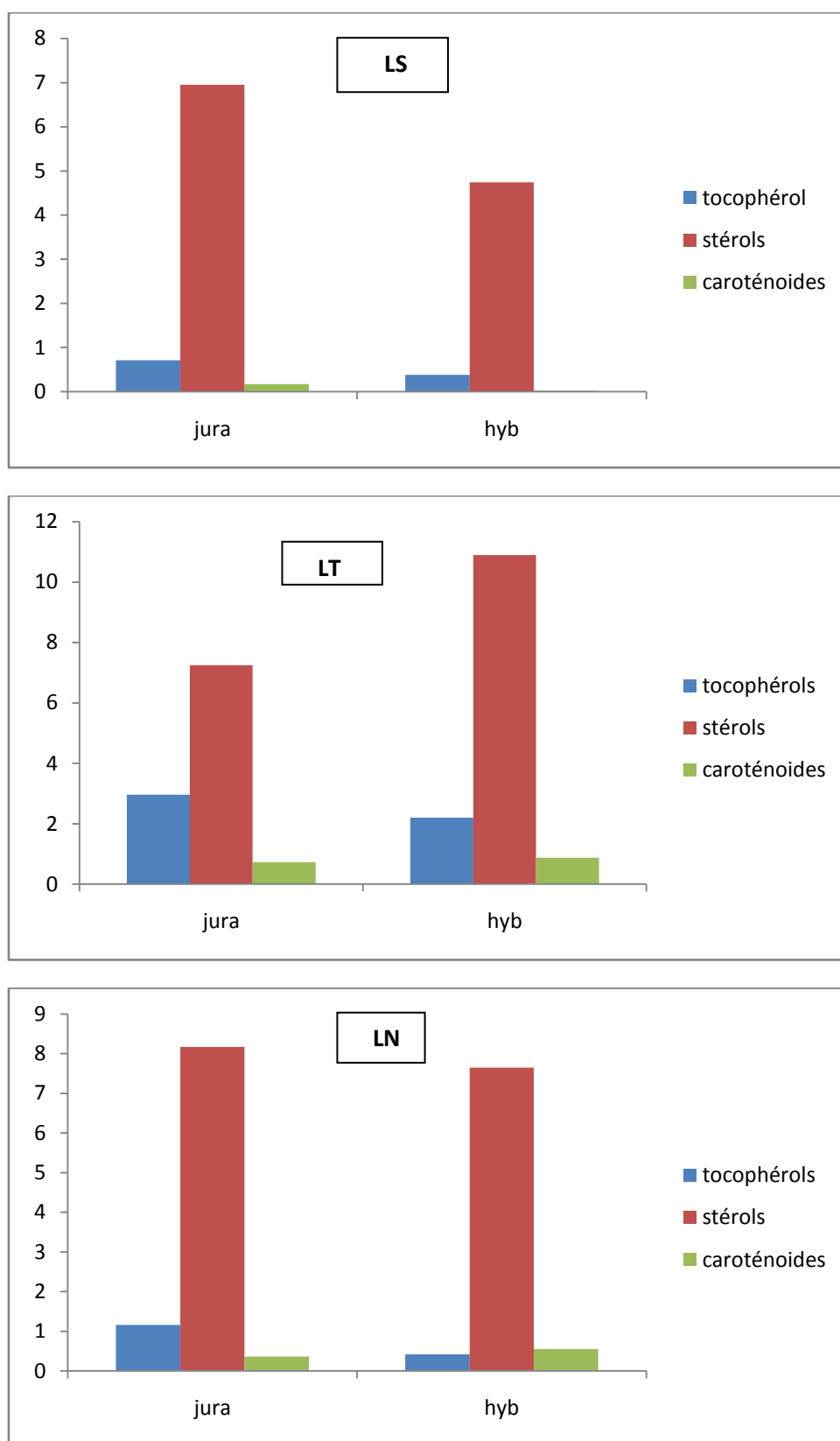


Figure III.4: Teneurs en tocophérols, stérols, caroténoïdes (mg/g d' huile) des graines de colza

III.7.Méthode de réduction du radical libre DPPH

L'évaluation de l'activité antioxydante de nos extraits a été déterminée par le test du radical libre DPPH qui est un test de routine simple et rapide, basé sur la diminution de la couleur du radical en présence de l'extrait

L'évaluation de l'activité antioxydante des extraits lipidiques du colza ont été fait en comparaison avec celles des différents antioxydants de références. Les mesures des densités optiques en présence de chaque solution d'extrait à différentes dilutions nous ont permis de calculer le paramètre EC_{50} qui représente la concentration d'un antioxydant nécessaire pour diminuer 50% du taux des radicaux libres.

Alors, l'approche la plus simple dans l'interprétation des données, est de tracer le pourcentage de pouvoir réducteur en fonction de la concentration de l'antioxydant, développant une gamme de concentrations qui donne des taux d'inhibition compris entre 20 et 80 %.

Les figures suivantes représentent la variation du pouvoir antioxydant (PI%) en fonction de la concentration de chaque extrait (figure III.5).

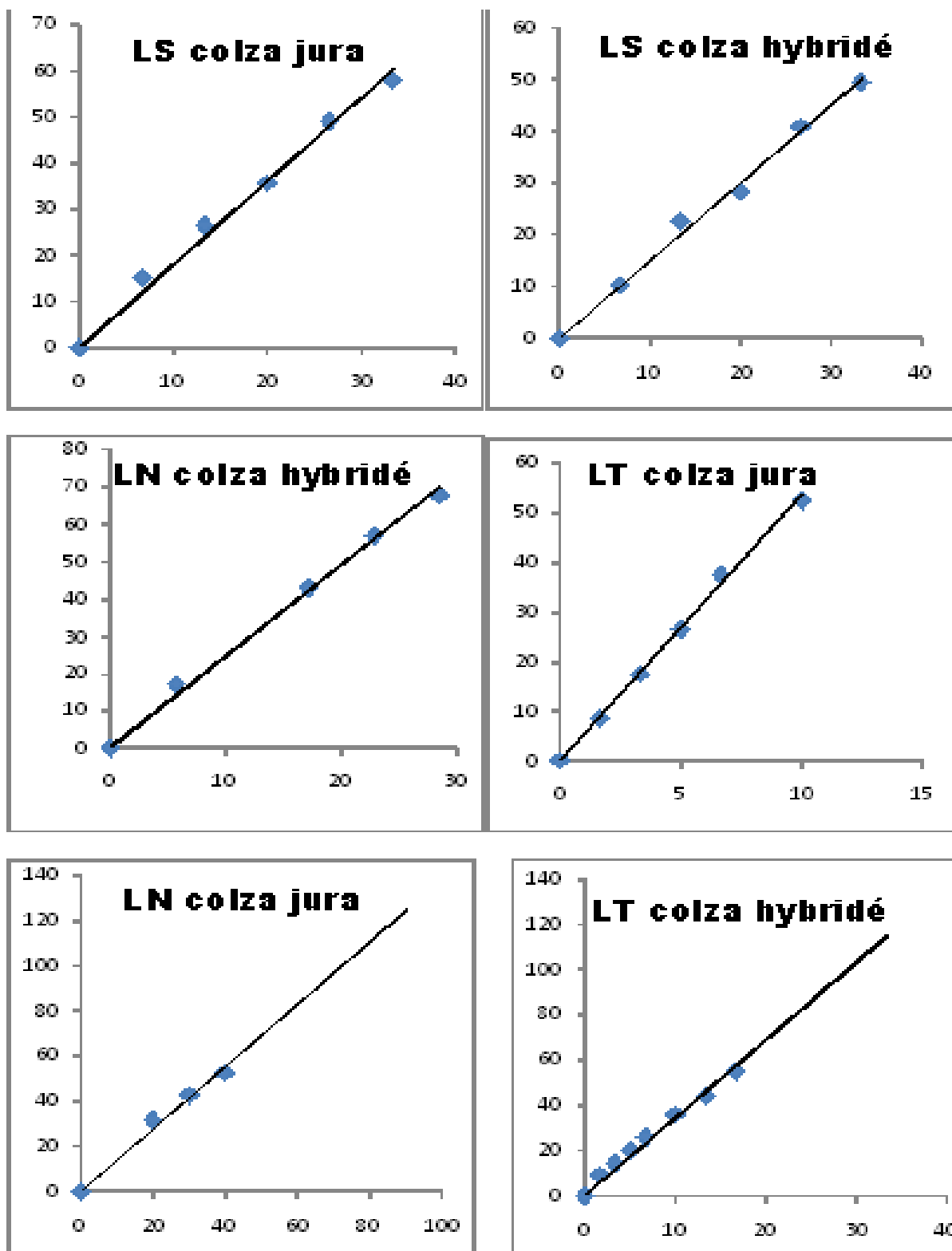


Figure III.5 : les courbes du pouvoir réducteur des extraits lipidiques en fonction de concentration(mg/ml) dans le test DPPH.

A partir de ces courbes, on peut calculer les EC₅₀ des extraits lipidiques des graines de colza (Tableau III.8)

Tableau III.8 : les valeurs des EC₅₀ des extraits lipidiques

Les extraits lipidiques	EC ₅₀ (mg/ml)	
	Colza jura	Colza hybridé
LS	27.64±0.25	33.24±0.14
LT	9.31±0.26	14.53±0.2
LN	37.53±0.3	20.43±0.34
Vitamine C	0,0092±0,0003	
vitamine E	0,021075±0,01	

A la lumière des résultats consignés dans le tableau III.8, il est clair que tous les extraits lipidiques sont beaucoup moins actifs que la vitamine E et la vitamine C.

Les extraits des lipides totaux de colza jura et hybridé sont les plus antioxydants par rapport aux autres avec des EC₅₀ de l'ordre de 9.31 et 14.53 mg/ml respectivement et les extraits lipidiques les moins actifs sont les Lipides neutres des graines de colza jura et les lipides simples de colza hybridé avec EC₅₀ 37.53 et 33.24 mg/ml, respectivement. De ces valeurs, les capacités de piégeage du radical DPPH[•] Des différents extraits lipidiques et le standard de référence sont classées dans l'ordre suivant : Vitamine C > Vitamine E > LTGJ > LT GH > LNGH > LSGJ > LSGH > LNGJ.

Nous avons essayé de comparer nos résultats avec ceux est disponibles dans la littérature. où nous avons noté que nos extraits lipidiques sont proches par rapport quelques huiles végétales tel que : huile des graines d'*arachis hypogaea L* (18.25-42.15 g/l) [41], huile de graines *curcubita pepo* (17.9-41.7m/l). [42]

On remarque que l'ensemble des extraits ont un pouvoir antioxydant très faible par rapport à la vitamine E et vitamine C qui sont inversement proportionnelle à l'activité antioxydant,. Alors et d'après les valeurs obtenues d'EC₅₀, les résultats obtenus expliquent

que les extraits ne contiennent pas que des antioxydants, mais ils renferment d'autres molécules.

III.8. Corrélation entre les tocophérols, stérols, caroténoïdes et EC50 des graines de colza :

Dans le cadre de confirmer l'activité antioxydante des extraits lipidiques, nous avons essayé de trouver une concordance entre les teneurs en tocophérols , stérols, caroténoïdes et les valeurs des concentrations du test DPPH (Tableau III.9) .

Tableau III.9: Corrélation entre les tocophérols, stérols, caroténoïdes et EC50 des graines de colza.

Corrélation pour les extraits lipidiques				
	tocophérols	stérols	caroténoïdes	EC50
tocophérols	1	0.28	0.14	0.53
stérols	0.28	1	0.53	0.38
caroténoïdes	0.14	0.53	1	0.23
EC50	0.53	0.38	0.23	1

Des corrélations moins importantes ont été trouvées entre les teneurs en tocophérols, stérols, caroténoïdes et EC50 des graines de colza. Ce résultat montre que il y'a d'autres structures chimiques sont un facteur important responsable dans l'évaluation de la capacité antioxydante.

Conclusion

L'objectif de ce travail consiste à déterminer principalement la composition et l'activité antioxydante des extraits lipidiques des graines de colza de deux variétés de la région du Bordj Bou Arreridj.

nous sommes parvenus à optimiser le rendement en matière grasse (huile) des graines de colza jura et hybridé, par deux méthodes Ces graines donnent un rendement très important dont le plus grand rendement est observé avec les lipides totaux (83.59%) par contre le plus faible rendement a été obtenu avec les lipides polaires (1.8%), ce qui confère à ces graines d'être considérées comme une source potentielle d'huile.

La composition en acides gras des graines de colza : de la wilaya du Bordj Bou Arreridj nous laisse à constater que l'huile végétale de ces graines de colza est une huile de bonne qualité en terme des indices d'acidités et de sa richesse en acides gras essentiels indispensables à l'organisme tel l'acide gras oléique et linoléique avec un taux plus de 60 % et 15 % respectivement dans l'huile du graines de colza de toutes les fractions et qui constituent un pont nutritionnel dans le maintien du taux de cholestérol et réduire les risques de troubles cardiovasculaires .

Cette composition en acides gras nous permet de classer l'huile des graines de colza parmi les huiles végétales alimentaires de type oléique-linoléique.

L'huile des graines de colza renferme également une quantité importante d'acides gras saturés (acide palmitique 4.32-5.16%)

On peut conclure que ces huiles sont riches en tocophérols (0.42-2.96mg/g), ce qui leurs confèrent un pouvoir de longue conservation et une aptitude vitaminique assurée. De même, les huiles ont montré leur richesse en stérols(4.74-10.9mg/g) et caretenoïdes (0.023-1.17mg/g) .

L'évaluation de l'activité antioxydante des huiles par le teste DPPH révèle que les huiles étudiées sont moins fortes en terme d'activité antioxydante que la vitamine E.

L'ensemble de ce travail contribue à une meilleure connaissance de la composition chimique en en acides gras et le contenu des tocophérols, stérols, caroténoïdes ainsi la capacité antioxydante dans les extraits lipidiques des graines de colza. A travers les résultats, nous concluons qu'il est possible de recourir et de faire la lumière sur la culture du colza en Algérie dans les conditions appropriées pour la production d'huiles alimentaires, en réduisant son importation et en développant l'économie du pays.

Ces résultats restent préliminaires, il serait donc intéressant d'élargir le panel des tests des activités *in vitro* comme *in vivo*, évaluer et tester les différents extraits et molécules isolées afin

d'y trouver une application pharmaceutique de ces molécules actives, ou alors en conservation des produits destinés à la consommation. De plus, des études approfondies concernant l'identification des composés phénoliques, les alcaloïdes, les saponines, les tanins...etc. par des méthodes plus performantes seront nécessaires.

Références bibliographiques

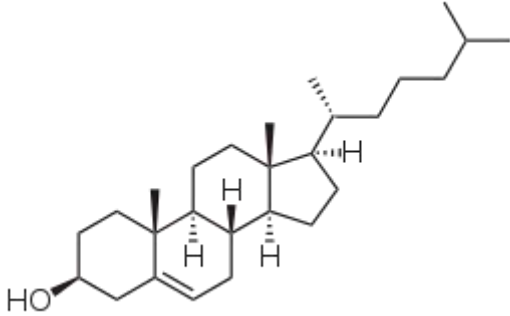
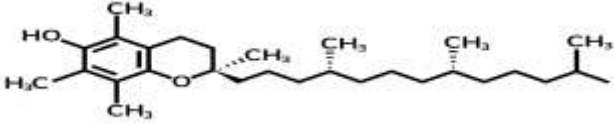
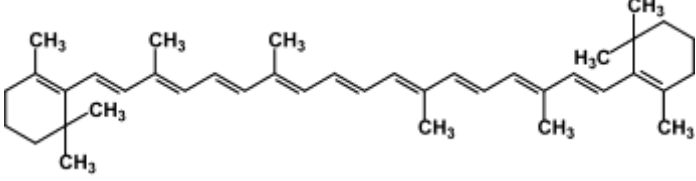
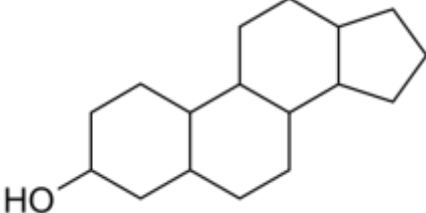
- [1]Mohammedi Z., 2006. Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïde de quelques plantes de la région de Tlemcen, magistère Université Abou Bakar Bel Kaid Tlemcen, p 105.
- [2]Ferland, G., *Alimentation et vieillissement*2003: PUM.
- [3] Van, C.N., *Maîtrise de l'aptitude technologique des oléagineux par modification structurelle: applications aux opérations d'extraction et de transestérification in-situ*, 2010, Université de La Rochelle.
- [4]LOUNI, S., Extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile de graines de *Moringa oleifera*, 2009.
- [5] Sautot, P., *Propriétés d'auto-assemblage de phospholipides riches en acides gras polyinsaturés: caractérisation physico-chimique et simulation de bicouches par dynamique moléculaire*, 2011, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- [6]ANONYME : Colza de printemps, Edition CETIOM centre de grignon BP46- 78850 t hivernal - Grignon. Mars 2002
- [7]Laguna, O., *Valorisation des composés phénoliques de colza et de tournesol: du fractionnement des matières premières à la synthèse de molécules multifonctionnelles*, 2019, Université de Montpellier
- [8]Van, C.N., Maîtrise de l'aptitude technologique des oléagineux par modification structurelle: applications aux opérations d'extraction et de transestérification in-situ, 2010, Université de La Rochelle.
- [9]Sicaire, A.-G.I., Solvants alternatifs et techniques innovantes pour l'éco-extraction des huiles végétales à partir de graines oléagineuses, 2016, Université d'Avignon.
- [10]Fine, F., et al., Pertes alimentaires dans la filière oléagineuse. *Innovations Agronomiques*, 2015. **48**: p. 97-114.
- [11]Dechaumet, S., Dissection métabolique de la sénescence foliaire et de la remobilisation des nutriments chez le colza (*Brassica napus*), 2018, Agrocampus Ouest.
- [12] (<https://www.universalis.fr/encyclopedie/col>)
- [13] <https://africanews.dz/>
- [14] Iserin P., Masson M., Restellini J-P., Moulard F, Zha E., De la Roque R., De la Roque O., Vican P., Ybert E., Delesalle-Féat T., Biaujeaud M., Ringuet J., Bloch J., Annie Botrel. 2001. Encyclopédie des plantes médicinales : Identification, préparation, soins, 2 ème Ed : Larousse/ VUEF
- [15]Vansant G., (2004). Radicaux libres et antioxydant : principes de base. Symposium « Antioxydants et alimentation ». Institut Danone.

- [16] Boyd B., C. Ford, C. Koepke Michael, K. Gory, E. Horn, S. McAnally et B. McAnally (2003). Etude pilote ouverte de l'effet antioxydant d'Ambrotose AOTM sur des personnes en bonne santé. *Glycoscience et Nutrition*. 4(6). 7p
- [17] Folch *et al.* (1957). The method has been adapted in this study for the *extraction of lipids*
- [18] Amalia A.C, Maria.I.V. (1997). Brevedan and guillermo H.Crapiste, quantitative determination of phospholipids in sunflower oil. *JAOCS*. 74, 511-514
- [19] Libeth I, Soren M, Hilmer S.(1994). Analysis of individual Phospholipids by High-Performance Capillary Electrophoresis, *JAOCS*, 71, 183-188.
- [20] Yuen M C, Siow C. B, Ah Ngan M, Cheng H.C. (2004). Phospholipids from Palm-Pressed Fiber, *JAOCS* 81, 471-475.
- [21] Mohamed F.R. Jörg-Thomas M. (2003). Phospholipid composition of niger (*Guizotia abyssinica* cass.) seed oil, *Lebensin-Wiss.U.Techno.l* 36, 273-276.
- [22] Association Française de Normalisation (AFNOR) Recueil de normes françaises des corps gras, graines oléagineuse, produits dérivés, 3^{ème} édition, 1984
- [23] Olle. M, Analyse des corps gras. *Technique de l'Ingénieur*, P5, P 3325 décembre 1996
- [24] Mallet, G., Dimitriadis, C., 1985. *Revue française des corps gras*, Apport des techniques Détermination de l'indice d'acide: AFNOR NF 60-204 décembre 1968. Recueil de normes françaises des corps gras, graines oléagineuses, produits dérivés, Ed : AFNOR . Paris.
- [25] Emmerie A., Engel « Détermination quantitative of tocopherol » *J Bio .Chem* (1939).
- [26] Paquot C., J. Mercier , A. Mathieu , D. Lefort et Perron R. « méthodes analytiques des Lipides Naturels », Ed. CNRS, Paris (1962).
- [27] Flanzly, M., Dubois, P., « The détermination of total tocopherols. Application to grape seed oil », *Technol. Agric.*, V.13, (1964), 67.
- [28] Naudet, N. et Hautfenne, A., « Méthode Normalisée pour la Détermination des Stérols
- [29] Barreto. M Carma, « Lipid extraction and cholesterol quantification », *J. Chem. Educ* (2005). 82, 103-104.
- [30] Talcott, S. and L. Howard, *Chemical and sensory quality of processed carrot puree as influenced by stress-induced phenolic compounds. Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 1999. 47(4): p. 1362-1366
- [31] Brand-williams. (1995) Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity. *LWT - Food Science and Technology*, p 25-30
- [32] Sanchez-Moreno C. (2002) Methods used to evaluate the free radical scavenging activity in foods and biological systems. 458-463.
- [33] Karleskind A. (1992). *Manuel des corps gras*, Edition Technique .

- [34] Ajana, H. and A. El Antari, *Fatty acids and sterols evolution during the ripening of olives from the Moroccan Picholine cultivar*. *Grasas y Aceites*, 1998. 49(5-6): p. 405-410.
- [35] Hamia, chahrazed. (2007), contribution à l'étude chimique de l'huile de fruit de l'arganier « *Argan spinosa* » Thèse de magister en chimie. Université kasdi merbah- Ouargla. Algerie
- [36]-M .Charef, Yousfi M, Saidi M, Stocker P. (2008). Determination of the fatty composition of acorn (*quercus*), *pistacia lentiscus* seeds growing in Algeria. *J Am Oil Chem Soc*; 85:921–924
- [37]-Benalia Mohamed. (2016). Etude de la fraction lipidique de quelques graines de cucurbitacées. Thèse présentée pour l'obtention du diplôme de doctorat en chimie. Université kasdi merbah- Ouargla. Algerie.
- [38]-B .Villa, Calbresi L, Chiesa G, Rise P, Galli C, Sirtori C .(2002). Omega-3 Fatty Acid Ethyl Esters Increase Heart Rate Variability In Patients With Coronary Disease. *Pharmacol Res* 45:475–478
- [39] Csaba D Andras, ¹ Bela Sim ¹ andi, ^{2*} Ferenc Orsi, ² Charalambos Lambrou, ³ Doukeni Missopolinou-Tatala, ³ Costas Panayiotou, ³ Janos Domokos ⁴ and Fruzsina Doleschall⁵ ;Supercritical carbon dioxide extraction of okra (*Hibiscus esculentus* L) seeds. *J Sci Food Agric* 85:1415–1419 (2005)
- [40] . Chelghoum, M., Guenane, H., Harrat, M., & Yousfi, M. (2020). Total Tocopherols, Carotenoids, and Fatty Acids Content Variation of *Pistacia atlantica* from Different Organs' Crude Oils and Their Antioxidant Activity during Development Stages. *Chemistry & Biology*
- [41] B.zohra et B.safa, valorization des extraits lipidiques des fruits d'arachides *arachis hypogaea* L ,Amar thelidji laghouat, 2018
- [42] Mohamed Benalia, omar Djeridane, N Gourine, S Nia, E Ajandouz, Mohamed Yousfi Fatty acid profile, tocopherols content and antioxidant activity of algerian pumpkin seeds oil (*Cucurbita pepo* L). *Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism* 8 (1), 9-25 (2015),

Annexes

Annexes : formule des solutions standards

structure	Nomenclature
 <p>The structure shows the characteristic four-ring steroid nucleus. It features a hydroxyl group (HO) at C3, a double bond at C5, and a branched hydrocarbon side chain at C17. Stereochemistry is indicated with wedges and dashes.</p>	<p>Cholestérol</p>
 <p>The structure consists of a chromanol ring with a hydroxyl group (HO) and three methyl groups (CH₃) at positions 2, 6, and 7. A long phytyl side chain is attached at position 2, with methyl groups (CH₃) at positions 11, 14, 17, and 20.</p>	<p>Vitamine E</p>
 <p>The structure is a long polyene chain with 11 conjugated double bonds and two non-conjugated double bonds at the ends. It is substituted with methyl groups (CH₃) at various positions along the chain and on the terminal rings.</p>	<p>Beta-carotène</p>
 <p>The structure shows the basic steroid skeleton consisting of four fused rings (three six-membered and one five-membered) and a hydroxyl group (HO) at the C3 position.</p>	<p>Stérols</p>

ملخص

يركز العمل الذي تم إجراؤه في هذه الدراسة على تحديد محتويات المركبات الدهنية لأنوعين من بذور الكانولا المزروعة في الجزائر ، بالإضافة إلى قوتها المضادة للاكسدة. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن الحبوب تحتوي على نسبة كبيرة من الدهون ، غنية بالتوكوفيرول والستيرولات والكاروتينويدات نسبة الأحماض الدهنية غير المشبعة (الأوليك ، اللينوليك وحمض اللينوليك) أعلى مقارنة بالأحماض الدهنية المشبعة في جميع اصناف الدهون
تبين دراسة الفعالية المضلدة للاكسدة لمختلف المستخلصات الليبيدية للفلل ان المستخلصات الليبيدية لديها نشاط مضاد حيوي منخفض حيث تتراوح قيم EC50 من 9.31 إلى 37.53 ملغ / مل

الكلمات المفتاحية : الكانولا , الاحماض الدهنية , التوكوفيرولات والستيرولات والكاروتينويدات , الفعالية المضادة للاكسدة

Résumé

le travail entrepris dans cette étude s'intéresse à la détermination des contenus en composés lipidiques des deux variétés de colza cultivé dans l'Algérie, ainsi leur pouvoir anti radicalaire. Les résultats obtenus montrent que les grains contiennent une proportion importante de matières grasses, riches en tocophérols, stérols et caroténoïdes.

La proportion des acides gras insaturés (acides oléique, linoléique et linoléique) est plus élevée par rapport aux acides gras saturés dans toutes les classes des lipides. L'évaluation de l'activité antioxydante *in vitro* par le test de piégeage des radicaux DPPH révèle que les extraits lipidiques possèdent une activité antiradicalaire faible, les valeurs des EC₅₀ varient de 9.31 à 37.53 mg/ml.

MOTS- CLES: colza, lipides, Acides gras ,Tocophérols ,Stérols , Caroténoïdes , activité anti-oxydante.

Abstract

The work undertaken in this study focuses on the determination of the contents of lipid compounds of the two varieties of rapeseed grown in Algeria, as well as their anti-radical power. The results obtained show that the grains contain a high proportion of fat, rich in tocopherols, sterols and carotenoids

The proportion of unsaturated fatty acids (oleic, linoleic and linoleic acids) is higher than saturated fatty acids in all lipid classes

The quantitative evaluation of the power scavenging extracts against DPPH has revealed that the extract the lipid extracts have a low antiradical activity, the EC₅₀ values vary between 9.31 to 37.53 mg/ml.

key words: colza, fatty acids ,Tocophérols , Stérols , carotenoids, antioxidant activity