

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 عمار تليجي 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. BESSAOUD Nasrin

Thème

**Optimisation des conditions d'extraction des composés
phénoliques et des activités antioxydantes dans le déchet
des panicules de *Sorghum bicolor* L, Moench**

Soutenu publiquement devant le jury composé de :

Mr. DJERIDANE Amar	Professeur	Président
Mme. HAMIA Chahrazed	MCA	Examinatrice
Mr. BENALIA Mohamed	MCA	Encadreur
Mr. BELHADI Badreddine	MCA	Co- Encadreur

Année Universitaire 2023/2024

Remerciements

Tout d'abord, je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir donné la santé

Et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

*Ce travail a été accompli au laboratoire de recherche « Sciences Fondamentales »,
Université Amar Telidji, Laghouat sous la direction du professeur YOUSFI Mohamed je le
remercie vivement de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire.*

*Ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu avoir le jour sans
L'aide et l'encadrement de Dr BENALIA Mohamed et Dr BELHADI Baderddine, je les
remercie pour la qualité de leur encadrement exceptionnel, leur patience, leur rigueur et
Leur Disponibilité durant la préparation de ce mémoire.*

*Je suis consciente de l'honneur que m'a fait Mme. HAMIA Chahrazed
D'une autre part, je remercie beaucoup le professeur DJERIDANE Amar pour son aide et
son Encouragement pendant toute la durée de la réalisation de PFE.*

*Je remercie aussi Mlle GUIBADJ Fatma zohra et Mlle KAIFES Chaima pour leurs
Aides et leurs encouragements.*

*Mes remerciements vont également à tous les professeurs durant mon parcours académique
pour leurs Générosités et la grande patience.*

*Mes profonds remerciements vont également à toutes les personnes qui m'ont aidées et
soutenues de près ou de loin.*

إهداء

الحمد لله على لذة الإنجاز والحمد لله عند البدء وعند الختام.

إلى والدي مختار الذي اضاء دروبي وطريقي وقدوتي في كل خطوة أخطوها
إلى أمي الحنوننة الحضان الدافئ وسمائي الذي لم تتركني يوماً ولا يكتمل يومي
بدونها

إلى أخواتي عزة و نصيرة وعفاف الذين وقفوا معي دائماً وكانوا لي خير سند

إلى إخواني خالد و منير الذين كانوا معي في حلو الحياة ومرها

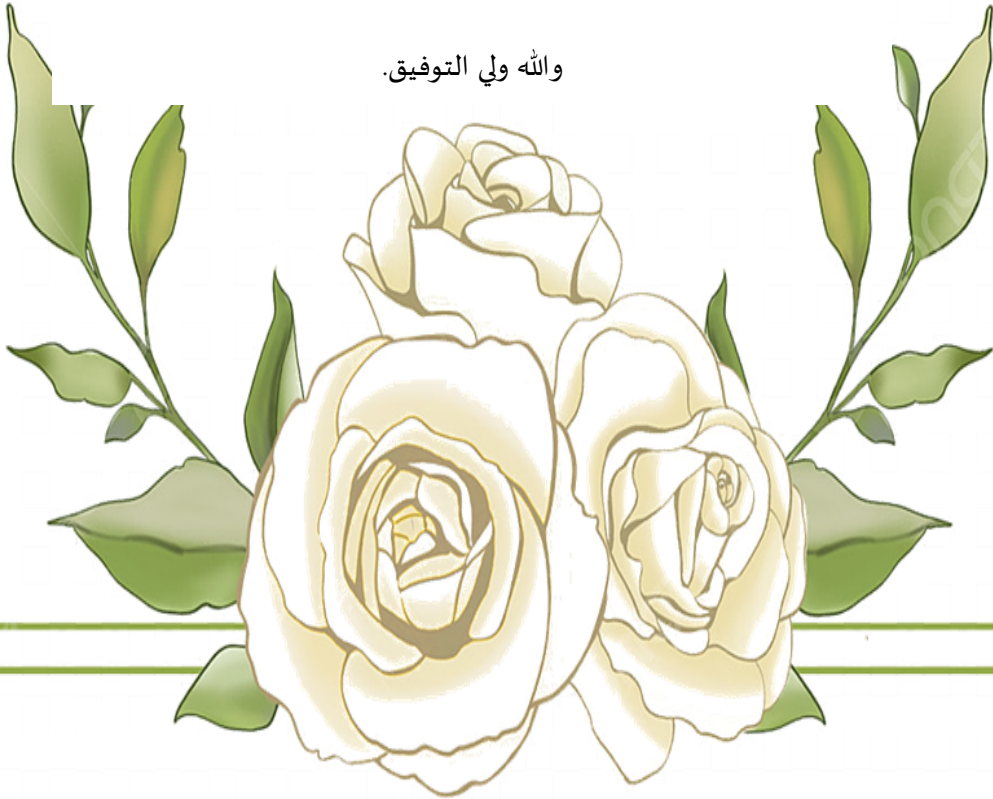
إلى صديقاتي فاطمة وسارة وخضرة ولكل من شاركتني الالبتسامه يوماً ما

إلى من سيشاركني حياتي

إلى جميع الدكاترة الذين علموني وأرشدوني ووجهوني

أهديكم جميعاً هذا العمل المتواضع وثمره جهدي

والله ولي التوفيق.



I. Sommaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

1. Introduction générale	I
2. Matériel et méthodes	1
2.1. Matériel et produits	1
2.2. Matériel végétal	2
2.3. Méthodes	3
2.3.1. Méthodes d'extraction	3
2.3.2. Analyse préliminaire	4
2.4. Analyse quantitative des composés phénoliques	5
2.4.1. Dosage des polyphénols totaux	5
2.5. Activité antioxydante	7
2.5.1. Evaluation de l'activité anti-radicalaire par le test DPPH•	7
2.6. Matrice d'expériences	10
2.7. Validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision	11
2.8. Dosage des tanins	11
3. Résultats et discussion.	13
3.1. Résultats de l'étude préliminaire sur les conditions d'extraction	13
3.2. Domaines expérimentaux des facteurs	17
3.3. Optimisation des conditions d'extraction	17
3.4. Analyse des diagrammes des surfaces de réponse	22
3.5. Validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision	26
3.6. Teneur des tannins	28
4. Conclusion générale	30
Références bibliographiques	32
<u>Résumé</u>	38

II. Liste des Figures

Figure 2.1	L'échantillon de sorgho	3
Figure 2.2	Structure de l'acide gallique.	6
Figure 2.3	Protocole de dosage des phénols totaux.	6
Figure 2.4	Courbe étalonnage de l'acide gallique.	7
Figure 2.5	Structure de DPPH et sa réduction par l'antioxydant A-H.	8
Figure 2.6	Courbe d'étalonnage de la Vit C	9
Figure 3.7	étude préliminaire sur le temps d'extraction par a : TPC, b : test DPPH•.	13
Figure 3.8	étude préliminaire sur le Température d'extraction par a : TPC, b : test DPPH•	14
Figure 3.9	étude préliminaire sur la fréquence ultrasonique d'extraction par a : TPC, b : test DPPH•	15
Figure 3.10	étude préliminaire sur le report solide-liquide d'extraction par a : TPC, b : test DPPH•	16
Figure 3.11	Diagramme de surface de réponse montrant l'effet du déférant variable sur les CPT	23
Figure 3.12	Diagramme de surface de réponse montrant l'effet du déférant variable sur les DPPH•.	25
Figure 3.13	Combinaison optimale pour une meilleure extraction des CPT.	26
Figure 3.14	Combinaison optimale pour une meilleure activité antioxydant DPPH•	27
Figure 3.15	Combinaison optimale pour une meilleure extraction des TPC et l'activité antioxydant DPPH•	28

III. Liste des tableaux

Tableau 2.1	Produits chimiques et réactifs utilisés dans ce travail	1
Tableau 2.2	Classification du sorgho	2
Tableau 3.3	Les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation des composés phénoliques	17
Tableau 3.4	La matrice expérimentale de Box-Behnken pour quatre facteurs (X_1 , X_2 , X_3 et X_4) et leurs réponses la moyenne des composés phénoliques totaux (CPT) et DPPH exprimé en (mg/g matière sèche)	19
Tableau 3.5	L'analyse de la variance des modèles polynomiaux du second ordre	20
Tableau 3.6	Coefficients de régression et leurs significations statistiques	21

IV. Liste des abréviations

CPT	composés phénoliques totaux
DPPH	1,1-diphényl 2- picrylhydrazyl
FRAP	Test de la résilience des ions de fer
EAG	Equivalent d'acide gallique
EVC	Equivalent de la vitamine-C
MV	pourcentage de matière végétale
VCEAC	Vitamin C equivalent antioxidant capacity
(PI %)	Pouvoir d'inhibition
MeOH	Méthanol
RSM	Réponse surface méthodologie



Introduction

Général



1. Introduction générale

Le sorgho (*Sorghum bicolor* L, Moench) a été cultivé pour l'alimentation humaine et animale en Amérique, en Asie, en Australie et en Afrique. Cette céréale est considérée comme la cinquième céréale la plus produite au monde après le blé, le riz, le maïs et l'orge[2] . C'est une culture d'une grande importance, en raison de sa capacité à pousser dans les régions semi-arides tropicales et subtropicales du monde où les précipitations sont insuffisantes et les températures élevées prédominent, où d'autres céréales ont du mal à pousser. Le sorgho est une « vraie » culture de printemps, qui est semée tardivement (mois de Mai) contrairement aux orges de printemps ou pois protéagineux qui sont semés en février[3].

Actuellement avec l'amélioration en sélection, le nombre de variétés de sorgho identifiées se chiffre à plus de 7 000. Ces variétés diffèrent par les caractéristiques des grains comme le poids, la présence ou l'absence de testa, la couleur de l'endosperme, la teneur en composés phénoliques[4] . La composition chimique du sorgho est très similaire à celle du maïs et du millet dont les composants essentiels sont l'amidon, les graisses, les protéines et les polysaccharides non amylacés, c'est aussi une source de nutriments bioactifs comme la vitamine B, les vitamines liposolubles (D, E, K). La plus forte concentration de composés phytochimiques dans les grains de sorgho se trouve principalement dans le son et le germe[5]. Les polyphénols dans le sorgho sont présents sous forme d'acides phénoliques, de flavonoïdes et de tanins condensés[6]. Les grains entiers de sorgho ont des avantages clés pour la santé, tels que l'activité de piégeage des radicaux libres, qui est associée à des propriétés antimicrobiennes, à une réduction du stress oxydatif, aux activités anti-inflammatoire et anticancéreuse[7].

En Afrique et en Inde, une partie importante est destinée à la consommation humaine car elle constitue d'une source essentielle de vitamines, de minéraux, de protéines et d'énergie[8].[9]. Cependant, dans les aliments, l'utilisation du sorgho a été limitée, sauf pour les aliments considérés comme traditionnels en raison de sa faible digestibilité[10]. De même, l'utilisation du sorgho pour améliorer la valeur nutritionnelle des aliments est réduite, en raison de la présence de tanins (substances phénoliques), qui sont considérés comme responsables de la diminution de la disponibilité des minéraux, de la faible digestibilité des protéines et de l'amidon[11]. Pour améliorer les propriétés organoleptiques, nutritionnelles et

antioxydantes, avant de consommer des grains de sorgho, ils doivent être transformés, certaines méthodes incluent la cuisson, la germination et la fermentation[12].

L'inflorescence du sorgho est une panicule qui botaniquement désigne une grappe où les leurs sont aux extrémités d'une structure porteuse ramifiée. Elle est constituée de branches ou axes primaires, insérés sur la partie terminale de la tige appelée rachis. Ces axes primaires présentent des axes secondaires et parfois des axes tertiaires qui portent les racèmes. Chaque racème porte une ou plusieurs paires d'épillets, avec, par paire, un épillet sessile fertile et un épillet pédicellé complètement stérile ou portant seulement trois étamines. Seuls les épillets fertiles terminaux des racèmes sont accompagnés de deux épillets pédicellés stériles. Les épillets fertiles portent généralement une seule fleur complète avec trois étamines et un ovaire à deux stigmates.

L'extraction est une étape importante pour la récupération et l'identification des composés phénoliques à partir du matériel végétal. Elle est influencée par plusieurs facteurs qui peuvent être la nature chimique des composés (simples ou complexes), la méthode d'extraction utilisée (extraction par solvants, par ultrason ...etc.) et le temps et les conditions de stockage. L'extraction par ultrason a été prouvée pour accélérer l'extraction par solvant des composés bioactifs à partir de plante. Elle offre beaucoup d'avantages tels que la réduction des solvants, de la température et du temps d'extraction, ce qui est très bénéfique pour l'extraction de composés thermolabiles et instables [2].

En plus des facteurs mentionnés au-dessus d'autres peuvent également influencer l'efficacité de l'extraction, le rendement des polyphénols et l'activité antioxydante tels que le temps d'extraction, la température d'extraction et le rapport solide-liquide. Ainsi, il est nécessaire d'optimiser ces paramètres pour obtenir le maximum de ces composés phénoliques.

Traditionnellement, l'optimisation a été réalisée en variant un seul facteur à la fois, les autres restent constants. Cette méthode était laborieuse, couteuse et lente, y compris qu'elle ne mettait pas en considération les interactions de divers facteurs, donc ne représentait pas les effets complets des paramètres sur la réponse. La méthode des surfaces de réponse (MSR) peut surmonter ces difficultés. En outre, MSR nécessite un nombre réduit d'expériences et moins de temps et de travail. La méthodologie de surface de réponse a été utilisée avec succès pour modéliser et optimiser l'extraction de composés phénoliques de différentes sources.

De nombreux modèles ont été exploités pour l'optimisation de l'extraction tels que le plan factoriel complet, plan de Plackett-Burman, plan de Taguchi, plan composite centré (CCD) et plan de Box-Behnken. Parmi ces options, le plan Box-Behnken (BBD) est couramment utilisé pour optimiser l'extraction des constituants bioactifs.

Terminologie

Facteurs sont des grandeurs supposées influencer sur les variations des réponses.

Réponse est généralement notée y [9]. C'est une grandeur mesurable que l'on observe lorsqu'on fait varier les facteurs étudiés.

Espace expérimental est définie par un repère cartésien à deux ou plusieurs dimensions, cet espace comprend tous les points du plan (facteur1 x facteur2). S'il y a un troisième facteur, il est représenté aussi par un axe orienté et gradué, et positionné perpendiculairement aux deux premiers.

Domaine du facteur appelé aussi le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut.

Point expérimental est obtenu par l'intersection de deux niveaux (X_1, X_2) dans un espace expérimental.

Domaine d'étude est défini comme étant l'espace où tous les points expérimentaux se regroupent, ce domaine d'étude est délimité par les niveaux bas et haut de chaque facteur.

Plan d'expérience

Il est issu des méthodes mathématiques et statistiques appliquées à l'expérimentation. Présenté sous forme de matrice comportant autant de colonnes que de facteurs (m), et autant de lignes que d'expériences (n), de niveaux ou de modalités retenus pour l'expérimentation.

De manière générale, la méthode des plans d'expériences permet de déterminer et à établir les liens existant entre 2 types de variables qui sont la réponse et les facteurs. Pour cela, il faut établir un modèle, exprimant la réponse en fonction des facteurs.

La méthode des plans d'expérience se repose sur deux principales utilisations qui sont :

- La technique du screening : C'est un outil qui permet de déterminer, parmi un ensemble initial de facteurs, les éléments influents. Il s'agit donc d'un procédé de sélection ou de criblage.
- La méthode des surfaces de réponse : Les réponses sont calculées en fonction des facteurs jugés influents. C'est une étude quantitative car l'objectif est de savoir comment la réponse varie [8].

Surfaces de réponse

L'ensemble des points du domaine d'étude correspond à un ensemble de réponses qui se localise sur une surface appelée surface de réponse

Le modèle de l'expérimentateur

Deux compléments doivent être apportés au modèle purement mathématique.

- Le premier complément est le « manque d'ajustement (lack of fit en anglais). Ce dernier représente l'écart entre le modèle a priori choisi par l'expérimentateur et le modèle réel qui régit le phénomène étudié. Il y a un écart entre ces deux modèles).
- Le second complément est la prise en compte de la nature aléatoire de la réponse. En mesurant plusieurs fois une réponse en un même point expérimental, les résultats seront dispersés. Cette différence est appelée erreur aléatoire ou expérimentale (pure error en anglais).

Plan de Box-Behnken

Box et Behnken (1960) ont présenté un type de plan d'expérience pour des modèles du deuxième ordre et qui permet l'estimation de certaines interactions [10]. Tous les facteurs comme l'indique le tableau 01 ont trois niveaux : -1, 0 et +1.

Applications du plan de Box-Behnken

Le plan de Box-Behnken est un outil qui est extrêmement exploité pour l'optimisation dans différents secteurs notamment pour l'extraction des métabolites secondaires dans diverses parties des plantes tels que les composés phénoliques, les alcaloïdes ou encore les huiles essentielles. Cette optimisation via la méthode des surfaces de réponse a été étudiée par de nombreux chercheurs qui ont fait usage Plan de Box-Behnken.

Les polyphénols sont aussi des substances ayant des propriétés antioxydantes très importantes, permettant de lutter contre la formation de radicaux libres en excès dans l'organisme (substances qui vont favoriser le vieillissement cellulaire), ils possèdent des propriétés bénéfiques pour la santé[13]. Les polyphénols présentent des propriétés antioxydantes bien établies et en lien avec l'inhibition de l'oxydation aussi bien dans le domaine alimentaire (oxydation des lipides) que physiologique (stress oxydant), Ces antioxydants agissent en bloquant ou inhibant à la fois la formation et la propagation des radicaux libres[14].

Les tanins sont des substances phénoliques polymériques, de masse molaire compris entre 500 et 3000 [15]. Ils ont été découverts pour la première fois en tant que composés antinutritionnels, en raison de leur capacité à former des complexes avec des protéines et des

polysaccharides, due à la présence d'un nombre élevé de fonctions hydroxyles et empêchant par la suite l'absorption de ces derniers par l'organisme [16]. Parmi les propriétés des tanins ; ils ont la capacité de précipiter les alcaloïdes, la gélatine et d'autres protéines; ils sont caractérisés par une saveur astringente [15] et sont solubles dans l'eau et les solvants polaires. Ils sont subdivisés en deux groupes différents : les tanins hydrolysables et les tanins condensés[17].

L'activité antioxydante des polyphénols peut être évaluée *in vitro* et *in vivo* au moyen de simples expériences, et en même temps, l'éventuel effet pro-oxydant sur différentes molécules peut être évalué, L'activité antioxydante ne peut pas être mesurée directement, mais elle est déterminée par les effets de l'antioxydant pour contrôler le degré d'oxydation. Il existe diverses méthodes pour évaluer l'activité antioxydante. Certaines méthodes impliquent une étape d'oxydation différente suivie par la mesure de la réponse, qui dépend de la méthode utilisée pour évaluer l'activité[18].

Notre travail s'inscrit dans le cadre du programme de recherche du laboratoire des Sciences fondamentales (LSF).

L'objectif général de mon travail est de trouver une meilleure combinaison des variables indépendantes (temps, température, fréquence ultrasonique et rapport (S/L)) pour extraire le maximum des composés phénoliques et obtenir un bon pouvoir antiradicalaire (DPPH) ou même temps, d'un déchet obtenu après le battage, nettoyage et vannage des panicules de sorgho locale rouge (*Sorghum bicolor* L, Moench).

Notre manuscrit commence par une première partie bibliographique qui traite des généralités sur le sorgho et sur les composés phénoliques, la deuxième partie expérimentale dont matériel et méthodes, résultats et discussion.

Enfin, le mémoire se termine par une conclusion générale qui résume l'essentiel des résultats obtenus lors de ce travail et énonce par la suite des recommandations pour la suite de cette recherche.



Matériels
&
Méthodes



2. Matériels et méthodes

2.1. Matériels et Produits chimiques

Les produits chimiques utilisés dans ce travail, sont d'un grade analytique élevé (**tableau 2.1**).

Tableau 2.1 : Produits chimiques et réactifs utilisés dans ce travail.

Produits	Firme
<ul style="list-style-type: none">• le réactif folin-ciocalteu• l'acide gallique• le carbonate de sodium anhydre• dpph• (1,1-diphényl-2-picryldrazyl)• acide chlorhydrique• Tptz• acétate de sodium Trihydrat• le chlorure de fer (FeCl_3)	- Sigma-Aldrich (Allemagne)
<ul style="list-style-type: none">• le méthanol	- Honeywell Riedel-de Haën (France)
<ul style="list-style-type: none">• l'acide ascorbique (Vitamine C)• le chlorure d'aluminium (AlCl_3)	- VWR Prolabo Trade (Belgique).

2.2. Matériel végétal

Classification Botanique

Tableau 2.2 : Classification du sorgho[19]

Nom scientifique	<i>Sorgho bicolore (L)</i>
Régne	Plante
Classe	<i>Liliopsida</i>
L'ordre	<i>Cyperales</i>
Tribu	<i>Andropogoneae</i>
Famille	<i>Poaceae</i>
Races	<i>Bicolor</i>
الاسم العربي	الذرة الرفيعة

L'échantillon de sorgho rouge (*Sorghum bicolor* L, Moench) utilisé dans cette étude a été cultivé dans la wilaya d'Ain Salah (**figure 2.1**). La matière végétale est préparée selon les étapes suivantes:

- a. **Broyage** : Les échantillons séchés sont broyés à l'aide d'un moulin électrique.
- b. **Tamissage** : Après broyage, une fine poudre est obtenue à l'aide d'un tamis de diamètre de 250 µm.



A : panicule de sorghos

B : Déchet de panicule de sorghos rouge

C : Matière sèche de déchet de panicule de sorghos

Figure2.1 : L'échantillon de sorgho

2.3. Méthodes

2.3.1. Méthodes d'extraction

Les composés phénoliques peuvent être extraits par divers solvants et méthodes d'extraction. L'extraction par solvantes est la méthode la plus commune utilisée pour isoler des antioxydants naturels[20]. De nos jours, différentes techniques d'extraction novatrices ont été développées pour l'extraction de composés phénoliques à partir de sources végétales. Parmi ces méthodes on trouve l'extraction par bain ultrason qui offre un rendement élevé pour des courtes périodes, une manipulation simple et une température réduite[21]. D'où l'intérêt de l'utiliser dans nos travaux.

Afin d'optimiser les meilleures conditions pour l'extraction des composés phénoliques des sorghos rouge, deux étapes ont été procédées :

La première est de faire une analyse préliminaire pour trouver la valeur qui permet de donner le maximum de rendement de l'extraction des composés phénoliques à partir des déchets de panicule de sorghos rouge (*Sorghum bicolor* L,Moench) pour quatre paramètres (le temps, la température, la fréquence ultrasonique et le rapport (solide/liquide));

La seconde est d'exploiter les effets de variables indépendantes et leurs interactions dans l'extraction des composés phénoliques pour optimiser les conditions d'extraction à l'aide de la méthode des surfaces de réponse.

2.3.2. Analyse préliminaire

L'objectif de l'étude préliminaire des conditions d'extraction a été de sélectionner à partir d'un intervalle de chaque facteur. La valeur qui permet de donner le maximum de rendement des composés phénoliques totaux, en variant l'un des quatre paramètres étudiés et fixant les trois autres et ainsi de suite, est notre cible. L'étude préliminaire a été répétée trois fois.

2.3.2.1. Temps d'extraction

0,5 g de poudre des déchets de panicule de sorghos rouge a été mélangée avec 10 ml de méthanol pur et placée dans un appareil ultrasonique (DAIHAN Scientifique (Figure 1.9)). À 50Hz et une température fixée à 30°C avec un temps d'extraction qui varie de 5 à 40 min avec un intervalle de 5 min, on réalise l'extraction des composés phénoliques. Les extraits obtenus sont filtrés puis quantifiés en composés phénoliques totaux et de même, les activités anti radicalaires sont testées.

2.3.2.2. Température d'extraction

AL'extraction est effectuée pour les différents échantillons dans les conditions suivantes : un temps de 30 min et 50Hz Ultrasonique avec un rapport liquide/solide de (0,5g/10ml), à une température qui varie de 30°C à 60°C pour un intervalle de 5°C. Tous les extraits ont été filtrés puis les composés phénoliques totaux ont été quantifiés et de même, les activités antiradicalaires ont été éprouvées.

2.3.2.3. Fréquence ultrasonique

Adoption de paramètres fixes d'une période d'extraction de 30 min, de 0,5 : 10 g/ml, comme rapport (solide/liquide) et une température 45°C, les échantillons ont été extraits à des fréquences qui varient de 30 à 90Hz pour un intervalle de 10Hz, l'extraction a été exécutée. L'extrait a été filtré puis les composés phénoliques totaux ont été quantifiés, ainsi que les activités antiradicalaires ont été expérimentées.

2.3.2.4. Le rapport solide-liquide

L'extraction a été effectuée en plusieurs séries de rapport solide-liquide dans un intervalle (0,5:10 à 1 :80 g/ml), tandis que le temps, la fréquence et la température sont fixés à 45 min, 60Hz et 50°C, respectivement. Les extraits ont été filtrés, afin de quantifier les teneurs en composés phénoliques totaux et de déterminer les activités antiradicalaires, respectivement

Analyse quantitative des composés phénoliques

L'étude phytochimique est réalisée sur les différents extraits afin de déterminer les teneurs de différentes classes phyto-chimiques contenues dans la plante étudiée. Il s'agit d'une analyse par spectrophotométrie UV-Visible.

2.4.1. Dosage des polyphénols totaux

Le principe de ce dosage est adapté par Singleton et Ross (en 1965) en utilisant le réactif de Folin_Ciocalteu. Ce dernier est un mélange de l'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$), et de l'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$) qui se réduit lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus du tungstène (W_8O_{23}) et molybdène (Mo_8O_{23}).

La coloration présente un maximum d'absorption à 760 nm dont l'intensité proportionnelle à la quantité de composés phénoliques présents dans l'échantillon [22].

Les quantités des composés phénoliques dans nos extraits sont calculées dans les mêmes conditions avec un standard suivant sa courbe d'étalonnage.

Les teneurs (mgAAG/g MS) en composés phénoliques totaux sont calculés par la formule suivante :

$$\text{Teneur (mgEAG/gMV)} = \frac{Ae \times f \times V_{MeOH}}{P \times m \times 1000} \times 1000$$

Ae : absorbance de l'échantillon ;

f : facteur de dilution ;

V_{MeOH} : volume de solvant (ml) ;

P : ponte de courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique ;

m : masse de l'échantillon (g).

➤ **Protocole expérimentale de la courbe d'étalonnage**

Une courbe d'étalonnage a été effectuée en utilisant l'acide gallique comme standard (**Figure 2.2**). Une gamme d'étalonnage a été préparée à partir d'une solution mère d'acide gallique de différentes concentrations.

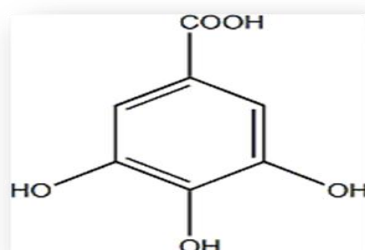


Figure 2.2: Structure de l'acide gallique.

Le dosage des composés phénoliques totaux a été fait selon le protocole qui est schématisé dans la figure suivante :

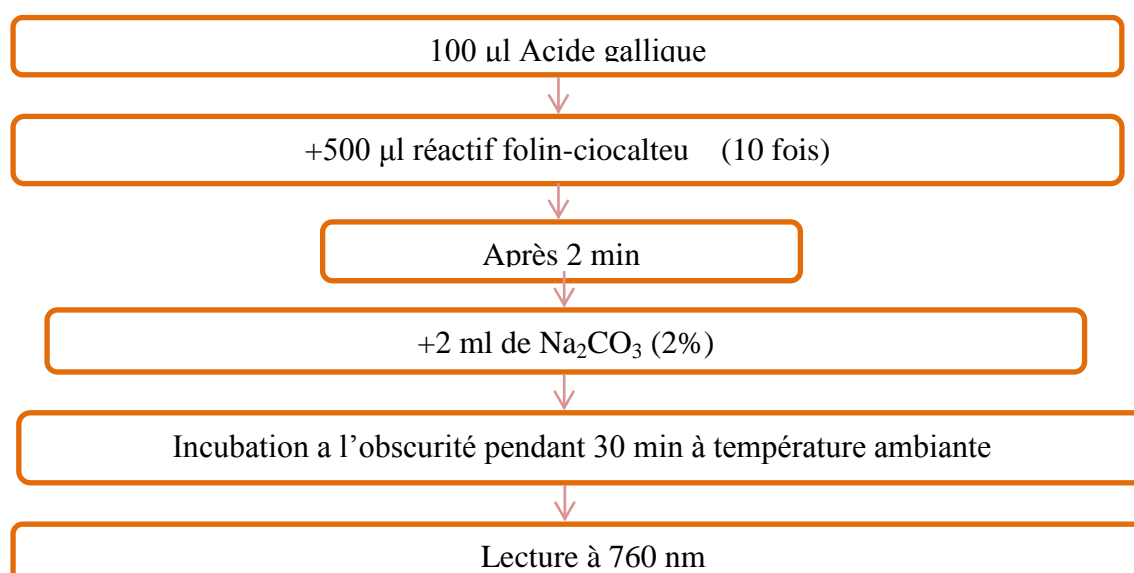


Figure 2.3 : Protocole de dosage des phénols totaux.

Les extraits ont été traités de la même manière que l'acide gallique.

Une analyse quantitative est effectuée par la spectrophotométrie visible afin de calculer la quantité en phénols totaux. Les valeurs de ces derniers pour chaque extrait ont été déterminées à partir de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique obtenue (voir **figure 2.4**).

Les résultats sont exprimés en mg équivalent en acide gallique par g de matière sèche (mg EAG/g MV).

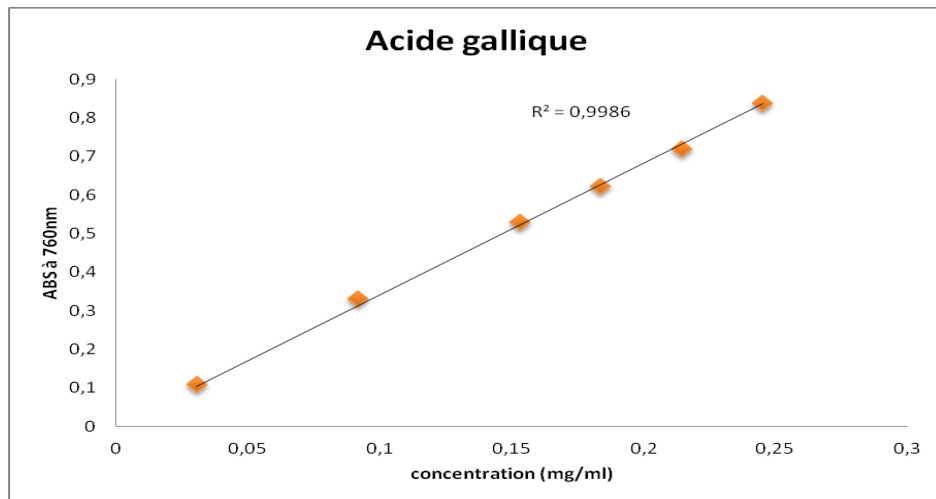


Figure 2.6: Courbe étalonnage de l'acide gallique.

Activité antioxydante

Il n'y a pas de méthode standard ou universelle qui puisse évaluer avec précision la capacité antioxydante, comme l'ont montré plusieurs recherches[23]. Toutefois, ont souligné que l'évaluation d'une capacité antioxydante requiert des méthodes distinctes d'une manière autonome où les mécanismes de transfert d'électrons uniques et d'atomes d'hydrogène sont impliqués. Ainsi, l'évaluation actuelle a été réalisée en utilisant la méthode couramment utilisées pour évaluer l'activité antioxydante DPPH•.

2.3.3. Evaluation de l'activité anti-radicalaire par le test DPPH•

Les antioxydants réagissent avec le 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle (DPPH•), un radical libre pour le stabiliser. Le degré de décoloration indique le potentiel de piégeage en donnant l'ion hydrogène du composé antioxydant présent dans la plante[24].

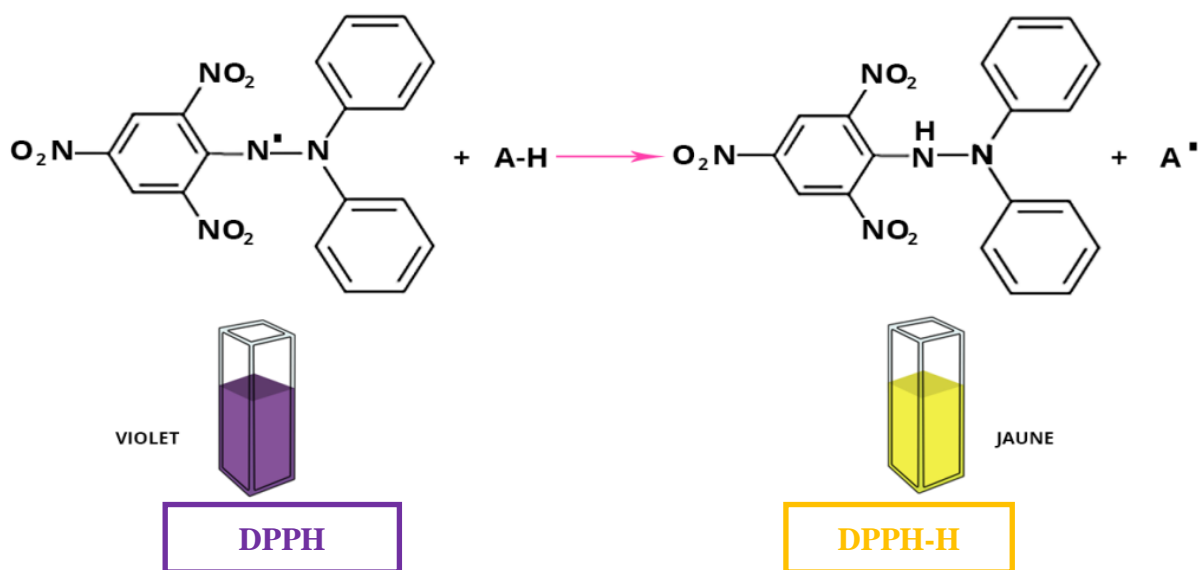


Figure 2.5: Structure de DPPH et sa réduction par l'antioxydant A-H.

Le radical DPPH• a une coloration violette foncée qui va se transformer en jaune pâle lorsqu'il est réduit par les composés antioxydants en lui donnant un proton ou un électron, ce qui diminue son absorbance à 517 nm[25]. Le degré de décoloration indique le potentiel de piégeage en donnant l'ion hydrogène du composé antioxydant présent dans la plante.

➤ Protocole de la courbe d'étalonnage de la vitamine C

A l'aide de la courbe d'étalonnage de la vitamine C, nous avons évalué l'activité antioxydante des différents extraits. La capacité antiradicalaire est exprimée par le VCEAC (mg EVC/g MV), définie comme la concentration en (g/l) / (mol/l) d'une solution de la vitamine C ayant la même capacité antioxydante d'une solution de 1(g/l) / (1 M) de l'extrait étudié. 1 ml de chaque solution/ou extrait a été additionné à 1 ml d'une solution méthanolique de DPPH (250 μM). Le mélange réactionnel est secoué immédiatement au vortex, puis maintenu à l'obscurité pendant 30 min à une température ambiante pour que la réaction s'accomplisse. L'absorbance du milieu réactionnel a été mesurée à 517 nm contre un blanc à l'aide d'un spectrophotomètre UV/Visible (SP-3000 nano). La vitamine C a été utilisée comme un antioxydant standard pour les composés phénoliques (**figure 2.6**). Toutes les mesures ont été effectuées en triple. Les pouvoirs antiradicalaires (PAR %) du radical DPPH sont déterminés selon la formule suivante:

$$PAR(\%) = \left(\frac{A_0 - A_e}{A_0} \right) * 100$$

$$VCEAC \text{ (mg EVC/g MV)} = \frac{PAR(\%)}{P} \times f \times \frac{V_{MeOH}/1000}{m} \times 1000$$

A₀ : absorbance du contrôle (100 µl de méthanol et 1000 µl de DPPH) ;

A_e : absorbance de l'échantillon ;

P : pente de la courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique ;

f : facteur de dilution ;

V_{MeOH} : volume de solvant (ml) ;

m : masse de l'échantillon (g).

Le courbe étalonnage de la Vit C est représenté comme suis :

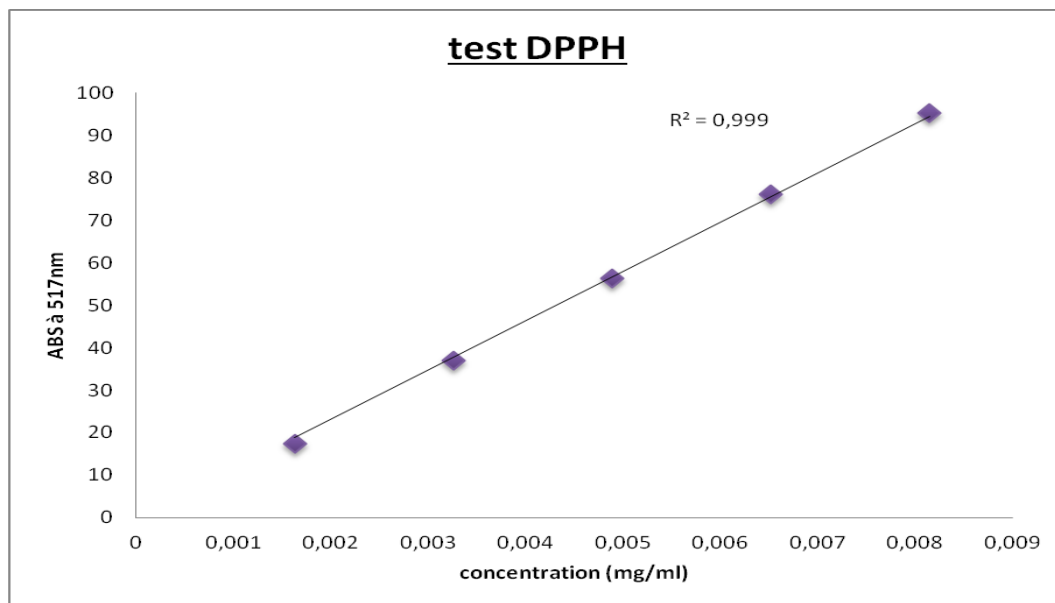


Figure 2.6 : Courbe d'étalonnage de la Vit C.

Matrice d'expériences Le modèle expérimental est basé sur le plan Box-Behnken pour 4 facteurs : le temps (X1), la température (X2), la fréquence ultrasonique (X3) et le rapport (solide/liquide) (X4) et à trois niveaux (-1, 0 et 1) dont les résultats permettent de construire une surface de réponse. Le plan expérimental est constitué de 84 essais répartis en 28 points factoriels dont 3 répétitions au centre afin de déterminer l'erreur pure.

Sur la base des données expérimentales, un modèle polynomial de second ordre correspondant au modèle Box-Behnken a été appliqué pour corréler la relation entre les variables indépendantes et la réponse pour prédire les conditions optimisées. Le modèle quadratique a été construit selon l'équation suivante [17]:

$$Y = A_0 + AX_1 + BX_2 + CX_3 + DX_4 + ABX_1X_2 + ACX_1X_3 + ADX_1X_4 + BCX_2X_3 + BDX_2X_4 + CDX_3X_4 + A^2X_1 + B^2X_2 + C^2X_3 + D^2X_4 \quad (\text{Eq .1})$$

Y : représente la réponse ;

A₀ : représente la valeur moyenne théorique de la réponse (interception) ;

ABCD : sont les coefficients des termes linéaire ;

A²B²C²D² : sont les coefficients des termes quadratiques ;

AB, AC, AD, BC, BD, CD: sont les coefficients des termes d'interaction.

Les résultats expérimentaux de l'analyse préliminaire à un seul facteur ont été évalués par le logiciel Excel 2007. Toutes les données ont été répétées trois fois afin de calculer la moyenne. L'analyse de variance (ANOVA) a été utilisée pour la vérification de la signification des coefficients du modèle (p<0,05). Le test F et la valeur-p ont été utilisés pour vérifier l'importance du coefficient de régression. L'adéquation du modèle a été déterminée en évaluant le manque d'ajustement.

2.4. Validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision

L'optimisation des conditions d'extraction a été réalisée afin de maximiser le taux des composés phénoliques (CPT), la capacité antioxydante (DPPH•) et l'ensemble de leur maximisation (CPT et DPPH•). Par conséquent, la procédure d'optimisation a été réalisée à partir du calcul des dérivées des modèles obtenus[26]. Dans cette partie, l'objectif était de vérifier la capacité prédictive du modèle et de déterminer la meilleure combinaison des conditions d'extraction. Le plan RSM est basé sur le logiciel **Design-Expert 13** a permis d'estimer les valeurs prédites par la valeur de désirabilité variant de 0 à 1 avec des valeurs parfaites lorsque $d = 1$ et des valeurs acceptables lorsque $d > 0,7$ [27].

Après l'obtention des extraits optimaux, nous avons déterminé les teneurs en phénols totaux, en tanins, ainsi l'évaluation de leurs activités antioxydantes vis-à-vis les tests : DPPH• pour chaque extrait. Toutes les mesures ont été effectuées trois fois, et la lecture moyenne a été enregistrée.

Dosage des tanins

Le principe de ce dosage est basé sur la précipitation des tannins dans les végétaux par la polyvinyl polypyrrolidone (PVPP). Tout d'abord, les teneurs en phénols totaux sont mesurés dans les extraits bruts. Dans une deuxième étape, les tannins dans les extraits bruts sont précipités avec la PVPP, puis on détermine les teneurs en composés phénoliques dans le surnageant de l'extrait précipité par la PVPP. Les résultats sont ensuite soustraits des phénols totaux dans l'extrait brut pour déterminer les tannins (mg EAG/g MV)[28].

La précipitation des tannins a été fait selon le protocole suivant :

Une masse de 100 mg de la PVPP, est solubilisée dans 1 ml d'eau distillée par agitation au Vortex. On ajoute 1 ml d'extrait brut. Après agitation, le mélange est conservé à 40 °C pendant 10 min. on centrifuge l'ensemble à 4 °C et à 3000 tr/min pendant 10 min.



Résultats

&

Discussion



3. Résultats et discussions

3.1. Résultats de l'étude préliminaire sur les conditions d'extraction

Dans un test préliminaire, quatre facteurs (le temps, la température, la fréquence et le rapport solide/liquide) qui influent sur les teneurs en composés phénoliques et sur l'activité antioxydante des déchets des panicules de sorghos local rouge (*Sorghum bicolor* L, Moench), ont été étudiés afin de sélectionner la valeur la plus importante de chaque facteur qui correspond aux teneurs en composés phénoliques et en VCEAC les plus élevées et de choisir par la suite le domaine expérimental des facteurs incluant dans le MSR. Les niveaux de chaque variable sont des valeurs différentes donnant des codes -1, 0 et +1 de variable auxquels les expériences doivent être exécutées.

3.1.1 Temps d'extraction

Le temps d'extraction est un paramètre très important car il a une influence sur le contact entre le solvant et la matière solide[29]. Les niveaux de la variable indépendante du temps (X1, min) ont été choisis après avoir fait varier la durée de l'expérience ultrasonore de 5 à 40 min (**figure 3.7**), tandis que d'autres facteurs ont été définis comme suit : le rapport liquide/solide était de 10:0,5 ml/g, la température était de 30°C et la fréquence ultrasonique 50Hz ; dans chaque expérience, la teneur en CPT a été mesurée avec l'évaluation de pouvoir antioxydant.

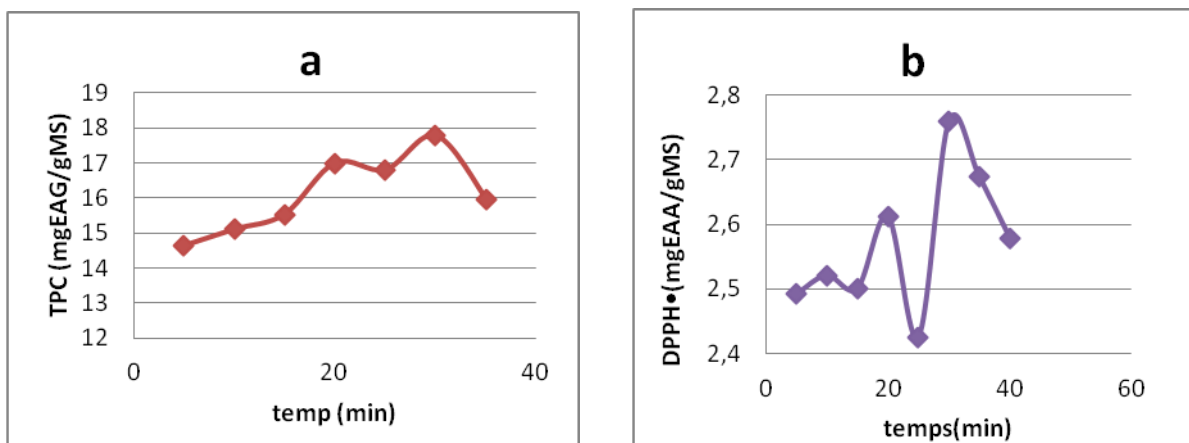


Figure 3.7 : étude préliminaire sur le paramètre temps d'extraction par a : CPT, b : test DPPH•.

Les résultats ont montré que la CPT et le VCEAC ont augmentées de manière significative lorsque le temps optimum est de 30 min où la valeur de la CPT et de VCEAC les plus élevées sont de 17,77 et 2,77 (mg EVC/g MV), respectivement. Cela pourrait s'expliquer par le fait que la durée d'extraction présente un effet positif sur le CPT et sur le VCEAC en donnant une chance à la pénétration complète du liquide, à la libération et à la dissolution de différentes substances des matières premières. Après 30 min, la diminution du TPC et de VCEAC peut être due aux temps d'extraction plus longs qui augmentent l'oxydation des composés phénoliques. De plus, l'influence d'une longue exposition aux ondes ultrasonores donne lieu à la dégradation des composés phénoliques. Sur la base des résultats, les niveaux de la variable indépendante de temps (X1) sont 30 min avec $-1=25$ min et $+1=35$ min.

3.1.2. Température d'extraction

Il a été constaté que la chaleur améliore la récupération des composés phénoliques[26]. La (figure 3.8) montre l'effet de la température d'extraction (de 30 à 60°C) sur la teneur des composés phénoliques totaux et l'activité antioxydante des déchets de panicule de sorghos local rouge (*Sorghum bicolor* L, Moench). Les autres conditions d'extraction ont été fixées comme suit : le temps (30 min), le rapport (S/L) (10:0,5 ml/g) et fréquence ultrasonique est de 50Hz.

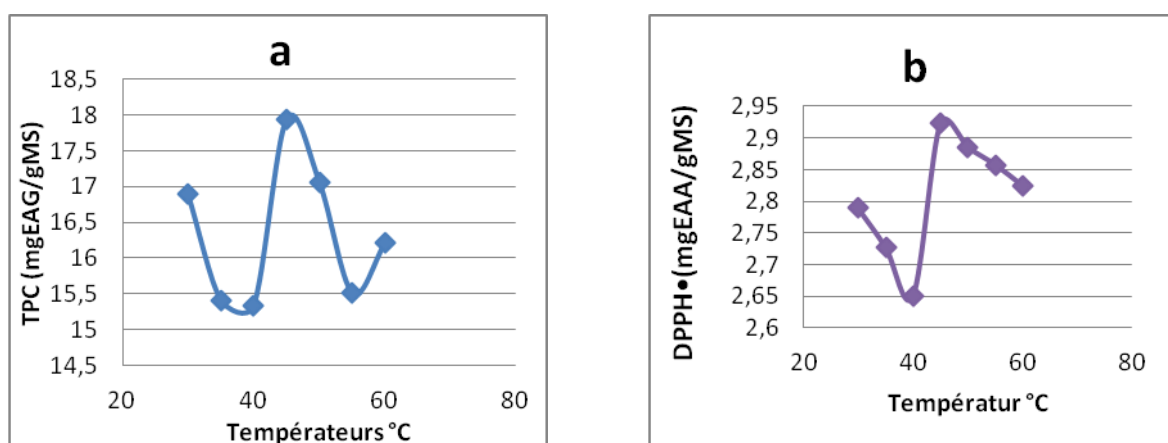


Figure 3.8: étude préliminaire sur la Température d'extraction par **a** : CPT, **b** : test DPPH•.

Les résultats ont montré que les valeurs de CPT et de VCEAC ont augmentées de manière significative lorsque la température atteint 45°C avec des valeurs les plus élevées de 17,93 (mg EAG/g MV) et 2,923(mg EVC/g MV) de la CPT et VCEAC, respectivement. Ces résultats pourraient s'expliquer par le fait qu'une température adéquate plus élevée améliore la solubilité des substances ciblées dans le solvant, assure une meilleure diffusion et améliore un bon transfert de masse [19]. l'augmentation de la température améliore les rendements grâce à une extraction par solvant améliorée, à la fois grâce à des coefficients de diffusion plus élevés et à une plus grande solubilité des composés[31]. Cependant, il convient de noter que les températures élevées peuvent également conduire à la décomposition des composés phénoliques déjà extraits, l'application d'une température supérieure à 45°C diminue le CPT et le VCEAC. Cette température ultrasonore critique peut rompre les liaisons chimiques entre les atomes et faciliter la destruction des molécules phénoliques [32]. Sur la base des résultats, les niveaux de la variable indépendante de température (X2) sont 45 °C avec -1=40°C et +1=50°C.

3.1.3. Fréquence ultrasonique

Il a été constaté que la fréquence améliore la récupération des composés phénoliques. La (figure 3.9) montre clairement l'influence de la fréquence ultrasonique sur la teneur des composés phénoliques totaux et sur l'activité antioxydante des déchets de panicule de sorghos local rouge (*Sorghum bicolor* L, Moench). Les autres conditions d'extraction ont été fixées comme suit : le temps (30 min), la température 45°C et le rapport (S/L) (10:0,5ml/g).

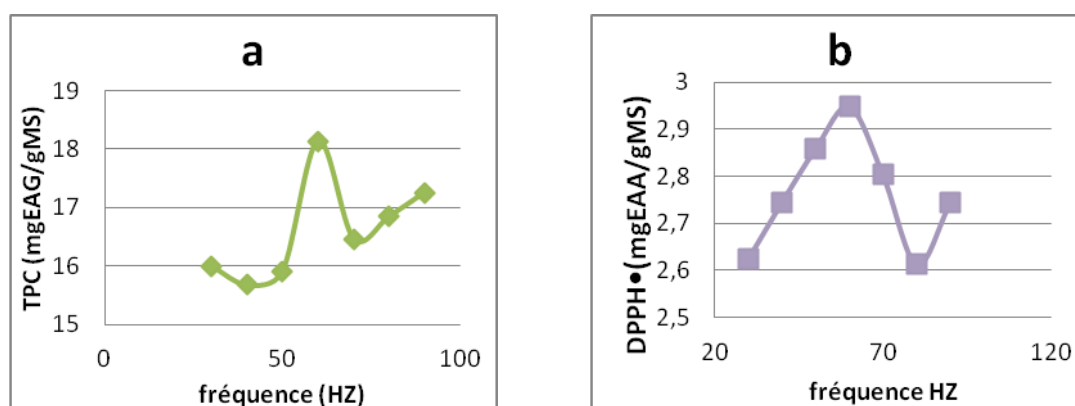


Figure 3.9 : étude préliminaire sur le paramètre fréquence ultrasonique d'extraction par a : TPC, b : test DPPH•.

Les résultats ont montré que la CPT et le VCEAC ont augmentées de manière significative lorsque la fréquence ultrasonique optimum est de 60 Hz où la valeur de la CPT et de

VCEAC les plus élevées sont de 18,137 et 2,949 (mg EVC/g MV), respectivement. Cela pourrait s'expliquer par le fait que la durée d'extraction ultrasonique présente un effet positif sur le CPT et sur le VCEAC en donnant une chance à la pénétration complète du liquide, à la libération et à la dissolution de différentes substances des matières premières. En effet, le taux de ces composés est proportionnel à l'activité anti-radicalaire, Par conséquent, nous notons que les valeurs se situent à peu près dans la même plage[24], il a donc été considéré que la valeur maximale pour de fréquence ultrasonique est 60Hz avec les valeurs -1= 50 Hz et +1= 70 Hz.

3.1.4. Rapport solide-liquide

De nombreuses études indiquent que Le rapport liquide/solide peut affecter le processus d'échographie extraction et doit donc être pris en considération[33].L'effet du rapport solide-liquide sur l'extraction des composés phénoliques des déchets de panicule de sorghos local rouge (*Sorghum bicolor* L,Moench), a été évalué à l'aide de onze rapports (10 :0,5, 15 :0,5, 20 :0,5, 25 :0,5, 30 :0,5, 40 : 0,5, 50 :0,5, 60 :0,5, 70 :0,5, 80 :0,5, 90 :0,5 ml/g) sur une période d'extraction de 30 min, à 45 ° et fréquence 60Hz.

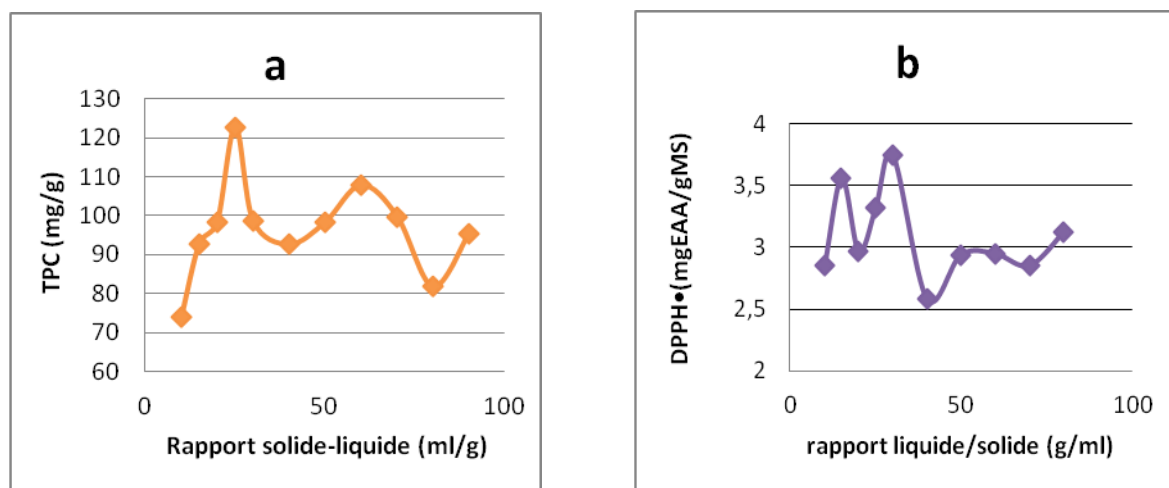


Figure3.10 : étude préliminaire sur le volume d'extraction par a : CPT, b : test DPPH•.

Les résultats ont montré que la CPT et le VCEAC ont augmentées de manière significative lorsque le rapport optimum est de 0,5 : 25 (g /ml) où les valeurs de la CPT et de VCEAC les plus élevées sont de 122,86 et 3,747 (mg EVC/g MV), respectivement. Cela pourrait s'expliquer par le fait que la durée d'extraction présente un effet positif sur les CPT et sur le

VCEAC en donnant une chance à la pénétration complète du liquide, à la libération et à la dissolution de différentes substances des matières premières. Après 30 min, la diminution du CPT et de VCEAC peut être due aux temps d'extraction plus longs qui augmentent l'oxydation des composés phénoliques. La différence observée au niveau de l'activité antioxydante est certainement liée aux taux des polyphénols dans les extraits[24]. Il a donc été considéré que la valeur maximale pour Le rapport liquide/solide est 0,5:25 (g/ml) avec les valeurs -1= 0,5 :20 (g /ml) et +1= 0,5 :30 (g/ml).

3.2. Domaines expérimentaux des facteurs

Les quatre facteurs (le temps, la température, la fréquence ultrasonique et le rapport solide/liquide) influant sur l'efficacité de l'extraction des composés phénoliques sont des facteurs continus et quantitatifs, c'est-à-dire qu'on peut maîtriser le réglage, et qui peuvent adopter toutes les valeurs numériques réelles dans un intervalle choisi. Ainsi, le (**tableau3.3**) présente les facteurs et leurs domaines de variation.

Tableau 3.3 : Les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation des composés phénoliques

Variables		Niveaux		
		-1	0	+1
Temps (min)	X ₁	25	30	35
Température (°C)	X ₂	40	45	50
Fréquence ultrasonique(Hz)	X ₃	50	60	70
Rapport (Sol/Liq) (g/ml)	X ₄	20	25	30

3.3. Optimisation des conditions d'extraction

La méthode des surfaces de réponse a permis de déterminer une relation d'approximation entre les variables d'entrée (temps, rapport solide-liquide, fréquence et température). Cette relation est formulée par un polynôme de second degré. Ce dernier permettra d'optimiser les paramètres de la réaction d'extraction afin d'atteindre des réponses souhaitables. Pour optimiser le processus d'extraction des composés phénoliques totaux à partir des déchets de panicule de sorghos locaux rouges, Les valeurs de plage et de point central des trois

variables indépendantes étaient basées sur les résultats expérimentaux préliminaires, ont été choisis comme condition centrale de la matrice expérimentale de Box-Behnken. Les teneurs en phénol totaux et en VCEAC (DPPH•) ont été sélectionnées comme réponses pour la combinaison des variables indépendantes comme indiqué dans le (**tableau3.4**).

Les résultats obtenus montrent que le modèle expérimental correspond bien au modèle théorique. De plus, il a été observé que le CPT variait de 8,228 à 12,06 mg EAG/0,5 g MV. Le niveau maximal a été trouvé dans les conditions expérimentales suivantes : une température de 40°C, un temps d'extraction de 30 min, une fréquence 70 Hz et un rapport de (30:0,5 ml/g). Une plage modérée de DPPH• a également été trouvée 1,57292 (mg EVC/g MV) et le point maximal 3,674 (mg EVC/g MV) a été obtenu lorsque les conditions utilisées sont : une température de 45°C, un temps d'extraction de 35 min, une fréquence 60 Hz et un rapport de 0,5:25 g/ml.

Tableau 3.4 : La matrice expérimentale de Box-Behnken pour quatre facteurs (X_1 , X_2 , X_3 et X_4) et leurs réponses la moyenne des composés phénoliques totaux (CPT) et VCEAC (DPPH•) exprimé en (mg/g MV).

EXP.	Facteurs				Réponse	
	X_1 (min)	X_2 (C°)	X_3 (Hz)	X_4 (ml)	CPT (mgAG/gMV)	DPPH• (mgEVC/gMV)
1	1	0	-1	0	10,237	3,028
2	0	1	-1	0	10,907	3,371
3	1	0	0	-1	8,6110	1,801
4	0	0	-1	1	12,060	3,204
5	0	-1	0	1	11,170	3,493
6	-1	0	-1	0	9,400	2,862
7	0	1	0	1	9,763	3,600
8	1	0	0	1	10,364	3,674
9	0	0	-1	-1	8,702	1,572
10	0	0	0	0	8,907	3,436
11	-1	-1	0	0	8,228	3,432
12	1	-1	0	0	11,150	3,074
13	0	0	0	0	8,932	3,660
14	-1	0	0	1	9,024	3,339
15	1	0	1	0	9,547	3,560
16	-1	0	0	-1	8,570	3,291
17	0	0	0	0	9,854	3,338
18	0	-1	1	0	8,995	2,962
19	0	-1	-1	0	10,350	2,500
20	-1	0	1	0	8,775	3,141
21	0	0	1	-1	8,922	2,998
22	0	-1	0	-1	8,750	3,095
23	0	0	1	1	8,929	3,594
24	0	1	1	0	8,750	3,353
25	0	1	0	-1	9,112	2,825
26	1	1	0	0	9,420	3,298
27	-1	1	0	0	9,657	3,100
28	0	0	0	0	9,430	3,216

Ces valeurs prévisibles sont plus proches des valeurs expérimentales indiquant la pertinence du modèle.

Des équations de régression multiple suivantes ont été obtenues à partir de modèle (Eq. 01) en intégrant les variables indépendantes (X1, X2, X3 et X4) et leurs coefficients indiqués dans le **tableau 3.6**:

- **TPC :**

$$Y = 9,28 + 0,472 X_1 - 0,065 X_2 + 0,735 X_3 - 0,650X_4 - 0,789X_1 X_2 + 0,324 X_1 X_3 - 0,016X_1X_4 - 0,487X_2X_3 - 0,217 X_2X_4 - 0,837 X_3X_4 - 0,070X_1^2 + 0,323X_2^2 + 0,030X_3^2 + 0,261X_4^2 \quad (\text{Eq. 2}).$$

- **DPPH• :**

$$Y = 3,43 - 0,060X_1 + 0,825X_2 + 0,443X_3 + 0,255X_4 + 0,139X_1X_2 + 0,456X_1X_3 + 0,063X_1X_4 + 0,094X_2X_3 - 0,120X_2X_4 - 0,258X_3X_4 - 0,0103X_1^2 - 0,040X_2^2 - 0,242X_3^2 - 0,284X_4^2 \quad (\text{Eq. 3}).$$

Le coefficient de détermination (R^2) mesure l'adéquation entre le modèle issu d'une régression multiple et les données expérimentales observées [34]. Il est de l'ordre de 0,91 et 0,79, signifiant que uniquement 9% et 21% des variations n'ont pas été expliquées par les modèles pour CPT et DPPH• respectivement (**Tableau 3.5**). Plus le R^2 est proche de 1, plus le modèle expérimental correspond aux données réelles. Cependant, si la valeur de R^2 est faible, indique que certaines variables importantes n'ont pas été prises en compte dans le modèle [35]. Le R^2 ajusté est une version modifiée du R^2 , il est ajusté pour tenir compte du nombre de variable dans le modèle. L'analyse de la variance des CPT et DPPH• a donné une valeur de R^2 (ajusté) de 0,82 et 0,57 respectivement. R^2 ajusté est toujours inférieur au R^2 .

Tableau 3.5 : L'analyse de la variance des modèles polynomiaux du second ordre.

Régression	R^2	R^2 (ajusté)	Rapport F du modèle	Valeur-p	Défaut d'ajust. (valeur-p)
Y _{CPT}	0,9153	0,824	10,03	<0,0001	0,7031
Y _{DPPH•}	0,7955	0,5753	3,61	0,0132	0,1544

La valeur-p a été utilisé pour vérifier la signification de chaque coefficient, elle est inférieure à 0,05 ce qui indique que ces modèles sont significatifs et que l'équation de régression s'adapte très bien à la situation réelle reflétant la relation entre l'extraction des composés

phénoliques et les conditions d'extraction (temps, rapport solide-liquide et température)[34]. En outre, le défaut d'ajustement ($p > 0,05$) renforce également la fiabilité et l'adéquation des modèles[36]. Les valeurs-p du défaut d'ajustement sont de 0,4 et 0,15 pour CPT et DPPH•, respectivement, ce qui implique que l'ajustement de ces modèles est adéquat pour décrire les données expérimentales (**Tableau 3.6**).

Tableau 3.6 : Coefficients de régression et leurs significations statistiques.

Terme	Coefficients	Erreur standard	Valeur-p
CPT			
A	0,472	0,114	0,001
B	-0,065	0,114	0,577
C	0,735	0,114	< 0,0001
D	-0,650	0,114	< 0,0001
AB	-0,789	0,199	0,001
AC	0,324	0,199	0,126
AD	-0,016	0,199	0,930
BC	-0,487	0,199	0,029
BD	-0,217	0,199	0,295
CD	-0,837	0,199	0,001
A ²	-0,070	0,162	0,670
B ²	0,323	0,162	0,067
C ²	0,030	0,162	0,852
D ²	0,261	0,162	0,131
Test DPPH•			
A	-0,060	0,093	0,524
B	0,082	0,093	0,391
C	0,443	0,093	0,000
D	0,255	0,093	0,016
AB	0,139	0,161	0,400
AC	0,456	0,161	0,014
AD	0,063	0,161	0,701
BC	0,094	0,161	0,568
BD	-0,120	0,161	0,469
CD	-0,258	0,161	0,132
A ²	-0,103	0,131	0,447
B ²	-0,040	0,131	0,765
C ²	-0,242	0,131	0,088
D ²	-0,284	0,131	0,049

Significatif avec $p < 0,05$. (*) valeur-p inférieur à 0,01.

3.4. Analyse des diagrammes des surfaces de réponse

Les diagrammes de surface de réponse tridimensionnelle (a, b,c,d,e et f de la **figure 1**) illustrent la relation entre la teneur de CPT de déchet de panicule de (*Sorghum bicolor* L,Moench) et deux variables expérimentales (temps d'extraction , température d'extraction, fréquence ultrasonique et le rapport solide-liquide) et les deux autres facteurs fixes .

L'effet des variable sur la teneur TPC :

Les quatre variables ont une influence indépendante sur la teneur des CPT. La température d'extraction a eu un effet très faible cela est dû majoritairement au terme linéaire et quadratique de la température d'extraction (B, B^2), ce qui explique les formes des surfaces de réponse (**a, d et e** de la **figure3.17**). Le temps d'extraction a démontré un moins d'influence sur la teneur des CPT, cela est dû majoritairement au terme linéaire et quadratique des tempes d'extraction (A et A^2), ce qui explique les formes des surfaces de réponse (**a, b et c** de la **figure3.17**). La fréquence ultrasonique a un effet très important sur la teneur des CPT, cela est dû majoritairement au terme linéaire de la fréquence ultrasonique (c) et l'effet quadratique (c^2) (**figure 3.17** diagrammes **c, e et f**). Le rapport solide-liquide a démontré une influence prononcée sur la teneur des CPT de manière linéaire et quadratique (C et C^2), où le solvant s'introduit dans les cellules permettant aux composés phénoliques de se libérés dans l'extrait[37], ceci est présenté dans les formes des surfaces de réponse (**b, d et f** de la **figure 3.17**).

Une quantité plus élevée a été produite à un rapport solide-liquide entre 1 :30 à 1 :35 (g/ml), a une fréquence ultrasonique d'extraction compris entre 50 et 55Hz, à un temps d'extraction compris entre 30-35 min et à des températures situées entre 40 à 45°C.

De ce qui précède, le rapport solide-liquide a joué un effet le plus important dans l'extraction des composés phénoliques CPT, suivi de la fréquence ultrasonique puis le temps d'extraction et faiblement la température d'extraction

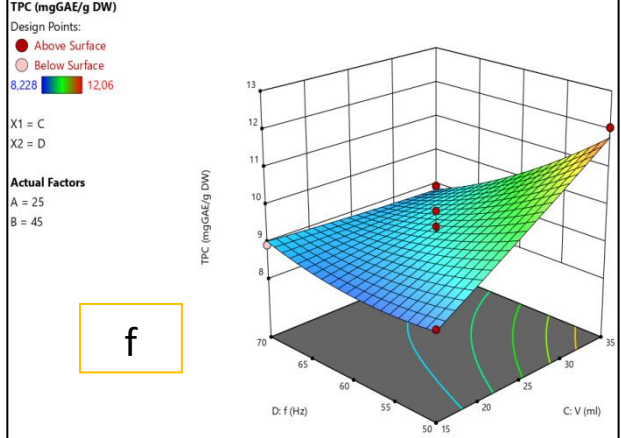
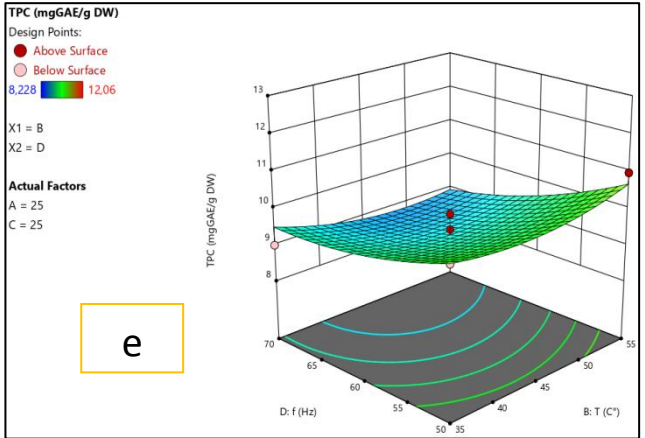
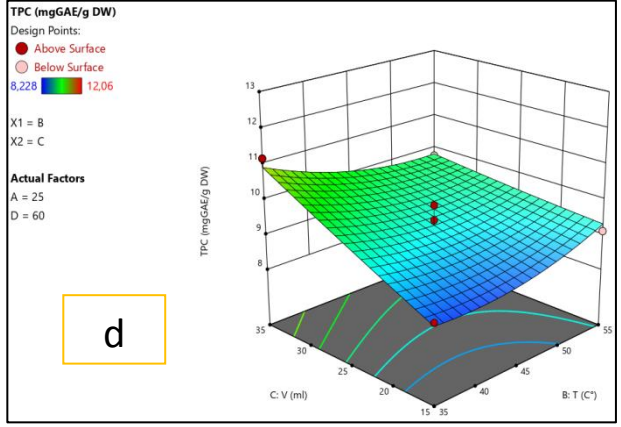
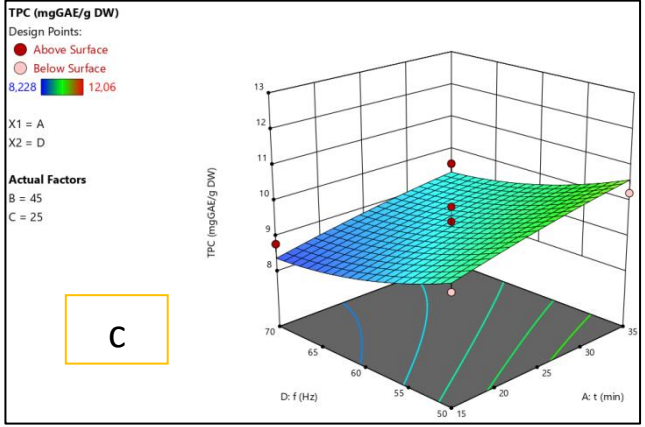
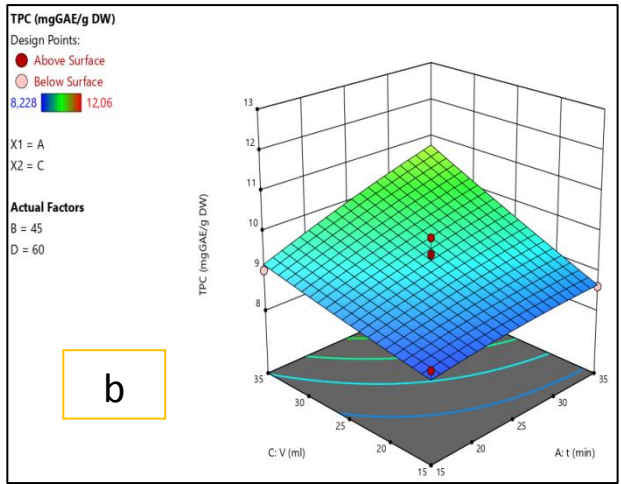
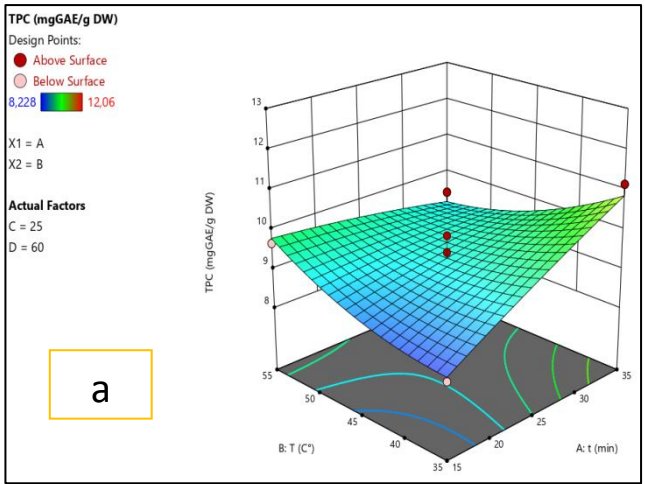


Figure 3.11: Diagramme de surface de réponse montrant l'effet du déferant variable sur les CPT

L'effet des variables sur DPPH•:

Les diagrammes de surface de réponse tridimensionnelle (a, b,c,d,e et f de la **figure 2**) illustrent la relation entre le DPPH• de déchet de panicule de (*Sorghum bicolor* L, Moench) et deux variables expérimentales (temps d'extraction, température d'extraction, fréquence ultrasonique et le rapport solide-liquide) et les deux autres facteurs fixes.

Les quatre variables ont une influence indépendante sur la réponse DPPH•, le temps d'extraction a eu un effet très faible ce qui explique les formes des surfaces de réponse (**a, b et c de la figure 3.18**) qui sont principalement dues aux termes linéaires et quadratiques (A, A^2) de temps d'extraction. La température d'extraction a un effet beaucoup plus important que l'effet de temps d'extraction, cela est dû majoritairement au terme linéaire (B) et l'effet quadratique de la température d'extraction (B^2) (eq3). La fréquence ultrasonique a un effet très important sur le DPPH• ce qui explique les formes des surfaces de réponse (**c, e et f de figure 3.18**) qui sont principalement dues aux termes linéaires et quadratiques (C, C^2) de la fréquence ultrasonique d'extraction. Le rapport solide-liquide a démontré une moins d'influence sur le DPPH• cela est dû majoritairement au terme linéaire du rapport solide-liquide (D) et l'effet quadratique de (D^2) ce qui explique les formes des surfaces de réponse (**b, d et f de figure 3.18**).

Une quantité plus élevée a été produite à un temps d'extraction compris entre 30 et 35 min, à des températures situées entre 40 et 50°C, à une fréquence ultrasonique d'extraction comprise entre 60 et 65 Hz et à un rapport solide-liquide entre 0.5:30 et 0.5:35 (g/ml).

De ce qui précède, la température d'extraction a joué un rôle le plus important dans l'extraction des antioxydants vis-à-vis le test DPPH•, suivi par l'effet de la fréquence ultrasonique, ensuite l'effet du rapport solide-liquide et enfin, faiblement l'effet de temps d'extraction.

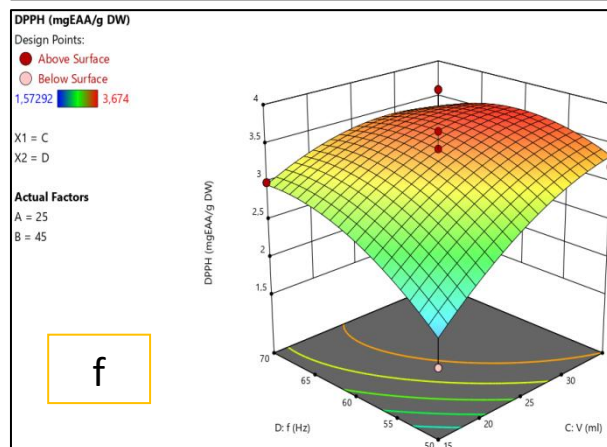
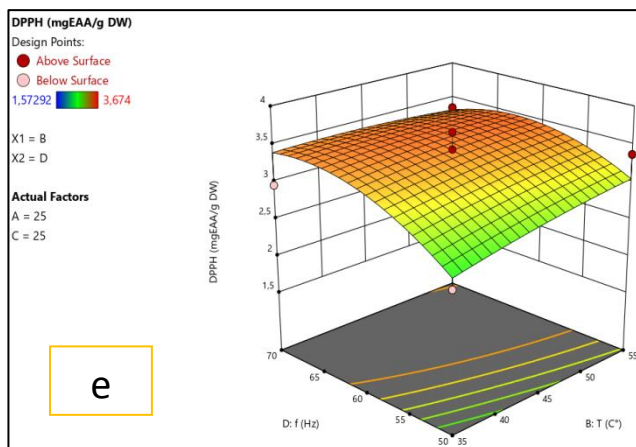
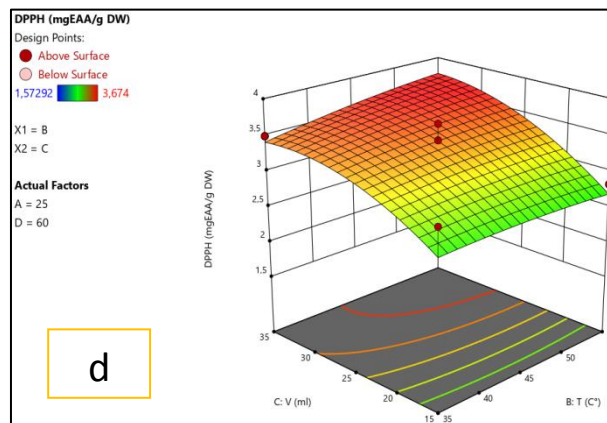
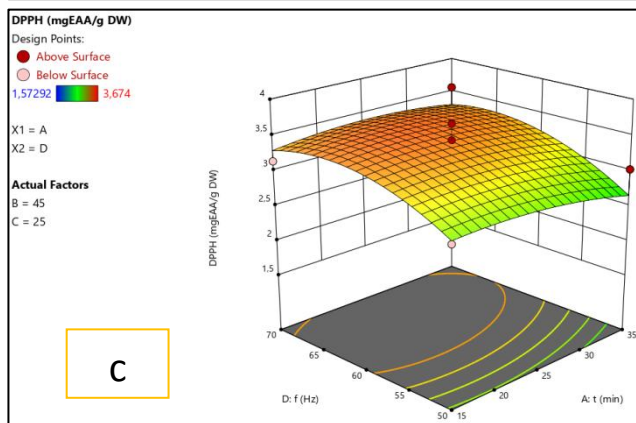
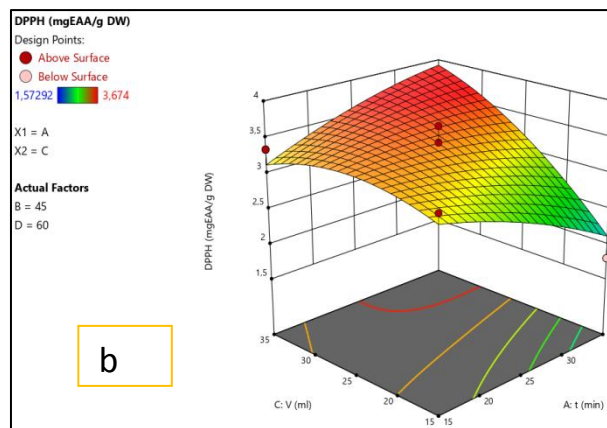
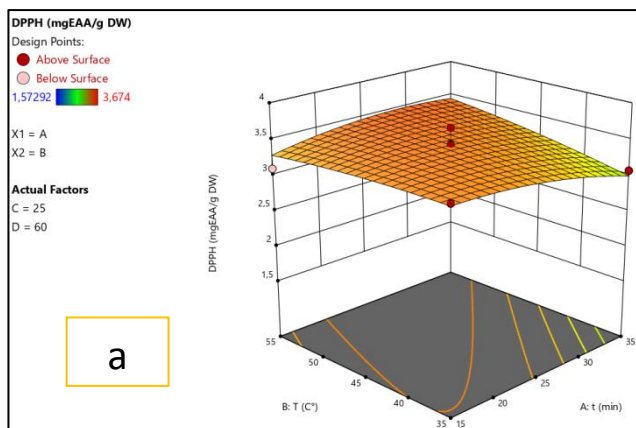


Figure 3.12: Diagramme de surface de réponse montrant l'effet du déférent variable d'extraction sur le DPPH•

3.5. Validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision

3.5.1. Les conditions optimales pour les CPT

Les conditions optimales pour les CPT, sont les suivantes, un temps d'extraction de 31,921min, un rapport solide-liquide de 34,728(ml/g), fréquence 50,627HZ et une température d'extraction de 42,171°C. Les réponses prévues pour la combinaison optimale sont CPT= 12,427 (mg EAG/g MS), avec une désirabilité de 1. Le résultat obtenu était proche de celui attendu CPT= 12,406 (mg EAG/g MS). soulignant que le modèle proposé pourrait être utilisé pour prédire la valeur de réponse[1]. Les résultats de l'optimisation sont présentés dans la (**figure 3.13**).

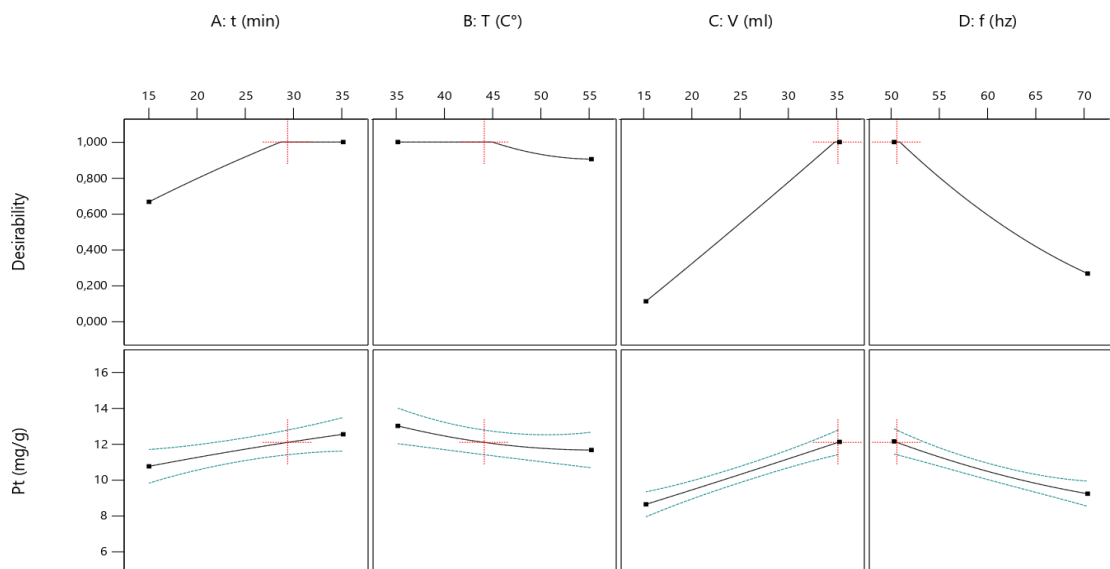


Figure 3.13: Combinaison optimale pour une meilleure extraction des CPT.

3.5.2. Les conditions optimales pour les DPPH

Les conditions optimales pour les DPPH, (**figure 3.14**) sont les suivantes, un temps d'extraction de 33,826min, un rapport solide-liquide de 30,262(ml/g), fréquence 60,645Hz et une température d'extraction de 46,077°C. Les réponses prévues pour la combinaison optimale sont DPPH•= 3,706 (mg EVC/g MV), avec une désirabilité de 1. Le résultat obtenu était proche de celui attendu DPPH• = 3,701 (mg EVC/g MV). Soulignant que le modèle proposé pourrait être utilisé pour prédire la valeur de réponse.

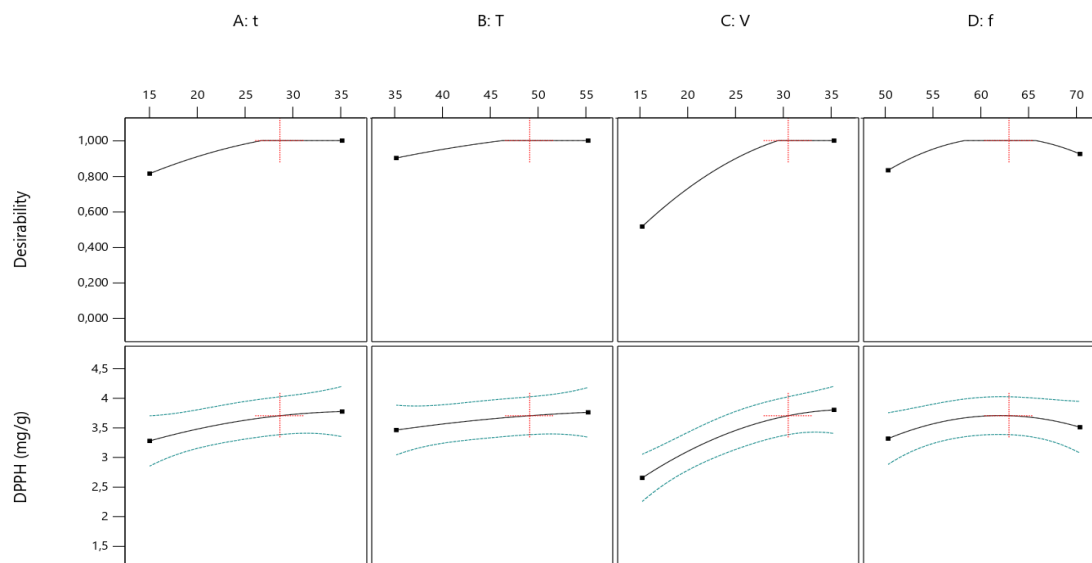


Figure 3.14 : Combinaison optimale pour une meilleure activité antioxydant DPPH•.

3.5.3. Les conditions optimales pour les TPC avec DPPH•

La (figure3.15) illustre les conditions optimales pour une meilleure extraction des CPT et l'activité antioxydant DPPH•. Les résultats des réponses maximisées ont suggéré que l'extraction pendant 34,987 min à 46,491°C avec un rapport liquide/solide égal à 34,988 :0,5 ml/g et une fréquence 51,56 HZ est la meilleure solution pour cette combinaison de variables. En utilisant ces conditions optimales, de nouvelles extractions ont été soumises et les résultats de CPT et DPPH étaient de 11,975 et 3,736 (mgEVC/gMVV), respectivement, avec une valeur $p < 0,001$. Ces résultats sont en accord avec les valeurs prédites CPT = 12,061 (mgEAG/gMV), DPPH = 3,726 (mg EVC/gMV). Soulignant que le modèle proposé pourrait être utilisé pour redire la valeur de réponse.

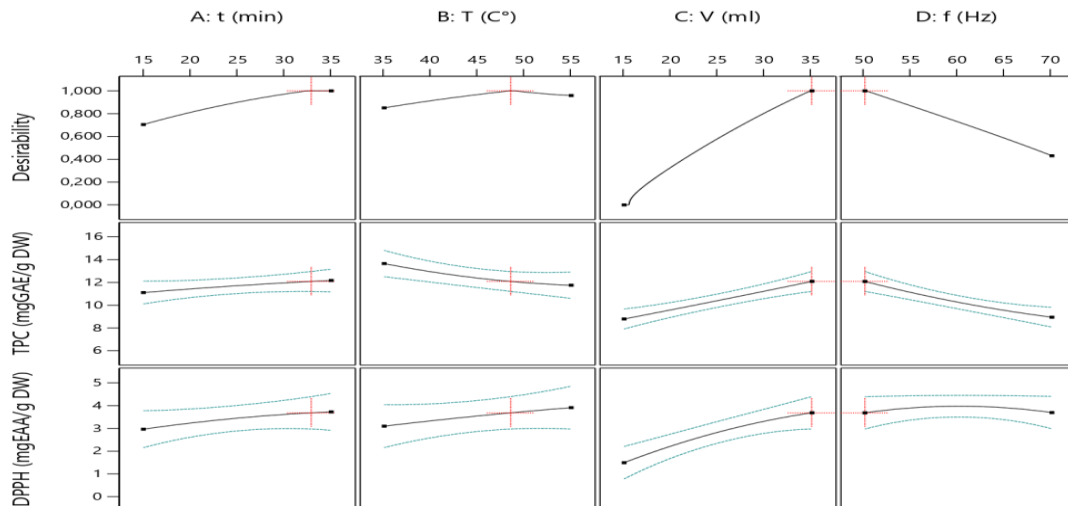


Figure 3.15: Combinaison optimale pour une meilleure extraction des TPC et l'activité antioxydant DPPH•.

3.6 Teneur des tanins

Après avoir mesuré la quantité totale de phénols après la précipitation des tanins avec PVPP pour chaque cas des conditions optimales d'extraction, les résultats ont été soustraits des phénols totaux avant la précipitation des tanins. Les résultats étaient les suivants

- meilleure extraction des phénols totaux : La teneur totale en phénol avant la précipitation des tanins était égale à CPT = 12,406 (mgEAG/gMV). Après la précipitation des tanins, elle est devenue égale à CPT = 8,477 (mgEAG/gMV). En utilisant le procédé de soustraction, on constate que la teneur en tanins est égale à 3,929 (mgEAG/gMV).
- meilleure extraction des CPT avec DPPH• : La teneur totale en phénol avant la précipitation des tanins était égale à CPT = 11,975 (mgEAG/gMV). Après la précipitation des tanins, elle est devenue égale à CPT = 9,558 (mgEAG/gMV). En utilisant le procédé de soustraction, on constate que la teneur en tanins est égale à 2,418 (mgEAG/gMV).

❧

Conclusion

❧

4. Conclusion générale

De cet effet et sachant qu'aucun travail n'a été publié sur les déchets de panicule de sorghos rouge (*Sorghum bicolor* L, Moench) étude a été cultivé dans wilaya d'Ain Salah, l'objet de notre travail a trouver une meilleure combinaison des variables indépendantes (temps, température, fréquence ultrasonique et rapport (S/L)) pour extraire le maximum des composés phénoliques et obtenir un bon pouvoir anti-radicalaire (DPPH) au même temps.

En premier lieu, nous avons choisi la méthode d'extraction par ultrason, en utilisant les déchets de panicule de sorghos rouge comme matière végétale et le méthanol comme solvant afin d'obtenir des extraits bruts.

Les résultats que nous avons pu obtenir à travers cette étude, nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

L'étude préliminaire sur les conditions d'extraction montre que les niveaux de la variable indépendante de temps (X1) sont 30 min avec -1=25 min et +1=35 min, de température (X2) sont 45 °C avec -1= 40°C et +1=50°C, pour de fréquence ultrasonique est 60 Hz avec les valeurs -1= 50 Hz, 0= 50 Hz et +1= 70 Hz et les valeurs maximale pour le rapport liquide/solide -1= 0,5 :20 (g/ml), 0= 0,5 :25 (g/ml) et +1= 0,5: 30 (g/ml).

La méthode des surfaces de réponse a permis de déterminer une relation d'approximation entre les variables d'entrée (temps, rapport solide-liquide, fréquence et température). Cette relation est formulée par un polynôme de second degré. Ce dernier permettra d'optimiser les paramètres de la réaction d'extraction afin d'atteindre des réponses souhaitables.

La validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision montre que les conditions optimales pour les CPT, sont les suivantes : un temps d'extraction de 31,921min, un rapport solide-liquide de 34,728(ml/g), fréquence 50,627 Hz et une température d'extraction de 42,171°C. Les réponses prévues pour la combinaison optimale sont CPT= 12,427 (mg EAG/g MV).

Les conditions optimales pour optimiser les valeurs de VCEAC (DPPH•), sont les suivantes, un temps d'extraction de 33,826 min, un rapport solide-liquide de 30,262 (ml/g), fréquence 60,645 Hz et une température d'extraction de 46,077°C. Les réponses prévues

pour la combinaison optimale sont (VCEAC) = 3,706 (mg EVC/g MV), avec la teneur en tanins est égale à 3,929 (mg EAG/g MV).

Les résultats des réponses optimaux ont suggéré que les conditions pour l'extraction des CPT et l'activité antioxydante (DPPH•) pendant 34,987 min à 46,491°C avec un rapport liquide/solide égal à 0,5 : 34,988 g/ml et fréquence 51,56 Hz est la meilleure solution pour cette combinaison de variables, avec une teneur en tanins égale à 2,418 (mg EAG/g MV).

Ces résultats restent préliminaires, il serait intéressant d'approfondir l'étude par l'analyse chromatographique à haute performance (HPLC) des constituants des composés phénoliques sur les déchets de différentes variétés et différentes régions nationales. Cependant, il serait bon d'élargir le panel de tests d'activités antioxydantes par des tests chimiques et biologiques (*in vitro* et *in vivo*) des extraits phénoliques obtenus par différents systèmes d'extraction de la plante de *Sorghum bicolor* L, Moench.



Références

&

Bibliographique



- [1] A. Benarfa, N. Gourine, S. Hachani, M. Harrat, and M. Yousfi, "Optimization of ultrasound-assisted extraction of antioxidative phenolic compounds from *Deverra scoparia* Coss. & Durieu (flowers) using response surface methodology," *J. Food Process. Preserv.*, vol. 44, no. 7, pp. 1–10, 2020, doi: 10.1111/jfpp.14514.
- [2] D. J. Newman and G. M. Cragg, "Natural products as sources of new drugs over the 30 years from 1981 to 2010," *Journal of Natural Products*, vol. 75, no. 3. 2012. doi: 10.1021/np200906s.
- [3] M. Mabelebele, M. Siwela, R. M. Gous, and P. A. Iji, "Chemical composition and nutritive value of South African sorghum varieties as feed for broiler chickens," *S. Afr. J. Anim. Sci.*, vol. 45, no. 2, 2015, doi: 10.4314/sajas.v45i2.12.
- [4] K. Ba, E. Tine, J. Destain, N. Cissé, and P. Thonart, "Étude Comparative Des Composés Phénoliques, Du Pouvoir Antioxydant De Différentes Variétés De Sorgho Sénégalais Et Des Enzymes Amylolytiques De Leur Malt," *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, vol. 14, no. 1, 2010.
- [5] D. L. Blackwell, T. J. Herald, S. R. Bean, and P. Gadgil, "Alkaline extraction of phenolic compounds from intact sorghum kernels," *Int. J. Food Sci. Technol.*, vol. 47, no. 12, 2012, doi: 10.1111/j.1365-2621.2012.03138.x.
- [6] I. M. Chung, E. H. Kim, M. A. Yeo, S. J. Kim, M. C. Seo, and H. I. Moon, "Antidiabetic effects of three Korean sorghum phenolic extracts in normal and streptozotocin-induced diabetic rats," *Food Res. Int.*, vol. 44, no. 1, 2011, doi: 10.1016/j.foodres.2010.10.051.
- [7] S. Rao, A. B. Santhakumar, K. A. Chinkwo, G. Wu, S. K. Johnson, and C. L. Blanchard, "Characterization of phenolic compounds and antioxidant activity in sorghum grains," *J. Cereal Sci.*, vol. 84, 2018, doi: 10.1016/j.jcs.2018.07.013.
- [8] O. O. Iyabo, O. Ibiyinka, and O. Abimbola Deola, "COMPARATIVE STUDY OF NUTRITIONAL, FUNCTIONAL AND ANTINUTRITIONAL PROPERTIES OF WHITE SORGHUM BICOLOR (SORGHUM) AND PENNISETUM GLAUCUM (PEARL MILLET)," *Int. J. Eng. Technol. Manag. Res.*, vol. 5, no. 3, 2020, doi: 10.29121/ijetmr.v5.i3.2018.187.
- [9] C. Lowe, M. Terrey, and E. A. MaClachlan, "Organic-aciduria, decreased renal ammonia production, hydrophthalmos, and mental retardation: A Clinical Entity," *AMA. Am. J. Dis. Child.*, vol. 83, no. 2, 1952, doi: 10.1001/archpedi.1952.02040060030004.
- [10] J. Agyei-Amponsah *et al.*, "Quality Characteristics of Pre-treated Yam Chips Produced from Irradiated Yams," *Br. J. Appl. Sci. Technol.*, vol. 4, no. 36, 2014, doi: 10.9734/bjast/2014/13081.

- [11] M. Alfieri, C. Balconi, G. Cabassi, E. Habyarimana, and R. Redaelli, "Antioxidant activity in a set of sorghum landraces and breeding lines," *Maydica*, vol. 62, no. 3, 2017.
- [12] M. Sorour, A. Mehanni, E. Taha, and A. Rashwan, "Changes of Total Phenolics, Tannins, Phytate and Antioxidant Activity of Two Sorghum Cultivars as Affected by Processing," *J. Food Dairy Sci.*, vol. 8, no. 7, 2017, doi: 10.21608/jfds.2017.38699.
- [13] P. Shah and H. A. Modi, "Comparative Study of DPPH, ABTS and FRAP Assays for Determination of Antioxidant Activity," *Int. J. Res. Appl. Sci. Eng. Technol.*, vol. 3, no. 6, 2015.
- [14] A. Sabiha, "Polyphénols de l'alimentation : extraction , pouvoir antioxydant et interactions avec des ions métalliques," *Archives-Ouvertes.Fr*, 2013.
- [15] B. S. Enone *et al.*, "Characterization and Quantification of Phenolic Compounds of Hydroethanolic Extracts and Fractions of Leaves <i>Gnetum africanum</i> (Welv.) and <i>Gnetum buchholzianum</i> (Engl.) (Gnetaceae)," *Open J. Appl. Sci.*, vol. 12, no. 07, pp. 1304–1318, 2022, doi: 10.4236/ojapps.2022.127090.
- [16] Z. Ben Ahmed, F. Hefied, M. Yousfi, K. Demeyer, and Y. Vander Heyden, "Study of the antioxidant activity of Pistacia atlantica Desf. Gall extracts and evaluation of the responsible compounds," *Biochem. Syst. Ecol.*, vol. 100, 2022, doi: 10.1016/j.bse.2021.104358.
- [17] S. Kumar, S. Narwal, V. Kumar, and O. Prakash, "α-glucosidase inhibitors from plants: A natural approach to treat diabetes," *Pharmacogn. Rev.*, vol. 5, no. 9, pp. 19–29, 2011, doi: 10.4103/0973-7847.79096.
- [18] N. Francenia Santos-Sánchez, R. Salas-Coronado, C. Villanueva-Cañongo, and B. Hernández-Carlos, "Antioxidant Compounds and Their Antioxidant Mechanism," in *Antioxidants*, 2019. doi: 10.5772/intechopen.85270.
- [19] N. Boizot and J.-P. Charpentier, "Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier," *Le Cah. Tech. l'Inra*, no. June, pp. 79–82, 2006.
- [20] M. M. J. O. Wijekoon, R. Bhat, and A. A. Karim, "Effect of extraction solvents on the phenolic compounds and antioxidant activities of bunga kantan (*Etlingera elatior* Jack.) inflorescence," *J. Food Compos. Anal.*, vol. 24, no. 4–5, 2011, doi: 10.1016/j.jfca.2010.09.018.
- [21] M. K. Khan, M. Abert-Vian, A. S. Fabiano-Tixier, O. Dangles, and F. Chemat, "Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides) from orange (*Citrus sinensis* L.) peel," *Food Chem.*, vol. 119, no. 2, 2010, doi: 10.1016/j.foodchem.2009.08.046.
- [23] M. Al Sharif, P. Alov, V. Vitcheva, I. Pajeva, and I. Tsakovska, "Modes-of-action related to repeated dose toxicity: Tissue-specific biological roles

- of PPAR γ ligand-dependent dysregulation in nonalcoholic fatty liver disease,” *PPAR Res.*, vol. 2014, no. Figure 1, 2014, doi: 10.1155/2014/432647.
- [24] G. L. Toure, S. Harouna Diète, L. Y. T. Zoue, and N. D. V. Kouakou, “Chemical composition, fatty acid profile, phytochemical screening and in vitro antioxidant activity of raw seeds of *Euphorbia heterophylla*, a natural source rich in Omega-3,” *Int. J. Biol. Chem. Sci.*, vol. 17, no. 3, pp. 1208–1219, 2023, doi: 10.4314/ijbcs.v17i3.35.
- [25] J. D. N’Guessan, A. P. Bidié, B. N. Lenta, B. Weniger, P. André, and F. Guédé-Guina, “In vitro assays for bioactivity-guided isolation of antisalmonella and antioxidant compounds in *Thonningia sanguinea* flowers,” *African J. Biotechnol.*, vol. 6, no. 14, pp. 1685–1689, 2007.
- [26] É. O. Barizão *et al.*, “Optimization of Antioxidant Compounds Extraction from Flesh of New Developed Apple Cultivar Using Response Surface Methodology,” *Food Anal. Methods*, vol. 6, no. 5, pp. 1407–1415, 2013, doi: 10.1007/s12161-012-9558-4.
- [27] M. Zaddem, “Application de la méthode des surfaces de réponse pour l’optimisation du blanchiment du son de blé par du peroxyde d’hydrogène et son incorporation dans une farine de pain,” 2014.
- [28] M. Zaklouta, M. El-Dine Hilali, A. Nefzaoui, and M. Haylani Edited by Monika Zaklouta, *Animal Nutrition and Product Quality Laboratory Manual International Center for Agricultural Research in the Dry Areas*.
- [29] M. Ozgen, R. N. Reese, A. Z. Tulio, J. C. Scheerens, and A. R. Miller, “Modified 2,2-azino-bis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid (ABTS) method to measure antioxidant capacity of selected small fruits and comparison to ferric reducing antioxidant power (FRAP) and 2,2'-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) methods,” *J. Agric. Food Chem.*, vol. 54, no. 4, pp. 1151–1157, 2006, doi: 10.1021/jf051960d.
- [30] L. Wang *et al.*, “Ultrasonic extraction and separation of anthraquinones from *Rheum palmatum* L.,” *Ultrason. Sonochem.*, vol. 15, no. 5, 2008, doi: 10.1016/j.ultsonch.2007.12.008.
- [31] I. Sifaoui, N. Chammem, M. Abderrabba, and M. Mejri, “Optimization of phenolic compounds extraction from olive leaves using experimental design methodology,” *J. Mater. Environ. Sci.*, vol. 7, no. 4, pp. 1119–1127, 2016.
- [32] B. Vongsak, P. Sithisarn, S. Mangmool, S. Thongpraditchote, Y. Wongkrajang, and W. Gritsanapan, “Maximizing total phenolics, total flavonoids contents and antioxidant activity of *Moringa oleifera* leaf extract by the appropriate extraction method,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 44, no. January, pp. 566–571, 2013, doi: 10.1016/j.indcrop.2012.09.021.
- [33] K. Bouterfas, Z. Mehdadi, D. Benmansour, M. B. Khaled, M. Bouterfas, and A. Latreche, “Optimization of Extraction Conditions of Some Phenolic Compounds from White Horehound (<i>Marrubium

- vulgare</i> L.) Leaves,” *Int. J. Org. Chem.*, vol. 04, no. 05, pp. 292–308, 2014, doi: 10.4236/ijoc.2014.45032.
- [34] L. Yang, Y. L. Cao, J. G. Jiang, Q. S. Lin, J. Chen, and L. Zhu, “Response surface optimization of ultrasound-assisted flavonoids extraction from the flower of *Citrus aurantium* L. var. *amara* Engl,” *J. Sep. Sci.*, vol. 33, no. 9, 2010, doi: 10.1002/jssc.200900776.
- [35] M. Heydari Majd, A. Rajaei, D. SalarBashi, S. A. Mortazavi, and S. Bolourian, “Optimization of ultrasonic-assisted extraction of phenolic compounds from bovine pennyroyal (*Phlomischema parviflorum*) leaves using response surface methodology,” *Ind. Crops Prod.*, vol. 57, no. July 2018, pp. 195–202, 2014, doi: 10.1016/j.indcrop.2014.03.031.
- [36] R. Tabaraki and A. Nateghi, “Optimization of ultrasonic-assisted extraction of natural antioxidants from rice bran using response surface methodology,” *Ultrason. Sonochem.*, vol. 18, no. 6, 2011, doi: 10.1016/j.ultsonch.2011.05.004.
- [37] O. Amri, A. Zekhnini, A. Bouhaimi, S. Tahrouch, and A. Hatimi, “Anti-inflammatory activity of methanolic extract from *Pistacia Atlantica* Desf. leaves,” *Pharmacogn. J.*, vol. 10, no. 1, 2018, doi: 10.5530/pj.2018.1.14.



Résumé



تعتبر الذرة الرفيعة واحدة من أقدم النباتات المزروعة في العالم. وتزرع في جميع أنحاء الأراضي الجافة في أفريقيا وآسيا والأمريكيتين وأوروبا وأستراليا. الهدف من هذه الدراسة هو تبيين المستخلصات التي تم الحصول عليها من نخالة الذرة الرفيعة المحلية ، حيث سوف تركز هذه الدراسة على استخلاص المركبات الفينولية و اختبار خصائصها المضادة للأكسدة بواسطة الجذور باستعمال طريقة الاستخلاص بالموجات فوق صوتية (ultrason). من اجل تحديد الشروط المثالية لاستخلاص المركبات الفينولية الناتجة عن نخالة الذرة الرفيعة، تم استخدام طريقة الاستجابة السطحية (MSR) اعتمادا على نموذج-Box Behnken أين تم تقييم اربعة متغيرات بالنسبة لعاملين الإجابة (TPC et DPPH•) وهم زمن الاستخلاص (30,25 و 35 دقيقة)، درجة الحرارة (40,45 et 50°C) ، تردد الموجات فوق الصوتية (50,60 et 70HZ) ونسبة تركيز المادة/مذيب (20:0.5; 25:0.5 و 30:0.5 غ/مل). وفقا لسطح الاستجابة ثلاثية الأبعاد تم العثور على الشروط المثالية لاستخلاص المركبات الفينولية وهي كالتالي : زمن الاستخلاص (35د)، درجة الحرارة (46.5°C) ، تردد الموجات فوق الصوتية (51.5HZ) وتركيز (35:0.5 مل). وفي هذه الشروط تكون كميات المركبات الفينولية الكلية (12.061 مغ مكافئ حمض الغاليك / غ الوزن الجاف) ، ونشاط مضاد الأكسدة (DPPH•) (3.726 مغ مكافئ حمض الغاليك / غ الوزن الجاف). وكانت النتائج المتحصل عليها قريبة من تلك المتوقعة. ومنه تم التأكد من إمكانية استخدام النموذج المقترح للتنبؤ بقيمة الاستجابة.

كلمات المفتاحية: نخالة الذرة الرفيعة، سطح الإستجابة (RSM)، المركبات الفينولية، نشاط مضاد الأكسدة.

Résumé

Le sorgho fait partie du groupe des plantes les plus anciennement cultivées dans le monde. Il est cultivé partout dans les zones arides d'Afrique, d'Asie, des Amériques, d'Europe et d'Australie. Le but de cette étude est d'évaluer les extraits obtenus à partir du son de sorgho local. Cette étude se concentrera sur l'extraction de composés phénoliques et le test de leurs propriétés antioxydants par la méthode d'extraction par ultrasons.

Dans le présent travail, la méthode de la surface de réponse (MSR), basée sur le modèle de Box-Behnken a été utilisée pour déterminer les conditions optimales de l'extraction des composés phénoliques issus du son de sorgho local. Quatre variables ont été évaluées : le temps (20 min, 30 min et 35 min), la température (40, 45 et 50°C), la fréquence ultrasonique (50, 60 et 70Hz) et le rapport solide-liquide (0.5:20 g/ml, 0.5:25 g/ml et 0.5:30 g/ml). D'après les trois dimensions de surface de réponse, l'optimum d'extraction en composés phénoliques est atteint dans les conditions particulières de temps (35 min), température d'extraction (46.5°C), fréquence ultrasonique (51.1 Hz) et rapport solide-liquide (0.5:35 g/ml). Dans ces conditions, les teneurs en CPT (12.061 mg EAG/ g MV) et DPPH• (3.726 mg EAG/ g MV).

Mots clés : son de sorgho local, surface de réponse (MSR), composés phénoliques, activité antioxydante.

Abstract

Sorghum is one of the oldest cultivated plants in the world. It is cultivated throughout the arid areas of Africa, Asia, the Americas, Europe and Australia. The aim of this study is to evaluate the extracts obtained from local sorghum bran. This study will focus on the extraction of phenolic compounds and the testing of their antioxidant properties by the ultrasonic extraction method.

In the present work, the response surface method (RSM), based on the Box-Behnken model, was used to determine the optimal conditions for the extraction of phenolic compounds from local sorghum bran. Four variables were evaluated: time (20 min, 30 min and 35 min), temperature (40°, 45° and 50°C), ultrasonic frequency (50, 60 and 70HZ) and solid-liquid ratio (0.5:20 g/ml, 0.5:25 g/ml and 0.5:30 g/ml). According to the three dimensions of response surface, the optimum extraction of phenolic compounds is reached under the particular conditions of time (35 min), extraction temperature (46.5°C), ultrasonic frequency (51.1 HZ) and solid-liquid ratio (0.5:35 g/ml). Under these conditions, the contents of CPT (12.061 mg GAE / g DM) and DPPH• (3.726 mg GAE/ g DM).

Key words: local sorghum bran, response surface (RS), phenolic compounds, antioxidant activity.