

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

عمار تليجي بالاغواط جامعة

UNIVERSITE AMAR TELIDJI, LAGHOUAT



كلية العلوم

Faculté des Sciences

قسم: علوم المادة

Département : Sciences de la Matière

MEMOIRE DE MASTER

Domaine: Sciences de la Matière
Filière : Chime
Option : Chime Organique Appliquée

Présenté par
BEROMAN FATNA

THEME

**Evaluation du pouvoir antioxydant des extraits
lipidiques de quelques variétés de figes (*Ficus carica*)
d'Algérie**

Soutenu Publiquement devant le jury composé de:

<i>Mr. YOUSFI Mohamed</i>	<i>Professeur</i>	<i>Président</i>
<i>Mr. DJERIDANE Amar</i>	<i>M.C.A</i>	<i>Examineur</i>
<i>Mme. HADBAOUI Zineb</i>	<i>M.C.B</i>	<i>Examinatrice</i>
<i>Mr. BENALIA Mohamed</i>	<i>M.C.B</i>	<i>Encadreur</i>

Année Universitaire 2015/2016

Dédicaces

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et

Source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, à toi mon père Ahmed.

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; ma mère Djamila que j'adore.

A la mémoire de mes grand-pères Qui ont été toujours dans mon esprit et dans mon cœur, je vous dédie aujourd'hui ma réussite. Que Dieu vous accueille dans son éternel paradis.

A tous mes frères : Walid, Abdou, Louai, Fathi et son épouse Meriem et ses enfants, Khalil et sa fille.

Et à mes sœurs : Zakia, Amira, Khadra et ses enfants.

A toute ma famille.

Aux personnes qui m'ont toujours aidé et encouragé, qui étaient toujours à mes côtés, et qui m'ont accompagnées durant mon chemin d'études supérieures, mes amies.

À tous les étudiants de la promotion chimie et physique 2015/2016

A tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer

Fatna

Remerciements

*La réalisation de ce travail a été achevée au Laboratoire des Sciences Fondamentales LSF à l'université de Laghouat sous la direction du directeur de ce laboratoire professeur **Mohamed Yousfi** ; à qui j'adresse ma gratitude et ma profonde reconnaissance d'avoir accepté d'être membre du jury de mon mémoire. Je le remercie très chaleureusement pour toute l'aide, les conseils et les expériences scientifiques qu'il m'a apportés.*

Malgré les apparences, cette page est la plus difficile à rédiger. En effet, comment dire en si peu de mots toute ma reconnaissance aux personnes qui m'ont toujours encouragé. Malgré tout, ces quelques lignes sont une occasion pour moi de remercier les responsables et les personnes qui, de près ou de loin, m'ont soutenu de diverses manières et sans qui, ce travail n'aurait pas abouti.

Ainsi, j'adresse ma gratitude et mon honneur respect :

*Mes plus vifs remerciements et reconnaissances les plus dévouées à monsieur **Mohamed Benalia**, MCB en Chimie à l'université de Laghouat Amar Téliidji, qui a dirigé ce travail. Il ne sera jamais assez pour lui exprimer toute ma reconnaissance pour la confiance, le grand soutien et la disponibilité dont j'ai bénéficié auprès de lui lors de la réalisation de ce travail malgré ses occupations, il m'a consacré énormément de temps pour me transmettre une partie de son savoir en qualité de chimiste.*

- *A Monsieur **Mohamed Yousfi**, Professeur à l'université de Laghouat Amar Thelidji pour avoir accepté de présider le jury de mon mémoire. J'aimerais le remercier*
- *A Monsieur **Amar DJERIDANE** et Madame **Zineb HADBAOUI**, Maîtres de conférences à l'université de Laghouat Amar Thelidji, pour participer au jury de ce mémoire. Qu'ils trouvent ici le témoignage de ma gratitude.*

*Mes sentiments de reconnaissance et mes remerciements vont également à mes collègues Mesdemoiselles **Amel Guergab** et **soumya HACHANI** pour leurs soutiens et aides permanents.*

Je clos enfin ces remerciements en témoignant ma gratitude toute particulière à l'égard de toute ma famille, qui ma soutenu continuellement tout au long de ces années de travail.

Résumé

Le figuier est un arbre qui est traditionnellement utilisé pour traiter une grande variété de maladies, Cependant, il y a un besoin de données plus scientifiques pour appuyer ces diverses allégations de santé. Ce travail est consacré dosage spectrophotométrique en tocophérols, en stérols et d'évaluer l'activité antioxydante des lipides totaux et neutres à partir de trois échantillons de figue cultivés en Algérie.

Les résultats indiquent que les fruits de figue sont modérément riches en huile (3,75 à 15,73%). La teneur en tocophérol des huiles varie de 8,0 à 12,2 mg / g d'huile. L'analyse de l'ensemble des résultats obtenus montre que les teneurs en huiles dans les échantillons étudiés de figue en stérols totaux sont assez faibles (97.00-800 mg/kg).

L'évaluation quantitative du pouvoir piégeur des extraits vis-à-vis du DPPH et la capacité réductrice des ions molybdène hexavalents, montrent que le niveau de l'activité antioxydante par ces deux dosages utilisés est significatif par rapport aux antioxydants standards.

Mots clés : figue, lipides, tocophérols, stérols, activité antioxydante.

Abstract

Figue is a Tree used traditionally to treated varius illness. However, there isn't enough scientific evidence which prove those allégations of health. This study aim was to evaluate the antioxidant activity of total and neuter lipids extracts from three varieties of Ficus Carica fruits grown in Algeria by two methods: DPPH and phosphomolybdate tests. Total tocopherols and sterols were quantified by spectrophotometer UV-VIS.

The results indicated that figue fruits are some how riche in oil (3,75 to 15,73%). While tocopherols aments in oil varied between 8,0 and 12,2 mg/g oil. Concerned total sterols, the analysis of obtained results showed that this oil has foible contents of sterols (97,00 - 800 mg/kg).

Quantitative evaluation of scavenging powerful and reducing capacity of molybdenum ions hexavalent of lipids extract showed a significant antioxidant activity compared with those standards antioxidants.

Keywords: *Ficus Carica.L*, lipids, tocopherols and sterols, antioxydant activity.

المخلص

استعملت شجرة التين قديما لمعالجة الكثير من الامراض إلا انه لازال هناك نقص في المعلومات العلمية التي تؤكد هذه الاستعمالات وفوائده على الصحة.

يهدف هذا العمل الى تقدير كمية التوكوفيرولاتو الستيروولات الكلية و كذا تقييم الفعالية المضادة للاكسدة للبيدات الكلية و المتعادلة المستخلصة من ثلاث عينات لتين مقطوف في الجزائر.

بينت النتائج ان ثمار التين تحتوي على نسبة معتبرة من الزيتنتراوحيين (3,75-15,73) (بترأوح محتوى الـتوكوفيرولات في الزيت من 8,0-12,2 (مغ/غ). اظهر تحليل النتائج المتحصل عليها ان نسب الستيروولات في الزيت لعينات التين المدروسة كانت ضعيفة حيث تراوحت بين (97 ,00 - 800) .

أظهرت نتائج تقييم القدرة على مقاومة الأكسدة باستعمال الطريقتين DPPH و الفوسفوموليبيدات (PPM) أن المستخلصات الليبيدية لثمار التين على قدر من الأهمية مقارنة مع مضادات الأكسدة المعيارية، وأنها تمتلك قدرة في مواجهة الجذور الحرة.

الكلمات المفتاحية: التين، الليبيد، التوكوفيرولات، الستيروولات، الفعالية المضادة للأكسدة

Liste des abréviations

AAO	: Activité antioxydante
AFNOR	: Association Française de Normalisation
AG	: Acide gras
AGI	: Acide gras insaturé
AGS	: Acide gras saturé
DPPH	: Diphényl-2,2 picryl-1 hydrazine
PI	: Pourcentage d'inhibition
PPM	: Phosphomolybdate
EC ₅₀	: Concentration efficace pour neutraliser 50% des radicaux libres (Efficience concentration).
I.A	: Indice d'acide
I.S	: Indice de saponification
TAG _s	: Total Acides Gras Saturés
TAC	: Capacité antioxydante totale (Total AntioxidantCapacity)
TAG (TG)	: Triacylglycérol (Triglyceride)
TAGI	: Total Acides Gras Insaturés
LT	: Lipide totaux
LN	: Lipide neutre
GL	: Glycolipide
PL	: Phospholipide

Liste des tableaux

Tableau I.1	: Description botanique et utilisation de fruit de figue	04
Tableau I.2	: Les principales espèces oxygénées réactives.	18
Tableau III.1	: Constantes physico-chimiques et teneur des huiles de figues	28
Tableau III.2	: Teneur de Fractionnement des lipides	30
Tableau III.3	: Quantité des tocophérols dans les huiles de figue	31
Tableau III.4	: Quantité des stérols dans les huiles de figue	32
Tableau III.5	: Les valeurs de l'EC ₅₀ des différents extraits lipidiques dans le test du DPPH	35
Tableau III.6	: Les valeurs de l'EC ₅₀ des différents extraits lipidiques dans le test du PPM	38

Liste des figures

Figure I.1	: Principaux constituants des lipides	06
Figure I.2	: Structure des acides gras	07
Figure I.3	: Structure générale des glycérophospholipides	09
Figure I.4	: Structure des sphingolipides	11
Figure I.5	: Structure de l'isoprène	12
Figure I.6	: Structure des différents tocophérols et tocotriénols	13
Figure I.1	: Structure de Stérols	15
Figure II.1	: Les échantillons de <i>Ficus Carica</i> .	21
Figure II.2	: Courbes cinétiques de la variation de l'absorbance en fonction du temps dans le test du DPPH	25
Figure II.3	: Réduction du radical libre DPPH	25
Figure II.4	: Courbes cinétiques de la variation de l'absorbance en fonction du temps dans le test du PPM	27
Figure III.1	: Courbe d'étalonnage de la vitamine E.	31
Figure III.2	: Courbe d'étalonnage du cholestérol	32
Figure III.3	: Courbes représentant la variation des pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations des extraits lipidiques dans le test du DPPH	34
Figure III.4	: Courbes représentant la variation des pourcentages de réduction en fonction des concentrations des extraits lipidiques dans le test du PPM	37

TABLES DES MATIÈRES

Remerciement	
Résumé	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des Tableaux	
Introduction Générale	01

CHAPITRE I: Synthèse bibliographique

I.1 Généralités sur les figures	03
I.1.1 Classification des figures	03
I.2 Les lipides	05
I.2.1 Définition et structure	05
I.2.2 Lipides saponifiables	07
I.2.2.1 Acides gras	07
I.2.2.2 Les lipides vrais	08
I.2.2.2.1 les lipides simples	08
I.2.2.2.2 les lipides complexes	09
I.2.2.3 les composés à caractères lipidiques	11
I.2.3 Lipides insaponifiables (polyisopréniques)	12
I.3 Propriétés physico-chimiques et biologiques des lipides	12
I.4 Les tocophérols	13
I.4.1 Propriétés physico-chimiques et biologiques des tocophérols	14
I.4.2 Dosage des tocophérols totaux	14
I.5 Les sterols	15
I.5.1 Propriétés physico-chimiques et biologiques des stérols	16
I.5.2 Dosage des Stérols	16
I.6 Analyse chimique des lipides	16
I.6.1 Caractéristiques physico-chimiques	16
I.7 Activité antioxydante	18
I.7.1 Espèces oxygénées réactives-stress oxydant	18
I.7.2 Les antioxydants	19
I.7.2.1 Les antioxydants de synthèse	19
I.7.2.2 Antioxydants naturels	20

CHAPITRE II : Matériel et méthodes

II Matériel et méthodes	21
II.1 Matériels	21
II.1.1 Matériel végétal	21
II.1.2 Produits chimiques	21
II.2 Méthodes	22
II.2.1 Extraction et analyse des lipides	22
II.2.1.1 Extraction des lipides	22

II.2.1.2	Fractionnement des lipids	22
II.2.2	Détermination des indices physicochimiques	23
II.2.3	Dosage spectrophotométrique des tocophérols des lipides totaux et lipides neutres	23
II.2.4	Dosage spectrophotométrique des Stérols des lipides totaux et lipides neutres	24
II.2.5	Evaluation de l'activité antioxydante	24
II.2.5.1	Test de DPPH	24
II.2.5.2	Test du phosphomolybdate (PPM)	26

CHAPITRE III : Résultats et discussion

III.1	Extraction et analyse des lipides	28
III.1.1	Teneur et caractéristiques physico-chimiques des lipides	28
III.1.2	Fractionnement des lipides	30
III.2	Dosage des tocophérols	30
III.3	Dosage des Stérols	31
III.4	Evaluation de l'activité antioxydante	33
III.4.1	Test de DPPH	33
III.4.1.1	Test de DPPH des lipids	33
III.4.2	Test du phosphomolybdate (PPM)	36
III.4.2.1	Test du phosphomolybdate des lipides	36
	Conclusion générale	40
	Références bibliographiques	42
	Annexe	46

Introduction Générale

Introduction

Les substances naturelles issues des végétaux ont des intérêts multiples mis à profit dans l'industrie en alimentation, en cosmétiques, et en dermopharmacie. Parmi ces composés on retrouve dans une grande mesure les métabolites primaires et secondaires qui sont illustrés en thérapeutique.

Les légumes et les fruits sont indispensables. Ces aliments contiennent des glucides, de l'eau, des sels minéraux et des fibres indispensables au tractus digestif. Ils apportent des vitamines, notamment la vitamine C. En outre, la consommation de légumes et de fruits confère une moindre incidence des maladies cardio-vasculaires et les cancers (Marie-Jo Amiot-Carlin., 2007).

Avec le temps, l'homme a conçu que l'utilisation des composés de synthèse peut provoquer beaucoup des effets indésirables sur l'organisme humain. Alors, les gens actuellement ne sont pas satisfaits des traitements qu'ils reçoivent, et par conséquent les chercheurs s'ont orientés vers la recherche de molécules naturelles biologiquement actives. A cet effet, le domaine de substances naturelles a connu une grande mutation vue les bénéfices qu'elles peuvent amener au domaine de santé.

En Algérie, les plantes médicinales et les remèdes n'ont jamais été totalement abandonnés et les gens n'ont jamais cessé de faire appel à la médecine traditionnelle, ce qui a conduit à maintenir une tradition thérapeutique vivante malgré le développement spectaculaire de la médecine moderne. Parmi ces plantes, le figuier ; qui appartient à la famille des moracées.

Ficus carica est l'une des variétés de figuier, appartient à au genre *ficus L.* (ou figuiers: on en recense plus de 600 espèces dans le monde), elle est considérée comme l'un des premiers fruits cultivés (Vinson., 1999). C'est une culture originaire de l'Asie de l'Ouest cultivée dans toute la région méditerranéenne. Le fruit de *ficus carica* est doué de plusieurs intérêts biologiques ce qui explique son utilisation durant les divers civilisations dans divers domaine, il est utilisé comme aliment énergétique, émollient, désinfectant et remède contre la toux, pour son effet bénéfique sur les douleurs gastriques, dans les traitement des hémorroïdes, utilisé pour ses propriétés laxatives, pectorales. Le sirop obtenu par macération des figues sèches était utilisé comme condiment pour les mets doux lors des fêtes religieuses. Elle est en plus allergénique, anticancéreux, antiseptique, aphrodisiaque, déodorant, digestive, diurétique, hypoglycémique, stomachique, tonique et vermifuge (James et al., 2002).

Des études antérieures ont montré que les lipides des fruits de *ficus carica* possèdent des composés bioactifs, tels que les tocophérols et les phytostérols. Ces derniers sont des composés bioactifs, structurellement similaires au cholestérol et possédant une activité anti-cholestérol (Pande & Akoh., 2010).

Introduction

Les fruits de cet arbre sont des sources alimentaires importantes d'antioxydants pour l'homme. Des antioxydants naturels ont suscité un intérêt considérable parmi les nutritionnistes, les fabricants d'aliments et les consommateurs en raison de leur sécurité présumée et la valeur thérapeutique potentielle (Lim, 2012)

Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes intéressés dans un premier temps à donner quelques connaissances bibliographiques concernant les fruits locaux (*figus carica*), des généralités sur les composés lipidiques ainsi un aperçu sur l'activité antioxydante. Par la suite, notre étude a été consacrée à l'étude des lipides complexes de trois échantillons de figue à travers la détermination des compositions chimiques en tocophérols et en stérols. Ensuite, nous avons évalué le pouvoir antioxydant des extraits lipidiques, par l'étude de leur capacité à balayer le radical stable DPPH[•] et à réduire le molybdate (VI) au molybdate (V).

Enfin une conclusion générale, suivie par les références bibliographiques et un annexe qui clôture ce manuscrit.

CHAPITRE I

Synthèse bibliographique

I.1.Généralités sur les figues

Ficus carica est communément appelé "la figue". C'est le fruit du figuier, un arbre de la famille des moracées, qui est l'emblème du bassin méditerranéen où il est cultivé depuis des millénaires (El-Khaloui, 2010). La figue, fruits très ancien, est connu partout dans le monde et dont l'histoire commence depuis l'antiquité, elle est reconnue comme fruit sacré et figure dans tous les livres saints. Elle est citée dans la "Sourate Attine" du **Coran**. La culture des figues dans leur mère patrie l'Anatolie, remonte à 3 000 - 2 000 ans avant Jésus Christ. Avec le temps, elle s'est répandue dans tout le bassin méditerranéen (Jeddi, 2009).

Les figues sont consommées fraîches ou séchées. Elles peuvent être utilisées comme édulcorant naturel en raison de leur teneur élevée en sucres. Leur latex irritant est utilisé dans le traitement des verrues.

Les figues peuvent non seulement être utilisées en cuisine, elles offrent également divers avantages sur la santé. Grâce aux fibres présentes, elles peuvent être utilisées pour aider le fonctionnement du tractus gastro-intestinal et pour améliorer le transit intestinal de manière douce (Rønstedetal.,2008; Frodin., 2004) Les figues soutiennent la santé du système digestif (MDueñas et al., 2008; Veberic et al., 2008)



I.1.1. Classification des figues

La figue (*Ficus carica*) de la famille des Moraceae est considérée comme l'un des premiers fruits cultivés (Vinson., 1999). C'est une culture originaire de l'Asie de l'Ouest avec une large distribution sur la région méditerrané (Tableau I.1).

Ces derniers temps, les fruits de cet arbre sont des sources alimentaires importantes de polyphénols antioxydants pour l'homme. Ces antioxydants naturels ont suscité un intérêt considérable parmi les nutritionnistes, les fabricants d'aliments et les consommateurs en raison de leur sécurité présumée et la valeur thérapeutique potentielle (Lim., 2012).

Chapitre -I- Synthèse bibliographique

Tableau I.1 : Description botanique et utilisation de fruit de figue.

Description de la plante	Photo (prise de site de Tadjmout)
<p data-bbox="185 342 411 376"><u>Nom de du fruit</u></p> <p data-bbox="185 434 392 468">Français : figue</p> <p data-bbox="185 526 512 560">Nom latin : <i>Ficus carica</i></p> <p data-bbox="185 618 384 651">nom arabe : التين</p> <p data-bbox="185 687 560 721"><u>Caractères</u>(Mawa et al., 2013)</p> <ul data-bbox="236 853 687 1346" style="list-style-type: none">• Règne : Végétale• Sous-règne : Plantes• Division : Vasculaires• Classe : Angiospermes• Sous-classe : Dicotylédones• Ordre : Hamamélidées• Famille : Urticales• Genre : Moracées• Espèces : Ficus , <i>Ficus carica</i> <p data-bbox="185 1368 331 1402"><u>Utilisation</u></p> <ul data-bbox="204 1458 842 1928" style="list-style-type: none">✓ Le fruit renferme de l'eau ;✓ Sucres: (50-60% dans le fruit sec), ils contribuent à la valeur nutritive.✓ Elles contribuent également à une flore intestinale saine.✓ Fibres : ces substances indigestibles ont un effet significatif sur le transit intestinal.✓ vitamine C, vitamine B1(thiamine), Vitamine A.	 

I.2. Les lipides

Depuis les temps les plus reculés, l'homme a utilisé les corps gras pour leurs différentes propriétés, notamment en nutrition, en cosmétologie et en médecine. De nombreux textes anciens font ainsi références à diverses huiles végétales ou à des graisses animales (Yousfi, 2005).

Les lipides sont largement répandus dans l'environnement, ce sont des produits complexes dont les différents constituants jouent de façon directe ou indirecte, immédiate ou retardée, un rôle énergétique, structural et fonctionnel (Chos et Riche., 2005).

I.2.1. Définition et structure

Du grec "*lipos*" graisse c'est une classe des molécules biologiques hydrophobes constituées par des acides gras aliphatiques et leurs esters à nombre égal ou supérieur à quatre atomes de carbone et d'autres constituants mineurs. La fraction lipidique totale d'un tissu végétal ou animal est l'ensemble des composés organiques insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants apolaires (Frènot et Vierling., 2001).

Elles comprennent deux catégories essentielles :

- Lipides de réserve, constitués des triacylglycérols (TAG) nommés aussi triglycérides, constituants largement majoritaires, ainsi que de composés métaboliquement proches, les monoacylglycérols (MAG) et les diacylglycérols (DAG), les lipides constituent ainsi une réserve énergétique mobilisable (1g de lipides donne environ 9,3 Kcal) (Lagarde., 2003; Chos et Riche., 2005).
- Lipides de constitution (structure), représentés par les phospholipides. Les acides gras servent à la synthèse d'autres lipides, notamment les phospholipides qui forment les membranes autour des cellules et des organelles. La composition en acides gras de ces phospholipides donne aux membranes des propriétés physiques particulières (élasticité, viscosité) (Carpentier., 1996).

Lors de la saponification d'une huile végétale par un hydroxyde alcalin, on obtient deux fractions :

- Une fraction majoritaire constituée de sels d'acides gras résultant de l'hydrolyse des TAG, des DAG, des MAG, des phospholipides et des glycolipides. Cette fraction appelée saponifiable est soluble dans l'eau (Figure I.1).

Chapitre -I- Synthèse bibliographique

- Une fraction minoritaire constituée de divers composés, tels que les triterpènes, les vitamines liposolubles (A, D, E et K), les alcools gras, les hydrocarbures des carotènes (pigments jaunes) et des caroténoïdes, les stérols et les tocophérols. Cette fraction appelée insaponifiable est soluble dans presque tous les solvants organiques non polaires (Figure I.1).

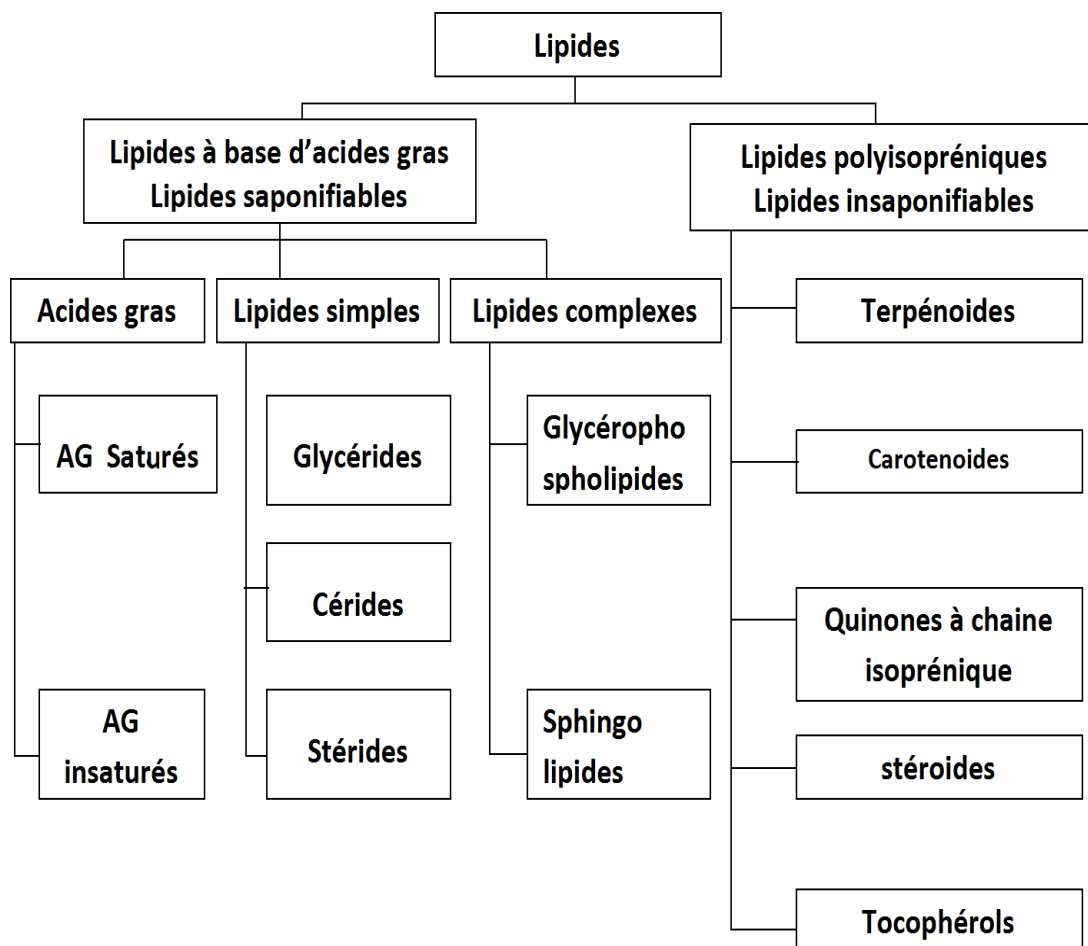


Figure 1.1. Les principaux constituants des lipides

I.2.2. Lipides saponifiables

Des lipides qui sont traités par des bases minérales (NaOH, KOH) donnent du savon.

I.2.2.1. Acides gras

Les acides gras sont des acides carboxyliques aliphatiques hydrophobes à chaîne carbonée plus ou moins longue dérivant de/ou contenu dans les graisses animales et végétales (Figure I.2). Par extension, le terme est parfois utilisé pour désigner tous les acides carboxyliques à chaîne carbonée non cyclique (Fahy *et al.*, 2005). Les acides gras (AG) n'existent pratiquement pas à l'état libre dans les cellules et les tissus, mais le plus souvent estérifiés à des alcools tel que le glycérol....

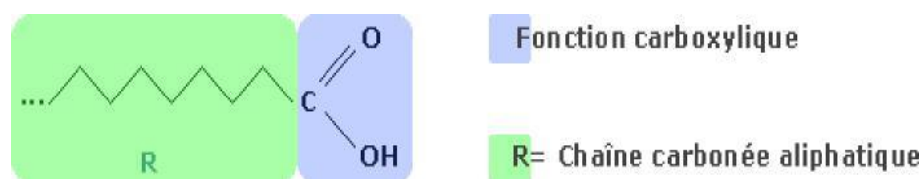


Figure I.2. Structure des acides gras

Les acides gras ont généralement un goût aigre et une odeur prononcée. Ils sont insolubles dans l'eau, mais solubles entre eux et dans les solvants organiques comme l'éther. Ils se différencient entre eux par la longueur de la chaîne carbonée (de 4 à 30 atomes de carbone pour les acides gras les plus connus, généralement un nombre paire).

Par le type de liaisons qui réunissent leurs atomes de carbone : on dit qu'ils sont saturés lorsqu'ils ne contiennent que de simples liaisons, et insaturés lorsqu'ils comptent au moins une double liaison (Blond., 1993). On observe une prédominance très marquée des acides de 16 à 18 atomes de carbone dans le règne végétal (Yousfi., 2005).

I.2.2.2. Les lipides vrais

Des esters d'acides gras et d'alcool. Ils sont saponifiables, c'est-à-dire qu'ils forment des savons lors de leur hydrolyse par une base forte en milieu alcoolique. Ils se subdivisent en lipides simples et lipides complexes :

I.2.2.2.1. les lipides simples

Composés uniquement de carbone C, d'hydrogène H et d'oxygène O Parmi ces lipides simples, nous trouvons les glycérides, les cérides et les stérides.

- **Glycérides**

Des graisses neutres hydrophobes, insolubles dans l'eau, et dont le point de fusion est d'autant plus élevé que le taux d'acides gras insaturés entrant dans leur composition est plus faible. Leurs principales propriétés chimiques sont dues aux fonctions esters, à la chaîne aliphatique de l'acide gras et, surtout, aux doubles liaisons.

Les glycérides sont donc des esters du glycérol et des acides gras. Ils sont présents dans la quasi-totalité des tissus de tous les êtres vivants. Ils sont particulièrement abondants dans le tissu adipeux, les triglycérides constituant la principale forme de stockage des lipides (William., 2003).

- **Cérides**

Les cérides sont les principaux constituants des cires animales ou végétales. L'alcool estérifiant l'acide gras n'est plus de glycérol mais un alcool à longue chaîne. Les acides gras présents sont en général saturés, rarement insaturés et très rarement hydroxylés (Brigitte et al. 2008 ; Charles., 2003)

Céride = acide gras + alcool à long chaîne

- **Stérides**

Les stérides sont des esters d'acide gras et de stérol, ils se rattachent à l'enchaînement biochimique ayant pour base l'isoprène actif (Brigitte et al., 2008 ; Charles ., 2003).

Stéride= acide gras + stérol

I.2.2.2.2. les lipides complexes

Les lipides complexes sont également dénommés hétérolipides, leur molécule renferme non seulement du Carbone C, de l'oxygène O et de l'hydrogène H, mais aussi de l'azote N et du phosphore P.

Ils comprennent essentiellement deux familles : les glycérophospholipides et les sphingolipides.

- **Glycérophospholipides**

Les glycérophospholipides (Figure I.3), encore appelés phospholipides ou phosphoglycérides, résultent de l'association d'acide gras et d'acide phosphatidique (Brigitte C et al, 2008).

Glycérophospholipide = acide gras + acide phosphatidique

se sont des esters du glycérol dont les positions sn-1 et sn-2 sont estérifiées par des AG et la fonction alcool en sn-3 est naturellement estérifiée par un acide phosphorique lui-même associé à un sucre (inositol) ou une amine (choline, éthanolamine, sérine). En raison de leur polarité (hydrophilie liée à la fonction aminée et hydrophobie liée aux AG), les phospholipides jouent un rôle majeur de constituant des interfaces membranaires, de transporteur d'AG et d'émulsifiant. Ces propriétés émulsifiantes sont largement utilisées en technologie alimentaire.

Leur formule sera donc :

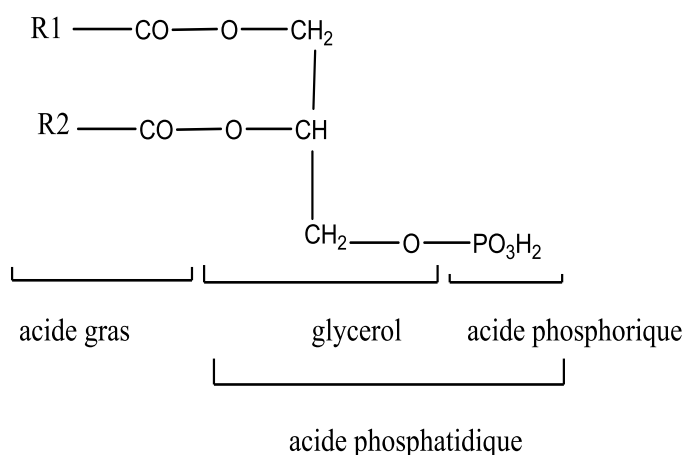


Figure I.3. Structure générale des glycérophospholipides

Par opposition aux triacylglycérols, les glycérophospholipides sont des corps polaires leurs propriété originale est l'amphiphilie, miscibles à l'eau et solubles dans les lipides ils servent de lien physique entre les lipides et les constituant hydrosolubles comme les protéines (Marlène et, Elisabeth, 2001).

- **Sphingolipides**

Comparées ou glycérophospholipides les glycolipides ont en lieu et place de glycérol et de son groupement acyle en position 1 un aminoalcool complexe, la sphingosine (Brigitte C et al. 2008).

Sphingolipide = acide gras + sphingosine

La sphingosine est unie à un acide gras par une liaison amide pour former une céramide (Figure I.4). La céramide est unie :

- Par une liaison ester à la phosphorylcholine (quelquefois la phosphoryléthanolamine) pour former les sphingomyélines;
- par une liaison O-glycosidique à un ou plusieurs sucres pour former les sphingoglycolipides:
 - Les cérébrosides dont le monosaccharide est souvent le galactose,
 - Les gongliosides dont l'oligosaccharide est caractérisé par la présence d'acides sialiques (acide neuraminique N-acétylé ou N-glycosilé). (Christian M, 2004)

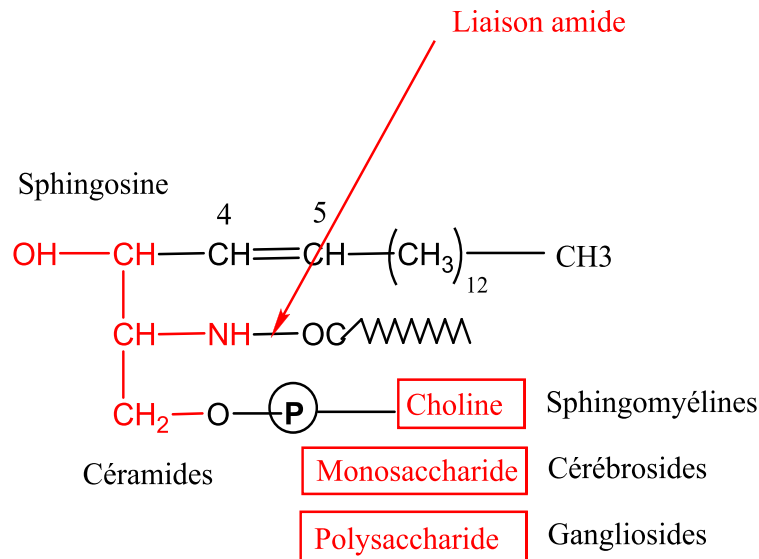


Figure I.4. Structure des sphingolipides (Christian.,2004).

I.2.2.3. les composés à caractères lipidiques

Ce sont les composés naturels qui ne font pas partie des lipides vrais (liaison avec des acides gras, saponifiables) mais qui en possèdent des propriétés (physiques et chimiques), tout particulièrement la solubilité : insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques. Ils se divisent en Icosanoïdes et Isoprénoïdes.

- **Icosanoïdes**

Dérivés d'un acide gras à 20 atomes de carbone : prostaglandines, leucotriènes, thromboxanes, ils jouent un rôle de médiateurs chimiques.

- **Isoprénoïdes**

Appelés aussi lipides isopréniques, avec les terpènes (vitamines liposolubles, composés aromatiques d'huiles essentielles, hormones d'insectes) et les stéroïdes (le cholestérol, les acides biliaires, la vitamine D, les hormones stéroïdes). Ils sont synthétisés à partir de l'isoprène (Figure I.5) (Brigitte et al.,2008).

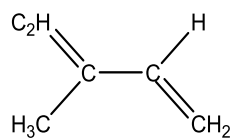


Figure I.5. Structure de l'isoprène

I.2.3. Lipides insaponifiables (polyisopréniques)

La fraction insaponifiable ou partie non glycéridique est par définition l'ensemble des constituants d'une huile ou d'une graisse qui, après action d'un hydroxyde alcalin (saponification), sont solubles dans les solvants classiques des lipides (solvants apolaires ou peu polaires). Après saponification de l'huile, l'insaponifiable est extrait par l'oxyde d'éthyle.

I.3. Propriétés physico-chimiques et biologiques des lipides

Les graisses sont indispensables au corps car, ce sont des composés énergétiques puisque l'oxydation d'un gramme de lipide libère une énergie de 38 kJ. Egalement elles constituent des réserves sous forme de triglycéride (dans les tissus adipeux, sous cutanés), puisque 8 kg de triacylglycérol, réserve habituelle de l'adulte sont équivalent au 40kg de glycogène hydraté.

Les lipides jouent aussi un rôle structural formant une bicouche membranaire, en plus ils possèdent un rôle fonctionnel comme les hormones lipophiles et les prostaglandines. Ils fournissent des vitamines liposolubles comme médiateurs cellulaires.

Dans le sang, les lipides plasmatiques sont sous forme des lipoprotéines, les protéines associés au apolipoprotéines ont à la fois un rôle vecteur et un rôle enzymatique dans le métabolisme lipidique (Frènot et Vierling., 2001). Ils jouent de nombreux rôles dans le monde vivant :

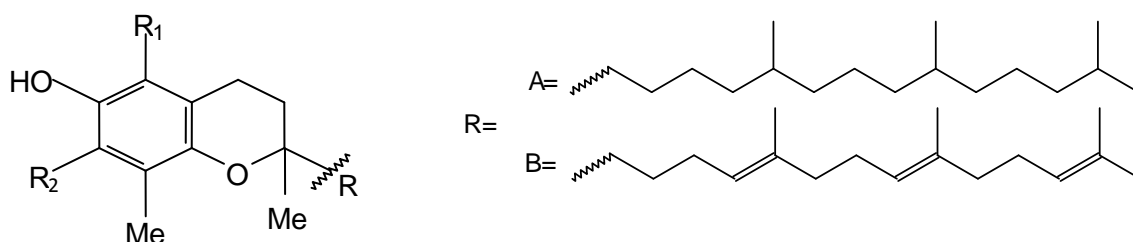
- 1) Réserves intracellulaires d'énergie.
- 2) Matériaux de structure (couches de protection de cellules, composants des membranes biologiques).

Chapitre -I- Synthèse bibliographique

- 3) Molécules en concentration faible qui peuvent être des précurseurs d'activité biologique (hormones stéroïdes, médiateurs extracellulaires et messagers intracellulaires, vitamines liposolubles...) et sensibles à des stimuli comme celles des photorécepteurs.

I.4. Les tocophérols

Les tocophérols constituent une fraction mineure de l'insaponifiable des corps gras. Ce sont des composés phénoliques possédant un noyau chromane portant en carbone 2 une chaîne latérale tri-isopropénique saturée dans le cas des tocophérols et tri-insaturée dans le cas des tocotriénols (Figure I.6). Les tocophérols et tocotriénols représentent une famille très homogène de produits, constitués d'un reste hydroquinone substitué par un ou plusieurs groupes méthyles, et d'une chaîne polysoprénique plus ou moins saturée, les huit tocophérols et tocotriénols naturels isolés diffèrent entre eux par le nombre et la position relative des méthyles sur le cycle aromatique, mais la chaîne isoprénoïde est identique dans chacune des sous-familles. On les appelle « α , β , γ , δ -tocophérols et tocotriénols» (Chazan *et al.*, 1987).



		Composés	
R ₁	R ₂	A	B
CH ₃	CH ₃	α -tocophérol	α -tocotriénol
H	CH ₃	β -tocophérol	β - tocotriénol
CH ₃	H	γ -tocophérol	γ - tocotriénol
H	H	δ -tocophérol	δ - tocotriénol

Figure I.6. Structure des différents tocophérols et tocotriénols

Chapitre -I- Synthèse bibliographique

L'activité en vitamine E est la résultante naturelle de 8 molécules dont les structures dérivent de celles des tocophérols et les tocotriénols. Chaque vitamère a une activité vitaminique différente, comparée à celle de l' α -tocophérol qui est considérée comme la forme primaire la plus active que l'on rencontre le plus fréquemment dans la nature (Greenfield et Southgate., 2007).

Les β et γ -tocophérols ont une activité vitaminique réduite, alors que la forme δ est pratiquement inactive. Les tocotriénols se distinguent des tocophérols par la présence de trois doubles liaisons sur la chaîne latérale (Brigelius-Flohe etTraber., 1999).

I.4.1. Propriétés phyco-chimiques et biologiques des tocophérols

A la température ambiante, les tocophérols se présentent sous la forme d'une huile visqueuse de coloration jaune pâle. Ils sont insolubles dans l'eau, très solubles dans les graisses, les huiles et les solvants organiques (éthers, acétone, chloroforme, méthanol, alcools méthyliques et éthyliques).

Ils sont peu sensibles à la chaleur, à la lumière et aux acides, mais très sensibles à l'oxydation et aux bases. Les esters de tocophérols et notamment l'acétate de l' α -tocophérol sont relativement stables (Bourgeois., 2003).

Les tocophérols sont au nombre de 4 (α , β , γ et δ -tocophérols). Ils jouent le rôle d'antioxydants naturels ce qui explique pourquoi les huiles végétales résistent bien au phénomène de rancissement. Parmi ces tocophérols, l' α -tocophérol ou vitamine E est doté de l'effet antioxydant le plus puissant.

La vitamine E est un antioxydant majeur au sein des membranes cellulaires et des lipoprotéines plasmatiques. Elle inhibe le phénomène de peroxydation lipidique en piégeant les radicaux libres $a\&^2$ générés lors du processus oxydatif. Les propriétés antirides de la vitamine E sont une conséquence de ses propriétés hydratantes. En augmentant la capacité de rétention d'eau de la peau, la vitamine E améliore son aspect grex de surface et diminue l'amplitude des rides ; la peau devient plus souple et plus douce (Di Mambro et al, 2003).

I.4.2 Dosage des tocophérols totaux

La méthode adoptée pour ce dosage est celle d'Emmerie-Engel (Emmerie et Engel., 1939). Cette méthode colorimétrique est basée sur la réaction d'oxydoréduction entre les tocophérols et le fer

Chapitre -I- Synthèse bibliographique

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 (Paquot *et al.*, 1962), soit à partir de l'huile (Flanzy et Dubois., 1964). 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.

I.5. Les stérols

Ce sont des composés tétra cycliques comportant le plus souvent 27 ou 28 et même parfois 29 atomes de carbone, ils diffèrent de leurs précurseurs biosynthétiques.

Le noyau tétra cyclique possède le plus souvent une double liaison localisée fréquemment en position 5, mais que l'on peut rencontrer en position 7 (Figure I.7).

La chaîne latérale possède huit à neuf ou dix atomes de carbone; elle peut être saturée ou comporter en 22,24(25), 24(28) ou 25(27) une ou deux doubles liaisons qui ne sont jamais conjuguées.

Les stérols constituent une fraction importante de l'insaponifiable (Naudet., 1992). Le stérol le plus abondant dans le règne végétal et sans conteste le sitostérol, suivi du campestérol, du stigmastérol, de l'isofucostérol et dans le règne animal, on trouve le cholestérol.

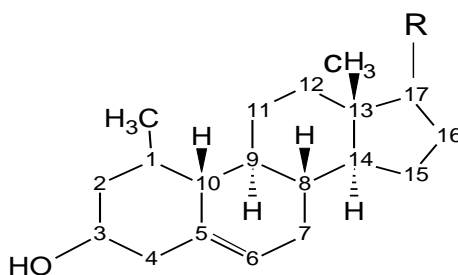


Figure I.7. Structure de Stérols

I.5.1. Propriétés physico-chimiques et biologiques des stérols

- Propriétés physiques : Les stérols ont un point de fusion oscillant entre 120 et 170 °C augmente généralement avec le nombre d'atome de carbone.
- Propriétés chimiques : Propriétés dues à la fonction alcool (formation des esters) si par exemple les stérols sont souvent unis à des acides gras et réalisent alors la formation ce qu'on appelle des stérides.
- Rôle biologique des stérols : Les stérols jouent un rôle très important dans le corps humain. Ce sont les précurseurs des hormones stéroïdiennes (hormone génitale ou corticosurrénal) et acide biliaires, vitamine D, hétéroside cardiotonique de la digital et du strophantus, saponine, certaine composante du venin de crapaud. Parmi les stérols le cholestérol joue un rôle important, intervient dans les précurseurs de la vitamine D₃ et les précurseurs des sels biliaires (synthétise par le foie et accumule dans les bile) (Frènotet Vierling., 2001).

I.5.2. Dosage des Stérols

Il s'agit d'une absorption spectrophotométrique suivant le test de Liebermann-Burchard (Naudet et Hautfenne., 1986 ; Barreto., 2005) basée 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 30 ml d'acide acétique).

I.6. Analyse chimique des lipides

I.6.1. Caractéristiques chimiques

a- Indice d'acide (I.A) :

C'est le nombre de milligrammes de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres de un gramme de corps gras. Il consiste en la mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution d'hydroxydes de potassium.

L'indice d'acide est donné par la formule suivante :

Chapitre -I- Synthèse bibliographique

$$I.A = \frac{V.N.56,1}{m}$$

V : le volume en ml de soude utilisé pour le titrage ;

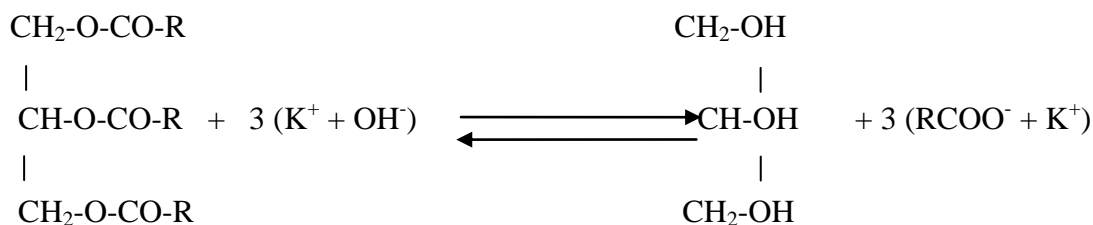
N : normalité de la solution de soude.

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

56,1 : masse molaire de KOH.

b- Indice de saponification (I.S)

L'indice de saponification est le nombre en milligrammes de potasse caustique (KOH), nécessaire pour transformer en savon les acides gras et les triglycérides de un gramme de corps gras.



La détermination de l'indice de saponification est réalisée en utilisant la norme (AFNOR. NF T60-206) en appliquant la relation suivante :

$$I.S = \frac{N.(V_0 - V_1).56,1}{m}$$

V₀ : volume d' HCl en ml dans le test à blanc en ml.

V : volume d' HCl en ml nécessaire pour neutraliser l'excès de la potasse.

m : masse d'huile prise en gramme.

N : la normalité de la solution potassique.

I.7. Activité antioxydante

L'activité antioxydante (AAO) a été étudiée par de nombreux auteurs, au travers d'une grande diversité de principes actifs, de drogues, de molécules, de modes d'action et de grande variété de tests susceptibles de mettre en évidence cette activité. Les phénomènes caractérisant l'AAO ont été surtout abordés vis-à-vis des corps gras qui sont un des principaux champs d'application des produits à effet antioxydant. Il ya donc une multitude de résultats concernant ce type d'étude. Ces derniers ne sont malheureusement pas toujours corrélés entre eux. (Yousfi., 2005).

I.5.1. Espèces oxygénées réactives-stress oxydant

En conditions physiologiques, le dioxygène, élément indispensable à la vie, produit au niveau de la mitochondrie des espèces oxygénées réactives (EOR) particulièrement toxiques pour l'intégrité cellulaire (Tableau I.2). Ces EOR, dont font partie les radicaux libres, sont dotées de propriétés oxydantes qui les amènent à réagir, dans l'environnement où elles sont produites, avec toute une série de substrats biologiques (lipides, protéines, ADN, glucose, ...) (Dhalla et al., 2000).

Tableau I.2 : Les principales espèces oxygénées réactives (Bartosz., 2003).

espèces oxygénées réactives	Formule
Peroxyde d'hydrogène	H_2O_2
Anion superoxydes	$O_2^{\cdot-}$
Hydroxyle	OH^{\cdot}
Peroxyle	ROO^{\cdot}
Hydroperoxydes	$ROOH$
Alcoxyles	RO^{\cdot}
Oxygène singulet	1O_2
Oxyde nitrique	NO^{\cdot}

En effet, la pollution (oxydes d'azote...), l'absorption d'alcool ou de certains médicaments, l'exposition prolongée au soleil et le tabagisme, sont également des facteurs qui génèrent l'apparition des EOR (Kohen et Nyska., 2002).

Ainsi, certaines réactions enzymatiques telles que la NADPH oxydase, la lipoxygénase et la xanthine oxydase sont susceptibles de surpasser nos défenses antioxydantes naturelles (superoxydedismutase, catalase, glutathion peroxydase et autres enzymes antioxydantes),

provoquant ainsi des dégâts cellulaires. Ce déséquilibre nous mènent au stress oxydatif (Xu *et al.*, 2006).

De manière générale, le stress oxydant se définit comme étant le résultat d'un déséquilibre entre la balance des pro-oxydants et les systèmes de défenses (antioxydants) (Koechlin-Ramonatxo., 2006). Avec comme conséquence, l'apparition de dégâts souvent irréversibles pour la cellule allant de l'athérosclérose au cancer tout en passant par les maladies inflammatoires, cardiovasculaires, neurodégénératives et le diabète (Valko *et al.*, 2006). Le rôle du stress oxydant à été également évoqué même dans des processus physiologiques tel que le vieillissement (Huang *et al.*, 2005).

I.7.2. Les antioxydants

Notre organisme est équipé de tout un système complexe de défenses antioxydantes enzymatiques et non enzymatiques, localisé dans les compartiments intra- et extracellulaires. Un antioxydant est une substance qui inhibe ou retarde significativement l'oxydation d'un substrat, alors qu'elle présente une concentration très faible dans le milieu où elle intervient (Halliwell et Gutteridge., 1990). D'après Halliwell(1994), les mécanismes de l'action d'un antioxydant peuvent comprendre

- Le piégeage direct des ERO.
- L'inhibition des enzymes et la chélation des traces métalliques responsables de la production d'ERO.
- La protection des systèmes de défense antioxydants.

I.7.2.1. Les antioxydants de synthèse

Les antioxydants de synthèses sont introduits dans toutes les formulations contenant des corps gras insaturés et parfois aussi dans des phases aqueuses ou se trouvent des extraits végétaux riches en oxydases (Perrin., 1992). Dans l'industrie alimentaire, les antioxydants synthétiques, tel que le butylhydroxyanisole (BHA) (E320), butylhydroxytoluène (BHT) (E321) et des esters de l'acide gallique tel que gallate propylée (PG) (E310), sont largement utilisés parce qu'ils sont efficaces et moins chers que les antioxydants naturels (Wang *et al.*, 2003). Cependant, il a été montré que ces antioxydants de synthèse pouvaient être toxiques (Yu *et al.*, 2000). En effet, le BHA convertirait certains produits ingérés en substances toxiques ou carcinogènes en augmentant la sécrétion des enzymes microsomales du foie et des organes extra-hépatiques (Barlow., 1990). Ainsi Le BHT présenterait des effets carcinogènes chez le rat (Ito *et al.*, 1985). Par conséquent, et vue le désir des

consommateurs de retourner à l'utilisation des produits naturels, la recherche des sources naturelles d'antioxydants a provoqué l'intérêt des grands laboratoires spécialisés (Frankel., 1993).

I.7.2.2. Antioxydants naturels

Plusieurs substances peuvent agir en tant qu'antioxydants *in vivo* ont été proposé. Elles incluent le bêta-carotène, l'albumine, l'acide urique, les œstrogènes, les polyamines, les flavonoïdes, l'acide ascorbique, les composés phénoliques, la vitamine E...etc (KoechlinRamonatxo., 2006). Elles peuvent stabiliser les membranes en diminuant leur perméabilité et elles ont également une capacité de lier les acides gras libres.

CHAPITRE II

Matériel et méthodes

II. Matériel et méthodes

II.1. Matériels

II.1.1. Matériel végétal

Dans ce travail trois échantillons de figuiers sont étudiées ; des figues vert de la région Tadjmout de la willaya de Laghouat et des figuiers vert de la willaya de Médéa et de willaya de Mostaghanem, Les figues sont séchés à l'abri de la lumière et à température ambiante.

Dans un souci de simplicité nous avons attribués des codes à nos échantillons ; qui sont



F 1



F 2



F 3

Figure II.1.Les échantillons de *Ficus Carica*

Dans un souci de simplicité nous avons attribués des codes à nos échantillons ; qui sont :

F 1 : figue vert Tadjmoute

F 2 : figue vert Médéa

F 3 : figue vert Mostaghanem

II.1.2. Produits chimiques

Les produits chimiques utilisés dans ce travail, sont d'un grade analytique élevé : le 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyl (DPPH'), l'acide ascorbique, le Trolox, vitamine E, le trifluorure de bore (10% dans du méthanol) L'hexane, l'éther éthylique, le méthanol, l'éthanol, butanol, l'acide chlorhydrique, de l'acétone et tous les réactifs étaient de Sigma-Aldrich.

II.2. Méthodes

II.2.1. Extraction et analyse des lipides

II.2.1.1 Extraction des lipides

L'extraction des lipides est basée sur leur solubilité dans les solvants organiques. La méthode la plus utilisée est la méthode de Folch, 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 par Soxhlet, en utilisant un volume bien déterminée du système binaire de solvants : Chloroforme : Méthanol (2/1 : V/V), pour une masse précise de la matière végétale pendant 6 heure. 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% aqueuse 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 chaque échantillon.

Les extraits obtenus représentent un aspect huileux de couleur verte olive. Chaque extrait est pesé et la teneur en huile a été calculée par la relation suivante :

$$\text{Teneur en huiles(\%)} = \frac{\text{Masse de l'extrait (g)}}{\text{Masse de la prise d'essai (matière végétale) (g)}} \times 100$$

II.2.1.2 Fractionnement des lipides

Dans un souci de simplicité nous avons attribués des codes à nos échantillons ; qui sont :

LN : lipide neutre ; **GL** : Glycolipides **PL** : phospholipide

Les extraits lipidiques sont fractionnés de façon à séparer les LN, les GL et les PL. cette séparation est effectuée par chromatographie sur colonne. Au début on solubilise 5g de gel de silice dans 50ml de Chloroforme, introduire ce mélange dans la colonne puis lui ajouté un autre mélange d'une quantité de 5g d'huile brute mise en contact avec quelques millilitres de chloroforme.

Différent solvants purs sont utilisés pour l'élution des lipides : le Chloroforme qui permet d'éluer les

lipides neutres, puis l'acétone avec lequel on recueille les glycolipides, enfin le méthanol pour récupérer les phospholipides. Après séchage des solvants sur sulfate de sodium anhydre et filtration, les solvants sont évaporés sous pression réduite à 40°C.

II.2.2. Détermination des indices chimiques

Nous avons déterminé quelques indices chimiques qui caractérisent les matières grasses en utilisant les normes AFNOR (Association Française de Normalisation) (AFNOR, 1984). Ces indices permettent de faire quelques estimations sur les masses moléculaires moyennes des acides gras et des triglycérides déterminés par l'indice de saponification (I.S) et sur la teneur en acides gras libres par la détermination de l'indice d'acide (I.A).

➤ **Indice d'acide (I.A)**

La détermination de l'indice d'acide est réalisée en utilisant la norme (AFNOR NFT60-204). Une quantité de masse bien précise d'huile est solubilisée dans 10 ml de chloroforme. La solution organique est ensuite dosée par une solution éthanoïque d'hydroxyde de potassium 0.1N jusqu'au virage de l'indicateur coloré utilisé.

➤ **Indice de saponification (I.S)**

La détermination de l'indice de saponification est réalisée par la norme (AFNOR. NF T60-206). Une quantité d'un gramme d'huile est saponifiée à reflux par 25 ml de KOH éthanolique (0.5N) pendant une heure. L'excès du KOH est neutralisé par de l'acide hydrochlorique (HCl) (0.5N) en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions sans l'huile.

II.2.3. Dosage spectrophotométrique des tocophérols des lipides totaux et lipides neutres

Nous avons adopté la méthode de dosage colorimétrique d'Emmerie-Engel (Emmerie et Engel, 1939). 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^{-1} . 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 est ajouté à 1ml de réactif d'Ortho-phenantroline et à 0.5ml d'une solution éthanolique de FeCl_3 . Après 3min on mesure l'absorbance à 510 nm.

Nous avons effectué le dosage des tocophérols totaux à partir des extraits sur l'huile extraite de la

même manière et la teneur en tocophérols totaux sera déterminée à partir de la courbe d'étalonnage.

II.2.4 Dosage spectrophotométrique des Stérols des lipides totaux et lipides neutres

Il s'agit d'une absorption spectrophotométrique suivant le test de Liebermann-Burchard (Barreto., 2005) basée 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 30 ml d'acide acétique).

II.2.5. Evaluation de l'activité antioxydante

Les capacités antioxydantes de nos différents échantillons sont exprimées en EC_{50} (Efficient Concentration) qui est définie comme la concentration efficace de l'antioxydant qui provoque la perte de 50% de l'activité oxydante. On peut aussi, représenter le pouvoir antioxydant de nos extraits en utilisant un autre paramètre le TAC (Total Antioxidant Capacity) qui représente l'inverse du EC_{50} ($1/EC_{50}$).

II.2.5.1. Test de DPPH

Le 1,1-diphényl-2-picrylhydrazyle (DPPH \cdot) est un radical stable et présente une absorption spécifique à 517 nm qui confèrent une couleur violette. Un antioxydant aura la capacité de donner un électron singulier au radical synthétique DPPH \cdot de coloration violette pour le stabiliser en DPPH de coloration jaune-verte (Chevalley I., 2000). La réduction du radical libre DPPH \cdot par un antioxydant peut être suivi par spectrophotométrie UV-Visible, en mesurant la diminution de l'absorbance provoquée par la présence des extraits (Figure.II.2).

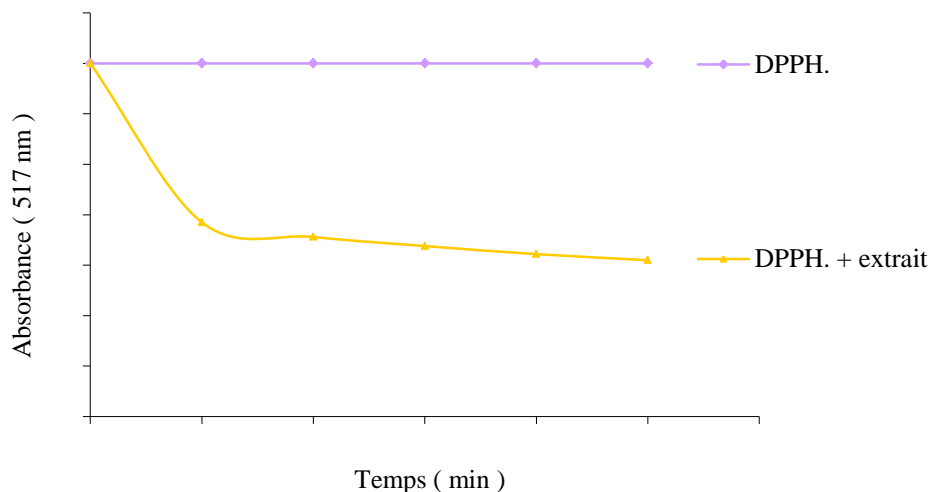


Figure II.2. Courbes cinétiques de la variation de l'absorbance en fonction du temps dans le test du DPPH

Le DPPH est initialement violet, se décolore lorsque l'électron célibataire s'apparie (Figure.II.2). Cette décoloration est représentative de la capacité des extraits à piéger ces radicaux libres indépendamment de toutes activités enzymatiques. Ce test permet alors, d'obtenir des informations sur le pouvoir antiradicalaire direct de différentes substances de nos extraits. Il est donc prévu à fournir un lien avec les réactions ayant lieu dans un système d'oxydation, tel que l'autoxydation d'un lipide ou de toute autre substance insaturée.

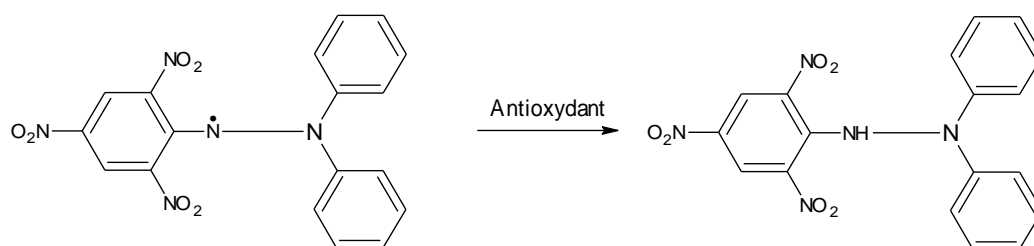


Figure II.3. Réduction du radical libre DPPH

Dans le test du DPPH, le mécanisme principal d'action des composés donneurs de proton est le piégeage des radicaux libres par le transfert de l'atome H sur le DPPH• qui se transforme en une molécule stable DPPH (Figure II.3). La capacité à fixer des radicaux libres, donc à arrêter la propagation de la réaction en chaîne ne peut être mesurée directement, mais par contrôle de l'effet de la réactivité. Plusieurs facteurs influent sur le potentiel antioxydant et la cinétique de réduction, notamment les conditions de la réaction (temps, rapport Antioxydant/DPPH•, type de solvants, pH).

Pour réaliser ce test, 1ml de chaque extrait dilué dans le méthanol est additionné à 1ml d'une solution de DPPH(250 μ M) préparé dans le méthanol. 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. Nous avons également, testé la vitamine C, la vitamine E, des antioxydants commerciaux pris comme antioxydants de référence.

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

A_t : absorbance du contrôle (solution du DPPH sans extrait).

$A_{éch}$: absorbance en présence d'extrait.

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

II.2.5.2. Test du phosphomolybdate (PPM)

Le test du PPM (Phosphomolybdate) est une variante du test au DPPH. Au cours de ce test, l'hydrogène et l'électron sont transférés du composé réducteur (extrait-antioxydant) vers le complexe oxydant (PPM). Ce transfert dépend du potentiel redox, du pH du milieu et de la structure du composé antioxydant. Le test est basé sur la réduction du molybdène de l'étage d'oxydation (VI) à (V). Cette réduction se matérialise par la formation d'un complexe verdâtre (phosphate/ Mo (V)) à un pH acide, ayant un maximum d'absorption à 695 nm. On mesure l'évolution de la coloration du complexe molybdène (V) en présence d'antioxydant (Figure II.4). A la différence des autres tests, ce test permet non seulement de quantifier l'apport de l'activité antioxydante des lipides, des protéines et des polyphénols mais aussi d'autres composés antioxydants tel que les vitamines (C, E...) (Pilar Prieto *et al.*, 1999).

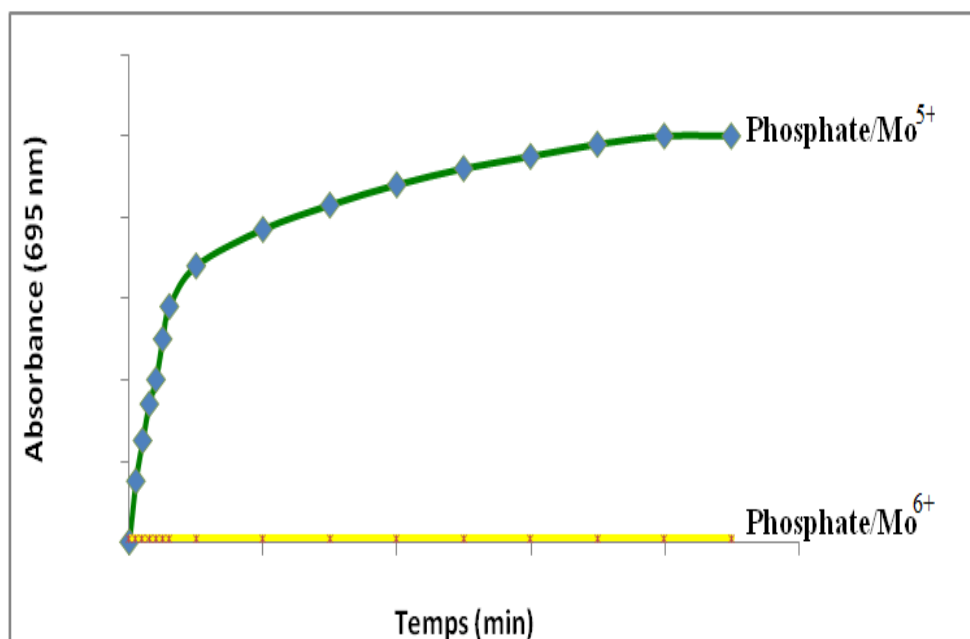


Figure II.4. Courbes cinétiques de la variation de l'absorbance en fonction du temps dans le test du PPM

Ce test a pour but d'évaluer le statut antioxydant, par la mesure du pouvoir réducteur des extraits dans une réaction colorimétriques d'oxydoréduction. En effet, 1 mL de chaque extrait dilué est ajouté à 1 mL du réactif phosphomolybdique (28 mM de phosphate de sodium, 4 mM de molybdate d'ammonium et 0,6 M d'acide sulfurique), puis le mélange est placé dans un bain marie à une température de 70 °C pendant 90 min. Après refroidissement, l'absorbance est mesurée à 695 nm contre un blanc. Également, nous avons comparé le pouvoir réducteur de nos extraits phénoliques à la vitamine C, la vitamine E, le et pris comme antioxydants de synthèse utilisés dans l'industrie agroalimentaire.

CHAPITRE III

Résultats et discussion

III.1. Extraction et analyse des lipides

III.1.1. Teneur et caractéristiques physico-chimiques des lipides

Les huiles de figes visuellement ont des couleurs vert olive, elles sont liquides à température ambiante avec une odeur agréable. La teneur en huile est de (3.75 à 15.8%), (m/m) (Tableau III.1). La quantité en huile de nos échantillons est inférieure à d'autres huiles, comme le Cotton (22-24%), tournesol (30-35%) soya (18-22%) et l'olive (15-50%) (FAO., 1993). La teneur en huile étudiées est aussi inférieure à celle d'autres huiles fruits locaux étudiés dans notre laboratoire, comme le cas des fruits noirs de Pistachier lentisque (32,82 %) (Charef et al., 2008), et la teneur trouvée par Yousfi et *al* concernant l'huile d'arganier (39.5%) (Yousfi et al. 2009).

Les valeurs des constantes chimiques des huiles des figes étudiées sont regroupées dans le tableau III.1. Les constantes physiques des huiles nous donnent des informations préliminaires sur les structures chimiques ainsi les fonctions chimiques qui peuvent être renfermées dans la structure des lipides. Il est aussi possible de nous donner des indications sur la pureté et la qualité des huiles (Gohari et al., 2011).

Tableau III.1. Constantes physico-chimiques et teneur des huiles de figes

Echantillon	Rendement d'extraction (%)	I.A (mg KOH/g)	I.S (mg KOH/g)
F1	15,73	4,58	193,61
F2	5,08	6,59	199,01
F3	3,75	5,37	146,10

I.A : Indice d'acide ; **I.S** : indice de saponification

La « Codex Alimentations Commission » recommande les valeurs maximales acceptées pour les indices d'acide sont 10 et 4 mg KOH/g d'huile pour l'huile de palme et l'huile de noix de coco respectivement (Alfawaz., 2004). L'huile de faible acidité est la plus souhaitable à recommander pour la consommation. Ces huiles doivent avoir une acidité inférieure à 0,1 mg KOH/g (FAO., 1993). Toutes les huiles étudiées possèdent des valeurs fortes en acidité, les valeurs des indices d'acidité sont supérieures à 10 mg KOH/g (Tableau III.1). Les résultats de l'étude

actuelle sont plus supérieurs de toutes les huiles les graines de citrouille (*cucurbita pepo*, *Subsp. Pepo*, *Var. Styriaka*) poussant en Iran (Gohari et al., 2011) et quelques huiles de graines de Congo (Minzangi et al., 2011). Nos résultats, sont similaires aux valeurs trouvées par charef et al pour les fruits *Quercus (ilex et suber)* et inférieures aux valeurs trouvées par charef et al pour les fruits (Rouges et noirs) de *Pistacia.L* (Charef et al., 2008).

Ces résultats peuvent être expliqués que les huiles étudiées ont subi une dégradation au cours de leur stockage ou les fruits n'ont pas abouti à leur stage de maturation (biosynthèse incomplète), et pour cela ces huiles ne sont pas conseillées pour l'alimentation.

L'indice de saponification est un indicateur de la masse moléculaire des acides gras et des triglycérides ainsi la longueur de chaîne de carbone qui contient l'huile. Il est inversement proportionnel à la masse moléculaire de l'huile. Les valeurs obtenues de l'indice de saponification des huiles étudiées varient de 146,10 à 199,01 mg KOH/g d'huile (Tableau III.1). Ces valeurs sont comparables aux (174-197) reportées pour des huiles de graines de *cucurbita pepo* (Nichols et Sanderson., 2003). Ces valeurs indiquent que les huiles des figues contiennent des acides gras avec des longues chaînes de carbone comparativement aux graines des huiles de noix de coco (248-265) et de palme (230-254) (Nichols et Sanderson., 2003). Nos résultats sont relativement en accord avec ceux de Markovic et Bastic (185,5-195,3) (Markovic et Bastic., 1976), tandis qu'ils sont faibles que ceux reportés par Al-Khalifa, El-Adawy et Tsaknis et al (200-218) (Al-Khalifa., 1996 ; Tsaknis et al., 1997 ; El-Adawy et Taha., 2001), par contre ils sont généralement supérieurs à la valeur 184,4 pour l'huile d'arganier trouvée par yousfi et al (yousfi et al., 2009), elles sont encore plus supérieures à la valeur 132,3 pour la *Cucurbita pepo L* africaine trouvée par Younes et al (Younis et al., 2000) et relativement supérieurs aux valeurs (147,85 et 166,77) pour les huiles de *Pistacia lentiscus L* et de *Quercus* trouvées par charef et al (Charef et al., 2008). Beaucoup d'huiles végétales possèdent des valeurs d'indices de saponification rangés entre 195 et 200 (Nyam et al., 2009). Toutes les huiles des figues de la présente étude possèdent des indices de saponification appartiennent relativement à cette fourchette. Les huiles ayant des valeurs d'indice de saponification élevées environ 300 sont utilisées pour la fabrication des savons qui n'est pas le cas de cette étude.

III.1.2. Fractionnement des lipides

Les extraits obtenus sont pesés afin de déterminer le pourcentage de chaque classe de lipides pour les trois échantillons.

Les valeurs des teneurs de ces différentes classes des lipides sont illustrées dans le tableau III.2. À travers ces résultats, on remarque que les teneurs varient de 184 (F3) à 443 g/100g d'huile de figes F1 pour les lipides neutres par rapport aux lipides totaux. Les glycolipides sont en faibles teneurs dans les lipides totaux étudiées de 1,1 dans les figes F3 jusqu'à 17 g/100g d'huile de figes F1. D'après les valeurs des teneurs des phospholipides (0,9 à 1,7 g/100g d'huile), on peut déduire que les lipides totaux des figes sont pauvres en phospholipides.

Nos résultats sont inférieurs à ceux trouvées par charef et *al* pour les huiles de *Pistacia lentiscus* L et de *Quercus* (Charef et *al.*, 2008).

Figure III.2. teneur de Fractionnement (g/100g d'huile)

La fraction	LT	LN	GL	PL
F1	462	443	17	1,7
F2	244	241	1,4	1,0
F3	187	184	1,1	0,9

III.2. Dosage des tocophérols

Une droite d'étalonnage est tracée à partir d' α -tocophérol commercial, permet de relier la densité optique et la concentration de tocophérol exprimée en g/l (Figure III.1). 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 FeCl₃ (solutions éthaloniques). Après 3min on mesure l'absorbance à 510 nm.

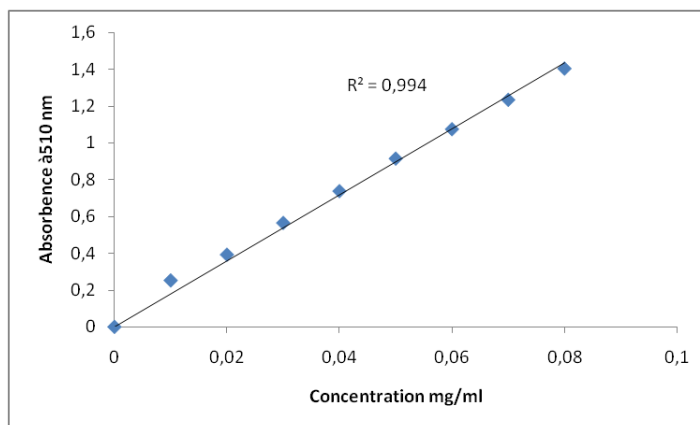


Figure III.1. Courbe d'étalonnage de la vitamine E

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

Les résultats de ce dosage sont consignés dans le tableau III.3 :

Tableau III.3. Quantité des tocophérols dans les huiles de figue

Echantillons	LT(1)	LT(2)	LT(3)	LN(1)	LN(2)	LN(3)
Concentrations (mg/g)	8,00	2.50	12.20	0.85	0.74	1.66

Les taux des composés tocophéroliques les plus élevés ont été aperçus dans les extraits LT 3 et LT 1 (12.2 et 8 mg/g d'huile) respectivement. Tandis que, les teneurs les plus basses sont enregistrées pour les extraits LN 1 et LN 2 (0.74 et 0.85 mg/g d'huile) respectivement. Ces valeurs comparées aux teneurs en tocophérols des huiles : d'olive (0,350 mg/g), de pépins de raisin (0,7 mg/g), de maïs (0,9 mg/g) (Karleskind., 1992) et d'huile d'arganier (0,4442 à 0,944 mg/g) (Hamia., 2015), nous amène à conclure que les huiles de figue sont relativement riches en tocophérols totaux, ce qui lui confère une importante résistance à l'oxydation et une action vitaminique indéniable.

III.3. Dosage des Stérols

A partir d'une solution chloroformique de cholestérol de concentration 1mg/ml, nous avons préparé une série de gamme de solutions afin de tracer une courbe d'étalonnage du cholestérol liant la densité optique en fonction de la concentration (Figure III.2) :

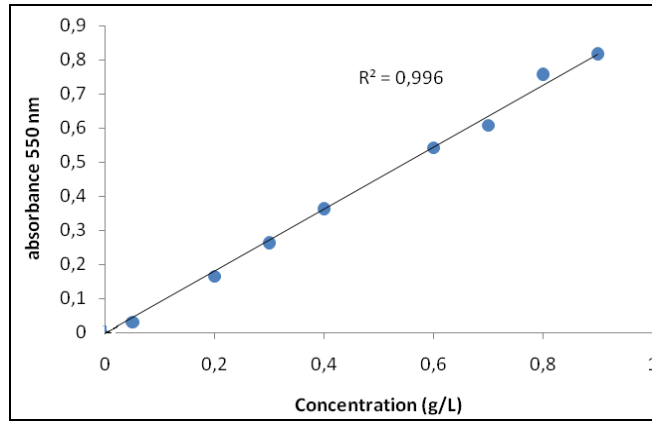


Figure III.2. Courbe d'étalonnage du cholestérol

Les résultats de ce dosage montrent que, les taux des composés stéroliques les plus élevés ont été enregistrés pour les extraits LT. Tandis que les autres extraits ont montré de faibles teneurs en stérols (Tableau III.4).

Tableau III.4. Quantité des stérols dans les huiles de figue

Echantillons	LT(F1)	LT(F2)	LT(F3)	LN(F1)	LN(F2)	LN(F3)
Concentrations (mg/kg)	800	330,37	252,5	101,6	103,4	97,0

L'analyse de l'ensemble des résultats obtenus montre clairement que les teneurs en huiles dans les échantillons étudiés (252,5 à 800 mg/Kg) pour les LT et de 97 à 101,6 mg/Kg pour les LN. Nos valeurs sont très inférieures à ceux trouvées par Radi (1600 mg/kg) (Radi., 2003), à ceux trouvés par Hamia d'huile d'arganier (5058 à 8450 mg/kg) (Hamia., 2007) et aux valeurs trouvés par Charrouf qui s'échèle entre 1300 et 2300 mg/kg (Charrouf., 1984). Ces valeurs, en générale sont beaucoup plus loin de nos valeurs et cela peut-être expliquer aux interférences avec d'autres composés qui possèdent des structures chimiques semblables à la structure stérolique comme les méthyls stérols et les alcools tritérpéniques, la vitamine D, le β -carotène et d'autres composés qui absorbent à la longueur d'onde du dosage.

III.4. Evaluation de l'activité antioxydante

III.4.1. Test de DPPH

Les valeurs d'EC₅₀ ont été calculées par la méthode de la régression linéaire des points de pourcentage de l'activité antiradicalaire contre la concentration des composés testés, l'α-tocophérol, et l'acide ascorbique ont été utilisés comme des antioxydants de référence (Figure (1) Annexe).

Les capacités antioxydantes de nos différents échantillons exprimées en EC₅₀ ont été calculées après 30 min de réaction.

naturels, il a été utilisé aussi pour l'huile d'olive et d'autres huiles végétales ainsi que des polyphénols antioxydants individuels (Mancebo-Campos *et al.*, 2014).

III.4.1.1. Test de DPPH des lipides

L'activité est définie par l'indice de la réduction antiradicalaire exprimé en pourcentage d'inhibition pour différentes concentrations d'extrait lipidique. Donc, l'indice antiradicalaire relatif montre seulement la capacité de l'échantillon, à une concentration fixée, de réduire ou non les radicaux et dans beaucoup de cas, l'augmentation de la concentration de l'antioxydant amène à l'augmentation de l'activité antioxydante. Ce paramètre a été présenté par Brand-Williams et ses collaborateurs (Bondet *et al.*, 1997). Il a été employé plus tard par plusieurs groupes de chercheurs pour présenter leurs résultats (Tahara., 2007). L'inconvénient de ce paramètre est que plus l'activité antioxydante n'est élevée, plus la valeur d'EC₅₀ est inférieure. De ce fait, et pour des raisons de simplicité nous avons introduit le paramètre TAC qui représente la capacité antioxydante totale de l'extrait calculé à partir des valeurs d'EC₅₀. C'est-à-dire, plus les valeurs du TAC est grandes plus le pouvoir antiradicalaire des extraits est important. Les valeurs d'EC₅₀ de ce test sont calculées à partir des courbes de la figure III.3.

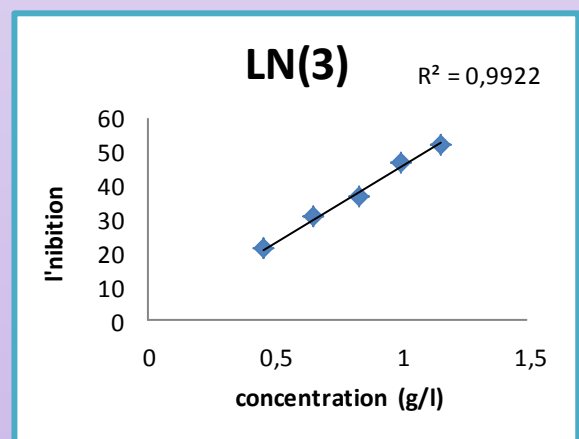
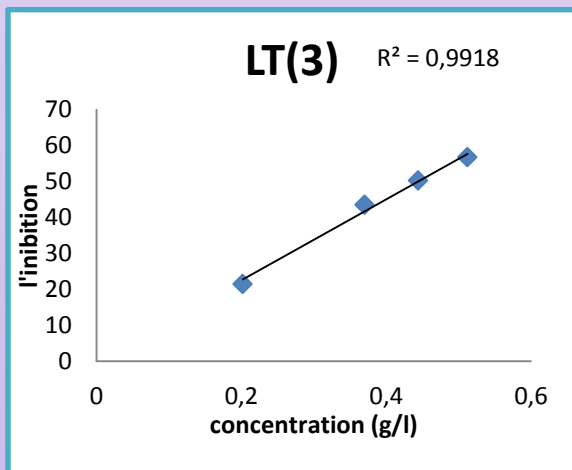
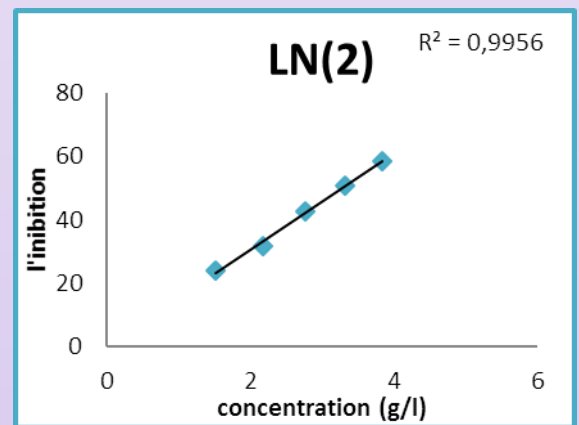
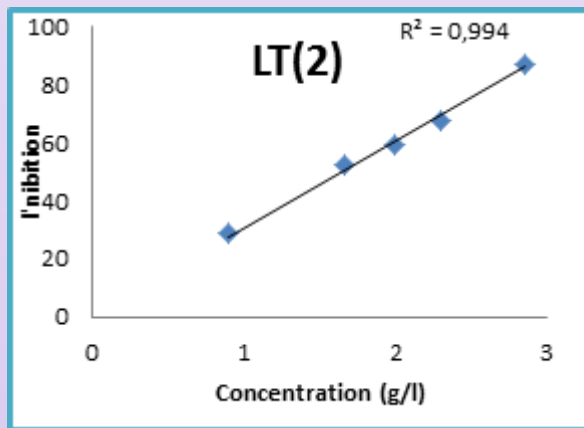
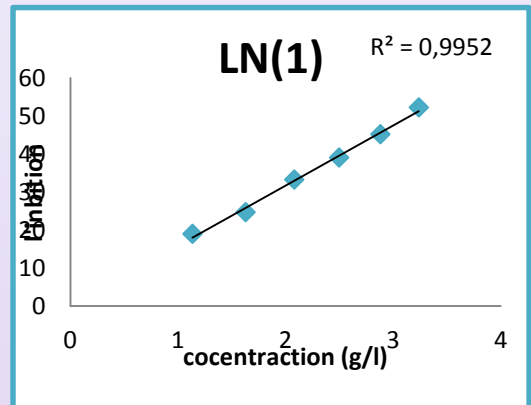
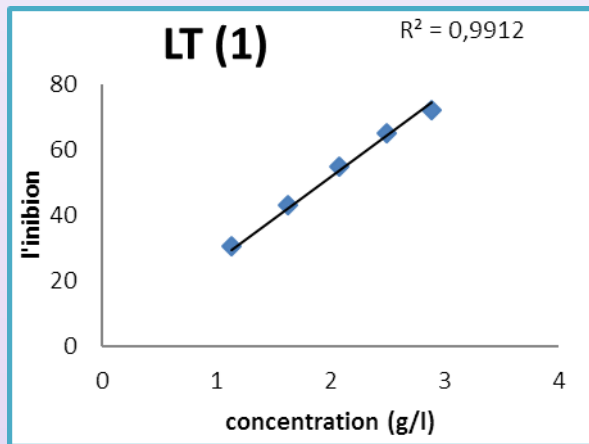


Figure III.3. Courbes représentant la variation des pourcentages d'inhibition en fonction des concentrations des extraits lipidiques dans le test du DPPH

Dans le test de DPPH, tous les extraits d'huile ont montré un effet de balayage du radical DPPH (Figure III.3). Les huiles de figue sont caractérisées par des différences significatives statistiquement dans leur activité antioxydante mesurée dans le test du DPPH. Par conséquent, les extraits des échantillons (F1 et F2) ont montrées une activité similaire de piégeage des radicaux DPPH. La plus forte activité antioxydante a été observée par l'extrait LN3 (1,09 g/L), suivi par l'extrait LN1 avec une valeur de 3,16 g/L. Tandis que, l'échantillon LN 1 possédait l'activité antiradicalaire la plus basse (3,28 g/L). Concernant les lipides totaux, la plus forte activité antioxydante a été observée par l'extrait obtenu à partir de l'échantillon LT3 (TAC=2,72 L / g), suivi par le pouvoir antiradicalaire de l'extrait LT2 avec une valeur de 0,60 L/g. L'échantillon LT1 possédait l'activité antiradicalaire la plus basse (0,53 L/g). Aussi, le tableau III.5 montre la comparaison de la concentration efficace de balayer 50% des radicaux libres (EC₅₀) d'huiles de figes contre 250 µM du radical DPPH. Les valeurs d'EC₅₀ des normes qui allaient de 0,0213 à 0,031 g.L⁻¹ étaient plus fortes que toutes les huiles testées.

Tableau III.5. Les valeurs de l'EC₅₀ des différents extraits lipidiques dans le test du DPPH

Echantillon	EC50 (g/l)	TAC (l/g)
LT(1)	1.93 ± 0.13	0.53
LT(2)	1.65 ± 0.17	0.60
LT(3)	0.44 ± 0.05	2.72
LN(1)	3.16 ± 0.9	0.31
LN(2)	3.28 ± 1.14	0.30
LN(3)	1.09 ± 0.01	0.91
Vitamine C	0.031	32.25
Vitamine E	0.0213	46.94

Cela peut être due que les fruits de figue contiennent beaucoup de différents composants antioxydants, y compris les caroténoïdes, des vitamines, des composés phénoliques, etc., ce qui pourrait affecter la mesure de l'activité antioxydante. Ainsi, les pouvoirs antiradicalaires de ces extraits en huile peuvent être dû à la présence de composés tocophéroliques.

Donc, les résultats suggèrent que nos extraits en huiles et notamment l'échantillon F3 peut remplacer les antioxydants synthétiques parce qu'ils constituent une bonne activité antioxydante à ceux observés pour l'antioxydant de référence.

III.4.2. Test du phosphomolybdate (PPM)

La méthode de phosphomolybdène est couramment appliquée pour évaluer la capacité antioxydante totale des extraits de plantes et de diverses variétés de graines (Hadbaoui et al., 2010 ; Bagepalli et al., 2010). Cette méthode est basée sur la réduction de molybdène (VI) par les antioxydants et la formation d'un complexe vert molybdène (V), qui absorbe à 695 nm.

De même, comme dans le test du DPPH, les valeurs d'EC₅₀ ont été calculées par la méthode de la régression linéaire des points de pourcentage du pouvoir réducteur contre la concentration des extraits testés, l' α -tocophérol, et l'acide ascorbique ont été utilisés comme des antioxydants de référence (Figure (2) Annexe).

III.4.2.1. Test du phosphomolybdate des lipides

Les valeurs des activités antioxydantes totales sont calculées à partir des courbes figurant la variation du pourcentage de réduction des antioxydants en fonction de leurs concentrations exprimées en g.L⁻¹ (Figure III.4)

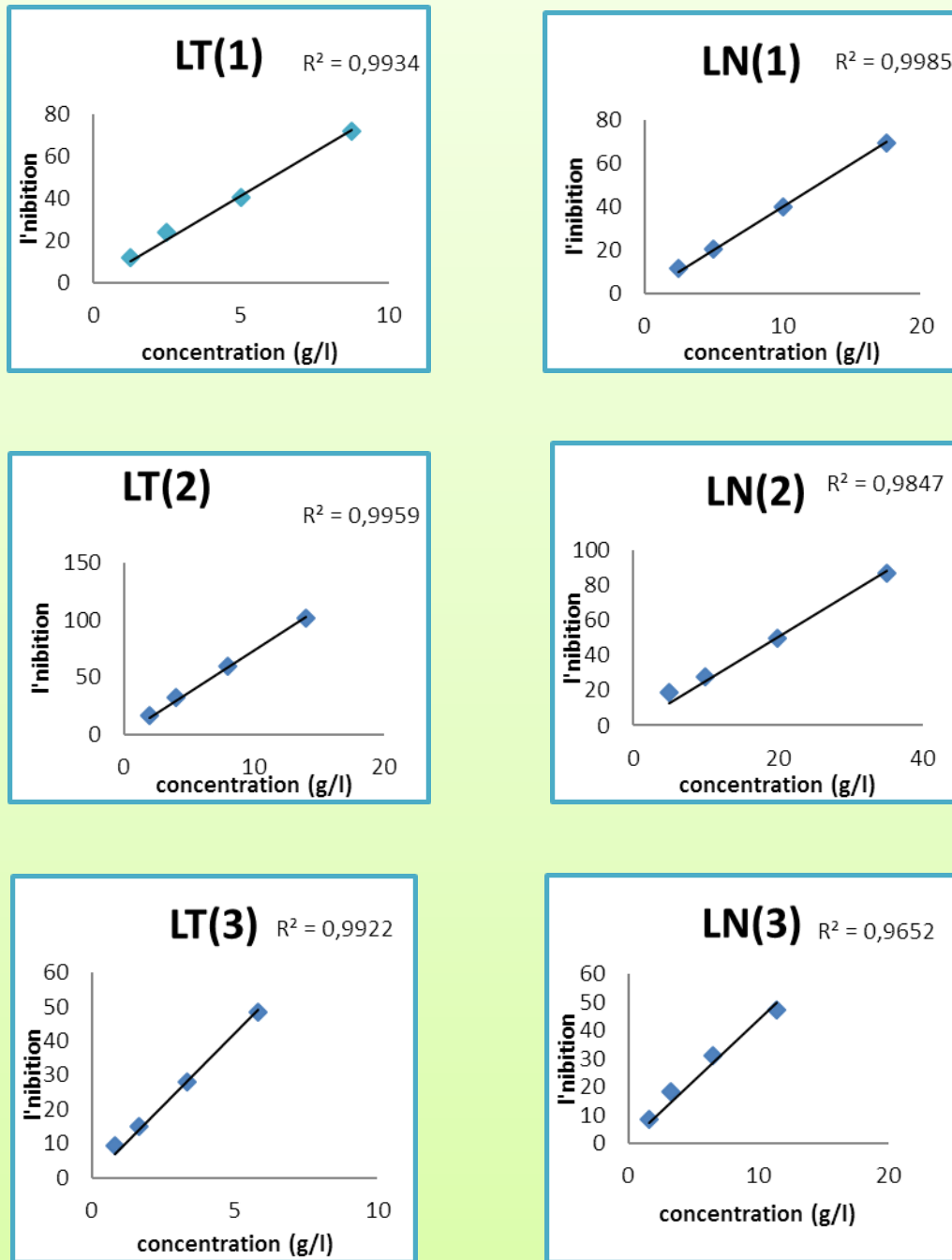


Figure III.4. Courbes représentant la variation des pourcentages de réduction en fonction des concentrations des extraits lipidiques dans le test du PPM

Les capacités antioxydantes totales observées dans toutes les huiles extraites ont des valeurs d'EC₅₀ qui s'échelonnent de 5,86 à 19,53 g / l (Tableau III.6). Toutes les huiles extraites ont des activités plus faibles comparativement aux antioxydants standards. La plus forte activité antioxydante a été observée par l'extrait LT3 (5,86 g/L), suivi par l'extrait LT1 avec une valeur de 6,00 g/L. Tandis que, l'échantillon LT 2 possédait l'activité antiradicalaire la plus basse (6,80 g/L). Concernant les lipides neutres, la plus forte activité antioxydante a été observée par l'extrait obtenu à partir de l'échantillon LN3 (11,46L / g), suivi par le pouvoir antiradicalaire de l'extrait LN1 avec une valeur de 12,82 L/g. L'échantillon LN3 possédait l'activité antiradicalaire la plus basse (19,53 L/g), le tableau III.6 montre la comparaison de la concentration efficace de réduire 50% des ions molybdiques (MO^{6+}). (EC₅₀) d'huiles de figues contre le réactif PPM. Les valeurs d'EC₅₀ des normes qui allaient de (0,008 - 0,035 g.L⁻¹) étaient plus fortes que toutes les huiles testées. Cet antioxydant est actuellement utilisé dans l'industrie alimentaire et dans la thérapie, mais il est accusé d'être dangereux pour la santé (Hocman. G., 1988).

Tableau III.6. Les valeurs de l'EC₅₀ des différents extraits lipidiques dans le test du PPM

Echantillon	EC₅₀ (g/l)	TAC (l/g)
LT(1)	6.00 ± 0.63	0.16
LT(2)	6.80 ± 0.23	0.14
LT(3)	5.86 ± 0.01	0.17
LN(1)	12.82 ± 0.2	0.078
LN(2)	19.53 ± 1.19	0.051
LN(3)	11.46 ± 1.93	0.087
Vitamine E	0.035	28,57
Vitamine C	0.008	125

L'écart entre les résultats des tests DPPH et PPM peut être liée aux différents mécanismes impliqués dans chaque évaluation. En conclusion, nos résultats suggèrent que les extraits d'huile de figue étudiée ont une capacité antiradicalaire. La réintroduction de la figue dans le régime alimentaire normal est acceptable et pourrait être une pratique nutritionnelle et culturelle pertinente dans le contrôle des maladies dans lesquelles les radicaux libres sont impliqués.

Les données sur la teneur antioxydant d'huile de figue sont très importantes pour les nutritionnistes, les médecins, les industries et les consommateurs, comparativement à l'huile d'olive de la Méditerranée. Bien que diverses méthodes ont été mises au point pour l'évaluation quantitative

de différents composés antioxydants dans les huiles comestibles (Kalogeropoulos and Tsimidou., 2014).

A la fin, la différence d'activité antioxydante observée entre nos extraits et les standards utilisés, pourra être expliquée par le fait que les antioxydants de référence sont des agents purs qui peuvent agir directement et avec leur concentration totale sur la réaction radicalaire.

Par contre, les extraits testés sont des mélanges qui renferment plusieurs molécules dont certaines sont inactives et leurs pourcentages d'inhibitions ont été calculés par rapport à la concentration totale du mélange qui prend en considération toutes les substances actives et non actives.

Cependant, dans la présente étude une corrélation moyenne ($R^2 < 0,52$) a été mise en évidence entre le pouvoir réducteur et anti radicalaires des lipides de fruits de figes (Figure 3 ; Annexe).

De plus, les différences marquées pour l'activité antiradicalaire et la capacité réductrice des extraits sont influencés directement au mode d'extraction.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Le figuier qui appartient à la famille des moracées, est parmi les plantes largement exploitées dans la civilisation islamique et fortement utilisées de nos jours en médecine traditionnelle à travers le monde. De cet effet, nous nous sommes intéressés dans le présent travail dosages quantitatif tocophérolique et stérolique des trois échantillons ainsi l'évaluation de l'activité antioxydante des huiles obtenus par le système d'extraction (MeOH/Chloroforme ; 2/1 V/V), de ces trois échantillons de fruits de figues locales (cultivées en Algérie).

L'extraction de l'huile à partir des fruits du Figue de trois stations différentes (Laghouat, Médéa et Mostaganem) est réalisée par le système de solvant chloroforme / méthanol (2/1 : V/V), par laquelle les teneurs des lipides dans les trois échantillons présentent une moyenne de 8.20 %.

Le fractionnement des lipides de façon à séparer les LN, les GL et les PL a montré que les lipides neutres occupent une proportion prédominante dans la totalité d'huile brute avec un pourcentage qui varie de 95.88% à 98.77% comparativement aux glycolipides (0.53% - 6.69%) et aux phospholipides (0.36% - 0.48%).

Toutes les huiles étudiées (lipides totaux) possèdent des valeurs relativement fortes en acidité libre et qui s'échelonnent entre 4.58 et 6.59 (mg KOH/g d'huile). Ces résultats peuvent être expliqués que les huiles étudiées ont subi une dégradation au cours de leur stockage ou les graines n'ont pas abouti à leur stage de maturation (biosynthèse incomplète),

L'indice de saponification est un indicateur de la masse moléculaire des acides gras et des triglycérides ainsi la longueur de chaîne de carbone qui contient l'huile. Il est inversement proportionnel à la masse moléculaire de l'huile. Les valeurs obtenues de l'indice de saponification des huiles étudiées varient de 146,10 à 199,01 mg KOH/g d'huile. Ces valeurs indiquent que les huiles de fruits de figue contiennent des acides gras avec des longues chaînes de carbone.

L'analyse spectrophotométrique des tocophérols, nous amène à conclure que les huiles de figue sont modérément riches en tocophérols totaux (8 à 12,20 mg/g d'huile), ce qui lui confère une importante résistance à l'oxydation et une action vitaminique indéniable.

L'analyse de l'ensemble des résultats obtenus montre clairement que les teneurs en huiles dans les échantillons étudiés de figue en stérols totaux sont assez faibles (97.00-800 mg/kg) comparativement à la littérature.

Conclusion générale

La détermination de l'activité antioxydante des extraits par la mesure de leur pouvoir piègeur du radical DPPH par donation de protons et leur aptitude à réduire l'ion molybdène hexavalent par transfert d'électrons, permet de constater que les extraits des fruits du Figue semblent présenter un intérêt réel et potentiel par leurs activités antioxydantes qui ont été établies *in vitro*.

Par conséquent, toutes les huiles extraites ont montrées une activité similaire de piégeage des radicaux DPPH. Les extraits lipidiques possèdent une activité antiradicalaire f , la valeur d' EC_{50} varie de 0,44 à 1,93 g.L⁻¹ dans les lipides totaux et de 1,09 à 3,28 g.L⁻¹ dans les lipides neutres. La meilleure activité antioxydante a été remarquée par l'huile extraite à partir de l'échantillon LT(3). Cette huile contient la plus grande quantité de contenu δ -tocophérol. Ainsi, le bon pouvoir antiradicalaire de l'extrait de cette huile peut être dû à la présence de haut teneur en δ -tocophérol ou à la présence des autres métabolites secondaires. Cette activité obtenue par l'extrait LT(3) avec la valeur d' EC_{50} de 0,44 g/L à 14 fois moins actifs que la vitamine C et 20 fois moins que la vitamine E seulement.

Le test du PPM confirme que la capacité antioxydante totale observée dans toutes les huiles extraites a des valeurs d' EC_{50} qui varient de 5,86 à 6,8 g.L⁻¹ dans les lipides totaux et de 11,46 à 19,53 g.L⁻¹ dans les lipides neutres. Toutes les huiles extraites ont une activité plus faible comparativement aux antioxydants standards. La capacité antioxydante la plus élevée a été révélée pour l'échantillon LT (3). Son effet était presque 167 fois moins que la vitamine E.

Références bibliographique

- **Association Française de Normalisation (AFNOR)** Recueil de normes françaises des corps gras, graines oléagineuse, produits dérivés, 3^{ème} édition, 1984.
- **Barlow SM.** (1990). Toxicological aspects of antioxidants used as food additives. In: Hudson, B.J.F. (Ed.), Food Antioxidants. (pp. 253-307). Barking, England: Elsevier Science Publishers Ltd. Biochimie. In Guide du préparateur en pharmacie, Ed : Masson, Paris, p153-234.
- **Barreto M Carmo.** (2005). Lipid extraction and cholesterol quantification. *J. Chem. Educ.* Vol 82(1): 103-104.
- **Blond JP.** (1993). Corps Gras. *Rev. Fr.* Vol 40(3-4):113-20.
- **Bondet V., Brand-Williams W. and Berset C.** (1997). Kinetics and mechanism of antioxidant activity using the DPPH• free radical method. *Lebensmittel - Wissenschaft und Technologie.* Vol 30 (6): 609– 615.
- **Bourgeois Claude.** (2003). Les vitamines dans les industries agroalimentaires. *Editions TEC & DOC.* Pages 11, 74, 86 - 90, 274 - 277, 636 - 656.
- **Brigelius-Flohe Regina et Traber Maret G.** (1999). Vitamin E: function and metabolism. *The FASEB Journal.* vol 13(10) : 1145-1155.
- **Brigitte C., Florence Hamon-Lorleac'h, Alain H., Lionel R., Serge C.,** 2008.
- **Charef M., Yousfi M., Saidi M. and Stocker P.** (2008). Determination of the Fatty Acid Composition of Acorn (*Quercus*), *Pistacia lentiscus* Seeds Growing in Algeria. *J Am Oil Chem Soc.* Vol 85:921–924.
- **Charles A., Guy L., Laurent M.,** (2003). Lipides. In biochimie alimentaire, Ed : Dunod, Paris, p51-71.
- **Charrouf M.** (1984). Contribution à l'étude chimique de l'huile d'*Argania spinosa*. (L) *Sapotaceae.* Thèse université de Perpignan. France.
- **Chazan JB et Szulc M.** (1987). Free radicals and vitamin E. *Cah. Nutr. Diet.* Vol 22: 66-70.
- **Chos D et Riche D.** (2005). Apports de sécurité en lipides chez le sportif à haut niveau d'entraînement. *Science & sports.* Vol 20(2): 74–82.
- **Christian Moussard** ,(2004). Lipides. In Biochimie structurale et métabolique: Médecine, Pharmacie, Ed : Sciences, boeck et larcier, p143-150.
- Détermination de l'indice d'acide: AFNOR NFT 60-204. Recueil de normes françaises des corps gras, graines oléagineuse, produits dérivés, Ed. AFNOR, 1984. Paris.
- Détermination de l'indice de saponification: AFNOR NFT 60-206. Recueil de normes françaises des corps gras, graines oléagineuse, produits dérivés, Ed. AFNOR, 1984. Paris.
- **Di Mambro. Valéria M., Azzolini. Ana ECS., Valimb. Yara ML., Fonseca. Maria JV.** (2003). Comparison of antioxidant activities of tocopherols alone and

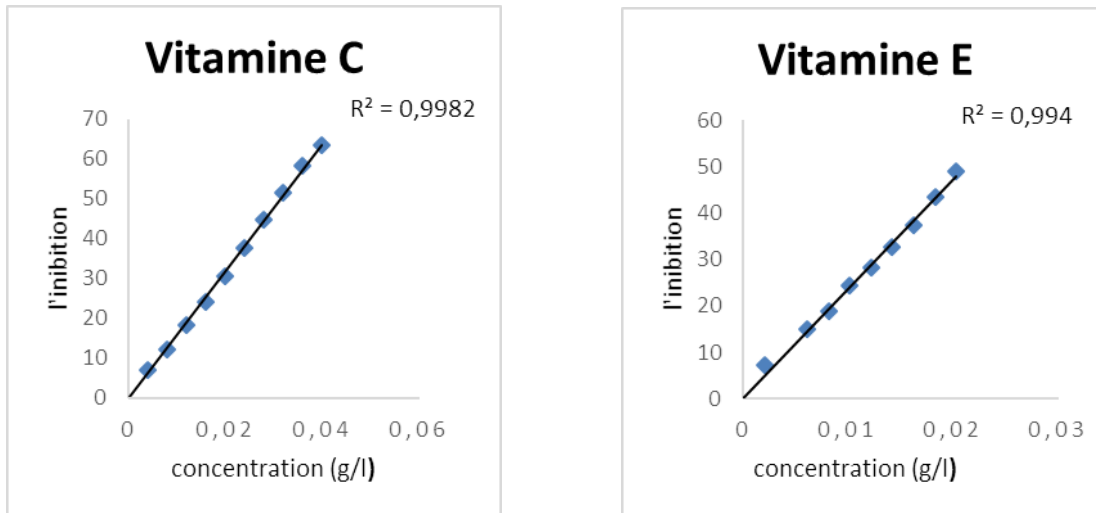
- in pharmaceutical formulations. *International Journal of Pharmaceutics*. Vol 262: 93–99.
- **El-Khaloui M., (2010).** Valorisation de la figue au Maroc. Transfert de technologie en agriculture (Maroc) ; 186 : 1-4.
 - **Fahy E., Subramaniam S., Browen HA., Glass CK., AH Merrill JR., Merphy RC. (2005).**A comprehensive classification system for lipids, *J Lipid Res*. Vol 46(5):839-861.
 - **Frankel EN. (1993).** In search of better methods to evaluate natural antioxidants and oxidative stability in food lipids. *Trends in Food Science & Technology*. Vol 4(7): 220–225.
 - **Frenot M et Vierling E. (2001).** Biochimie des aliments. Diététique du sujet bien portant. Ed : Doin éditeurs, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. **Bordeaux. France, 297 P.**
 - **Frodin DG. Histoire et concepts de grands genres de la plante. taxon . (2004);** 53 (3) :753-776.
 - **Gohari A., Farhoosh R., Haddad Khodaparast MH. (2011).** Chemical Composition and Physicochemical Properties of Pumpkin Seeds (*Cucurbita pepo* Subsp. *pepo* Var. *Styriaca*). Grown in *Iran. J Agri Sci Tech*. Vol 13(6): 1053-1063.
 - **Halliwell B, Gutteridge JMC. (1990).** The antioxidants of human extracellular fluids. *Arch Biochem Biophys*. Vol 280 (1):1–80.
 - **Hadbaoui Z., Djeridane A., Yousfi M., Saidi M.,_Nadjemi B. (2010).** Fatty acid, tocopherol composition and the antioxidant activity of the lipid extract from the sorghum grains growing in Algeria. *Med J Nutrition Metab*. Vol 3: 215–220.
 - **Hamia C. (2007).** Contribution à la composition et à l'étude de l'huile du fruit de l'Argaier « *Argania spinosa* ». Mémoire présentée pour l'obtention du diplôme de magister en chimie. Université kasdi merbah ouargla. Algérie.
 - **Hamia C. (2015).** Investigation phytochimique du *Rhanterium adpressum* pour ses propriétés antioxydantes et antiradicalaires. Thèse présentée pour l'obtention du diplôme de doctorat en chimie. Université kasdi merbah- Ouargla. Algérie.
 - **Hocman G. (1988).** Chemoprevention of cancer: Phenolic antioxidants (BHT, BHA). *Int J Biochem*. Vol 20(7): 639–651.
 - **Huang D., Ou B., Prior RL. (2005).** The Chemistry behind Antioxidant Capacity Assays. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. Vol 53(6): 1841-1856. [Pub Med].
 - **Ito N., Fukushima S., Tsuda H. (1985).** Carcinogenicity and modification of the carcinogenic response by BHA, BHT, and other antioxidants. *Crit Rev Toxicol*. Vol 15(2):109-50.
 - **Jeddi L., 2009.** Valorisation des figues de Taounate- Potentiel, mode et stratégies proposées. Mémoire d'ingénieur d'état professionnelle. Option : Industries Agricoles et Alimentaires. Direction provinciale d'agriculture de Taounate (Maroc) : 1-29.
 - **Kalogeropoulos Nick. and Tsimidou Maria Z. (2014).** Antioxidants in Greek Virgin Olive Oils. *Antioxidants*. Vol 3(2): 387-413.

- **Karleskind Alain. (1992).** Manuel des corps gras, Volume 1. *Technique et Documentation – Lavoisier*. 787 pages. France.
- **Koechlin-Ramonatxo Christelle. (2006).** Oxygen, oxidative stress and anti oxidant supplementation, or another way for nutrition in respiratory diseases. *Nutrition clinique et métabolisme*. Vol 20(4): 165-177.
- **Koechlin-Ramonatxo Christelle. (2006).** Oxygen, oxidative stress and anti oxidant supplementation, or another way for nutrition in respiratory diseases. *Nutrition clinique et métabolisme*. Vol 20(4): 165-177.
- **Kohen R., Nyska A. (2002).** Oxidation of biological systems: oxidative stress phenomena, antioxidants, redox reactions and methods for their quantification. *Toxicologic Pathology*. Vol 30(6):620-50. [Pub Med].
- **Kune GA., Bannerman S., Field B., Watson LF., Cleland H., Merenstein D. (1992).** Diet, alcohol, smoking, serum beta-carotene, and vitamin A in male nonmelanocytic skin cancer patients and controls. *Nutrition and Cancer*. Vol 18(3): 237-44.
- **Lagarde M. (2003).** Colloque sur les lipides de la peau métabolisme des lipides bio-actifs. *Pathologie biologie*. Vol 51(5) : 241–243.
- **Lim, T. K. (2012).** Edible Medicinal And Non Medicinal Plants, 3, 362–376. doi:10.1007/978-94-007-2534-8.
- **M Dueñas, Pérez-Alonso JJ, Santos-Buelga C(2008).**la composition Escribano-Bailón T. anthocyanine dans la figure (Ficus carica L.) Journal de la composition des aliments et de l'analyse . 2008; 21 (2) :107-115.
- **Mancebo-Campos V., Salvador MD., Fregapane G. (2014).** Antioxidant capacity of individual and combined virgin olive oil minor compounds evaluated at mild temperature (25 and 40°C) as compared to accelerated and antiradical assays. *Food Chem*. Vol 150:374-381.
- **Marie-Jo Amiot-Carlin, Jean Dallongeville. (2007).** Consommation de fruits et légumes et santé, Documentation Dominique: Fournier, PP :21-171.
- **Marlène Frénot , Elisabeth Vierling , 2001.**les lipides. In biochimie diététique du sujet bien portant, Ed : Doin éditeurs, p 71-102
- **Mawa, S., Husain, K., & Jantan, I. (2013).** Ficus carica L. (Moraceae): Phytochemistry, Traditional Uses and Biological Activities. Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine: eCAM, 2013, 974256. doi:10.1155/2013/974256.
- **Nichols DS, Sanderson K. (2003).** The Nomenclature, Structure, and Properties of Food Lipids. *Chemical and Functional Properties of Food Lipids*. pp. 29-59.
- **Pande, G., & Akoh, C. C. (2010).** Organic acids, antioxidant capacity, phenolic content and lipid characterisation of Georgia-grown underutilized fruit crops. *Food Chemistry*, 120(4), 1067–1075. doi:10.1016/j.foodchem.2009.11.054.
- **Perrin JL. (1992).** Minor components and natural antioxidants in olives and olive oil. *Revue Française des Corps Grass*. Vol 39: 25-32.
- **Rønsted N, Weiblen GD, Savolainen V, Cook JM.** Phylogénie, biogéographie et l'écologie

de *Ficus* section *Malvanthera* (Moraceae) *Phylogenetics moléculaire et évolution* . 2008; 48 . (1) :12-22.

- **Tahara S. (2007)**. A journey of twenty-five years through the ecological biochemistry of flavonoids. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry*. 71(6):1387-1404.
- **Valko M., Rhodes CJ., Moncol J., Izakovic M., Mazur M. (2006)**. Free radicals, metals and antioxidants in oxidative stress-induced cancer. *Chemico-biological interactions*. Vol 160,(1):1-40.
- **Veberic R, Jakopic J, Stampar F. interne la qualité des fruits de figes (*Ficus carica* L.)(2008)**. dans la Région de la Méditerranée du Nord. *Journal of Food Science italien* . 2008; 20 (2) :255-262.
- **Vinson J.A., 1999**. The functional food properties of figs. *Cereal Food World*; 4: 82-87.
- **Wang Lisu., Yen Jui-Hung., Liang Hsiao-Ling. and Wu Ming-Jiuan. (2003)**. Antioxidant Effect of Methanol Extracts from Lotus Plumule and Blossom (*Nelumbo nucifera* Gertn.). *Journal of Food and Drug Analysis*. Vol 11(1): 60-66.
- **William G. Horpkins, 2003** .l'organisation des plantes et des cellules végétales. In *Physiologie végétale* .Ed : boeck et larcier , Bruxelles ,p 1-10
- **Xu Shaoping , and Touyz Rhian M. (2006)**. Reactive oxygen species and vascular remodelling in hypertension: Still alive. *Can J Cardiol*. Vol 22(11): 947–951.
- **Yousfi M. (2005)**. Caractérisation de molécules lipidiques et phénoliques de pistachier de l'Atlas "*Pistacia atlantica*". Thèse présentée pour l'obtention du diplôme de doctorat en chimie. Université Saad Dahleb- Blida. Algérie.
- **Yousfi M., Bombarda I., Hamia C., Djeridane A., Stocker P. and Gaydou E. (2009)**. Fatty acid, triglyceride and tocopherol composition of Algerian Argan (*Argania spinosa*) fruit seed lipids. *Mediterr J Nutr Metab*. Vol 2:197–203.
- **Yu R., Mandlekar S., Tony Kong AN. (2000)**. Molecular Mechanisms of Butylated Hydroxyanisole-Induced Toxicity: Induction of Apoptosis through Direct Release of Cytochrome c. *Molecular Pharmacology*. Vol 58(2) :431-437.

Annexe



Figure(1): Courbes des standards pour le test de DPPH

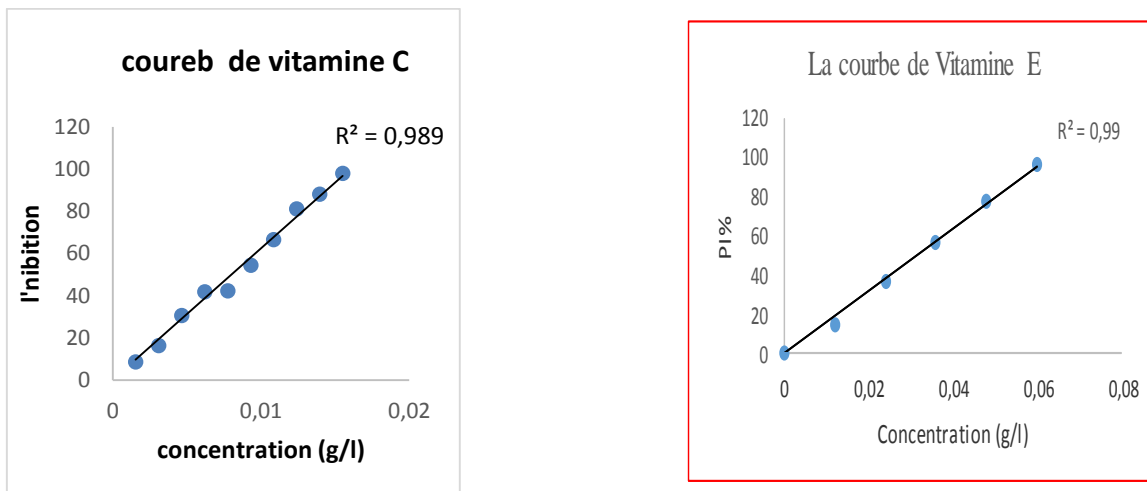


Figure 2 : Courbes d'étalonnages de vitamine E et C pour le test de PPM

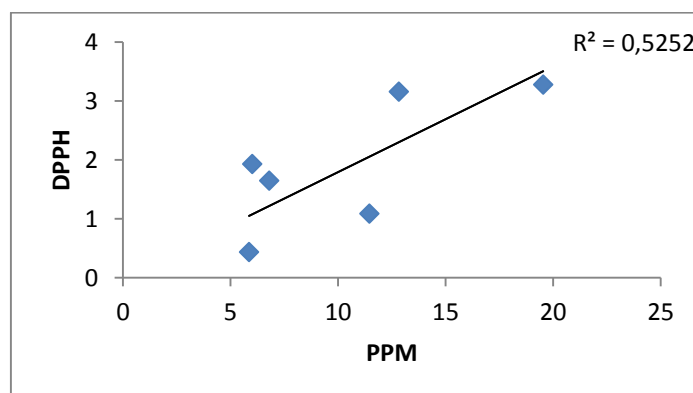


Figure 3 : la Corrélation DPPH-PPM des extraits des lipides de fruits de figes.

Résumé

Le figuier est un arbre qui est traditionnellement utilisé pour traiter une grande variété de maladies, Cependant, il y a un besoin de données plus scientifiques pour appuyer ces diverses allégations de santé. Ce travail est consacré dosage spectrophotométrique en tocophérols, en stérols et d'évaluer l'activité antioxydante des lipides totaux et neutres à partir de trois échantillons de figue cultivés en Algérie.

Les résultats indiquent que les fruits de figue sont modérément riches en huile (3,75 à 15,73%). La teneur en tocophérol des huiles varie de 8,0 à 12,2 mg / g d'huile. L'analyse de l'ensemble des résultats obtenus montre que les teneurs en huiles dans les échantillons étudiés de figue en stérols totaux sont assez faibles (97.00-800 mg/kg).

L'évaluation quantitative du pouvoir piégeur des extraits vis-à-vis du DPPH et la capacité réductrice des ions molybdène hexavalents, montrent que le niveau de l'activité antioxydante par ces deux dosages utilisés est significatif par rapport aux antioxydants standards.

Mots clés : figue, lipides, tocophérols, stérols, activité antioxydante.

Abstract

Figue is a Tree used traditionally to treated varius illness. However, there isn't enough scientific evidence which prove those allégations of health. This study aim was to evaluate the antioxidant activity of total and neuter lipids extracts from three varieties of Ficus Carica fruits grown in Algeria by two methods: DPPH and phosphomolybdate tests. Total tocopherols and sterols were quantified by spectrophotometer UV-VIS.

The results indicated that figue fruits are some how riche in oil (3,75 to 15,73%). While tocopherols aments in oil varied between 8,0 and 12,2 mg/g oil. Concerned total sterols, the analysis of obtained results showed that this oil has foible contents of sterols (97,00 - 800 mg/kg).

Quantitative evaluation of scavenging powerful and reducing capacity of molybdenum ions hexavalent of lipids extract showed a significant antioxidant activity compared with those standards antioxidants.

Keywords: *Ficus Carica.L* ,lipids, tocopherols and sterols, antioxydant activity.

المخلص

استعملت شجرة التين قديما لمعالجة الكثير من الامراض إلا انه لازال هناك نقص في المعلومات العلمية التي تؤكد هذه الاستعمالات وفوائده على الصحة.

يهدف هذا العمل الى تقدير كمية التوكوفيرولاتو الستيروولات الكلية و كذا تقييم الفعالية المضادة للاكسدة للبيدات الكلية و المتعادلة المستخلصة من ثلاث عينات لتين مقطوف في الجزائر.

بينت النتائج ان ثمار التين تحتوي على نسبة معتبرة من الزيتنتراوحيين (3,75-15,73) (بترأوح محتوى الـتوكوفيرولات في الزيت من 8,0-12,2 (مغ/غ). اظهر تحليل النتائج المتحصل عليها ان نسب الستيروولات في الزيت لعينات التين المدروسة كانت ضعيفة حيث تراوحت بين (97 ,00 - 800) .

أظهرت نتائج تقييم القدرة على مقاومة الأكسدة باستعمال الطريقتين DPPH و الفوسفوموليبيدات (PPM) أن المستخلصات الليبيدية لثمار التين على قدر من الأهمية مقارنة مع مضادات الأكسدة المعيارية، وأنها تمتلك قدرة في مواجهة الجذور الحرة.

الكلمات المفتاحية: التين، الليبيد، التوكوفيرولات، الستيروولات، الفعالية المضادة للأكسدة