

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

DEPARTEMENT Sciences de la Matière



## ***Mémoire de Master***

**Domaine : Sciences de la Matière**

**Filière : Chimie**

**Option : Chimie Organique appliquée**

**Présenter Par: M<sup>elle</sup>. BEN MESSAOUD RAHIL**

**Thème**

---

**Détermination des conditions optimales de  
l'extraction ultrasonique, ainsi le pouvoir réducteur  
des extraits phénoliques des déchets de sorghos  
(*Sorghum bicolor L, Moench*) locaux. (Applications du  
plan de BoxBehnken).**

---

*Soutenu publiquement devant le jury composé de :*

Mr. YOUSFI Mohamed	Professeur	Président
Mr.KORIBA Bakhti	MCB	Examineur
Mr. BENALIA Mohamed	MCA	Encadreur
Mr. BELHADI Badreddine	MCA	Co- Encadreur

**Année Universitaire 2024/2025.**

## إهداء

بسم الله الرحمن الرحيم

{ رَبِّ اشْرَحْ لِي صَدْرِي، وَيَسِّرْ لِي أَمْرِي، وَاحْلُلْ عُقْدَةً مِّن لِّسَانِي، يَفْقَهُوا قَوْلِي } [طه: 25-28]

الحمد لله الذي علّم بالقلم، علّم الإنسان ما لم يعلم، الحمد لله الذي بنعمته تتمّ الصالحات، وبفضله تتحقق الأمنيات. أرفع أكفّ الدعاء شكرًا وحمدًا إلى الله سبحانه وتعالى، الذي منحني القوة والصبر والتوفيق حتى أتممت هذا العمل، وأسأله أن يجعله خالصًا لوجهه الكريم، وأن يوفّقني لما هو خير في الدنيا والآخرة.

إلى من كان لهم الفضل بعد الله في تربيّتي، وبناء شخصيتي، وتعليمي الصبر والإخلاص والسعي الحثيث نحو الهدف...

إلى والدي الغالي، صاحب القلب الكبير، الذي غرس فيّ حب العلم، وكان دائمًا قدوتي في الصبر والعزيمة، جزاك الله عني خير الجزاء، وأسأل الله أن يجعلني قرّة عين لك، ويطيّب في عمرك في طاعته.

وإلى أمي الحبيبة، نبع الحنان ومصدر الدعاء الصادق، التي رافقتني بدعائها في كل مراحل حياتي، وأسندتني بحبها ودعمها، رغم التعب والسهر والقلق...

لكّ مني كل الحب والامتنان، وأسأل الله أن يرزقك الفردوس الأعلى، وأن يجعل كل حرف تعلمته في ميزان حسناتك.

إلى إخوتي وأخواتي الأعراء، الذين كانوا دومًا لي العون والسند، والذين زادوني إصرارًا كلما شعرت بالتعب... أنتم نعمة أحمد الله عليها.

إلى أساتذتي الكرام،

من حملوا مشعل العلم والنور، ووجّهونا بكل إخلاص، وعلمونا أن العلم رسالة وأمانة...

لكم مني كل الشكر والاحترام، وأسأل الله أن يبارك في علمكم، ويجزيكم عنا خير الجزاء، ويجعل ما قدمتموه لنا في ميزان حسناتكم.

إلى أصدقائي وزملائي،

الذين شاركوني رحلة الكفاح والسهر، والذين كانوا البلمس في لحظات التعب، والسند في أوقات الشدة،

أسأل الله أن يوفّقكم جميعًا، ويجمعنا دائمًا على الخير والمحبة والنجاح.

إلى كل من دعا لي بخير، أو ساندني بكلمة، أو ابتسم لي في لحظة ضعف، أو آمن بي حين شككت في نفسي...

أهدي هذا الإنجاز المتواضع، راجيًا من الله أن يكون بداية خير وبركة في مشواري العلمي والعملية، وأن أكون دائمًا عند حسن الظن، وأن يجعل هذا العلم نافعًا لي ولغيري.

اللهم اجعل هذا العمل خالصًا لوجهك الكريم، وعلمنا ما ينفعنا، وانفعنا بما علمتنا، وزدنا علمًا،

ووفّقنا لما تحب وترضى، إنك وليّ ذلك والقادر عليه



## ***Remerciements***

**Louange à Allah le Tout-Puissant, par la grâce duquel ce travail a pu être réalisé. Que Ses bénédictions et Sa paix soient sur Son Prophète Mohammed ﷺ.**

**Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire des Sciences Fondamentales de l'Université Amar Telidji de Laghouat, dirigé par Pr. YOUSFI Mohamed, à qui j'exprime ma profonde gratitude pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et pour les moyens mis à disposition pour mener à bien ce travail.**

**J'ai également l'honneur d'exprimer toute ma reconnaissance au Pr. YOUSFI Mohamed, en sa qualité, pour avoir accepté de présider cette soutenance et pour ses remarques constructives et enrichissantes, qui ont contribué à l'amélioration de ce mémoire.**

**Je tiens à remercier chaleureusement Mr. BENALIA Mohamed, mon encadreur, pour son accompagnement constant, sa patience et ses conseils pertinents tout au long de cette étude.**

**Mes remerciements vont également à Mr. BELHADI Badreddine, mon Co encadreur, pour son soutien scientifique, sa disponibilité et ses orientations précieuses.**

**J'adresse aussi mes vifs remerciements à Mr. KORIBA Bakhti, d'avoir accepté d'examiner ce mémoire, pour sa lecture rigoureuse et ses remarques constructives,**

**Je remercie de tout cœur mes collègues et camarades : Mlle GUIBADJ Fatma Zohra, Mlle KAIFES Chaïma, Mlle LAARABI Souad et Mlle SIGA Amira, pour leurs appui, leurs entraide et les moments de partage durant cette aventure universitaire.**

**Enfin, j'exprime ma profonde gratitude à ma famille, notamment mes parents, mon frère et mes sœurs, pour leur amour, leur soutien moral**

**et leurs prières, qui m'ont accompagné(e) tout au long de mon  
parcours**

---

## Liste des abréviations

---

(PAR %)	POUVOIR ANTIRADICALAIRE
CPT	COMPOSES PHENOLIQUES TOTAUX
EAG	EQUIVALENT D'ACIDE GALLIQUE
EVC	EQUIVALENT DE LA VITAMINE-C
FRAP	: FERRIC REDUCING ANTIOXYDANT POWER
MEOH	METHANOL
MV	MATIERE VEGETALE
RSM	REPONSE SURFACE METHODOLOGIE
VCEAC	CAPACITE ANTIOXYDANTE EQUIVALENT EN VITAMINE C

---

## Liste des Figures

---

<b>Figure 2.1</b>	L'échantillon de sorgho	8
<b>Figure 2.2</b>	Structure de l'acide gallique.	11
<b>Figure 2.3</b>	Courbe étalonnage de l'acide gallique.	11
<b>Figure 2.4</b>	Réaction FRAP et le complexe Fe <sup>3+</sup> -TPTZ	13
<b>Figure 2.5</b>	Courbe d'étalonnage de la Vit C	14
<b>Figure 3.7</b>	étude préliminaire sur le temps d'extraction par <b>a</b> : TPC, <b>b</b> : test FRAP	17
<b>Figure 3.8</b>	étude préliminaire sur le Température d'extraction par <b>a</b> : TPC, <b>b</b> : test FRAP	18
<b>Figure 3.9</b>	étude préliminaire sur la fréquence ultrasonique d'extraction par <b>a</b> : TPC, <b>b</b> : test FRAP	20
<b>Figure 3.10</b>	étude préliminaire sur le report solide-liquide d'extraction par <b>a</b> : TPC, <b>b</b> : test FRAP	21
<b>Figure 3.11</b>	Diagramme de surface de réponse montrant l'effet du déférant variable sur les TPC	29
<b>Figure 3.12</b>	Diagramme de surface de réponse montrant l'effet du déférant variable sur les FRAP	31
<b>Figure 3.13</b>	Combinaison optimale pour une meilleure extraction des CPT.	33
<b>Figure 3.14</b>	Combinaison optimale pour une meilleure activité antioxydant FRAP	34
<b>Figure 3.15</b>	Combinaison optimale pour une meilleure extraction des TPC et l'activité antioxydant FRAP.	35

|

---

## Liste des tableaux

---

<b>Tableau 2.2</b>	Classification du sorgho	7
<b>Tableau 3.3</b>	Les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation des composés phénoliques	22
<b>Tableau 3.4</b>	La matrice expérimentale de Box-Behnken pour quatre facteurs ( $X_1$ , $X_2$ , $X_3$ et $X_4$ ) et leurs réponses la moyenne des composés phénoliques totaux (CPT) et FRA exprimé en (mg/g matière sèche)	24
<b>Tableau 3.5</b>	L'analyse de la variance des modèles polynomiaux du second ordre	25
<b>Tableau 3.6</b>	Coefficients de régression et leurs significations statistiques	26
<b>Tableau 3.7</b>	Variation du contenu phénolique et de l'activité antioxydante dans les conditions optimales de quelques déchets	36

---

## *SOMMAIRE*

---

### **Liste des abréviations**

### **Liste des tableaux**

### **Liste des figures**

<b>1. Introduction générale</b>	<b>1</b>
<b>2. Matériel et méthodes</b>	<b>7</b>
2.1. Matériel et produits	7
2.2. Matériel végétal	7
2.3. Méthodes	8
2.3.1. Méthodes d'extraction	8
2.3.2. Analyse préliminaire	9
2.4. Analyse quantitative des composés phénoliques	10
2.4.1. Dosage des polyphénols totaux	10
2.5. Activité antioxydante	11
2.5.1. Evaluation de l'activité anti-radicalaire par le test FRAP•	12
2.6. Matrice d'expériences	14
2.7. Validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision	15
<b>3. Résultats et discussion.</b>	<b>17</b>
3.1. Résultats de l'étude préliminaire sur les conditions d'extraction	17
3.2. Domaines expérimentaux des facteurs	21
3.3. Optimisation des conditions d'extraction	22
3.4. Analyse des diagrammes des surfaces de réponse	26
3.5. Validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision	32
Analyse comparative des extraits de sorgho rouge : variation du contenu phénolique et de l'activité antioxydante DANS LES CONDITIONS OPTIMALES	36
<b>4. Conclusion générale</b>	<b>39</b>
<b>Références bibliographiques</b>	<b>42</b>
<b><u>Résumés</u></b>	<b>44</b>

---

***Introduction***  
***Générale***

---

## **1. Introduction générale**

Le sorgho (*Sorghum bicolor* L. Moench) occupe une place stratégique parmi les céréales cultivées dans le monde, en particulier dans les régions arides et semi-arides d'Afrique, d'Asie, d'Australie et d'Amérique. Grâce à sa résistance exceptionnelle aux conditions climatiques extrêmes, il est reconnu comme une culture de résilience, capable de produire dans des environnements où les précipitations sont faibles et les températures élevées. Actuellement, le sorgho est classé cinquième céréale mondiale après le blé, le riz, le maïs et l'orge [1].

Botaniquement, le sorgho est une plante annuelle dont la floraison se présente sous forme de panicule ramifiée. Il existe aujourd'hui plus de 7000 variétés identifiées, différenciées selon des paramètres tels que la masse des grains, la structure de l'enveloppe, la pigmentation de l'endosperme, ainsi que leur richesse en composés bioactifs, notamment les polyphénols [2]. D'un point de vue nutritionnel, les grains de sorgho sont riches en amidon, protéines, et lipides liposolubles. Ce profil chimique est comparable à celui d'autres céréales traditionnelles comme le maïs et le millet. Les fractions les plus concentrées en antioxydants naturels se trouvent dans le son et le germe du grain [3].

Malgré son potentiel nutritionnel élevé, l'usage du sorgho dans l'alimentation humaine reste restreint dans plusieurs régions, notamment en raison de la faible biodisponibilité des nutriments, liée à la présence de tanins qui limitent la digestibilité des protéines et l'absorption de certains minéraux [4]. Pour améliorer ses propriétés sensorielles et nutritionnelles, diverses techniques de transformation telles que la fermentation, la germination ou la cuisson sont souvent mises en œuvre [5].

L'extraction constitue une étape clé dans la récupération et l'identification des composés phénoliques issus du matériel végétal. Elle est influencée par divers facteurs, notamment la nature chimique des composés (simples ou complexes), la méthode d'extraction employée (extraction par solvants, par ultrason...), ainsi que les conditions et la durée de stockage [6]. L'extraction assistée par ultrasons s'est révélée particulièrement efficace pour améliorer l'extraction des composés bioactifs à l'aide de solvants. Cette technique présente de nombreux avantages, notamment la réduction de la quantité de solvant utilisée, de la température et du temps d'extraction, ce qui la rend particulièrement adaptée à l'extraction de composés thermolabiles et instables [7]. Outre les facteurs mentionnés précédemment, d'autres paramètres peuvent également influencer l'efficacité de l'extraction, le rendement en polyphénols ainsi que l'activité

antioxydante, tels que le temps d'extraction, la température et le rapport solide/liquide. Il est donc essentiel d'optimiser ces conditions afin de maximiser l'obtention des composés phénoliques [8].

Traditionnellement, l'optimisation des procédés se faisait en faisant varier un seul facteur à la fois, en maintenant les autres constants. Cette approche, en plus d'être laborieuse, coûteuse et chronophage, ne tenait pas compte des interactions entre les différents facteurs, ce qui limitait la compréhension globale de leur influence sur la réponse. La méthodologie des surfaces de réponse (MSR) permet de surmonter ces limites. Elle requiert un nombre réduit d'expériences, tout en diminuant le temps et les efforts nécessaires. La MSR a d'ailleurs été appliquée avec succès à la modélisation et à l'optimisation de l'extraction des composés phénoliques à partir de diverses sources [9].

Divers modèles expérimentaux ont été utilisés pour optimiser les procédés d'extraction, notamment le plan factoriel complet, le plan de Plackett-Burman, le plan de Taguchi, le plan composite centré (CCD) et le plan de Box-Behnken. Parmi ces approches, le plan de Box-Behnken (BBD) est fréquemment privilégié pour l'optimisation de l'extraction des composés bioactifs [10].

### **Terminologie et concepts clés**

**Les facteurs** sont des variables supposées influencer les variations observées des réponses. La réponse, généralement notée  $y$ , correspond à une grandeur mesurable que l'on évalue en fonction des modifications apportées aux facteurs étudiés [11].

**L'espace expérimental** est représenté dans un repère cartésien à deux dimensions ou plus, selon le nombre de facteurs considérés. Il englobe l'ensemble des points formés par les combinaisons des niveaux des facteurs. Lorsqu'un troisième facteur est pris en compte, il est représenté par un axe supplémentaire, orienté et gradué, placé perpendiculairement aux deux premiers.

**Le domaine d'un facteur**, également appelé domaine de variation, correspond à l'ensemble des valeurs que peut prendre ce facteur, comprises entre son niveau bas et son niveau haut. Un point expérimental correspond à l'intersection de deux niveaux de facteurs ( $X_1$ ,  $X_2$ ) dans l'espace expérimental. Le domaine d'étude désigne la zone de l'espace expérimental où sont répartis l'ensemble des points expérimentaux. Il est délimité par les niveaux bas et hauts définis pour chaque facteur.

## **Méthode des plans d'expérience**

Il résulte de l'application de méthodes mathématiques et statistiques à l'expérimentation. Il se présente sous forme d'une matrice comportant autant de colonnes que de facteurs étudiés ( $m$ ) et autant de lignes que d'expériences ( $n$ ), correspondant aux différents niveaux ou modalités choisis pour l'expérimentation. De façon générale, la méthode des plans d'expériences vise à identifier et à analyser les relations entre deux types de variables : les facteurs et la réponse. Pour ce faire, il est nécessaire de construire un modèle mathématique qui exprime la réponse en fonction des facteurs étudiés.

Deux approches sont principalement utilisées :

- ✓ Le criblage (ou screening), qui permet d'identifier, parmi un ensemble initial de facteurs, ceux qui exercent une influence significative ;
- ✓ La méthode des surfaces de réponse, qui modélise les réponses en fonction des facteurs identifiés comme influents. Il s'agit d'une étude quantitative permettant de comprendre comment la réponse évolue selon les variations des facteurs [12].

L'ensemble des points situés dans le domaine d'étude génère une surface appelée surface de réponse. Le modèle mathématique nécessite deux compléments :

- Le manque d'ajustement (lack of fit), soit l'écart entre le modèle théorique et la réalité ;
- L'erreur expérimentale (pure error), qui résulte des variations aléatoires des réponses lors de répétitions.

### **Le plan de Box-Behnken**

Introduit par Box et Behnken en 1960, ce plan d'expérience vise à modéliser des réponses selon un modèle du second ordre, tout en permettant l'estimation de certaines interactions entre les facteurs [13]. Chaque facteur est évalué à trois niveaux : -1, 0 et +1.

Ce plan est largement utilisé dans l'optimisation de procédés dans de nombreux domaines, notamment pour l'extraction des métabolites secondaires (polyphénols, alcaloïdes, huiles essentielles) à partir de matrices végétales diverses [14].

Les polyphénols sont des composés à fortes propriétés antioxydantes, qui protègent l'organisme contre les radicaux libres, impliqués dans le stress oxydatif et le vieillissement cellulaire [15]. Ils agissent en inhibant la formation et la propagation des radicaux libres, ce qui leur confère un intérêt en alimentation, santé et cosmétique [17].

L'activité antioxydante des polyphénols ne peut être mesurée directement, mais elle est évaluée à travers la capacité des antioxydants à inhiber une réaction d'oxydation. Diverses méthodes sont utilisées pour cela, avec des protocoles spécifiques selon le mécanisme recherché [18,19].

## **Contexte du travail**

Notre travail s'inscrit dans le cadre du programme de recherche du Laboratoire des Sciences Fondamentales (LSF) et le Laboratoire d'Etude et de Développement des Techniques de Traitement et d'Épuration des Eaux et de Gestion Environnementale (LEDTEGE).

L'objectif principal est d'identifier la meilleure combinaison des variables indépendantes (temps, température, fréquence ultrasonique et rapport solvant/masse) afin d'extraire au maximum les composés phénoliques à partir du déchet des panicules de sorgho local rouge (*Sorghum bicolor* L. Moench), tout en obtenant une forte activité antioxydante évaluée par le test FRAP. Les conditions optimales sont ensuite appliquées à certains déchets de sorgho locaux provenant de la même région

Ce manuscrit débute par une synthèse bibliographique sur le sorgho et les composés phénoliques, suivie d'une étude expérimentale, puis les résultats et leur interprétation. Enfin, le mémoire s'achève par une conclusion générale qui synthétise les principaux résultats obtenus au cours de ce travail, suivie de suggestions pour des perspectives de valorisation de ces sous-produits agricoles riches en composés bioactifs. Ce travail constitue également une continuité et un approfondissement des recherches entamées l'année précédente par ma collègue Bessaoud, dans le cadre du même programme scientifique.

---

*Matériels*

*&*

*Méthodes*

---

## 2 Matériels et méthodes

### 2.1 Matériels et Produits chimiques

Les produits chimiques utilisés dans ce travail, sont d'un grade analytique élevé. Les réactifs chimiques utilisés pour les analyses ont été fournis par plusieurs entreprises reconnues. Le réactif de Folin-Ciocalteu, l'acide gallique, le carbonate de sodium anhydre, le réactif FRAP (composé de TPTZ, de chlorure de fer  $FeCl_3$  et d'acétate de sodium trihydraté), ainsi que l'acide chlorhydrique ont été acquis auprès de la société Sigma-Aldrich (Allemagne). Le méthanol a été obtenu de Honeywell Riedel-de Haën (France). L'acide ascorbique (vitamine C) et le chlorure d'aluminium ( $AlCl_3$ ) ont été fournis par VWR Prolabo Trade (Belgique). Tous ces réactifs ont été utilisés tels quels, sans subir de purification supplémentaire.

### 2.1. Matériel végétal

#### Classification Botanique

Tableau 2.2 : Classification du sorgho [16]

Nom scientifique	<i>Sorghum bicolor</i> (L)
Règne	Plante
Classe	<i>Liliopsida</i>
L'ordre	<i>Cyperales</i>
Tribu	<i>Andropogoneae</i>
Famille	<i>Poaceae</i>
Races	<i>Bicolor</i>
الاسم العربي	الذرة الزفيعة

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

- a. **Broyage** : Les échantillons séchés sont réduits en poudre à l'aide d'un moulin électrique de type Alec, ce qui permet d'obtenir une poudre fine et homogène en vue de son passage au tamis.
- b. **Tamisage** : Après le broyage, la poudre obtenue a été tamisée à l'aide d'un tamis de 250  $\mu\text{m}$  de diamètre, afin de garantir une granulométrie homogène en vue des analyses ultérieures.



A : panicule de sorghos



B : Déchet de panicule de sorghos rouge



C : Matière sèche de déchet de sorghos

**Figure 2.1** : L'échantillon de sorgho

## 2.2. Méthodes

### 2.3.1. Méthode d'extraction

Les composés phénoliques peuvent être extraits en utilisant divers solvants et techniques.

Parmi celles-ci, l'extraction par solvants organiques est la méthode la plus fréquemment employée pour isoler les antioxydants d'origine naturels [20]. Toutefois, les méthodes conventionnelles présentent plusieurs inconvénients, notamment une consommation élevée de solvants, un temps d'extraction long, ainsi qu'un risque de dégradation thermique des composés sensibles.

Face à ces limitations, des techniques d'extraction innovantes, plus écologiques et performantes, ont été développées. Parmi elles, l'extraction assistée par ultrasons se distingue comme une méthode prometteuse. Elle offre des rendements élevés en un temps réduit, avec une manipulation simple et à des températures modérées, ce qui permet de

préservé l'intégrité des composés extraits [21]. Pour ces raisons, cette technique a été choisie dans le cadre de notre étude afin d'optimiser les conditions d'extraction des composés phénoliques à partir des panicules résiduelles de sorgho rouge (*Sorghum bicolor* L. Moench). Deux étapes principales ont été mises en œuvre.

- Une analyse préliminaire a été réalisée afin d'identifier, pour chacun des paramètres étudiés (temps, température, fréquence ultrasonique et rapport solide/liquide), la valeur optimale permettant d'obtenir le rendement maximal en composés phénoliques ;
- Une optimisation multivariée a été conduite en s'appuyant sur l'analyse des effets individuels et des interactions entre les variables, à l'aide de la méthode des surfaces de réponse.

### **2.3.2. Analyse préliminaire des conditions d'extraction**

Cette étape vise à déterminer les plages de variation appropriées pour chacun des quatre facteurs étudiés. À cette fin, une étude unifactorielle a été menée, consistant à faire varier un seul paramètre à la fois, tandis que les trois autres étaient maintenus constants. Les conditions ayant permis d'atteindre la concentration maximale en composés phénoliques totaux (CPT) ont été considérées comme optimales. Chaque série d'expériences a été réalisée en triplicat afin d'assurer la fiabilité des résultats.

#### **2.3.2.1. Temps d'extraction**

Un échantillon de 0,5 g de poudre de panicules résiduelles de sorgho rouge a été mélangé à 10 mL de méthanol pur, puis soumis à une extraction dans un bain à ultrasons (DAIHAN Scientific, Figure 1.9). L'extraction a été effectuée à une fréquence de 50 Hz et à une température constante de 30 °C, pendant des durées comprises entre 5 et 40 minutes, par intervalles de 5 minutes. Les extraits obtenus ont ensuite été filtrés et analysés afin de quantifier les composés phénoliques totaux (CPT) et d'évaluer leur activité reductrice.

#### **2.3.2.2. Température d'extraction**

Les essais ont été effectués avec un temps d'extraction constant de 30 minutes, une fréquence ultrasonique de 50 Hz, et un rapport solide/liquide de 0,5 g pour 10 mL. La température a été augmentée progressivement de 30 à 60 °C, par paliers de 5 °C. Après filtration, les extraits ont été analysés afin de déterminer la teneur en composés phénoliques totaux et d'évaluer leur activité antioxydante.

### **2.3.2.3. Fréquence ultrasonique**

En maintenant constants le temps d'extraction (30 minutes), le rapport solide/liquide (0,5 g/10 mL) et la température (45 °C), la fréquence ultrasonique a été variée entre 30 et 90 Hz, par paliers de 10 Hz. Chaque extrait a ensuite été filtré avant d'être analysé pour la quantification des composés phénoliques totaux (CPT) et l'évaluation de l'activité antioxydante.

### **2.3.2.4. Rapport masse/volume**

L'extraction a été réalisée en faisant varier le rapport solide/liquide de 0,5:10 à 1:80 (g/mL), tandis que le temps (45 minutes), la fréquence (60 Hz) et la température (50 °C) sont maintenus constants. Les extraits obtenus ont été filtrés, puis analysés pour quantifier les composés phénoliques totaux (CPT) et évaluer leur activité antioxydante.

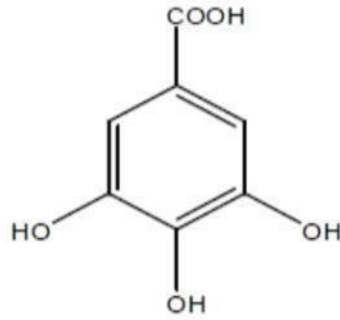
## **2.3. Analyse quantitative des composés phénoliques**

L'étude photochimique des différents extraits a été menée afin de déterminer les teneurs en diverses classes de composés photochimiques présents dans la plante étudiée, à l'aide d'une analyse par spectrophotométrie UV-Visible.

### **2.3.1. Dosage des polyphénols totaux**

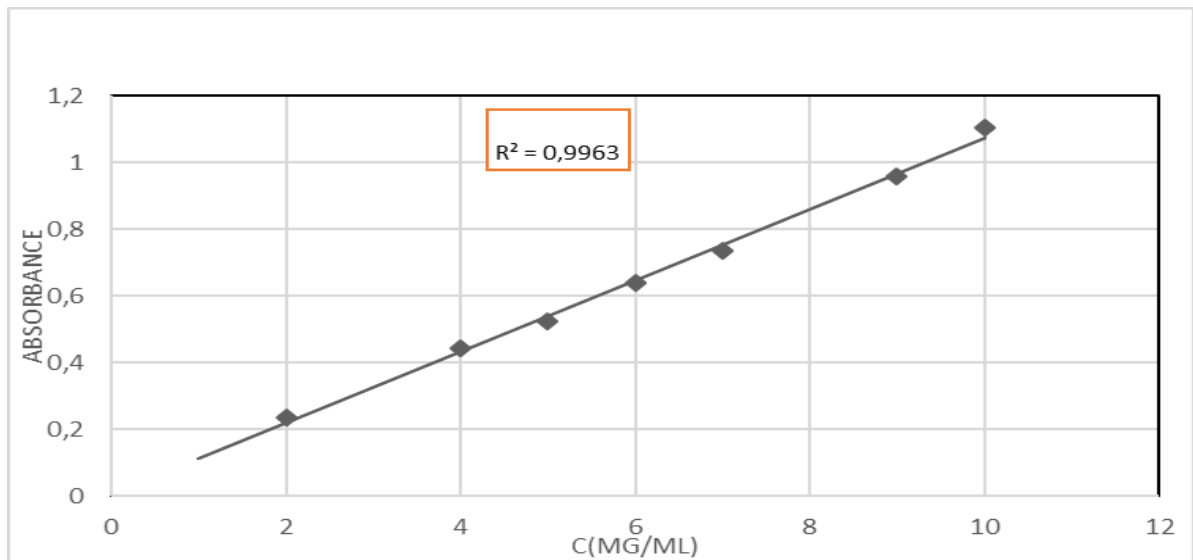
La quantification des composés phénoliques totaux a été réalisée selon un protocole adapté de Vermerris et Nicholson (2006), avec quelques modifications. Un volume de 100 µL de chaque extrait a été mélangé avec 500 µL du réactif de Folin-Ciocalteu (dilué dix fois) dans des tubes à essai. Après 2 minutes, 2 mL d'une solution de carbonate de sodium ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) à 5 % (m/v) ont été ajoutés. Les mélanges ont été immédiatement agités puis incubés à l'obscurité pendant 30 minutes. L'absorbance a été mesurée à 760 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible (Shimadzu 1601). La teneur en polyphénols a été déterminée à l'aide d'une courbe d'étalonnage construite avec des concentrations de l'acide gallique (voir **figure 2.2**), comprises entre 0,03 et 0,30 g/L. Les résultats sont exprimés en grammes équivalents d'acide gallique pour 100 g de matière sèche (g EAG/100 g) [20].

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



**Figure 2.2 :** Structure de l'acide gallique

Les quantités des composés phénoliques dans nos extraits sont calculées dans les mêmes conditions avec un standard suivant sa courbe d'étalonnage (voir **figure 2.3**).



**Figure 2.3:** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique (mg/mL)

Les teneurs en composés phénoliques totaux, exprimées en mg d'acide gallique équivalent par gramme de matière végétale (mg EAG/g MV), sont calculées à l'aide de la formule suivante :

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

**Ae** : absorbance de l'échantillon ; **f**

: facteur de dilution ;

**V<sub>MeOH</sub>** : volume de solvant (ml) ;

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

: masse de l'échantillon (g).

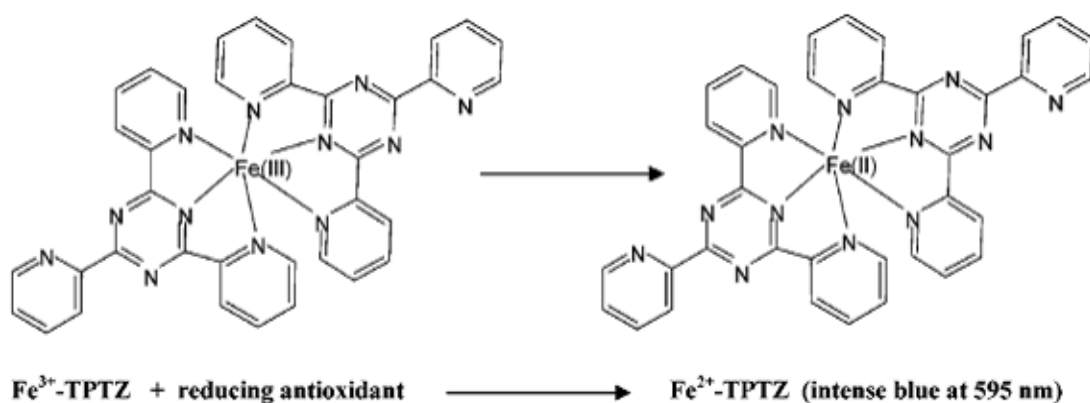
### **2.3.2. Evaluation de l'activité réductrice (Test FRAP)**

Il n'existe pas de méthode standard ou universelle permettant d'évaluer avec précision la capacité antioxydant, comme l'ont démontré plusieurs études [23]. Toutefois, il a été souligné que cette évaluation nécessite l'utilisation de méthodes spécifiques, chacune reposant sur des mécanismes distincts de transfert d'électrons ou d'atomes d'hydrogène.

Dans ce contexte, l'évaluation de l'activité antioxydant ! dans la présente étude a été réalisée à l'aide du test FRAP, couramment utilisé à cette fin [23].

Le dosage FRAP repose sur la capacité des antioxydants présents dans un échantillon à réduire le complexe ferrique-tripyridyltriazine ( $\text{Fe}^{3+}$ -TPTZ) en complexe ferreux ( $\text{Fe}^{2+}$ -TPTZ), entraînant la formation d'une coloration bleue intense, quantifiable par spectrophotométrie à 593 nm. Le réactif FRAP est préparé fraîchement en mélangeant, selon un rapport volumique de 10:1:1, les solutions suivantes :

Un volume de 1 mL du réactif FRAP fraîchement préparé (10 mL d'une solution tampon d'acétate de sodium (pH = 3,6) et mélangé avec 1 mL d'une solution de TPTZ (10 mM préparés dans une solution HCl 40 mM) et 1 mL d'une solution  $\text{FeCl}_3$  (20m M)) a été ajouté à 50  $\mu\text{L}$  de l'extrait à différentes concentrations. Ensuite, l'absorbance a été mesurée à 593 nm contre le blanc après 7 minutes à la température ambiante [25].



**Figure 2.4 :** Réaction FRAP et le complexe Fe<sup>3+</sup> -TPTZ [25].

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

Afin d'évaluer l'activité antioxydante des différents extraits, une courbe d'étalonnage a été établie en utilisant la vitamine C comme standard de référence. La capacité réductrice est exprimée en VCEAC (Vitamine C Equivalent Antioxidant Capacity) et exprimée en mg EVC/g de matière végétale (MV). Elle correspond à la concentration (g/L ou mol/L) d'une solution de vitamine C présentant une activité antioxydante équivalente à celle d'une solution de 1 g/L (ou 1 M) de l'extrait étudié. Pour ce faire, 1mL de chaque extrait (ou solution standard) est ajouté à 1mL d'une solution méthanolique de réactif FRAP (à une concentration de 50µM). Le mélange est immédiatement agité à l'aide d'un vortex, puis incubé à l'obscurité pendant 7 minutes à température ambiante, afin de permettre le déroulement complet de la réaction. L'absorbance de chaque mélange réactionnel est ensuite mesurée à 593 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV/Visible (modèle SP-3000 nano), en utilisant un blanc comme référence [18]. La vitamine C est ainsi utilisée comme antioxydant standard pour l'évaluation de la capacité réductrice des composés phénoliques (voir **figure 2.5**). Les pouvoirs réductrice (PAR %) du FRAP sont déterminés selon la formule suivante:

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

**PAR (%) :** Pouvoir antiradicalaire

**Ae :** absorbance de l'échantillon ;

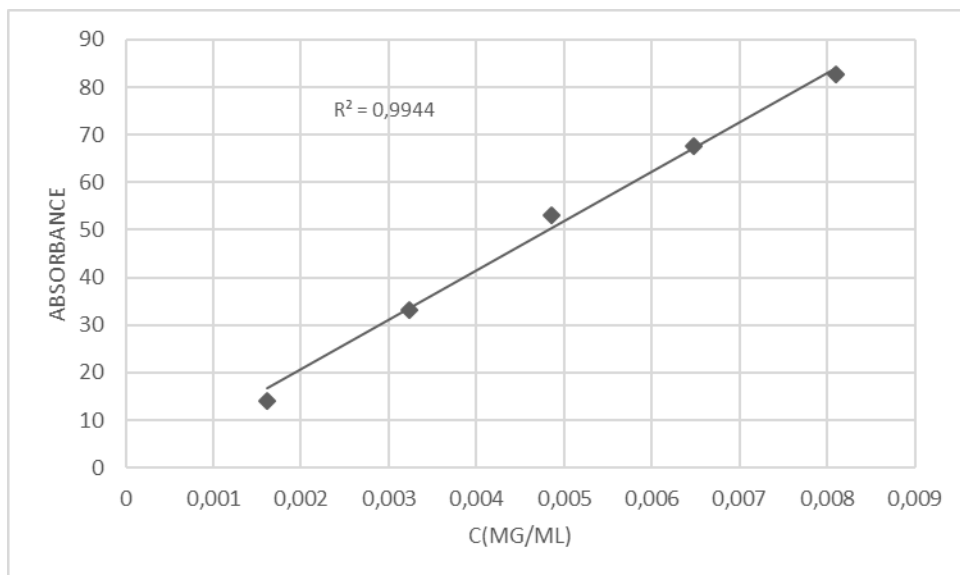
**P :** pente de la courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique ;

**f** : facteur de dilution ;

**V<sub>MeOH</sub>** : volume de solvant (ml)

**m** : masse de l'échantillon (g).

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



**Figure 2.5** : Courbe d'étalonnage de la vitamine C dans le test FRAP.

### Matrice d'expériences

Le modèle expérimental est basé sur un plan Box-Behnken à quatre facteurs : le temps d'extraction ( $X_1$ ), la température ( $X_2$ ), la fréquence ultrasonique ( $X_3$ ) et le rapport solide/liquide ( $X_4$ ), chacun étudié à trois niveaux codés (-1, 0 et 1). Ce plan permet la modélisation de la surface de réponse. L'expérimentation comprend 84 essais, répartis sur 28 combinaisons factorielles, incluant trois répétitions au point central afin d'estimer l'erreur pure.

À partir des données expérimentales, un modèle polynomial de second ordre, correspondant au plan Box-Behnken, a été utilisé pour établir la relation entre les variables indépendantes et la réponse, en vue de prédire les conditions optimales. Ce modèle quadratique a été formulé selon l'équation suivante [17].

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

Y : représente la réponse ;

$A_0$  : représente la valeur moyenne théorique de la réponse (interception) ;

ABCD : sont les coefficients des termes linéaire ;

$A^2B^2C^2D^2$  : sont les coefficients des termes quadratiques ;

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

Les résultats expérimentaux issus de l'analyse préliminaire monofactorielle ont été traités à l'aide du logiciel Excel 2007. Chaque donnée a été obtenue à partir de trois répétitions, permettant ainsi le calcul de la moyenne. L'analyse de variance (ANOVA) a été appliquée pour évaluer la significativité des coefficients du modèle ( $p < 0,05$ ). Le test F ainsi que la valeur p ont été utilisés pour déterminer l'importance des coefficients de régression.

L'adéquation du modèle a été vérifiée en analysant le manque d'ajustement.

### **Validation des conditions optimales d'extraction selon le profileur de prévision**

L'optimisation des conditions d'extraction a été effectuée dans le but de maximiser la teneur en composés phénoliques totaux (CPT), la capacité antioxydant (évaluée par le test FRAP), ainsi que leur combinaison globale. Pour ce faire, la procédure d'optimisation s'est appuyée sur le calcul des dérivées des modèles mathématiques obtenus [26]. Cette étape visait à évaluer la capacité prédictive du modèle et à identifier la meilleure combinaison des paramètres d'extraction. Le plan d'optimisation basé sur la méthodologie des surfaces de réponse (RSM), élaboré à l'aide du logiciel Design-Expert 13, a permis d'estimer les valeurs optimales à l'aide de la fonction de désirabilité, variant de 0 à 1, une valeur de 1 indiquant une optimisation parfaite, et des valeurs supérieures à 0,7 étant considérées comme acceptables [27].

Après l'obtention des extraits optimaux, nous avons déterminé les teneurs en phénols totaux, ainsi l'évaluation de leurs activités antioxydant est vis-à-vis le test FRAP pour chaque extrait.

Toutes les mesures ont été effectuées trois fois, et la lecture moyenne a été enregistrée.

---

# *Résultats & Discussion*

---

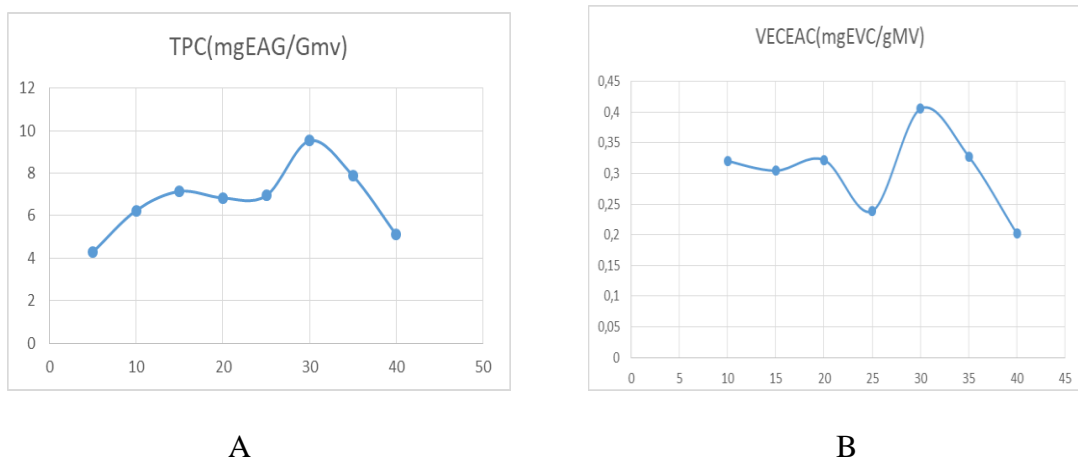
### 3. Résultat et discussions

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

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

##### 3.1.1 Temps d'extraction

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

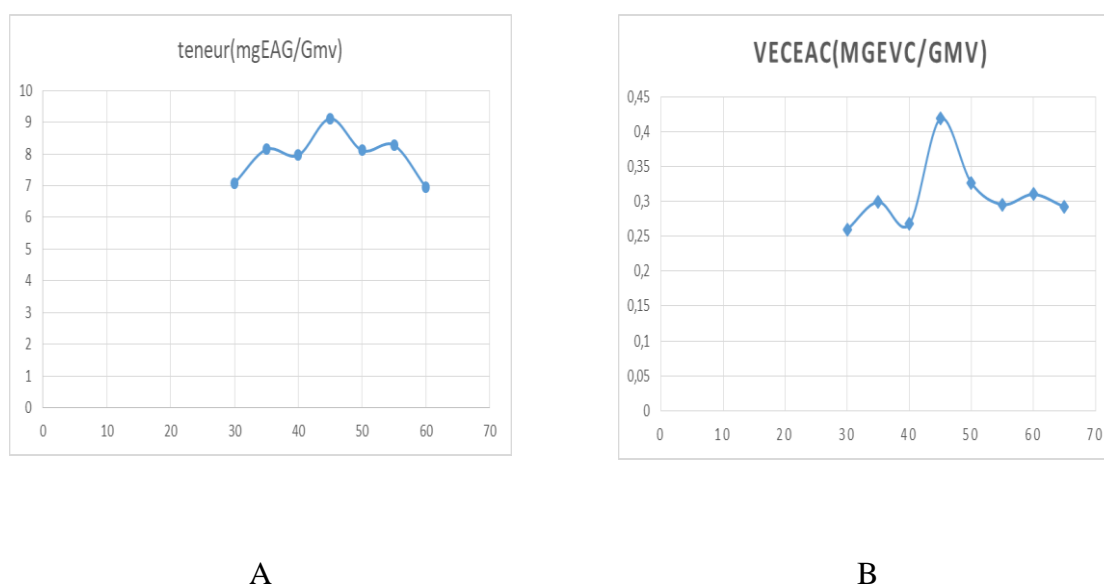


**FIGURE 3.7** : Etude préliminaire sur le paramètre temps d'extraction par a : cpt, b : test FRAP.

Les résultats ont montré que la CPT et le VCEAC ont augmentées de manière significative lorsque le temps optimum est de 30 min où la valeur de la CPT et de VCEAC les plus élevées sont de 9.99 (mg EAG/g MV) et 0.4 (mg EVC/g MV), respectivement. Cela pourrait s'expliquer par le fait que la durée d'extraction présente un effet positif sur le CPT et sur le VCEAC en donnant une chance à la pénétration complète du liquide, à la libération et à la dissolution de différentes substances des matières premières. Après 30 min, la diminution du TPC et de VCEAC peut être due aux temps d'extraction plus longs qui augmentent l'oxydation des composés phénoliques. De plus, l'influence d'une longue exposition aux ondes ultrasonores donne lieu à la dégradation des composés phénoliques. Sur la base des résultats, les niveaux de la variable indépendante de temps (X1) sont 30 min avec -1=25 min et +1=35 min.

### 3.1.2. Température d'extraction

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



**FIGURE 3.8:** Etude préliminaire sur la température d'extraction par **A** : CPT, **B** : TEST FRAP.

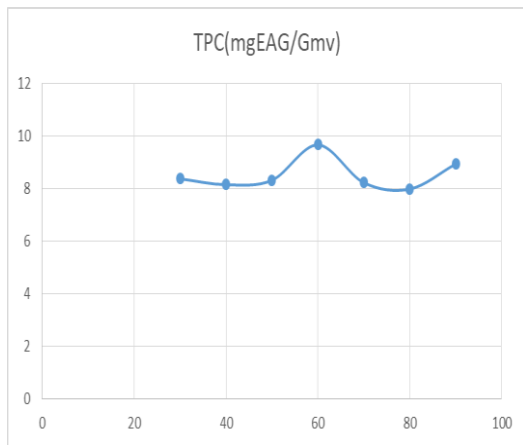
Les résultats ont montré que les valeurs de CPT et de VCEAC ont augmentées de manière significative lorsque la température atteint 45°C avec des valeurs les plus élevées de 9.1 (mg EAG/g MV) et 0.42 (mg EVC/g MV) de la CPT et VCEAC, respectivement. Ces résultats pourraient s'expliquer par le fait qu'une température adéquate plus élevée améliore la solubilité des substances ciblées dans le solvant, assure une meilleure diffusion et améliore un bon transfert de masse [19]. L'augmentation de la température améliore les rendements grâce à une extraction par solvant améliorée, à la fois grâce à des coefficients de diffusion plus élevés et à une plus grande solubilité des composés [31]. Cependant, il convient de noter que les températures élevées peuvent également conduire à la décomposition des composés phénoliques déjà extraits, l'application d'une température supérieure à 45°C diminue le CPT et le VCEAC. Cette température ultrasonore critique peut rompre les liaisons chimiques entre les atomes et faciliter la destruction des molécules phénoliques [32]. Sur la base des résultats, les niveaux de la variable indépendante de température (X2) sont 45 °C avec -1=40°C et +1=50°C.

### **3.1.2. Fréquence ultrasonique**

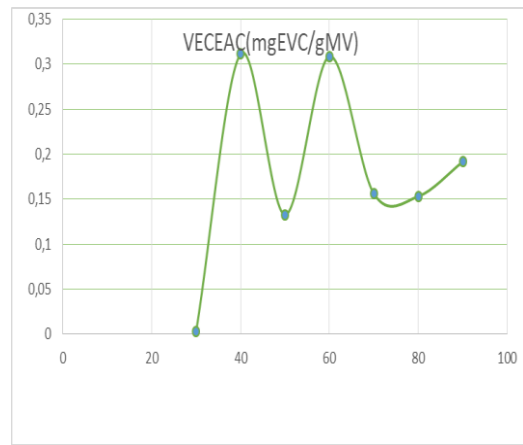
Il a été constaté que la fréquence améliore la récupération des composés phénoliques.

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

Les résultats ont montré que la CPT et le VCEAC ont augmentées de manière significative lorsque la fréquence ultrasonique optimum est de 60 Hz où la valeur de la CPT et de VCEAC les plus élevées sont de 9.56 (mg EAG/g MV) et 0.308 (mg EVC/g MV), respectivement. Cela pourrait s'expliquer par le fait que la durée d'extraction ultrasonique présente un effet positif sur le CPT et sur le VCEAC en donnant une chance à la pénétration complète du liquide, à la libération et à la dissolution de différentes substances des matières premières. En effet, le taux de ces composés est proportionnel à l'activité réductrice, Par conséquent, nous notons que les valeurs se situent à peu près dans la même plage [24], il a donc été considéré que la valeur maximale pour de fréquence ultrasonique est 60 Hz avec les valeurs -1= 50 Hz et +1= 70 Hz.



A



B

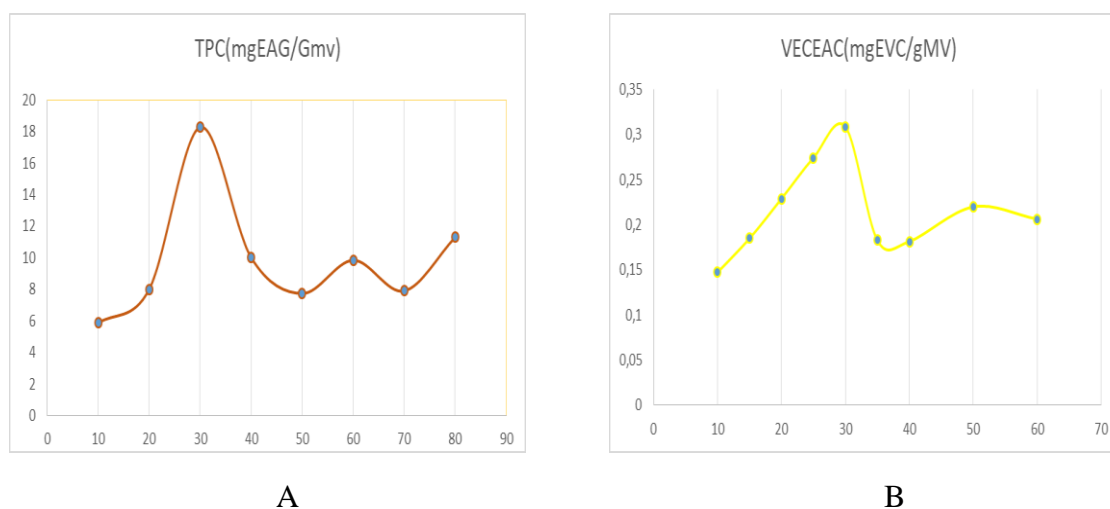
**FIGURE 3.9 :** Etude préliminaire sur le paramètre fréquence ultrasonique d'extraction par A : TPC, B : TEST FRAP.

### 3.1.2. Rapport masse-volume

De nombreuses études indiquent que Le rapport liquide/solide peut affecter le processus d'échographie extraction et doit donc être pris en considération [33]. L'effet du rapport solide-liquide sur l'extraction des composés phénoliques des déchets de panicule de sorghos local rouge (*Sorghum bicolor* L, Moench), a été évalué à l'aide de onze rapports :

(10 : 0,5, 15 : 0,5, 20 : 0,5, 25 : 0,5, 30 : 0,5, 35 : 0,5, 40 : 0,5, 50 : 0,5, 60 /g) sur une période d'extraction de 30 min, à 45 ° et fréquence 60 Hz.

Les résultats ont montré que la CPT et le VCEAC ont augmentées de manière significative lorsque le rapport optimum est de 0,5 : 30 (g /ml) où les valeurs de la CPT et de VCEAC les plus élevées sont de 18.273 (mg EAG/g MV) et 0.308 (mg EVC/g MV), respectivement. Cela pourrait s'expliquer par le fait que la durée d'extraction présente un effet positif sur les CPT et sur le VCEAC en donnant une chance à la pénétration complète du liquide, à la libération et à la dissolution de différentes substances des matières premières. Après 30 min, la diminution du CPT et de VCEAC peut être due aux temps d'extraction plus longs qui augmentent l'oxydation des composés phénoliques. La différence observée au niveau de l'activité antioxydant est certainement liée aux taux des polyphénols dans les extraits [24]. Il



a donc été considéré que la valeur maximale pour Le rapport liquide/solide est 0,5 : 30 (g/ml) avec les valeurs -1= 0,5 : 25 (g /ml) et +1= 0,5 : 35 (g/ml)

**FIGURE3.10** : Etude préliminaire sur le volume d'extraction par A : CPT, B : TEST FRAP.

### 3.2. Domaines expérimentaux des facteurs

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

**TABLEAU 3.3** : les domaines expérimentaux des facteurs étudiés dans l'optimisation des composés phénoliques

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

### 3.3. Optimisation des conditions d'extraction

La méthode des surfaces de réponse a permis de déterminer une relation d'approximation entre les variables d'entrée (temps, rapport solide-liquide, fréquence et température). Cette relation est formulée par un polynôme de second degré. Ce dernier permettra d'optimiser les paramètres de la réaction d'extraction afin d'atteindre des réponses souhaitables. Pour optimiser le processus d'extraction des composés phénoliques totaux à partir des déchets de panicule de sorghos locaux rouges. Les valeurs de plage et de point central des trois variables indépendantes étaient basées sur les résultats expérimentaux préliminaires, ont été choisis comme condition centrale de la matrice expérimentale de Box-Behnken. Les teneurs en phénol totaux et en VCEAC (FRAP) ont été sélectionnées comme réponses pour la combinaison des variables indépendantes comme indiqué dans le (**tableau3.4**).

Grâce à l'optimisation numérique, les conditions expérimentales idéales pour maximiser simultanément le CPT et le FRAP ont été déterminées. Ces conditions sont : un temps d'extraction de 26,39 minutes, une température de 49,45 °C, une fréquence de 50,43 Hz, et un volume de solvant de 33,86 mL. Sous ces paramètres, les valeurs prédites optimales sont de 6,490 mg EAG/g pour la teneur en composés phénoliques et de 0,174 mg EAA/g pour la capacité réductrice.

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

Des équations de régression multiple suivantes ont été obtenues à partir de modèle (Eq. 01) en intégrant les variables indépendantes (X1, X2, X3 et X4) et leurs coefficients indiqués dans le **tableau 3.3**:

□ **Équation de régression multiple du CPT :**

$$Y (\text{CPT}) = 0.1277 - 0.013 X_1 - 0,0688X_2 + 0,3717 X_3 - 0,2131X_4 + 0,0169X_1 X_2 + 0.0519X_1 X_3 + 0,0561 X_1X_4 + 0,2830 X_2X_3 - 0.2000 X_2X_4 + 0,1848X_3X_4 + 0,3245X_1^2 + 0,3700X_2^2 - 0,2212X_3^2 + 0,0536X_4^2. (\text{Eq} .02)$$

□ **Équation de régression multiple du FRAP :**

$$Y (\text{FRAP}) = - 0.0010 + 0,0055X_1 - 0.0054X_2 + 0,0092 X_3 - 0,0201X_4 + 0,0051X_1X_2 + 0,0137X_1X_3 - 0,0015X_1X_4 + 0.0184X_2X_3 - 0,0072X_2X_4 + 0.0037X_3X_4 - 0.0026X_1^2 - 0,0091X_2^2 - 0.0168X_3^2. (\text{Eq} .03 )$$

**TABLEAU 3.4 :** La matrice expérimentale de box-Behnken pour quatre facteurs ( $X_1$ ,  $X_2$ ,  $X_3$  ET  $X_4$ ) et leurs réponses la moyenne des composés phénoliques totaux (CPT) ET VCEAC

Std	Run	A: t (min)	B:T (°C)	C: F (Hz)	D: V (ml)	CPT (mgEAG/g MV)	FRAP (mg EVC/g MV)
20	1	35	45	70	30	5.82259	0.140251
22	2	30	50	60	25	4.70618	0.108832
19	3	25	45	70	30	5.47926	0.13616
27	4	30	45	60	30	5.42321	0.137119
16	5	30	50	70	30	5.97674	0.130023
8	6	30	45	70	35	5.66494	0.104821
21	7	30	40	60	25	5.32317	0.130008
17	8	25	45	50	30	5.85529	0.150352
2	9	35	40	60	30	6.15191	0.157735
26	10	30	45	60	30	5.32511	0.154091
24	11	30	50	60	35	5.98374	0.169817
3	12	25	50	60	30	5.69647	0.17231
25	13	30	45	60	30	4.95376	0.139996
9	14	25	45	60	25	4.96894	0.134536
28	15	30	45	60	30	5.37416	0.137567
18	16	35	45	50	30	6.13089	0.134051
4	17	35	50	60	30	5.64275	0.131622
5	18	30	45	50	25	4.63612	0.106142
1	19	25	40	60	30	5.35314	0.118133
14	20	30	50	50	30	6.13089	0.144982
12	21	35	45	60	35	5.73851	0.151023
23	22	30	40	60	35	5.46875	0.117276
13	23	30	40	50	30	6.20095	0.138653
15	24	30	40	70	30	5.82259	0.129544
10	25	35	45	60	25	4.94947	0.108113
6	26	30	45	70	25	5.23169	0.104038
11	27	25	45	60	35	5.5505	0.122795
7	28	30	45	50	35	5.8693	0.135921

Le coefficient de détermination ( $R^2$ ) mesure l'adéquation entre le modèle issu d'une régression multiple et les données expérimentales observées [34]. Il est de l'ordre de signifiant qu'uniquement et des variations n'ont pas été expliquées par les modèles pour CPT et FRAP respectivement (**Tableau 3.6**). Plus le  $R^2$  est proche de 1, plus le modèle expérimental correspond aux données réelles. Cependant, si la valeur de  $R^2$  est faible, indique que certaines variables importantes n'ont pas été prises en compte dans le modèle

[35]. Le  $R^2$  ajusté est une version modifiée du  $R^2$ , il est ajusté pour tenir compte du nombre de variable dans le modèle. L'analyse de la variance des CPT et FRAP a donné une valeur de  $R^2$  (ajusté) et respectivement.  $R^2$  ajusté est toujours inférieur au  $R^2$  (Tableau) **3.5**

Coefficients de régression et leurs significations statistiques.

Terme	Coefficients	Erreur standard	Valeur-p
CPT			
A			0.0331
B	0.1277	0.0536	0.7797
C	-0.0153		0.2217
D	-0.0688	0.0536	
AB	0.3717	0.0928	<0.000
AC	-0.2131	0.0928	1
AD	0.0169	0.0928	0.0390
BC	0.0519	0.0928	0.8581
BD	0.0561	0.0928	0.5859
CD	0.2830	0.0928	0.5564
$A^2$	-0.2000	0.0928	0.0093*
$B_2$	0.1848	0.0758	0.0506
$C^2$	0.3245	0.0758	0.0299
$D_2$	0.3700	0.0758	0.0009*
	-0.2212	0.0758	0.0003*
		0.0758	0.0120
Test FRAP•			
A	0.0010	0.0020	0.6427
B	0.0055	0.0020	0.0172*
C	0.0054	0.0020	0.0186*
D	0.0092	0.0035	0.0006*
AB	0.0201	0.0035	<0.0001*
AC		0.0035	0.1692
AD	0.0051	0.0035	0.0018*
BC	0.0137	0.0035	0.6831
B	0.0015	0.0035	0.0002*
CD	0.0184	0.0035	
$A^2$	0.0072	0.0035	
$B_2$	0.0037		
$C^2$			
D	0.0026	0.0029	0.0590
	0.0091	0.0029	0.2232
	0.0168	0.0029	0.3728
		<u>0.0029</u>	0.0072*
			<0.0001*

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

La valeur-p a été utilisée pour vérifier la signification de chaque coefficient, elle est inférieure à 0,05 ce qui indique que ces modèles sont significatifs et que l'équation de régression s'adapte très bien à la situation réelle reflétant la relation entre l'extraction des composés phénoliques et les conditions d'extraction (temps, rapport solide-liquide et température) [34]. En outre, le défaut d'ajustement ( $p > 0,0001$ ) renforce également la fiabilité et l'adéquation des modèles [36]. Les valeurs-p du défaut d'ajustement sont supérieures de 0.71 pour CPT et FRAP, ce qui implique que l'ajustement de ces modèles est adéquat pour décrire les données expérimentales (**Tableau 3.6**).

**Tableau 3.6** : L'analyse de la variance des modèles polynomiaux du second ordre.

Régression	$R^2$	$R_2$ (ajusté)	Rapport F du modèle	Valeur-p	Défaut d'ajust. (valeur-p)
Y (CPT)	0.9131	0.8194	9.75	0.0001	0.7196
Y (FRAP)	0.9296	0.8538	12.27	0.00001	0.7142

### 3.4. Analyse des diagrammes des surfaces de réponse

Les diagrammes de surface de réponse tridimensionnelle (a, b, c, d, e et f des **figures 3.11 et 3.12**) illustrent la relation entre la teneur de CPT et le pouvoir réducteur (FRAP) de déchet de panicule de (*Sorghum bicolor* L, Moench) et deux variables expérimentales (temps d'extraction, température d'extraction, fréquence ultrasonique et le rapport solide-liquide) et les deux autres facteurs fixes, respectivement.

#### 2.4.1. L'effet des variables sur la teneur CPT :

L'analyse des effets individuels des quatre variables indépendantes sur l'extraction des composés phénoliques totaux (CPT) révèle que chacune d'elles contribue de manière distincte à la variation des résultats. La température d'extraction s'est révélée être le paramètre le moins influent. Cette faible influence est attribuée à la contribution réduite de ses composantes linéaire et quadratique (notées B et  $B^2$ ), ce qui est confirmé par la morphologie relativement plane des surfaces de réponse dans les **figures 3.11** (a, d et e.) Le facteur temps d'extraction montre également une influence limitée, en lien avec la faible pondération de ses effets linéaire (A) et quadratique ( $A^2$ ). Cette tendance est représentée par des équations de régression multiple suivantes ont été obtenues à partir de modèle (Eq. 01)

en intégrant les variables indépendantes (X1, X2, X3 et X4) et leurs coefficients indiqués dans le **tableau 3.6**:

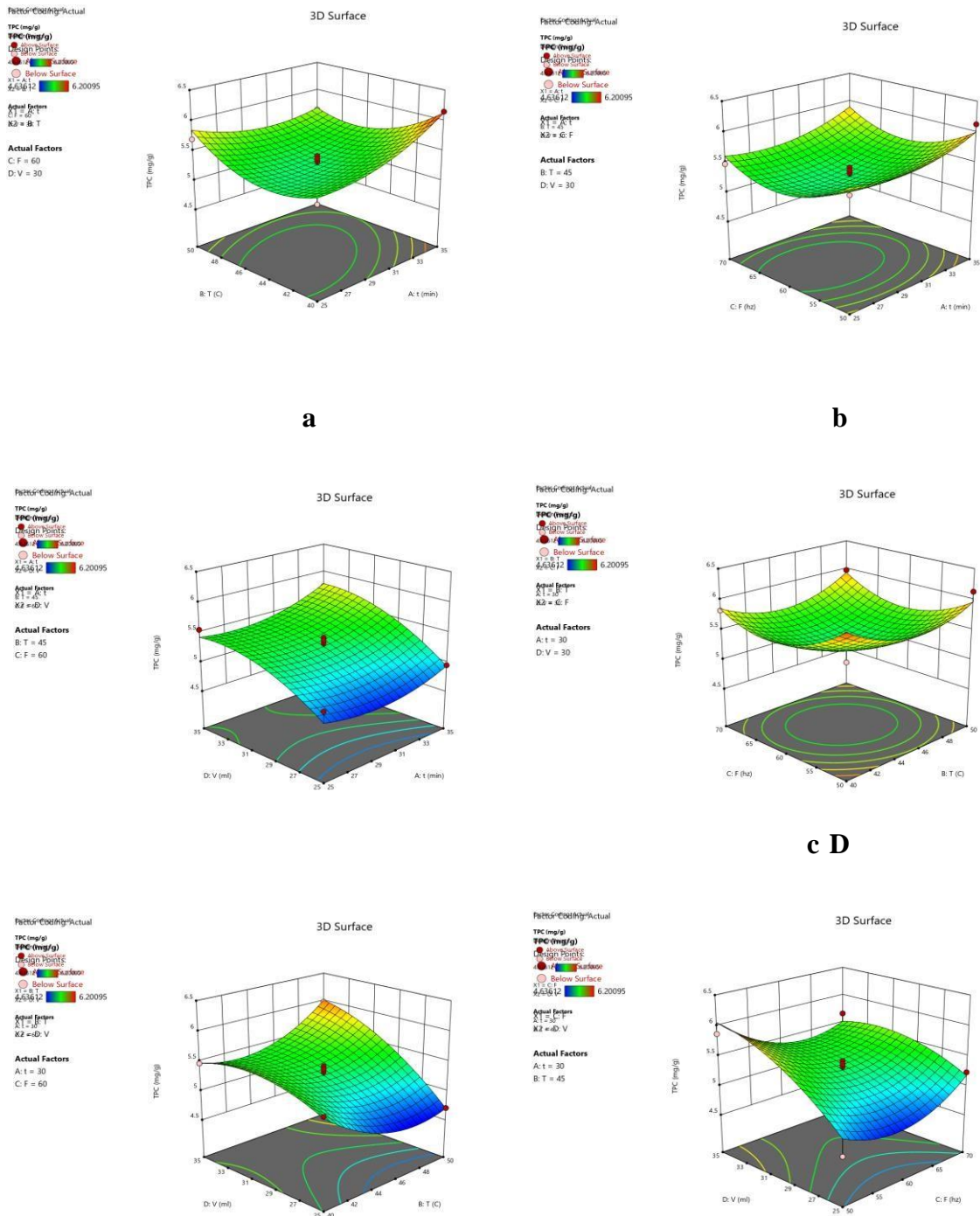
Le coefficient de détermination ( $R^2$ ) mesure l'adéquation entre le modèle issu d'une régression multiple et les données expérimentales observées [34]. Il est de l'ordre de signifiant que uniquement et des variations n'ont pas été expliquées par les modèles pour CPT et FRAP • respectivement (**Tableau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

### **3.5. Analyse des diagrammes des surfaces de réponse**

Les diagrammes de surface de réponse tridimensionnelle (a, b, c, d, e et f des **figures 3.11 et 3.12**) illustrent la relation entre la teneur de CPT et le pouvoir réducteur (FRAP) de déchet de panicule de (*Sorghum bicolor* L, Moench) et deux variables expérimentales (temps d'extraction, température d'extraction, fréquence ultrasonique et le rapport solide-liquide) et les deux autres facteurs fixes, respectivement.

#### **2.4.2. L'effet des variables sur la teneur CPT :**

L'analyse des effets individuels des quatre variables indépendantes sur l'extraction des composés phénoliques totaux (CPT) révèle que chacune d'elles contribue de manière distincte à la variation des résultats. La température d'extraction s'est révélée être le paramètre le moins influent. Cette faible influence est attribuée à la contribution réduite de ses composantes linéaire et quadratique (notées B et  $B^2$ ), ce qui est confirmé par la morphologie relativement plane des surfaces de réponse dans les **figures 3.11** (a, d et e.) Le facteur temps d'extraction montre également une influence limitée, en lien avec la faible pondération de ses effets linéaire (A) et quadratique ( $A^2$ ). Cette tendance est représentée par



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

Les variations modérées des courbes des diagrammes (a, b et c) de la **figure 3.11**. À l'inverse, la fréquence ultrasonique apparaît comme l'un des paramètres les plus déterminants dans l'efficacité d'extraction. L'impact important de ses termes linéaire et quadratique (C et C<sup>2</sup>) se traduit par des déformations marquées des surfaces de réponse,

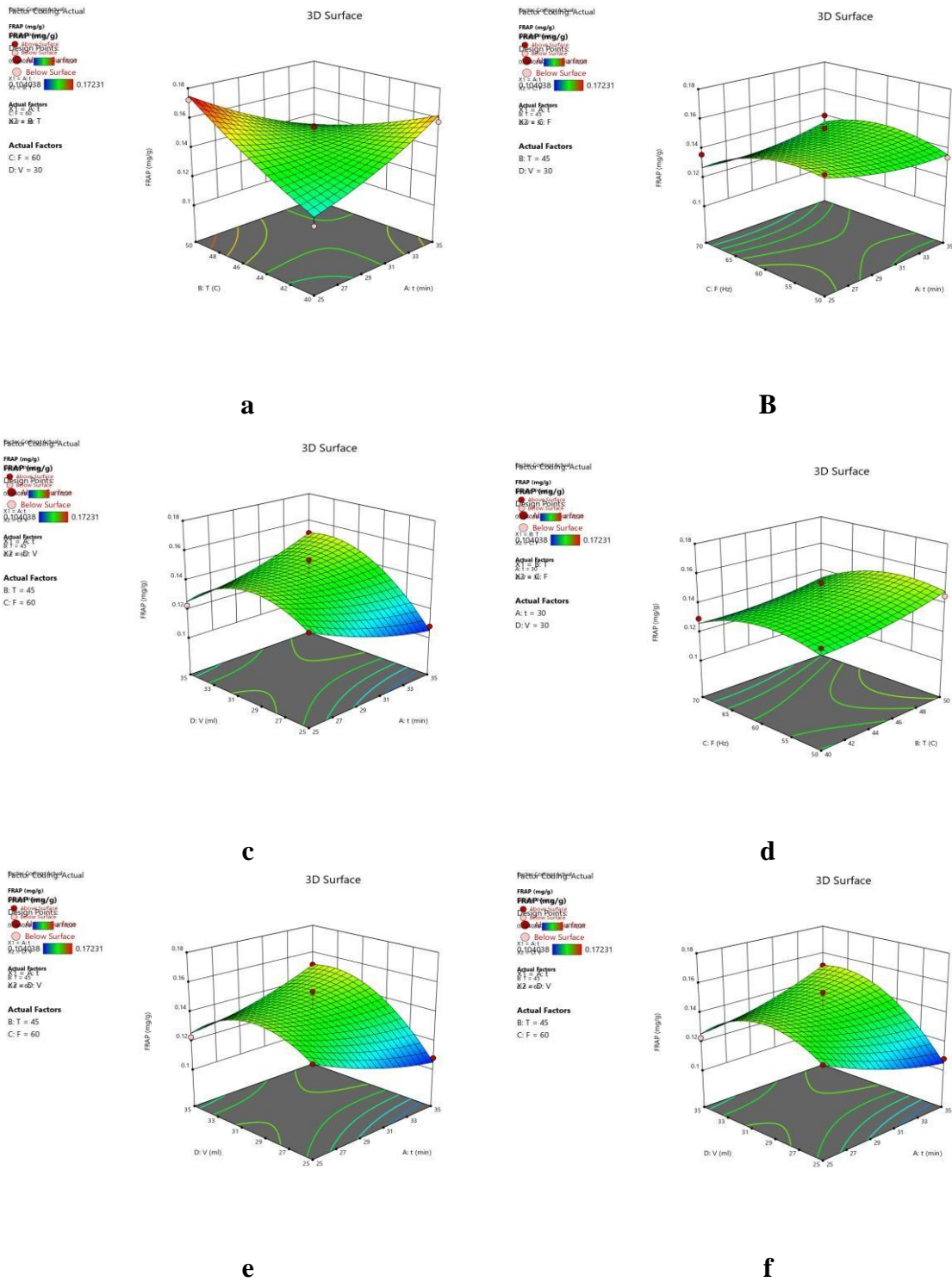
notamment dans les graphiques (c, e et f). De même, le rapport solide/liquide a exercé une forte influence, aussi bien en termes linéaires que quadratiques ( $D$  et  $D^2$ ). Ce comportement s'explique par le fait que l'augmentation du solvant facilite la pénétration cellulaire, favorisant ainsi la migration des composés phénoliques vers le milieu extracteur [37], comme illustré dans les figures (b, d et f). Les conditions optimales observées pour une extraction maximale des CPT comprenaient un rapport solide/liquide situé entre 1:30 et 1:35 (g/mL), une fréquence d'environ 50 à 55 Hz, un temps d'extraction compris entre 30 et 35 minutes, et une température modérée allant de 40 à 45 °C. En conclusion, le paramètre ayant eu l'effet le plus significatif sur la libération des CPT est le rapport solide/liquide, suivi de la fréquence ultrasonique, du temps d'extraction, tandis que la température a eu une incidence marginale.

#### 2.4.3. L'effet des variables sur FRAP:

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

Les quatre variables ont une influence indépendante sur la réponse FRAP, le temps d'extraction a eu un effet très faible ce qui explique les formes des surfaces de réponse (**a, b et c de la figure3.18**) qui sont principalement dues aux termes linéaires et quadratiques ( $A$ ,  $A^2$ ) de temps d'extraction. La température d'extraction a un effet beaucoup plus important que l'effet de temps d'extraction, cela est dû majoritairement au terme linéaire ( $B$ ) et l'effet quadratique de la température d'extraction ( $B^2$ ) (eq3). La fréquence ultrasonique a un effet très important sur le FRAP ce qui explique les formes des surfaces de réponse (**c, e et f de figure3.18**) qui sont principalement dues aux termes linéaires et quadratiques ( $C$ ,  $C^2$ ) de la fréquence ultrasonique d'extraction. Le rapport solide-liquide a démontré une moins d'influence sur le FRAP cela est dû majoritairement au terme linéaire du rapport masse /volume( $D$ ) et l'effet quadratique de ( $D^2$ ) ce qui explique les formes des surfaces de réponse (**b, d et f de figure3.18**).

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



**FIGURE 3.12:** Diagramme de surface de réponse montrant l'effet du déférant variable d'extraction sur le FRAP

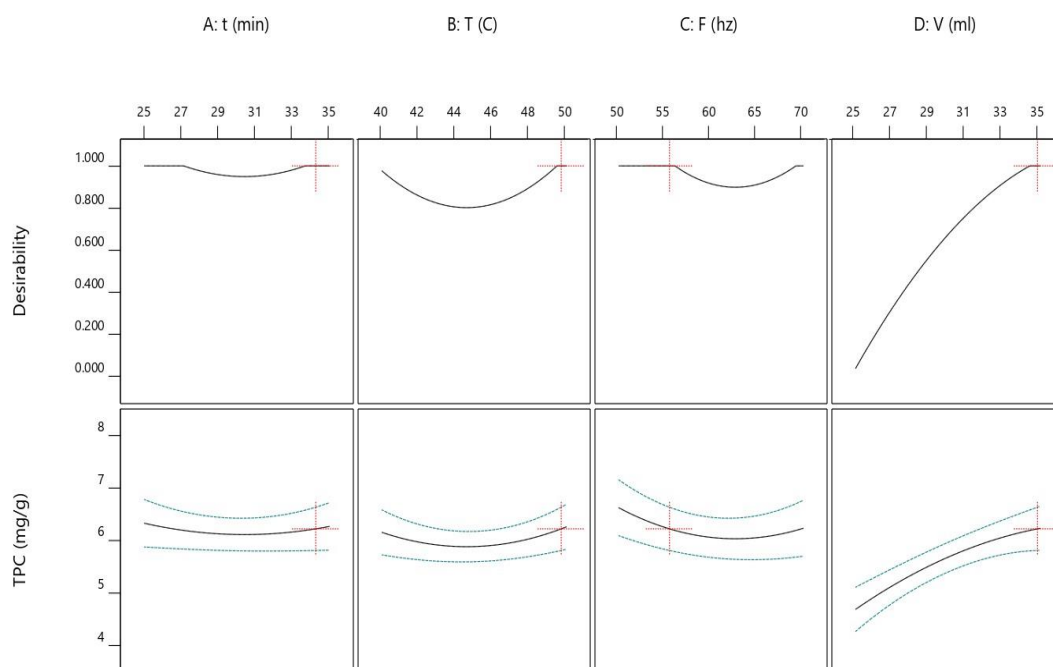
De ce qui précède, la température d'extraction a joué un rôle le plus important dans l'extraction des antioxydants vis-à-vis le test FRAP, suivi par l'effet de la fréquence

ultrasonique, ensuite l'effet du rapport solide-liquide et enfin, faiblement l'effet de temps d'extraction.

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

#### 3.5.1. Les conditions optimales pour les CPT

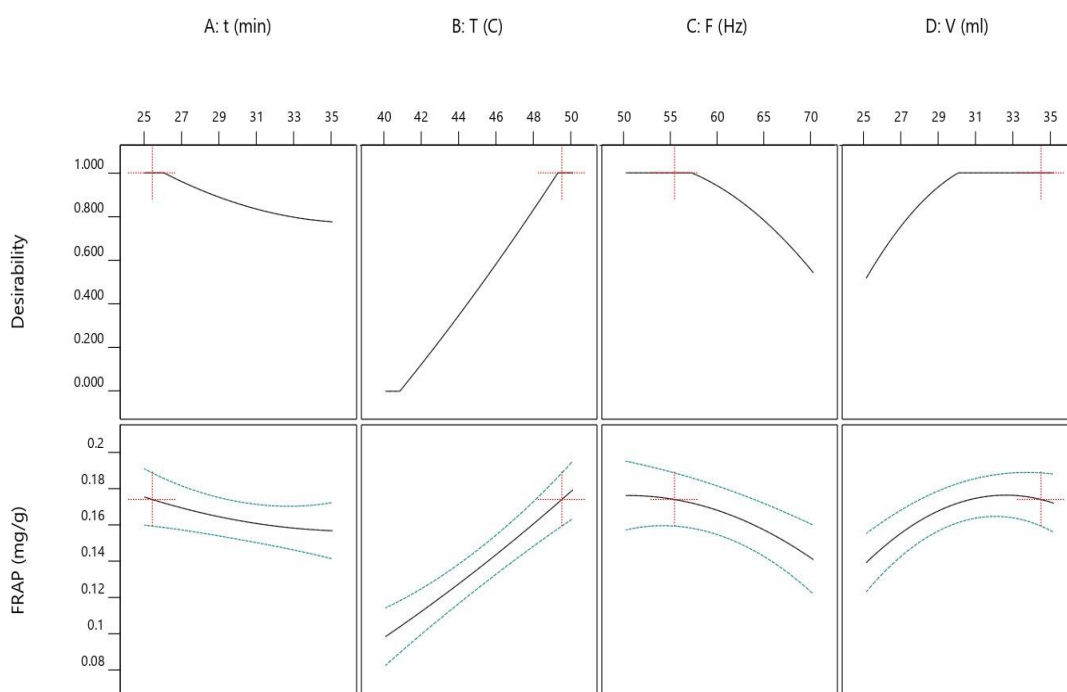
Les conditions optimales pour maximiser la teneur en composés phénoliques totaux (CPT) ont été déterminées à l'aide d'un modèle quadratique basé sur la méthodologie de surface de réponse. Ces conditions correspondent à un temps d'extraction de 34,26 minutes, une température de 49,71 °C, une fréquence de 55,51 Hz, et un volume de solvant de 34,85 mL. Sous ces paramètres, la teneur prédite en composés phénoliques atteint 6,231 mg équivalents acide gallique par gramme d'extrait, ce qui représente un rendement optimal. Cette optimisation suggère que l'augmentation modérée de la température et du volume du solvant, associée à un temps d'extraction suffisamment long et une agitation contrôlée, favorise efficacement l'extraction des composés phénoliques sans provoquer leur dégradation thermique ou oxydative. Ces résultats soulignent l'importance d'un équilibre précis entre les conditions opératoires pour obtenir une efficacité maximale dans l'extraction des antioxydants naturels (**Figure 3.13**).



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

#### 3.5.2. Les conditions optimales pour les FRAP

Les conditions optimales pour les FRAP sont les suivantes (**Figure 3.14**) : un temps d'extraction de 25,43 minutes, une température de 49,41 °C, une fréquence de 55,20 Hz et un volume de solvant de 34,32 mL. Ces paramètres ont été identifiés à l'aide d'un modèle quadratique significatif basé sur l'analyse de réponse de surface (RSM). À ces conditions, la valeur prédite du FRAP atteint 0,174 mg équivalent acide ascorbique par gramme d'extrait, ce qui représente un rendement antioxydant optimal dans les limites expérimentales testées. Ce résultat suggère que l'extraction doit être réalisée à température relativement élevée, avec un volume de solvant important, mais avec un temps court et une fréquence modérée, afin d'éviter la dégradation des composés phénoliques sensibles tout en maximisant leur libération dans le solvant.

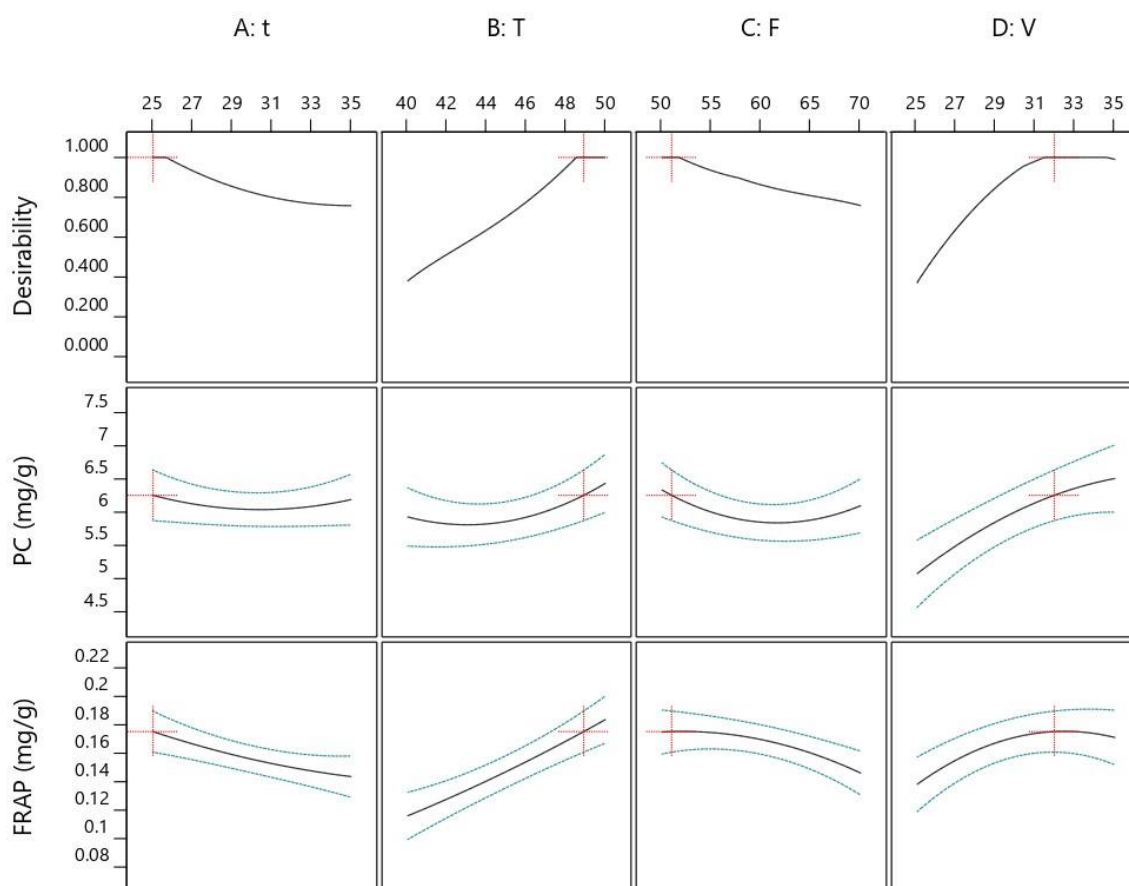


**FIGURE 3.14** : Combinaison optimale pour une meilleure activité antioxydant FRAP.

### 3.5.3. Les conditions optimales pour les TPC avec FRAP

Les conditions optimales conjointes pour maximiser à la fois la teneur en composés phénoliques totaux (TPC) et la capacité antioxydant (FRAP) ont été déterminées à l'aide d'un modèle quadratique basé sur la méthodologie de surface de réponse (RSM) (figure3.15). Les paramètres optimaux sont les suivants : un temps d'extraction de 26,39 minutes, une température de 49,45 °C, une fréquence de 50,43 Hz, et un volume de solvant

de 33,86 mL. Sous ces conditions, les valeurs prédites sont de 6,490 mg EAG/g pour le TPC et de 0,174 mg équivalent acide ascorbique/g pour le FRAP. Ce compromis permet d'obtenir simultanément un rendement élevé en composés phénoliques et une forte activité antioxydant. Il reflète un équilibre optimal entre les effets positifs de la température et du volume sur l'extraction, tout en limitant les effets négatifs potentiels d'un temps ou d'une agitation excessive. Ces résultats montrent qu'une extraction bien contrôlée dans des conditions modérées est idéale pour valoriser au mieux les composés bioactifs d'origine végétale.



**FIGURE 3.15:** Combinaison optimale pour une meilleure extraction des tpc et l'activité antioxydant FRAP.

### 3.6. Expérimentation des meilleures conditions établies sur quelques déchets de sorgho locaux

Une comparaison a été effectuée entre les résultats expérimentaux du contenu en composés phénoliques totaux (CPT) et de l'activité antioxydant (FRAP) de l'échantillon de référence (SRE) et des autres extraits étudiés, dans le but d'évaluer la proximité des propriétés phénoliques et réductrices des différents extraits (Tableau 3.7).

**Tableau 3.7 :** Variation du contenu phénolique et de l'activité antioxydant dans les conditions optimales de quelques déchets de sorgho locaux

Échantillon	CPT (mg EAG/g MS)	FRAP (mg/gl Fe <sup>2+</sup> )
SRE	6,23	0,174
NB	0,406	0,038
SB	3,106	0,054
SR1	6,295	0,179
SR2	6,009	0,167
SR3	2,795	0,0515
BR	6,219	0,155
BB	1,022	0,0153

Les échantillons SR1, SR2 et BR ont montré des valeurs très proches de celles de l'échantillon de référence, aussi bien pour le CPT (respectivement 6,295 ; 6,009 et 6,219 contre 6,23) que pour le FRAP (0,179 ; 0,167 et 0,155 contre 0,174), ce qui suggère une similarité dans la composition chimique végétale, notamment en ce qui concerne la nature et la quantité des composés phénoliques à potentiel réducteur. Cette proximité est vraisemblablement liée à la couleur rouge dominante de ces échantillons, souvent associée à une concentration plus élevée en anthocyanes et autres phénols facilement extractibles. En revanche, l'échantillon NB (de couleur blanche) a enregistré les valeurs les plus faibles en CPT et FRAP, ce qui pourrait s'expliquer par une faible teneur en composés actifs ou une difficulté d'extraction due à la structure tissulaire ou à la nature chimique de l'échantillon. D'autres échantillons tels que SB, BB et SR3 se sont également distingués par une divergence notable par rapport au témoin, notamment en ce qui concerne le pouvoir antioxydant (FRAP), ce qui confirme que l'activité antioxydante ne dépend pas uniquement de la quantité de phénols, mais aussi de leur structure chimique et de leur réactivité

réductrice. Malgré ces différences, toutes les analyses ont été réalisées dans des conditions expérimentales strictement identiques, ce qui confère une crédibilité scientifique à la comparaison et renforce la fiabilité de l'interprétation.

L'évaluation de l'existence des différences significatives entre les groupes de sorgho étudiés par le test de Kruskal-Wallis, les valeurs de  $p$  (Tableau 3.8) sont inférieures au seuil de signification de 0,05 ( $p < 0,003$ ), indiquant une différence significative entre les groupes de sorgho.

**Tableau 3.8** : Analyse des différences entre groupes – test de KRUSKAL-WALLIS

<b>Variable</b>	<b>H de Kruskal-Wallis</b>	<b>Valeur de p (Sig.)</b>
<b>CPT</b>	21,853	0,003
<b>FRAP</b>	22,120	0,002

### **3.5. Analyse hiérarchique des clusters**

Le dendrogramme obtenu par la méthode de Ward met en évidence les relations de similarité entre huit déchets de sorgho locale, répartis en deux groupes principaux : les sorghos blancs (SB, NB, BB) et les sorghos rouges (SRE, BR, SR1, SR2, SR3) (Figure 3.16). Ces résultats renforcent l'interprétation de l'analyse des différences entre groupes par le test de Kruskal Wallis.

#### **3.5.1. Groupe 1 : Sorghos blancs**

Les lands races NB et BB présentent une très forte similarité (distance quasi nulle), suggérant une proximité génétique ou phénotypique élevée. La variété SB, bien qu'un peu plus éloignée, demeure étroitement associée à ce groupe, ce qui confirme une homogénéité globale au sein des sorghos blancs.

#### **3.5.2. Groupe 2 : sorghos rouges**

Un sous-groupe très homogène est formé par SRE et BR, fusionnés à une distance minimale. Ce résultat peut traduire une origine génétique commune ou des caractéristiques morpho agronomiques similaires.

SR1 et SR2 constituent également un cluster cohérent, mais apparaissent à une distance de fusion plus élevée, révélant une divergence plus marquée avec les autres génotypes rouges.

La variété SR3, bien qu'appartenant à la classe des sorghos rouges, est regroupée avec le cluster des sorghos blancs (SB, NB, BB). Cette position atypique suggère que SR3 possède des caractéristiques intermédiaires, voire une affinité plus grande avec les variétés blanches.



---

# *Conclusion*

---

**\_\_\_\_\_**

#### **4. Conclusion générale**

En conclusion, cette étude, intitulée « Détermination des conditions optimales de l'extraction ultrasonique, ainsi le pouvoir réducteur des extraits phénoliques des déchets de sorghos (*Sorghum bicolor* L., Moench) locaux. Applications du plan de Box-Behnken », s'est inscrite dans une démarche d'optimisation de l'extraction des composés phénoliques à partir de déchets végétaux, en exploitant les avantages offerts par l'extraction assistée par ultrasons. Grâce à l'utilisation du plan expérimental de type Box-Behnken, il a été possible de modéliser les effets linéaires, quadratiques et d'interaction de quatre variables indépendantes (temps, température, fréquence ultrasonique et rapport solide/liquide) sur deux réponses majeures : la teneur en composés phénoliques totaux (TPC) et l'activité antioxydante par la méthode FRAP. Les analyses statistiques (ANOVA) ont confirmé la pertinence et la significativité des modèles quadratiques pour les deux réponses, avec des coefficients de détermination élevés ( $R^2 = 0.91$  pour le TPC et  $R^2 = 0.93$  pour le FRAP), traduisant une bonne adéquation entre les données expérimentales et les prédictions du modèle. Les variables D (rapport solide/liquide) et C (fréquence ultrasonique) ont montré un effet hautement significatif, particulièrement sur la réponse antioxydante, tandis que les effets quadratiques des variables  $A^2$ ,  $B^2$ ,  $C^2$  et  $D^2$  ont été statistiquement significatifs, révélant la non-linéarité du comportement du système. Les conditions opératoires optimales permettant de maximiser simultanément le rendement en composés phénoliques et leur capacité réductrice ont été déterminées comme suit : un temps d'extraction de 26.39 minutes, une température de 49.45 °C, une fréquence ultrasonique de 50.43 kHz, et un rapport solide/liquide de 33.86 mL/g. Sous ces conditions, la teneur prédite en polyphénols atteint 6.490 mg EAG/g MS, tandis que la valeur maximale du pouvoir réducteur (FRAP) atteint 0.174 mg EVC/g MS, démontrant l'efficacité du procédé ultrasonique appliqué. Ces résultats confirment que l'ultrasonication, associée à un ajustement précis des paramètres, constitue une stratégie efficace, rapide et éco-compatible pour la valorisation des sous-produits agroalimentaires. La richesse des extraits obtenus en composés antioxydants naturels renforce leur potentiel d'application dans les industries alimentaires comme agents de conservation naturels, dans le domaine pharmaceutique comme agents de prévention contre le stress oxydatif, ou encore dans les formulations cosmétiques en tant qu'ingrédients actifs anti-âge. Ce travail ouvre également la voie à des études complémentaires sur l'identification structurale des phénols extraits et l'évaluation de leur bioactivité in vivo, afin de mieux exploiter le potentiel fonctionnel du sorgho rouge local.

---

# *Références*

# *Bibliographies*

---

- [1] Mabelebele, M., Siwela, M., Gous, R. M., & Iji, P. A. (2015). Chemical composition and nutritive value of South African sorghum varieties as feed for broiler chickens. *South African Journal of Animal Science*, 45(2), 206–213. <https://doi.org/10.4314/sajas.v45i2.12>
- [2] Rao, S., Santra, J. S., Cao, L., & Wang, K. (2018). Characterization of phenolic compounds and antioxidant activity in sorghum grains. *Journal of Cereal Science*, 84, 103–111. <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2018.07.013>
- [3] Ba, K., Tine, E., Destain, J., Cissé, N., & Thonart, P. (2010). Étude comparative des composés phénoliques, du pouvoir antioxydant de différentes variétés de sorgho sénégalais et des enzymes amylolytiques de leur malt. *Biotechnologie, Agronomie, Société et Environnement*, 14(1), 131–139.
- [4] Iyabo, O. O., Ibiyinka, O., & Abimbola Deola, O. (2020). Comparative study of nutritional, functional and antinutritional properties of white Sorghum bicolor and Pennisetum glaucum (pearl millet). *International Journal of Engineering Technology and Management Research*, 5(3), 117–124. <https://doi.org/10.29121/ijetmr.v5.i3.2018.187>
- [5] Sorour, M., Mehanni, A., Taha, E., & Rashwan, A. (2017). Changes of total phenolics, tannins, phytate and antioxidant activity of two sorghum cultivars as affected by processing. *Journal of Food and Dairy Sciences*, 8(7), 297–303. <https://doi.org/10.21608/jfds.2017.38699>
- [6] Sabiha, A. (2013). Polyphénols de l'alimentation : extraction, pouvoir antioxydant et interactions avec des ions métalliques [Thèse de doctorat, Université de Lorraine]. [Archives-Ouvertes.fr](https://www.archives-ouvertes.fr/).
- [7] Benarfa, A., Gourine, N., Hachani, S., Harrat, M., & Yousfi, M. (2020). Optimization of ultrasound-assisted extraction of antioxidative phenolic compounds from *Deverra scoparia* Coss. & Durieu (flowers) using response surface methodology. *Journal of Food Processing and Preservation*, 44(7), 1–10. <https://doi.org/10.1111/jfpp.14514>
- [8] Enone, B. S., Kamga, S. L., Dzeufiet, D. E., Temgoua, G. F., & Tchinda, J. H. (2022). Characterization and quantification of phenolic compounds of hydroethanolic extracts and fractions of *Gnetum africanum* and *Gnetum buchholzianum* (Gnetaceae). *Open Journal of Applied Sciences*, 12(7), 1304–1318. <https://doi.org/10.4236/ojapps.2022.127090>
- [9] Ben Ahmed, Z., Hefied, F., Yousfi, M., Demeyer, K., & Vander Heyden, Y. (2022). Study of the antioxidant activity of *Pistacia atlantica* Desf. gall extracts and evaluation of the responsible compounds. *Biochemical Systematics and Ecology*, 100, 104358. <https://doi.org/10.1016/j.bse.2021.104358>

- [10] Santos-Sánchez, N. F., Salas-Coronado, R., Villanueva-Cañongo, C., & Hernández-Carlos, B. (2019). Antioxidant compounds and their antioxidant mechanism. In *Antioxidants (IntechOpen)*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.85270>
- [11] Boizot, N., & Charpentier, J.-P. (2006). Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. *Les Cahiers Techniques de l'INRA*, (June), 79–82.
- [12] Newman, D. J., & Cragg, G. M. (2012). Natural products as sources of new drugs over the 30 years from 1981 to 2010. *Journal of Natural Products*, 75(3), 311–335. <https://doi.org/10.1021/np200906s>
- [13] Shah, P., & Modi, H. A. (2015). Comparative study of DPPH, ABTS and FRAP assays for determination of antioxidant activity. *International Journal of Research in Applied Science and Engineering Technology*, 3(6), 224–232.
- [14] Blackwell, D. L., Herald, T. J., Bean, S. R., & Gadgil, P. (2012). Alkaline extraction of phenolic compounds from intact sorghum kernels. *International Journal of Food Science & Technology*, 47(12), 2480–2487. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2012.03138.x>
- [15] Chung, I. M., Seo, M. Y., Kang, M. H., Park, S. Y., & Jung, J. C. (2011). Antidiabetic effects of three Korean sorghum phenolic extracts in normal and streptozotocin-induced diabetic rats. *Food Research International*, 44(1), 127–132. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2010.10.051>
- [16] Z. Ben Ahmed, F. Hefied, M. Yousfi, K. Demeyer, and Y. Vander Heyden, “Study of the antioxidant activity of *Pistacia atlantica* Desf. Gall extracts and evaluation of the responsible compounds,” *Biochem. Syst. Ecol.*, vol. 100, 2022, doi: 10.1016/j.bse.2021.104358.
- [17] Alfieri, M., Venora, G., Fanelli, C., & Sgaramella, R. (2017). Antioxidant activity in a set of sorghum landraces and breeding lines. *Maydica*, 62(3), 1–8.
- [18] Agyei-Amponsah, J., Oduro-Yeboah, P., Adu-Gyamfi, M. B., & Appiah, S. (2014). Quality characteristics of pre-treated yam chips produced from irradiated yams. *British Journal of Applied Science & Technology*, 4(36), 5144–5155. <https://doi.org/10.9734/BJAST/2014/13081>
- [19] Lowe, C., Terrey, M., & McClachlan, E. A. (1952). Organic-aciduria, decreased renal ammonia production, hydrophthalmos, and mental retardation: A clinical entity. *American Journal of Diseases of Children*, 83(2), 189–196. <https://doi.org/10.1001/archpedi.1952.02040060030004>

- [20] N. Boizot and J.-P. Charpentier, “Méthode rapide d’évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d’un arbre forestier,” *Le Cah. Tech. l’Inra*, no. June, pp. 79–82, 2006.
- [21] Bouchouka, E. (2020). Extraction, caractérisation physico-chimique et activité biologique de composés phénoliques extraits de plantes sahariennes. Thèse de Doctorat, Université KasdiMerbah Ouargla, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, Département de Biologie, Algérie, 172 p.
- [22] M. K. Khan, M. Abert-Vian, A. S. Fabiano-Tixier, O. Dangles, and F. Chemat, “Ultrasound-assisted extraction of polyphenols (flavanone glycosides) from orange (*Citrus sinensis* L.) peel,” *Food Chem.*, vol. 119, no. 2, 2010, doi: 10.1016/j.foodchem.2009.08.046.
- [23] M. Al Sharif, P. Alov, V. Vitcheva, I. Pajeva, and I. Tsakovska, “Modes-of-action related to repeated dose toxicity: Tissue-specific biological roles of PPAR  $\gamma$  ligand-dependent dysregulation in nonalcoholic fatty liver disease,” *PPAR Res.*, vol. 2014, no. Figure 1, 2014, doi: 10.1155/2014/432647.
- [24] . Benzie, I. F. F., & Strain, J. J. (1996).
- [25] HARRAT, Mohamed. Étude de l’activité antioxydante des extraits des feuilles du *Pistacia lentiscus* L. Thèse de doctorat, spécialité Chimie, option Chimie organique, Université KasdiMerbah - Ouargla, Algérie, 2019/2020, 123 pages.
- [26] É. O. Barizão *et al.*, “Optimization of Antioxidant Compounds Extraction from Flesh of New Developed Apple Cultivar Using Response Surface Methodology,” *Food Anal. Methods*, vol. 6, no. 5, pp. 1407–1415, 2013, doi: 10.1007/s12161-012-9558-4.
- [27] M. Zaddem, “Application de la méthode des surfaces de réponse pour l’optimisation du blanchiment du son de blé par du peroxyde d’hydrogène et son incorporation dans une farine de pain,” 2014.
- [28] M. Zaklouta, M. El-Dine Hilali, A. Nefzaoui, and M. Haylani Edited by Monika Zaklouta, *Animal Nutrition and Product Quality Laboratory Manual International Center for Agricultural Research in the Dry Areas*.
- [29] M. Ozgen, R. N. Reese, A. Z. Tulio, J. C. Scheerens, and A. R. Miller, “Modified 2,2-azino-bis-3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonic acid (ABTS) method to measure antioxidant capacity of selected small fruits and comparison to ferric reducing antioxidant power (FRAP) and 2,2’-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH) methods,” *J. Agric. Food Chem.*, vol. 54, no. 4, pp. 1151–1157, 2006, doi: 10.1021/jf051960d.

- [30] L. Wang *et al.*, “Ultrasonic extraction and separation of anthraquinones from *Rheum palmatum* L.,” *Ultrason. Sonochem.*, vol. 15, no. 5, 2008, doi: 10.1016/j.ultsonch.2007.12.008.
- [31] I. Sifaoui, N. Chammem, M. Abderrabba, and M. Mejri, “Optimization of phenolic compounds extraction from olive leaves using experimental design methodology,” *J. Mater. Environ. Sci.*, vol. 7, no. 4, pp. 1119–1127, 2016.
- [32] B. Vongsak, P. Sithisarn, S. Mangmool, S. Thongpraditchote, Y. Wongkrajang, and W. Gritsanapan, “Maximizing total phenolics, total flavonoids contents and antioxidant activity of *Moringa oleifera* leaf extract by the appropriate extraction method,” *Ind. CropsProd.*, vol. 44, no. January, pp. 566–571, 2013, doi: 10.1016/j.indcrop.2012.09.021.
- [33] K. Bouterfas, Z. Mehdadi, D. Benmansour, M. B. Khaled, M. Bouterfas, and A. Latreche, “Optimization of Extraction Conditions of Some Phenolic Compounds from White Horehound (&i&tMarrubium vulgare&t;/i&t; L.) Leaves,” *Int. J. Org. Chem.*, vol. 04, no. 05, pp. 292–308, 2014, doi: 10.4236/ijoc.2014.45032.
- [34] L. Yang, Y. L. Cao, J. G. Jiang, Q. S. Lin, J. Chen, and L. Zhu, “Response surface optimization of ultrasound-assisted flavonoids extraction from the flower of *Citrus aurantium* L. var. *amara* Engl,” *J. Sep. Sci.*, vol. 33, no. 9, 2010, doi: 10.1002/jssc.200900776.
- [35] M. HeydariMajd, A. Rajaei, D. SalarBashi, S. A. Mortazavi, and S. Bolourian, “Optimization of ultrasonic-assisted extraction of phenolic compounds from bovine pennyroyal (*Phlomischema parviflorum*) leaves using response surface methodology,” *Ind. CropsProd.*, vol. 57, no. July 2018, pp. 195–202, 2014, doi: 10.1016/j.indcrop.2014.03.031.
- [36] R. Tabaraki and A. Nateghi, “Optimization of ultrasonic-assisted extraction of natural antioxidants from rice bran using response surface methodology,” *Ultrason. Sonochem.*, vol. 18, no. 6, 2011, doi: 10.1016/j.ultsonch.2011.05.004.
- [37] O. Amri, A. Zekhnini, A. Bouhaimi, S. Tahrouch, and A. Hatimi, “Antiinflammatory activity of methanolic extract from *Pistacia Atlantica* Desf. leaves,” *Pharmacogn. J.*, vol. 10, no. 1, 2018, doi: 10.5530/pj.2018.1.14.

---

# *Résumé*

---

يُعدّ نبات السورغو (*Sorghum bicolor* L. Moench) من أقدم المحاصيل الزراعية وأكثرها مقاومة للجفاف. تهدف هذه الدراسة إلى استخلاص المركبات الفينولية من نخالة السورغو المحلي باستخدام تقنية الاستخلاص بالموجات فوق الصوتية، وتقييم نشاطها المضاد للأكسدة باستخدام اختبار FRAP. تم استخدام منهجية سطح الاستجابة (RSM) وفق تصميم Box-Behnken لتحديد الظروف المثلى للاستخلاص. أظهرت النتائج أن القيم المثلى سمحت بالحصول على محتوى فينولي كلي قدره 6.490 ملغ مكافئ حمض الغاليك/غ، وقدرة اختزالية (FRAP) بلغت 0.174 ملغ مكافئ حمض الأسكوربيك/غ، مما يؤكد دقة النموذج الإحصائي. تشير هذه النتائج إلى الإمكانيات الكبيرة لنخالة السورغو كمصدر طبيعي غني بالمركبات الحبوية، يمكن استغلاله في مجالات الصناعات الغذائية والدوائية والتجميلية.

الكلمات المفتاحية: السورغو (*Sorghum bicolor*)، RSM، مركبات فينولية، موجات فوق صوتية، FRAP مضادات أكسدة.

---

## Résumé:

Le sorgho (*Sorghum bicolor* L. Moench) est l'une des cultures les plus anciennes et les plus résistantes à la sécheresse. Cette étude vise à extraire les composés phénoliques de la son de sorgho local par extraction assistée par ultrasons, et à évaluer leur activité antioxydante à l'aide du test FRAP. La Méthodologie de Surface de Réponse (RSM), selon le plan Box-Behnken, a été utilisée pour optimiser les conditions d'extraction. Les résultats ont montré que les conditions optimales ont permis d'obtenir une teneur en composés phénoliques totaux de 6,490 mg EAG/g et une activité antioxydante (FRAP) de 0,174 mg EVC/g, confirmant la validité du modèle statistique. Ces résultats mettent en évidence le potentiel de la son de sorgho comme source naturelle de composés bioactifs valorisables dans les industries agroalimentaire, pharmaceutique et cosmétique.

Mots-clés : Sorgho (*Sorghum bicolor*), RSM, composés phénoliques, ultrasons, FRAP antioxydant.

---

## (English):

Sorghum (*Sorghum bicolor* L. Moench) is one of the oldest and most drought-tolerant crops. This study aims to extract phenolic compounds from local sorghum bran using ultrasound-assisted extraction and to assess their antioxidant activity through the FRAP assay. Response Surface Methodology (RSM) with a Box-Behnken design was used to determine optimal extraction conditions. The results showed that optimal values yielded a total phenolic content of 6.490 mg GAE/g and an antioxidant capacity (FRAP) of 0.174 mg AAE/g, confirming the accuracy of the statistical model. These findings highlight the potential of sorghum bran as a natural source of bioactive compounds for application in the food, pharmaceutical, and cosmetic industries.

Keywords: Sorghum (*Sorghum bicolor*), RSM, phenolic compounds, ultrasound, FRAP antioxidant.