

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
جامعة عمار ثليجي بالأغواط  
UNIVERSITE AMAR TELIDJI LAGHOUAT

كلية العلوم  
FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT Sciences de la Matière



## *Mémoire de Master*

**Domaine : Sciences de la matière**

**Filière : Chimie**

**Option : Chimie organique appliquée**

**Par:**

**Demana Sarra**

### THEME

---

# **Etude comparative de l'activité antioxydant et de la fraction lipidique de deux variétés de mil locales hydrolysées et non hydrolysées**

---

*Le jury composé de :*

Mme.HAMIA Chahrazed  
Mr.KORIBA Bakhti  
Mr.HARRATH Mohamed  
Mme.HADBAOUI Zineb

MCB  
MAA  
MAA  
MCB

Présidente  
Examinateur  
Examinateur  
Promotrice

**Année Universitaire 2016/2017**

## ملخص :

تعتبر الحبوب أساس اهتمام العديد من الأبحاث لكونها إضافة لاستعمالها كغذاء فهي أيضا تستعمل لتداوي من عدة أمراض. في إطار تبيين المواد الطبيعية, نهتم في عملنا هذا بدراسة المركبات الليبيدية و تقييم الخصائص المضادة للأكسدة للمستخلصات الليبيدية, لعينتين محليتين من الدخن.

من خلال دراسة سابقة للمركبات الليبيدية للدخن وجدنا ان هناك تفاوت بين النتائج التي تحصلنا عليها والنتائج المنشورة فأرجعنا احتمال هذا التفاوت الى النسبة العالية من النشاء بحيث ان الجزيئات الكبيرة من النشاء ادت الى تغطية بعض جزيئات الليبيدية فحاولنا التخلص من النشاء عن طريق كسر روابط النشاء عن طريق المعالجة بحمض (هيدروليزي) ثم القيام بدراسة المركبات الليبيدية.

نهتم في الجزء الأول من هذا العمل بالخصائص الليبيدية لحبوب الدخن من خلال دراسة الأحماض الدهنية و التوكوفيرول و السترول. بينما نركز في الجزء الثاني على تقييم الفعالية المضادة للأكسدة للمستخلصات الليبيدية للحبوب المدروسة. تبين النتائج المتحصل عليها أن نسبة المواد الدهنية في الدخن ما بين 3.85% و 8.29% و ان اعلى نسبة تتواجد في المستخلصات الليبيدية المنزوعة النشاء

أدى تحليل الأسترات المثيلية للأحماض الدهنية بواسطة كروماتوغرافيا ذات الطور الغازي الى تواجد الأحماض الدهنية المعروفة: الأوليك, لينولييك, بالميتيك و سيريك . من خلال هذه النتائج تبين أن زيوت الحبوب المدروسة تندرج تحت نوع أليو- لينولييك. ان نسبة الاحماض الدهنية المشبعة نفسها بالنسبة للعينات المعالجة بالحض و الغير معالجة ام الاحماض الغير مشبعة فهناك تغير طفيف يقدر ب 2%.

دل التحليل بواسطة مطيافية فوق البنفسجي على أن نسبة التوكوفيرول و السترول لزيوت الدخن تتأثر بعملية الهيدروليز. دراسة الفعالية المضادة للأكسدة لمستخلصات الاربعة الليبيدية للدخن تبين أن المستخلصات بالنسبة للعينتين المدروستين المنزوعة النشاء أكثر فعالية في العينتين.

**الكلمات المفتاحية:** الدخن, هيدروليز النشاء, أحماض دهنية, توكوفيرول, فعالية مضادة للأكسدة.

## **Résumé**

Les céréales font l'objet de nombreux travaux de recherches, car en plus de leur utilisation comme aliments ; ils interviennent dans le traitement de nombreuses maladies.

Dans le cadre de la valorisation de produits des sources naturelles, nous nous sommes intéressés dans ce travail à l'étude des composés lipidiques de quelques variétés locales de mil et l'évaluation de leurs propriétés antioxydants.

En comparaison avec des études précédentes des composés lipidiques du mil, nous avons trouvé une différence entre nos résultats et les résultats publiés. Nous affectons cette différence à la présence en grande proportion de l'Amidon ; les macromolécules de l'amidon masquent les molécules lipidiques

Au cours de cette étude nous essayons d'éliminer l'amidon par rupture de ces liaisons en utilisant la technique d'hydrolyse par un acide

La première partie de cette étude concerne la caractérisation des composés lipidiques des graines de mil à savoir: les acides gras et les tocophérols. La deuxième partie est l'évaluation de l'activité antioxydant des différents extraits des graines étudiées.

Les résultats obtenus montrent que les teneurs en huile de mil varient entre 3 et 8% et les teneurs les plus élevés se trouve dans les extrais lipidiques hydrolysés dans les deux variétés. L'analyse des esters méthyliques d'acides gras par CPG indique la présence des acides gras connus tels que: oléique, linoléique, palmitique et stéarique, les huiles des graines sont de type oléo-linoléique. Le taux des acides gras saturés est similaire dans les huiles hydrolysés ou non tandis que les acides gras insaturés avec un pourcentage de 2%. L'analyse par spectrophotomètre UV montre que le taux de tocophérol ne s'influe pas par l'hydrolyse.

L'étude de l'activité antioxydant de quatre extraits lipidiques, de mil indique que les huiles hydrolysées possèdent une activité antioxydant plus puissante dans les deux variétés.

***Mots clés: Mil, Acides gras, Tocophérols, Activité Antioxydant***

## **Abstract:**

Cereals are the subject of much research, because in addition to their use as food; They are involved in the treatment of many diseases.

In the context of the valorization of products from natural sources, we were interested in the study of the lipid compounds of some local varieties of millet and the evaluation of their antioxidant properties.

Compared with previous studies of millet lipid compounds, we found a difference between our results and published results. We assign this difference to the presence of starch in a large proportion; The macromolecules of the starch mask the lipid molecules

In the course of this study we try to remove the starch by disruption of these bonds using the acid hydrolysis technique

The first part of this study concerns the characterization of lipid compounds in millet seeds, namely fatty acids and tocopherols. The second part is the evaluation of the antioxidant activity of the different extracts of the seeds studied.

The results obtained show that the millet oil contents vary between 3 and 8% and the highest contents are found in the hydrolyzed lipid extracts in the two varieties. The analysis of the fatty acid methyl esters by GPC indicates the presence of the known fatty acids such as oleic, linoleic, palmitic and stearic, the oils of the seeds are of the oleo-linoleic type. The level of saturated fatty acids is similar in hydrolyzed oils or not while unsaturated fatty acids with a percentage of 2%. Analysis by UV spectrophotometer shows that the level of tocopherol does not influence itself by hydrolysis.

The study of the antioxidant activity of four lipid extracts of millet indicates that the hydrolysed oils have a more potent antioxidant activity in both varieties.

**Key words: Mil, Fatty Acids, Tocopherols, Antioxidant Activity**

# SOMMAIRE

Dédicaces	
Remerciements	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction .....	01
I. Matériel et méthodes.....	03
I.1 Matériel végétal.....	03
I.1.1 Morphologie.....	03
I.1.2 Production.....	03
I.1.3 Composition biochimique du mil.....	04
I.1.3.1 Lipides.....	04
I.1.4 Mil et la santé humaine.....	04
I.1.5 Echantillonnage et description des graines de cultivars de mil.....	05
I.2 Matériels et équipements.....	06
I.2.1. Réactifs chimiques.....	06
I.2.2 Méthodes.....	06
I.2.3 Méthode d'extraction des lipides.....	06
I.2.3.1 La procédure expérimentale.....	07
I.2.4 Préparation des esters méthyliques (EMAG).....	08
I.2.5 Dosage des acides gras dans l'huile du mil.....	08
I.2.5.1 Saponification.....	08
I.2.5.2 Estérification.....	08
I.2.6 Dosage des tocophérols totaux.....	09
I.2.7 Dosage des stérols.....	09
I.2.8 Evaluation du pouvoir antioxydant des extraits lipidiques de mil.....	09
I.2.9 Test du DPPH.....	10
I.2.9.1 Principe.....	11
I.2.9.2 Procédure expérimentale.....	11

II. Résultats et discussions.....	12
II.1. Rendement en extraits bruts.....	12
II.2 Composition en acides gras.....	13
II.3 Dosage spectrophotométrique des tocophérols.....	16
II.4 Dosage spectrophotométrique des stérols.....	18
II.5 Le test chimique DPPH.....	19
II.6 Corrélation entre la teneur en tocophérol et l'activité antioxydant.....	21
Conclusion.....	23
Références bibliographiques.....	24
Annexe.....	26

# *Dédicace*



*Je dédie ce travail :*

*A celle qui m'a accompagné tout au long du voyage de ma vie, à ma*

*mère, que Dieu l'garde,*

*Pour mon père, qui m'a informé de sa sympathie,*

*A mon marie Belkacem et toute la famille bourannane*

*Pour tous les membres de ma famille à mes frères : Mohamed,*

*Djelloul, Omar et Aissa, et mes sœurs.*

*Et sans oublier, Djaber, Mohamed et Aboubakar,*

*Pour tous les étudiants de notre promo*

*Sarra*

## REMERCIEMENTS

- La réalisation de ce travail a été achevée au laboratoire des sciences fondamentales LSF a l'université de Laghouat sous la direction du directeur de ce laboratoire professeur **YOUSFI Mohamed**. Je le remercie très chaleureusement pour toute l'aide, les conseils et les expériences scientifiques qu'il m'a apportés.
- Tout d'abord, j'adresse mes plus sincères remerciements au chef du département sciences de la matière **HAMDI Ahmed** pour ces efforts.
- Je remercie infiniment ma promotrice **HADBAOUI Zineb** pour m'avoir proposé ce sujet ainsi pour sa disponibilité durant la réalisation de ce travail, l'aide et le temps qu'elle a bien voulu me consacrer et sans lesquels ce travail n'aurait pas vu le jour.
- Je voudrais remercier aussi les membres du jury et d'avoir accepté de juger ce travail.
- Je remercie infiniment ma promotrice **HADBAOUI Zineb** pour m'avoir proposé ce sujet ainsi pour sa disponibilité durant la réalisation de ce travail, l'aide et le temps qu'elle a bien voulu me consacrer et sans lesquels ce travail n'aurait pas vu le jour.
- Un grand merci à mes enseignants qui ont été toujours présents et disponibles pour répondre à mes questions.
- J'exprime ma gratitude à mes ami (e)s pour le soutien qu'ils nous ont témoigné et pour les précieux conseils qu'ils nous ont apportés.

- Je ne saurais clôturer cette liste de remerciements et de reconnaissances, sans exprimer ma profonde gratitude à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

## LISTE DES ABREVIATIONS

**A** : absorbance.

**AGMI**: acide gras mono insaturé.

**AGPI**: acide gras poly insaturé.

**AGS**: acide gras saturé.

**CPG** : Chromatographie en phase gazeuse.

**DPPH**: 1,1-Diphényl-2-Picryl –Hydrazyl.

**IC50**: concentration d'inhibition nécessaire pour diminuer 50% des radicaux libres.

**EMAG**: Ester méthylique d'acide gras

**FID** : détecteur à ionisation de flamme.

**FAO**: Food and Agricultural Organization

**MA** : mil Adrar

**MAH** : mil adrar hydrolyse

**MASH**: mil adrar sans hydrolase.

**MT** : mil Tamanrasset

**MTH**: mil Tamanrasset hydrolysée.

**MTSH**: mil Tamanrasset sans hydrolyse.

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure I.1</b> : Les géographies et les matières de deux échantillons de mil .....	<b>05</b>
<b>Figure I.2</b> : Structure chimique de DPPH et sa forme réduite.....	<b>10</b>
<b>Figure II.1</b> : Courbe d'étalonnage du $\alpha$ -tocophérol .....	<b>17</b>
<b>Figure II.2</b> : Courbe d'étalonnage de cholestérol.....	<b>18</b>
<b>Figure II.3</b> : Courbes des inhibitions des extraits en fonction des concentrations.....	<b>20</b>
<b>Figure II.4</b> : Corrélation entre la teneur en $\alpha$ -tocophérols et l'activité antioxydant.....	<b>22</b>
<b>Figure Annexe.1</b> : Structure chimique de vitamine E et Stérol.....	<b>26</b>
<b>Figure Annexe.2</b> : Courbes d'inhibition de vitamine E et C en f (C).....	<b>26</b>
<b>Figure Annexe.3</b> : Les chromatogrammes des esters méthyliques d'acides gras.....	<b>27</b>

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau I.1</b> : La composition biochimique du mil.....	<b>03</b>
<b>Tableau I.2</b> : Réactifs chimiques utilisés .....	<b>05</b>
<b>Tableau II.1</b> : Aspect physiques, couleurs et rendements des extraits.....	<b>12</b>
<b>Tableau II.2</b> : Ester méthylique d'acide gras des huiles de mil.....	<b>15</b>
<b>Tableau II.3</b> : Ester méthyliques des huiles végétales .....	<b>16</b>
<b>Tableau II.4</b> : Les résultats du dosage des tocophérols.....	<b>17</b>
<b>Tableau II.5</b> : Les résultats du dosage des stérols.....	<b>18</b>
<b>Tableau II.6</b> : Les valeurs des IC50 des extraits lipidiques .....	<b>20</b>

# **Introduction générale**

## Introduction générale

---

Le Mil est une principale denrée alimentaire dans les régions les plus pauvres du monde où la sécurité alimentaire est la plus menacée. La culture est génétiquement adaptée aux agroécologies chaudes et sèches, où il serait difficile de cultiver d'autres céréales. Dans ces régions, souvent frappées par la sécheresse, le Mil est généralement cultivé à la fois pour ses grains, utilisés en alimentation humaine, et ses pailles utilisées comme fourrage. (MOKRANE 2010)

Le Mil est nutritionnellement équivalent à la plupart des céréales et constitue un aliment de base pour des Millions d'Africains, d'Asiatiques, et de Latino-Américains. (FAO.1996)

Le mil est cinquième céréale consommée dans le monde après le blé, le maïs, riz et l'orge, sa valeur énergétique est de 780 calories/Kg, l'une des plus élevées parmi les céréales. (Mireille, 2001).

Peu de recherches sont consacrées au mil, contrairement au riz, au maïs et au blé. Pourtant, il constitue une source d'énergie alimentaire quotidienne pour des millions d'habitants de la planète, notamment en Afrique subsaharienne. (Z.Hadbaoui 2012).

Compte-tenu des changements environnementaux et des perspectives démographiques, il apparaît plus que nécessaire d'améliorer la production de cette céréale pour affronter l'avenir nutritionnel d'une grande partie du monde. (sanaa et al, 2006)

C'est le cas de l'Algérie, où les prédispositions naturelles de la plante, à supporter les conditions de culture difficiles, peuvent être mises à profit pour réduire la consommation d'eau liée à l'irrigation, ainsi que les charges qui y sont associées.

Dans, le Sud de l'Algérie une grande diversité de cultivars de Mil est cultivée dans des sols peu fertiles, sans apport externe d'engrais, sous des climats très arides avec une moyenne mensuelle de température atteignant 45°C.

Comme toutes les plantes cultivées, il est possible de caractériser le mil par son appartenance et ses propriétés botaniques, par des données économiques et agronomiques.

Le mil contient 70 d'amidon, ce taux élevé des macros molécules (un polymère de glucose) peut être masqué quelques molécules lipidiques, pour cela nous avons trouvé dans nos études précédentes la teneur en huile et le taux des acides gras plus faible comparant à littérature.

Donc nous avons essayé d'éliminer cet amidon par l'hydrolyse des graines de mil avant l'analyse.

## **Introduction générale**

---

La présente étude est consacrée à la valorisation photochimique des graines de Mil locales de la région sud-ouest de l'Algérie à savoir Tamanrasset et Adrar. Cette valorisation consiste à étudier la comparaison entre les principaux constituants chimiques des lipides des graines de cette céréale, et de d'évaluer l'activité antioxydant des différents extraits lipidiques de mil hydrolysé et non hydrolysé, afin de mettre en évidence leurs importance sur le plan nutritionnel et pharmaceutique.

# **Matériels et méthodes**

# **I. Matériel et méthodes**

---

## **I. Matériel et méthode**

### **I.1 Matériel végétal**

Millet est un terme générique qui désigne plusieurs espèces de plantes de la famille des Poacées (graminées). Ce sont des céréales vivrières, à très petites graines, cultivées principalement dans les zones sèches, notamment en Afrique et en Asie. Elles sont souvent appelées aussi mil. (*H.MOKRANE.2010*)

#### **I.1.1 Morphologie**

L'ensemble des espèces du mil sont des plantes herbacées, comme la majorité des graminées.

Elles se composent de tiges robustes et dressées, garnies de feuilles plates et se terminent par une grande inflorescence rameuse.

La hauteur de la plante varie entre 1 et 3 m , dans les zones humides , les plantes peuvent même atteindre 4m de hauteur, le système racinaire est concentré dans les trente premières centimètre du sol, mais certains racines peuvent descendre jusqu'à 3 mètre de profondeur, les feuilles ont une longueur varient de 20 à 100 cm pour une largeur varient entre 5 et 50 mm, la longueur de l'épi varie de 10 cm a plus de 100 cm. (*H.MOKRANE ,2010*)

#### **I.1.2 Production**

Les données qui vont suivre, portant sur la production et la consommation mondiales du mil sont issues des statistiques officielles de la FAO, la production mondiale de mil pénicillaire a été estimée à près de 14 millions de tonnes (Mt), l'inde et Nigéria ont été les principaux producteurs avec une moyenne de production annuelle de 6,2 et 4,5 millions de tonnes (Mt), respectivement. (*FAO 1996*)

Près de quinze millions hectares, soit un tiers des superficies en mil dans le monde, se situent en Afrique, 70% de ces superficies se trouvent en Afrique de l'ouest, dans des zones où la pluviométrie moyenne annuelle varie entre 200 et 800 mm

En Inde, le mil occupe la quatrième place après le riz, le blé, et le sorgho, il est cultivé dans des régions où la pluviométrie annuelle varie entre 150 et 750 mm (*Z.Hadbaoui.2012*) Les grandes zones de production se situent entre la latitude 10° et 17° de nord et les principaux pays producteurs de la région sont le Nigeria, le Niger, le Burkina-Faso le Tchad le Mali, la Mauritanie et le Sénégal (*A.polazek et G.Delvare*).

## I. Matériel et méthodes

---

### I.1.3 Composition biochimique du mil

Le grain de mil est un aliment nutritif très énergétique le tableau au-dessous montre la composition biochimique de mil

**Tableau.I.1** : la Composition biochimique du mil

Composé	Pourcentage
Amidon	62,8-70,5%
Protéine	5,8-20,9%
Lipides	4,1-6,4 %
Cendre	1,1-2,5%

Comme les autres céréales, le mil est essentiellement constitué d'amidon. La teneur en protéines est presque égale et comparable à celle du maïs et du blé mais avec une proportion supérieure de protéines de bonne qualité (forte teneur en lysine) il constitue également une bonne source de lipides, la détérioration de la farine de mil au cours de la conservation est probablement due à sa teneur élevée en lipides. (*Mireille, 2001*)

Les vitamines particulièrement la thiamine, la riboflavine et l'acide nicotinique sont bien représentées chez le mil.

#### I.1.3.1 Lipides

Les lipides sont des composés insolubles dans l'eau et soluble dans les solvants organiques apolaires tel que : l'hexane, le pourcentage des lipides dans les graines de mil varie entre 4,1-6, 4%, ou les triglycérides sont les fractions non polaire majeure 84%-87%

Les triglycérides de mil pénicillaire constituent initialement par 74% des acides gras insaturés: acide oléique (C18:1), acide linoléique (C18:2), acide linoléique (C18:3) l'autre fraction est constituée par des acides gras saturés acide palmitique (C16:0) et acide stéarique (C18:0). (*Z.Hadbaoui. 2012*).

#### I.1.4 Mil et la santé humaine

Des études épidémiologiques montraient clairement que une régime alimentaire riche en céréales (graines complètes) protègent contre les désordres métaboliques, les maladies cardiovasculaires, cancer et diabète cela due à leurs richesse en fibres et en micro éléments, qui ayant une activité antioxydant considérable in vitro mais , le soucie des nutritionnistes et des professionnelles de santé aujourd'hui ,c'est la biovalibilité de cette activité in vivo, plusieurs

## I. Matériel et méthodes

---

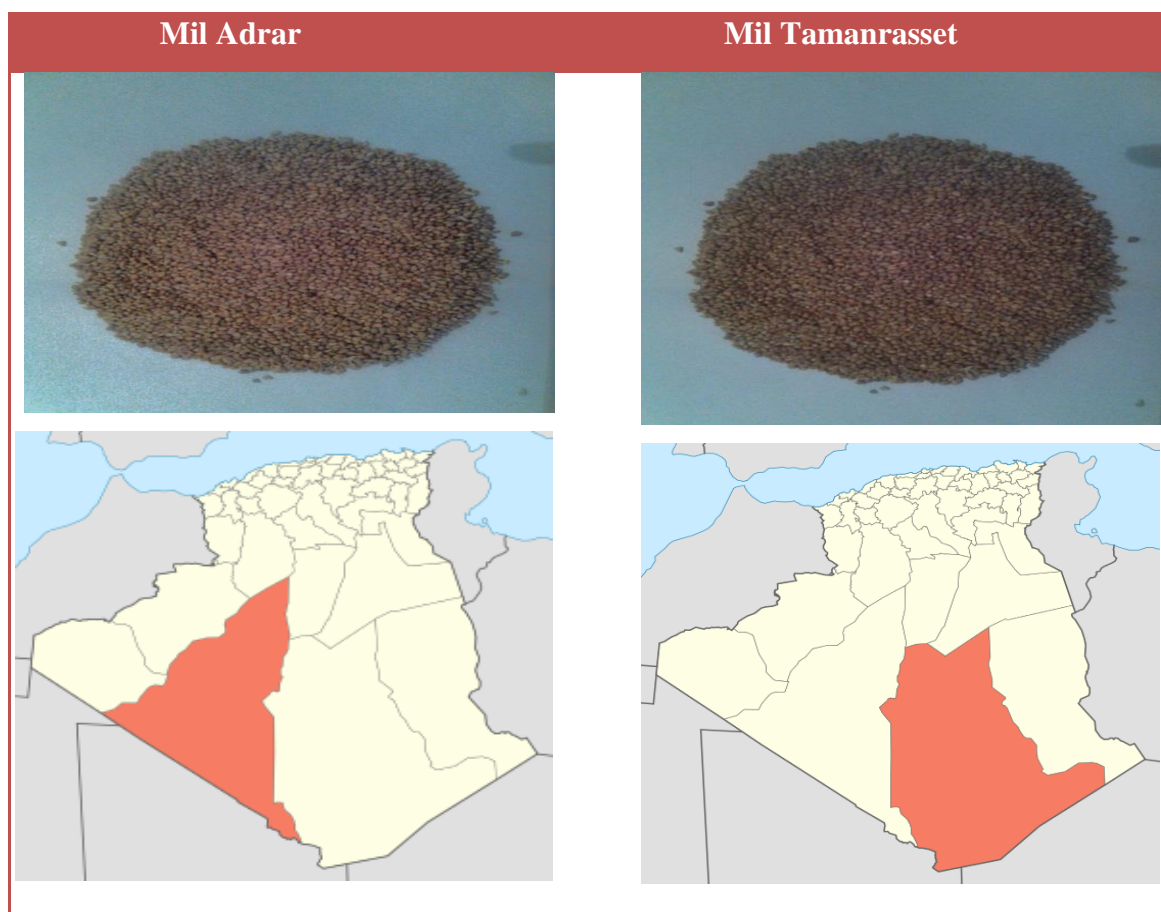
paramètres entre en joue tel que la digestion et le métabolisme, il est montré que le milieu acide dans l'estomac et l'hydrolyse enzymatique dans le duodénum augmente l'activité des polyphénols des céréales. (*Z.Hadbaoui .2012*)

Le mil peut être aussi le meilleur remplaçant de blé pour les patients atteints de syndrome céliaque. (*H.MOKRANE.2010*)

Une autre étude montrait aussi que un régime riche en mil participe aux guérisons rapides des blessures chez les diabétiques cela attribué à la composition phénoliques du mil Les flavones de mil ayant des propriétés antitumorale et anti leucémiques (*Isabelle Lestienne et al. 2007*).

### I.1.5 Echantillonnage et description des graines de cultivars de mil

Les graines de deux échantillons de mil de couleur différente (foncé et clair) ont été échantillonnées en 2012 de la région sud-ouest de l'Algérie dans une zone à climat hyper aride : Adrar et Tamanrasset.



**Figure.I.1** : Les géographies et les matières de deux échantillons de mil

## 1.2 Matériels et équipements

## I. Matériel et méthodes

---

### I.2.1 Réactifs chimiques

Tous les produits utilisés dans ce travail sont

**Tableau.I.2** : Réactifs chimiques utilisés

Produit	Marque
Vitamine E, Orthophenoline, KOH	Fluka
HCl ; Méthanol ; Ethanol ; DPPH (2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl) ; CH <sub>3</sub> ONa ; Cholestérol ; Chloroforme ; Anhydride acétique ; Acide acétique ; Acide sulfurique ; FeCl <sub>3</sub> ;	SigmaAldrich ;
Sulfate de sodium anhydre (Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	Biochem
Vitamine C ; Hexane	Prolab

Nous avons utilisé un spectrophotomètre **UV-1601** de type **SHIMADZU**, et les résultats sont traités par **Microsoft Office Excel 2010**.

### I.2.2 Méthodes

Dans cette étude nous avons essayé d'analyser la fraction lipidique de deux variétés locales de mil avant et après l'hydrolyse selon deux paramètres :

- ❖ L'analyse des fractions lipidiques en acide gras et leurs teneurs en tocophérols et stérols
- ❖ Dans l'optique de découvrir de nouvelles molécules possédant une activité antioxydante pour lutter contre les radicaux libres responsables de la dégradation des cellules vivantes, nos extraits lipidiques ont été testés par test DPPH

### I.2.3 Méthode d'extraction des lipides

L'opération d'extraction peut se réaliser suivant différents procédés : soit mécanique soit chimique. Industriellement, c'est le procédé par pressage au sein de presses continues à vis qui est le plus universellement utilisé car il est simple, continu et économique même s'il offre un moindre rendement et ne limite pas la présence d'impuretés (débris cellulaires, lécithines et autres constituants). (*Didier Bereau, 2001*)

L'autre méthode d'extraction est l'utilisation d'un solvant organique apolaire ou peu polaire. D'un point de vue qualitatif et quantitatif, cette méthode est préférée, car même si elle s'avère plus onéreuse que les procédés mécaniques, elle est plus avantageuse et conduit à une

## I. Matériel et méthodes

---

huile de bonne qualité, critère important dans le cas d'une caractérisation de la matière lipidique extraite. (*Sébastien Veillet, 2010*)

### I.2.3.1 La procédure expérimentale

Afin de déterminer la teneur en huile nous avons procédé à une extraction de l'huile à reflux pendant 6 heures par soxhlet en utilisant de l'hexane comme solvant. Deux Différent traitement sont utilisés pour extraire l'huile : la première méthode, l'huile est extraite directement du la poudre de mil, tandis que le deuxième procédé, la poudre est hydrolysé par une solution aqueuse de HCl 3N A 100°C pendant 24h avant l'extraction par l'hexane.

L'extracteur de soxhlet permet le traitement de solide (matériel végétal) avec des solvants en phase liquide ou partiellement vaporisés. Le corps de l'extracteur, contient une cartouche en cellulose remplie de matériel végétal, cette cartouche est fixée sur un réservoir de solvant (ballon) et est surmonté d'un réfrigérant. Le solvant est vaporisé puis condensé tout en restant en contact avec le matériel végétal. La solution collectée dans le ballon s'enrichit de plus en plus en soluté à chaque cycle d'extraction et le matériel végétal est toujours en contact avec du solvant fraîchement distillé. L'extraction est terminée lorsque le solvant d'extraction devient de plus en plus clair c'est-à-dire sans une proportion significative de soluté.

Après une filtration, séchage sur du sulfate de sodium anhydre, l'hexane est évaporer sous pressions réduite à 40°C (*Ernster L.1967*). On obtient les extraits lipidiques. Chaque extrait est pesé et nous avons calculé la teneur en huile de chaque échantillon à l'aide de la **relation (1)**

$$\text{Teneur}\% = \frac{\text{Masse de l'extrait} \times 100}{\text{Masse de la prise d'essai (matière végétale)}} \quad (1)$$

Les acides gras étant les constituants essentiels des triglycérides c'est par leur connaissance que l'analyse peut déterminer les caractéristiques d'identité des corps gras selon :

- ✓ La présence ou non de certains acides gras
- ✓ Les proportions des acides gras entre eux

Les acides gras peuvent être analysés sous forme libre, mais généralement se sont analysés après leur transformation en leurs esters méthyliques d'acides gras (EMAG) qui sont

## I. Matériel et méthodes

---

plus volatiles.

### I.2.4 Préparation des esters méthyliques (EMAG)

Les techniques de préparation des ester méthyliques sont relativement nombreuses. Nous avons choisi la méthode transesterification. Cette méthode la plus couramment utilisée pour la préparation des EMAG. Le produit de la réaction est un mélange d'esters qui va dépendre de la composition en acide gras de l'huile végétale de départ (*Fatim B. Diallo Denis, 2010*). La transestérification est la réaction d'un ester (triglycéride) avec un alcool en présence d'un catalyseur alcalin (p. ex. hydroxyde de sodium, méthylate de sodium).

### I.2.5 Dosage des acides gras dans l'huile du mil

L'huile brute de mil extraite a été soumise à une extraction-méthylation, comme décrit par (**Park et Goins**), permettant d'obtenir des esters méthyliques. Selon cette méthode, la méthylation des acides gras se fait en deux étapes: une méthylation basique suivie par une méthylation acide (*Cocallemen, S et al, 1988*).

Le traitement des échantillons selon cette méthode a suivi la procédure suivante :

#### I.2.5.1 Saponification

Dans un ballon de capacité de 100 ml, on pèse 300 mg de l'huile brute, on ajoute 20 ml de la solution méthanolique de Potassium (KOH), celui-ci est adapté au réfrigérant et porté à une ébullition à reflux pendant 30mn.

#### I.2.5.2 Estérification

L'estérification est réalisé en ajoutant par le haut de réfrigérant 2ml d'une solution méthanolique à 10% de  $\text{BF}_3$ , le mélange est maintenu encore à reflux pendant 10 mn. Après refroidissement, en ajoute 10ml d'eau distillée.

Les esters méthyliques sont extraits de la fraction aqueuse par de l'hexane. La phase organique est lavée plusieurs fois par de l'eau jusqu'à la neutralisation. Après le séchage sur sulfate de sodium anhydre  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , le solvant est filtré, puis évaporé sous pression réduite. Les EMAG ainsi obtenus sont conservés au réfrigérateur jusqu'à leur analyse.

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

Le détecteur utilisé est un détecteur à ionisation de flamme FID et relié à un intégrateur. La séparation a été faite sur une colonne capillaire CP Sil 8CB (5% phenyl+95% dimethylpolysiloxane) 30 m de longeurs et 0.32 mm de diamètre avec un intervalle de

## I. Matériel et méthodes

---

température qui varie de 190°C à 280°C avec une vitesse de 0.5Cm/ mn. Le gaz vecteur utilisé dans cette analyse est l'azote (N<sub>2</sub>) de pression 0.4 bar.

### I.2.6 Dosage des tocophérols totaux

Nous avons adopté la méthode de dosage colorimétrique d'Emmerie-Engel (*Emmerie, A et Engel.C, 1939*). Cette méthode est basée sur la réaction d'oxydoréduction entre les tocophérols et le fer ferrique (Fe<sup>3+</sup>) qui est réduit en fer ferreux (Fe<sup>2+</sup>). 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.

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 du réactif (phenantroline) et 0.5ml de FeCl<sub>3</sub> (solutions éthaloniques). Après 3min on mesure l'absorbance à 510nm.

Une droite d'étalonnage tracée à partir d'  $\alpha$ -tocophérol commercial, permet de relier la densité optique et la concentration des tocophérols exprimée en g/l.

### I.2.7 Dosage des stérols

Il s'agit d'une absorption spectrophotométrie suivant le test de Liebermann-Burchard (*Naudet,N et al., 1986, Barreto. M, 2005*) basé sur une réaction colorée spécifique des 3 – hydroxy stéroïdes 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).

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

### I.2.8 Evaluation du pouvoir antioxydant des extraits lipidiques de mil

Il y a augmentation parallèle de l'intérêt croissant pour les antioxydants et de l'utilisation des méthodes pour estimer l'efficacité de ces substances (*Brand-Williams.1995*). De nombreuses méthodes sont utilisées pour l'évaluation de l'activité antioxydant des extraits. La plupart de ces méthodes sont basées sur la coloration ou la décoloration d'un réactif dans le milieu réactionnel (*Brand-Williams.1995*). Dans notre étude nous avons utilisé

## I. Matériel et méthodes

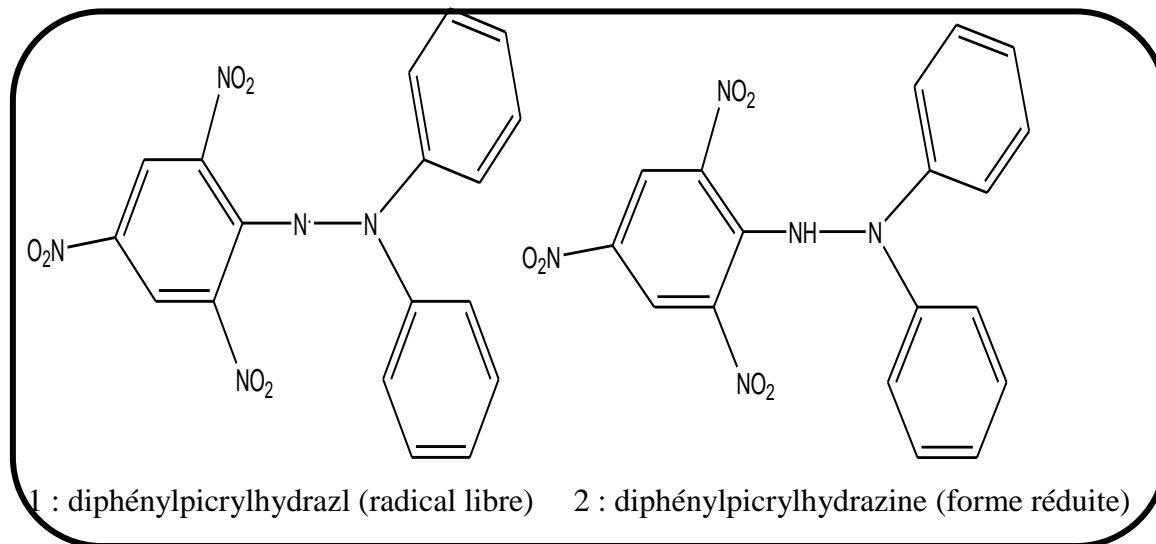
un test chimique à savoir : le test DPPH, c'est le test le plus fréquemment rencontré dans la littérature.

### I.2.9 Test du DPPH

Ces dernières années, un intérêt grandissant porté aux substances potentiellement antioxydant est apparu en vue de prévenir notamment les effets délétères des radicaux libres formés de façons endogènes dans l'organisme ou bien issues de processus physiques, notamment de la radiolyse de l'eau.

Parallèlement à cela, de nombreuses méthodes se sont développées permettant d'évaluer les capacités antioxydant de composés naturels ou bien issus de la synthèse chimique. L'une d'entre elle, couramment utilisée, fait appel à l'utilisation d'un radical libre stable, le (1,1-Diphényl-2-Picryl -Hydrazyl) (DPPH). (**Hamia C.2015**).

La stabilité de ce radical résulte de la délocalisation importante de l'électron célibataire sur la totalité de la molécule empêchant ainsi la dimérisation de se produire comme c'est souvent le cas pour les autres radicaux (**Figure.I.2**) D'autre part, cette délocalisation est à l'origine de la coloration violette en solution éthanolique ou méthanolique caractérisée par une bande d'absorption dans le visible à 517 nm (**Cotelle, N.1996**).



**Figure.I.2** : Structure chimique du radical 1,1-Diphényl-2-Picryl -Hydrazyl et de sa forme réduite (**Cotelle, N.1996**)

#### I.2.9.1 Principe

Le principe de ce test est le suivant ; l'addition du radical DPPH<sup>•</sup> à une solution

## I. Matériel et méthodes

---

éthanolique contenant un composé potentiellement antioxydant et pouvant céder un atome hydrogéné entraîne une diminution de la coloration violette caractéristique de l'apparition de la forme réduite de DPPH.

Simultanément il se forme un autre radical, lui-même pouvant engendrer des réactions secondaires, notamment des dimérisations. Au terme de la réaction, il persiste une légère coloration jaune due au groupement picryle résiduel.

Si nous représentons le radical DPPH $\cdot$  par Z $\cdot$  et la molécule donneuse d'hydrogène par AH, la réaction peut s'écrire de façon suivante :



### I.2.9.2 Procédure expérimentale

On mélange 1ml de chaque extrait lipidique (dilué dans l'hexane) avec 1ml d'une solution de DPPH $\cdot$  (250  $\mu\text{M}$ ) préparée dans l'éthanol. Le mélange réactionnel a été bien mélangé et incubé à l'obscurité pendant 30 min à une température ambiante pour que la réaction s'accomplisse. L'absorbance a été mesurée à une longueur d'onde de 517 nm contre un blanc.

L'activité antioxydant de nos extraits exprimée en EC<sub>50</sub>, ce paramètre a été apparemment introduit par Brand Williams et ses collaborateurs et a été ensuite employé par plusieurs groupes de chercheurs pour présenter leur résultats, il définit la concentration efficace du substrat qui cause la perte de 50% de l'activité de DPPH (*Brand-Williams.1995*).

Egalement nous avons testé la vitamine C et la vitamine E (des antioxydants commerciaux pris comme antioxydants).

# **Résultats et discussions**

## II. Résultats et discussions





---

### II. Résultats et discussions

#### II.1. Rendement en extraits bruts

Les rendements d'extraction ont été calculés par rapport au poids de la poudre végétale.

**Tableau.II.1.** Aspects physiques, couleurs et rendements des extraits

Les cultivars	Teneur en huile(%)	Couleur d'huile	Aspect à 25C°
<b>MASH</b>	6.75	jaune	 Visqueux
<b>MAH</b>	8.29	Rouge brique	 Liquide
<b>MTSH</b>	3.85	jaune	 Visqueux
<b>MTH</b>	6.22	Rouge brique	 Liquide

## II. Résultats et discussions

---

Les rendements d'extraction observés dépendent à la fois de la variété et le mode de traitement (hydrolysé ou non). Les extraits lipidiques des deux variétés de mil obtenus présentent une odeur agréable ; concernant les variétés non hydrolysées ont un aspect liquide à température ambiante, et une couleur jaune pour l'huile non hydrolysée l'aspect et visqueux et couleur rouge brique le changement de couleur et de l'aspect peut être dû à l'apparition des nouvelles molécules après l'hydrolyse.

Si on s'intéresse sur le mil T, nous déduisons que le rendement obtenu par l'huile hydrolysé (6.22%) est deux fois supérieure que l'huile de Tamanrasset non hydrolysé (3.85%).

Pour le mil A le taux d'extraction varie entre 6.75% et 8.29%, le rendement le plus élevé est obtenu à partir de l'huile hydrolysé.

On constate que quelle que soit la variété étudiée le rendement d'extraction obtenu après l'hydrolyse est toujours plus élevé ce qui confirme l'influence de l'amidon sur le rendement des huiles extraites de mil.

Nous remarquons que les résultats obtenus sont comparables avec ceux de W. N. Sawaya (6.3%) (*W. N. Sawaya et al., 1984*), Shaohua Liang (9.39 %) (*Shaohua Liang et al, 2008*).

D'un côté les graines de mil étudiées sont très faibles en teneur en huiles comparativement aux graines oléagineuses alimentaires comme le tournesol, le soja et l'olive (20-35%) (*Karleskind, 1962*), donc on peut classer les graines de mil parmi les graines pauvres en matière grasse, et par conséquent ces graines ne peuvent pas être considérées comme des sources d'huile alimentaires. Donc les huiles des graines de Mil peuvent être utilisées comme des huiles pharmaceutiques et cosmétiques (*Charef et al, 2008 ; Leon-Camacho, 2004*).

### II.2 Composition en acides gras

A partir des chromatogrammes des esters méthyliques d'acides gras. Nous avons déterminé la composition en acides gras des huiles hydrolysées et non hydrolysées de deux variétés de mil.

Sur onze acides gras identifiés (**Tableau.II.2**), trois d'entre eux ont des teneurs individuelles supérieures à 12% est constituent plus de 90% des acides gras totaux. L'acide palmitique (C16 : 0) est le constituant majeur des acides gras saturés dans les extraits lipidiques des graines de mil. Son pourcentage s'échelonne entre 17,66 et 18,26% dans les

## II. Résultats et discussions

---

lipides de mil Adrar hydrolysé et non hydrolysé et de 18,12 à 18,75 % dans ceux de mil Tamanrasset respectivement.

L'acide stéarique est aussi présent dans les lipides des graines de mil avec des proportions plus inférieures que celles de l'acide palmitique, son pourcentage varie de 5,8 et 6,54% pour les variétés hydrolysées et de taux de 5.87% et 6.64% le mil non hydrolysé. L'acide arachidique est présent dans les deux variétés hydrolysés et non hydrolysées de mil avec un pourcentage important de 1.17% et 1.35% pour le mil Adrar et de 1.3% à 1.45% pour le mil Tamanrasset. On note aussi dans les quatre huiles du mil , une très faible proportion des autres acides gras saturés comme l'acide caprique(0.03% à 0.12%) ,l'acide laurique(0.11% à 0.18%) et l'acide myristique (0.11% à 0.36%).

On peut conclure que dans les deux variétés étudiées, le taux d'acide gras saturé de deux huiles hydrolysées et non hydrolysées est similaire.

Les acides gras insaturés sont aussi détectés dans les extraits lipidiques de céréale étudiée avec des proportions importantes qui varient entre 71,44 et 73.72%. Les acides oléique et linoléique sont présents dans tous les lipides des graines. L'acide linoléique est le plus dominant dans tous les extraits lipidique avec des teneurs de 42.87-45.39%, suivi de l'acide oléique avec des pourcentages semblables de 25% dans tous les huiles soit hydrolysées ou non.

L'acide linoléique est aussi présent dans les lipides des graines de mil avec des faibles proportions qui ne dépassent pas 2,79 %. L'acide palmitéolique est aussi détecté dans les graines de mil Adrar et mil Tamanrasset avec une proportion de 0,20%.

Nous remarquons que il n ya pas une apparition ou disparition des nouveaux acides gras dans les deux variétés étudiés soit hydrolysée ou non mais il y a une petite différence dans le taux total des acides gras insaturés à titre d'exemple dans le mil T non hydrolysé, le taux des AGI est de 71.92% par contre la variété hydrolysé le pourcentage des AGI est de 73.02% .

La composition en acides gras des lipides de mil est similaire à celle de mil d'Arabia saoudite (*W.N.Sawaya et al, 1984*).

La quantité en acides gras est dans l'ordre AGPI>AGMI>AGS dans tous les lipides des graines étudiées. Les rapports entre la somme des acides gras insaturés et la somme des acides saturés dans les huiles des graines étudiées sont élevés et notamment dans les graines des huiles hydrolysées, ces valeurs donnent aux huiles une bonne prévention à l'oxydation et leurs confère un intérêt diététique important (*Sajid Mehmood et al, 2008*). Ces résultats suggèrent que les lipides des graines de mil sont des sources potentielles des acides mono et

## II. Résultats et discussions

polyinsaturés, car une telle observation, est en faveur d'une meilleure qualité de l'huile de mil lorsque l'on sait que :

L'acide linoléique, acide gras essentiel intervient dans la régulation du taux de cholestérol et diminue le risque des accidents cardiovasculaires d'un autre coté l'acide oléique intervient dans la régulation du cholestérol (*Benalia, 2016*).

**Tableau.II.2:** Esters méthyliques d'acides gras des huiles de mil en (%)

Dénomination	MTSH (%)	MTH (%)	MASH (%)	MAH (%)
<b>Acide Caprique (C10 :0)</b>	0.12	0.06	0.06	0.03
<b>Acide Laurique (C12 :0)</b>	0.21	0.11	0.18	0.11
<b>Acide Myristique (C14 :0)</b>	0.36	0.11	0.31	0.11
<b>Acide Palmitique (C16 :0)</b>	18.12	18.75	18.26	17.66
<b>Acide Palmitoléique (C16 :1)</b>	0.12	0.18	0.13	0.2
<b>Acide Stéarique (C18 :0)</b>	5.87	5.80	6.64	6.54
<b>Acide Oléique (C18 :1)</b>	25.07	25.67	25.41	25.06
<b>Acide Linoléique (C18 :2)</b>	42.87	44.43	44.15	45.39
<b>Acide</b>	2.79	2.49	1.95	2.59

## II. Résultats et discussions

<b>Linoléique (C18 :3)</b>				
<b>Acide Arachidique (C 20:0)</b>	1.45	1.3	1.35	1.17
<b>Acide Gadoléique (C20 :1)</b>	1.07	0.25	0.85	0.48
<b>AGI</b>	71.92	73.02	72.49	73.72
<b>AGS</b>	26.13	26.13	26.8	25.62
<b>AGI/AGS</b>	2.75	2.79	2.70	2.87

Le profil chromatographique des esters méthyliques des acides gras confirme une similitude entre le lipide de céréale étudié et d'autres huiles végétales étudiées dans notre laboratoire comme le sorgho, l'arganier, Pistachier lentiscus et citrouille. ( *Charef et al., 2008* )

**Tableau.II.3** : Esters méthyliques des huiles végétales

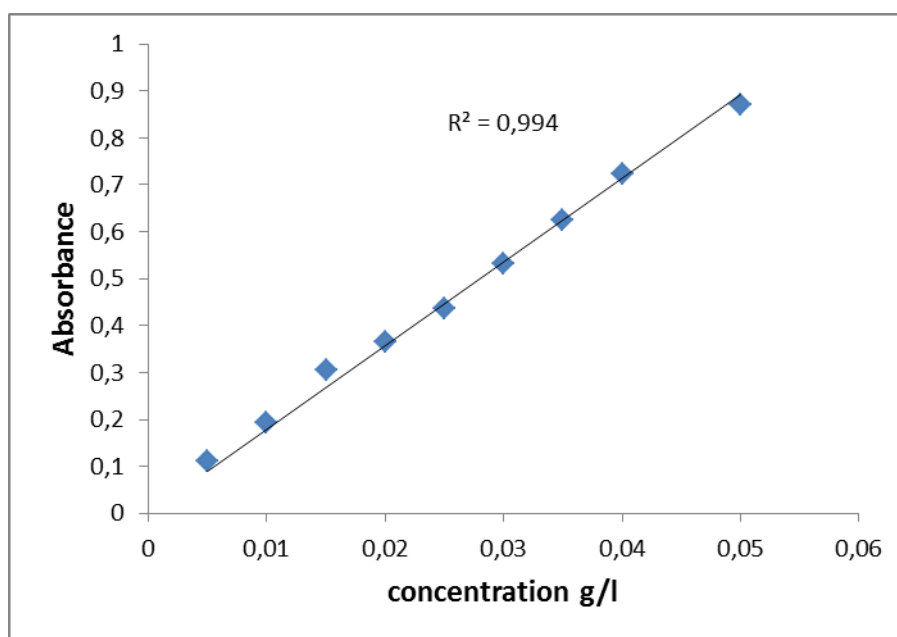
Nom de céréale	C16 :0	C18 :0	C20 :0	C18 :1	C18 :2
<b>Sorgo</b>	14 .00	1.05	-	51.07	32.21
<b>Arganier</b>	12.44	6.27	-	51.55	22.03
<b>Pistachier lentiscus</b>	16.3	0.7	-	53.5	28.5
<b>Citrouille</b>	16.2	11.9	0.89	38.7	30.17

### II.3. Dosage spectrophotométrique des tocophérols

Une droite d'étalonnage est tracée à partir d' $\alpha$ -tocophérol commercial, permet de relier la densité optique et la concentration de tocophérol exprimée en g/l (**Figure.II.1**).

Nous avons effectué le dosage des tocophérols totaux à partir de l'huile brute de deux variétés hydrolysées et non hydrolysées. Les taux des tocophérols totaux dans les échantillons d'huiles ont été déterminés à partir de la courbe d'étalonnage de la vitamine E (**FigureII.1**).

## II. Résultats et discussions



**Figure.II.1:** courbe d'étalonnage de  $\alpha$ -tocophérol

Les résultats de ce dosage sont consignés dans le tableau :

**Tableau. II.4:** les résultats de dosage de tocophérol.

Echantillons	MTSH	MTH	MASH	MAH
<b>Concentrations mg/100g</b>	43.1	100	291	213

La teneur en tocophérols totaux varie d'un extrait à l'autre, elle atteint 100 et 213mg /100g quand Les variétés sont hydrolysées mil Tamanrasset et mil Adrar et 43.1et 291 mg/100g lorsque l'extraction est faite sans hydrolyse respectivement ce qui montre que le mode d'hydrolyse n'influe pas sur la quantité des tocophérols totaux dans le mil de Adrar. Mais ces résultats restent relatifs parce que les calculs sont faits par rapport au  $\alpha$ -tocophérol.

La valeur des tocophérols totaux obtenues avec celle de Shaohua Liang (64.83mg/100g) (**Shaohua Liang et al, 2008**), nous permet de dire que le mil local étudié est relativement riche en tocophérol. Ces différences sont due peut être à : l'origine de l'espèce, le climat, et le sol.

Ces valeurs comparées aussi à la teneur en tocophérols des huiles de Citrouille (32.4mg/100g) (**Benalia., 2016**), et d'arganier (44.4mg/100g) (**Hamia., 2007**), nous amène à

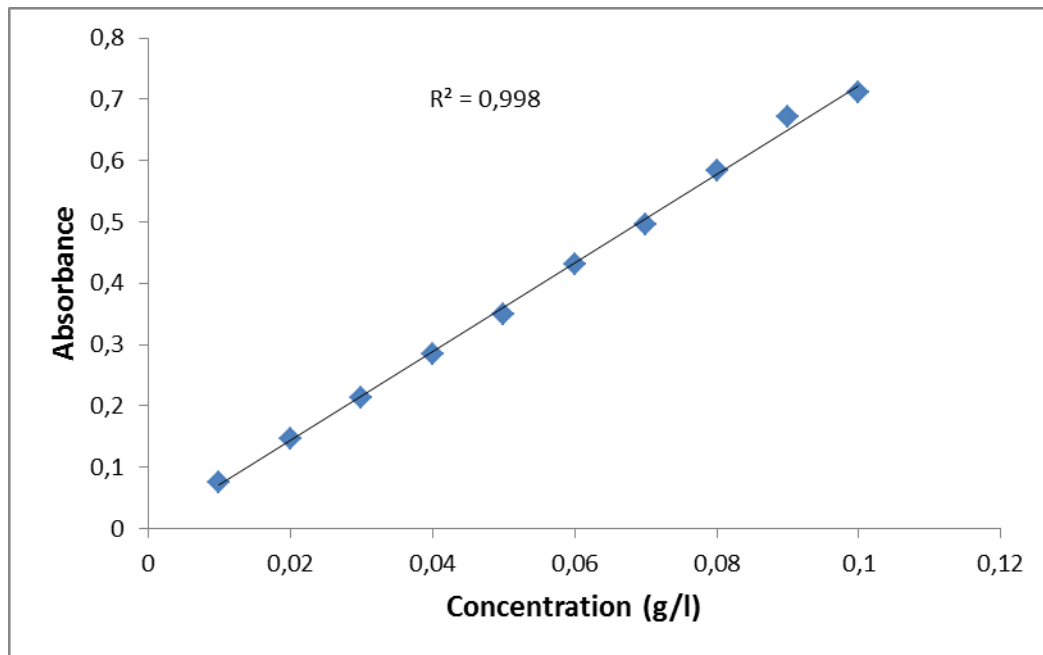
## II. Résultats et discussions

---

dire que l'huile de mil local est riche en tocophérols, ce qui lui confère une importante résistance à l'oxydation et une action vitaminique indéniable (*Karleskind, A, 1992*).

### II.4. Dosage spectrophotométrique 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.II.2**) :



**Figure.II.2:** courbe d'étalonnage de cholestérol.

La variété mil foncé hydrolysé possède le teneur en stérol le plus élevé (4.07mg/g) suivi par mil A non hydrolysé puis le mil Tamanrasset hydrolysé et le mil Tamanrasset sans hydrolysé sont les plus faible (1.2mg/g), ces résultats montrent que après l'hydrolyse de mil le taux de stérols augmente, on peut expliquer ça que il y' a des molécules de stérols sont peut être masquées par l'amidon.

L'analyse de l'ensemble de ces résultats obtenus montre clairement que les teneurs en huiles dans les échantillons étudiés de mil en stérols totaux sont importantes (1.2 à 4.07 mg/g) surtout si en compare ces teneurs à ceux trouvées par Hamia (arganier) (5,058 mg/g) (*Hamia., 2007*) et à ceux trouvés par Charrouf s'échèle entre 1,3 et 2,3mg/g (*Charrouf., 1984*). Ces résultats, 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

## II. Résultats et discussions

---

vitamine D, le  $\beta$ -carotène et d'autres composés qui absorbent de la longueur d'onde du dosage.

Les résultats de ce dosage sont consignés dans le tableau II.5:

**Tableau.II.5:** les résultats de dosage de stérol

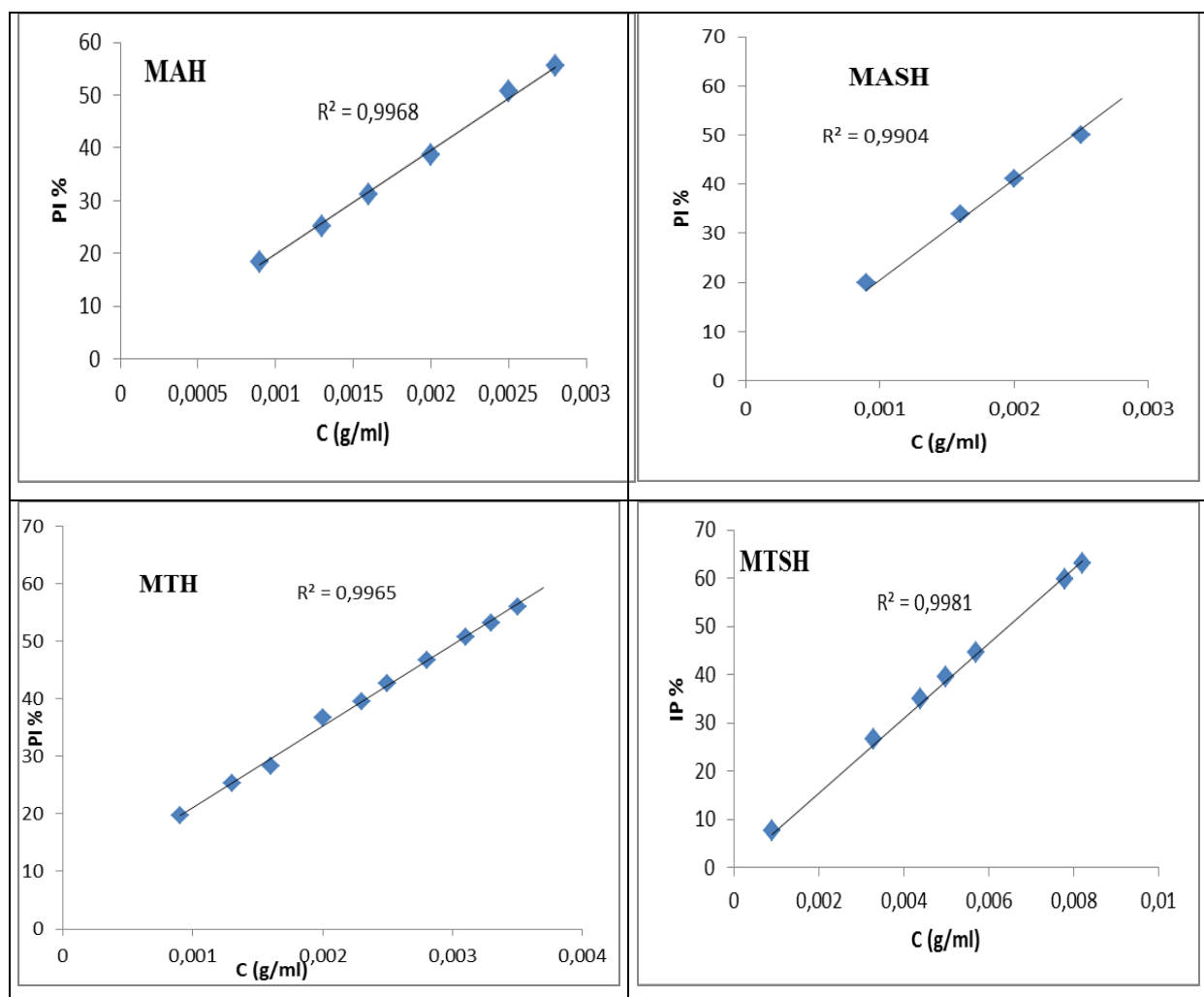
Echantillons	MTSH	MTH	MASH	MAH
<b>Concentration s (mg/g)</b>	1.20	2.59	3.5	4.07

### II.5 Le test chimique DPPH

Les mesures de la diminution de l'absorbance du DPPH provoquées par la présence des extraits après 30 minutes ont permis de déterminer le pouvoir antioxydant des différents extraits. Le pouvoir d'inhibition (PI) a été exprimé en présence de différentes dilutions (PI% en fonction de la concentration après 30min d'incubation à température ambiante à l'obscurité). Les dilutions ont effectué de sorte que le coefficient de corrélation ( $R^2$ ) de ces tracés soit supérieur à 0,90.

L'efficacité antioxydante des extraits lipidiques testés exprimée ensuite par le paramètre  $EC_{50}$  « efficient concentration » qui représente la concentration de l'inhibiteur nécessaire pour diminuer 50% des radicaux libres dans le milieu réactionnel. Les valeurs de  $EC_{50}$  sont déterminées pour chaque extrait lipidique à partir des représentations graphiques  $\%_{inhibition} = f(\text{concentrations d'extraits})$ , (**figure.II.3**). De même, nous avons calculés l' $EC_{50}$  des antioxydants de référence la vitamine E et vitamine C (l'annexe) à fin de les comparer avec celui des extraits lipidiques. Les valeurs calculées d' $EC_{50}$  (mg/ml) pour les différentes concentrations des extraits sont regroupées dans le (**Tableau .II.6**).

## II. Résultats et discussions



**Figure.II.3:** Les courbes d'inhibitions des extraits en fonction de concentration (mg/ml)

**Tableau.II.6 :** les valeurs des IC50 des extraits lipidiques

Extrait lipidique	IC50 (mg/ml)
Mil A non hydrolysé	4.7 ±0.153
Mil A hydrolysé	2.50 ±0.056
Mil T non hydrolysé	6.40 ±0.526
Mil T hydrolysé	3.00 ±0.09
Vitamine C	0.0049 ±0.005
Vitamine E	0.0241 ±0.0227

## II. Résultats et discussions

---

Si on s'intéresse sur l'influence du mode de traitement (hydrolysé ou non hydrolysé) on a obtenu que le pouvoir antioxydant des extraits hydrolysés est supérieur à celle non hydrolysé quel que soit la variété étudiée.

La comparaison des activités anti radicalaires des extraits lipidiques de mil révèle que les mil Adrar hydrolysé représentent l'extrait le plus actif avec une valeur d'IC<sub>50</sub> de 2.5 g/l suivi par le mil Tamanrasset hydrolysé avec une valeur d'IC<sub>50</sub> de l'ordre de 3 g/l. Le mil Tamanrasset représente l'activité anti radicalaire la plus faible (IC<sub>50</sub> =6.4 g/l) (**Tableau.II.6**). On constate que le pouvoir antioxydant varié dans le même sens, les extraits hydrolysés sont toujours plus puissant quel que soit la variété étudiée. Il faut rappeler que plus la valeur de IC<sub>50</sub> est petite plus l'activité antioxydant des extraits est grande.

A des fins comparatives nous avons utilisé de la vitamine C et la vitamine E comme antioxydants standards, ils ont montré des activités anti radicalaires intéressantes avec des valeurs d'IC<sub>50</sub> de l'ordre de 0,0049 et 0,0228 g/l respectivement. La comparaison de ces valeurs avec celles enregistrées par les extraits des échantillons testés, nous permet de dire que nos échantillons sont moins actifs que les antioxydants standards: à titre d'exemple, le mil hydrolysé et non hydrolysé sont 110 et 207 moins actifs que la Vitamine E respectivement.

Donc les capacités de piégeage du radical DPPH<sup>\*</sup> des différents extraits lipidiques et les standards de référence sont classées dans l'ordre suivant : Vitamine C > Vitamine E > MAH > MTH > MASH > MTSH.

### II.6 Corrélation entre la teneur en tocophérol et l'activité antioxydant

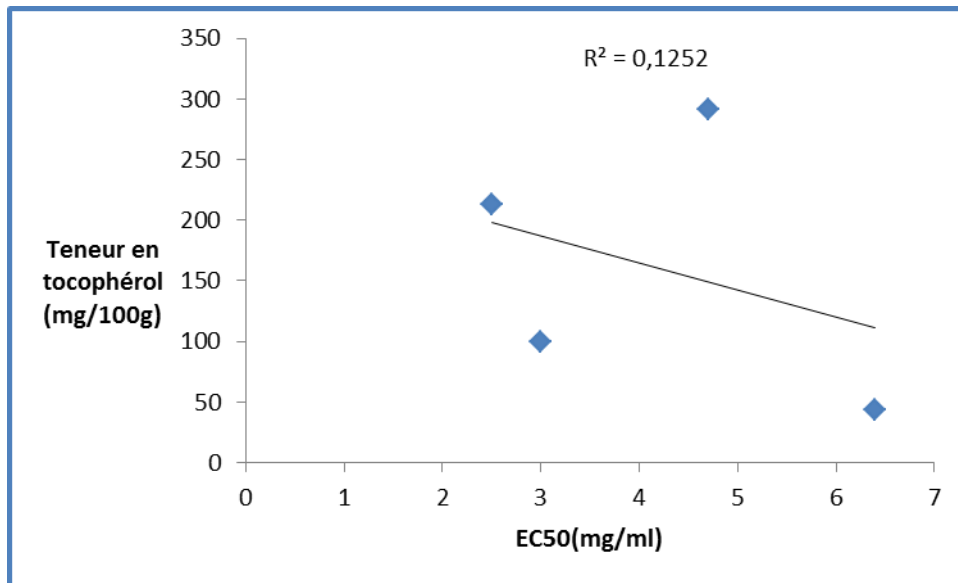
Dans le cadre de confirmer l'activité antioxydant des composés lipidiques, nous avons essayé de trouver une concordance entre les teneurs en tocophérols et les valeurs des concentrations du test DPPH (**Figure.II.4**).

D'après ces tracés, on remarque qu'il y a une mauvaise corrélation entre la teneur en tocophérols totaux et l'activité antioxydant ( $R^2 = 0.12$ ).

Ceci nous permet de déduire que l'activité n'est pas due à la quantité de tocophérol dans le mil mais peut être à la qualité.

## II. Résultats et discussions

---



**Figure.II.4:** Corrélation entre la teneur en tocophérol et le test chimique DPPH.

# **Conclusion générale**

## Conclusion générale

---

La présente étude a pour objectif l'étude de deux variétés locales de mil provenant de la région de Sud Algérien Adrar et Ain Saleh à travers leurs teneurs en composés lipidiques : rendement, analyse des EMAG dosage des tocophérols ; ainsi l'étude de l'activité antioxydant de leurs composés lipidiques.

On peut dire que :

- Que quelle que soit la variété étudiée le rendement d'extraction obtenu après l'hydrolyse est toujours plus élevé on peut expliquer cette différence par l'influence des molécules d'amidon sur le rendement.
- Dans les deux variétés étudiées, le taux d'acide gras saturé de deux huiles hydrolysées est toujours supérieur à ceux non hydrolysées.
- Le mode d'hydrolyse n'influe pas sur la quantité des tocophérols totaux (mil Adrar).
- Après l'hydrolyse de mil le taux de stérols augmente, on peut expliquer ça que il y'a des molécules de stérols sont masquées par l'amidon.
- Le pouvoir antioxydant des extraits hydrolysés est supérieur à celle non hydrolysé quel que soit la variété étudiée.

La mauvaise corrélation entre la teneur en tocophérols totaux et l'activité antioxydant, ( $R^2 = 0.12$ ). Ceci nous permet de déduire que l'activité n'est pas due à la quantité de tocophérol dans le mil mais peut être à la qualité.

Comme perspective, il est important d'étudiée des autres molécules qui masquent les composés lipidiques et aussi autres activités antioxydant *in vitro* et *in vivo* et de compléter ce travail avec d'autres parties de cette plante pour voir quelle est la méthode d'extraction la plus efficace et quelle partie de cette espèce donne l'activité antioxydant la plus élevée.

## Références bibliographiques

---

- **Barreto M. Carmo. (2005).** Lipid extraction and cholesterol quantification. *J. Chem. Educ.* Vol 82(1), p103-104.
- **Brand-Williams .W, Cuvelier. (1995).** Berset C Food Science and Technology p 25-30.
- **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, Vol 85:921–924.
- **Charrouf M. (1984).** Contribution à l'étude chimique de l'huile d'*Argania spinosa*. (L)Sapotaceae. Thèse université de Perpignan. France.
- **Cocallemen S., Farines M., Faill H., Soulier J., Morin O. (1988).** Study of the seed oil of eggplant, *Solanum melongena* (L), Solanaceae. *Revue Française des corps gras*, Vol 35 (3): 105-10.
- **Cotelle, N.; Bernier, J.L.; Catteau, J.P.; Pommery, J.; Wallet, J.C.; Gaydou, E.M. (1996)** Antioxidant properties of hydroxy-flavones, *Free Radic* , p 35-43.
- **Didier Bereau. (2001).** Huiles et fractions insaponifiables de huit espèces de palmiers amazoniens. Thèse présentée pour l'obtention du diplôme de doctorat en sciences des agroressources
- **Emmerie A, Engel C. (1939).** Colorimetric détermination of tocopherol (vitamin E), Vol 58(4): 283-289.
- **Ernster L et K. Nordenbrand (1967).** Microsomal lipid peroxidation, *Methods enzymol* p 574-580.
- **FAO (1996).** Le Sorgho Et Les Mils Dans La Nutrition Humaine. Edited By Food And Agricultural Organization Of The United Nations (FAO), Rome, Italy,
- **Hadbaoui Z. (2012).** Evaluation de l'activité antioxydante des fractions lipidiques, protéiques et phénoliques de Sorgho et de Mil de Ain Saleh. Thèse présentée pour l'obtention du diplôme de doctorat en chimie. Université kasdi merbah- Ouargla. Algérie.
- **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.

## Références bibliographiques

---

- **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.
- **Hind Mokrane. (2010).** Valorisation des matières protéiques de céréales locales: Sorgho et Mil. Thèse présentée pour l'obtention du diplôme de doctorat d'état en génie de l'environnement. Ecole national polytechnique Alger.
- **Karleskind Alain. (1992).** Manuel des corps gras, Technique et Documentation – Lavoisier, Volume 1 ; 787 pages. France.
- **Mireille, G. (2001).** Mémento de l'agronome. centre de coopération internationale en recherche agronomique pour le développement (cirad), groupe de recherche et d'échanges technologiques (gret)
- **Polaszak, A., Delvare, G. (2000).** Les foreurs et tiges de céréales en Afrique: importance économique, systématique, ennemis naturels et méthodes de lutte. cirad en association avec acp-ue centre technique de coopération agricole et rurale.
- Sajid Mehmood a, Ilkay Orhan b, Zaheer Ahsan c, Sinem Aslan d, I Muhammad Gulfraz, 2008.** Fatty acid composition of seed oil of different *Sorghum bicolor* varieties , 109 .855–859.
- **Sébastien Veillet. (2010).** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : entre tradition et innovation. thèse présentée pour l'obtention du diplôme de doctorat d'état en chimie. Université D'avignon Et Des Pays De Vaucluse, Marseille.
- **Sanaa Ragaee ; El-Sayed M. Abdel-Aal ; Maher Noaman. (2006).** Antioxidant activity and nutrient composition of selected cereals for food USA .Food Chemistry .98, 32–38.
- **W.N.Sawaya ,J.K.Khaltl and W.J.Safi .(1984).** Nutrition alquality of pearl millet flour and bread. Chemical Characteristics and Fatty Acid Profile of Foxtail Millet Bran Oil; 87:63–67.



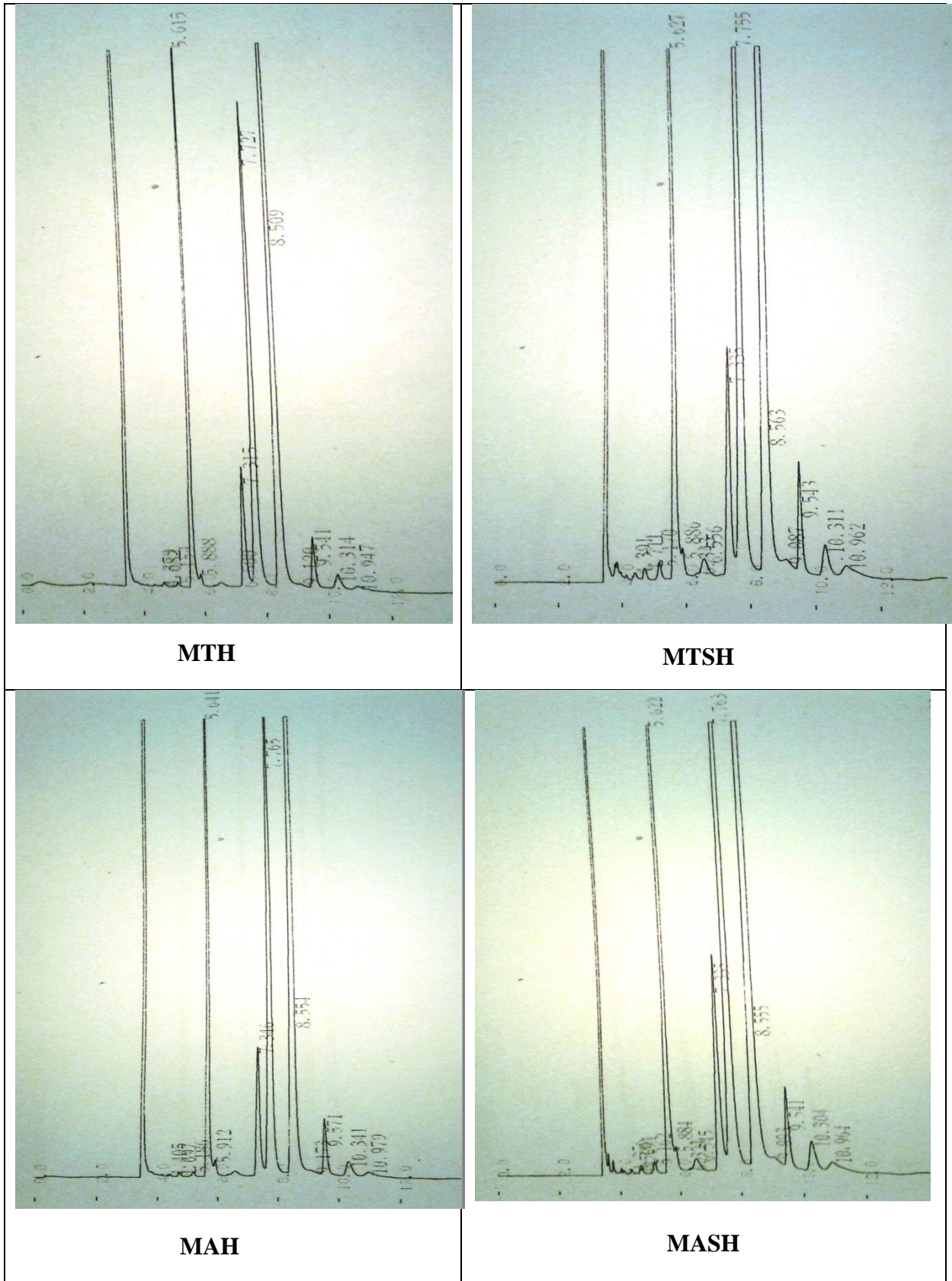


Figure Annexe.3 : Les chromatogrammes des esters méthyliques d'acides gras