

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université Saad Dahlab Blida
Faculté des sciences agro-vétérinaires et biologiques
Département d'agronomie
Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme
de Master en Science de la Vie et de la Nature
Filière : science alimentaire
Option : nutrition et control des aliments

Etude comparative de la composition chimique des graines chez quelques variétés de carthame

Présenté Par :

ACHOUR HADJER

Devant le jury:

-Me RAMDANE S.	Maitre Assistant	USDB	Président
-Mm KOUIDRI A.	Maitre Assistante	USDB	Examinatrice
-Mm IDRES A.	Maitre Assistante	USDB	Examinatrice
-Me HADJ SADOK T.	Maitre de conférence	USDB	Promoteur
-Melle MIHOUB I.	Doctorante	USTHB	Co-promotrice

Année universitaire 2011/2012

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je remercie dieu le tout puissant de m'avoir donné le courage de surmonter tous ces problèmes.

Je tiens à exprimer ma gratitude à mes responsables de thèse : Monsieur ***Hadjadok*** professeur à l'université SAAD DAHLAB de Blida et surtout à Madame : ***Mihoub Imene***. Mes vifs remerciements vont aux personnes qui m'ont permis de réaliser ce travail au niveau du laboratoire de physiologie végétale de l'université USTHB de Bab-Ezouar et au Mme LECHEHAB de laboratoire de centre de recherche scientifique et technique aux analyses physicochimique de l'université USTHB de faculté de physique.

Mes vifs remerciements vont également aux membres du jury. J'adresse toute ma gratitude à Monsieur RAMDANE, professeur à l'université de Blida, Madame KOUIDRI, professeur à l'université de Blida, Madame IDRES, professeur à l'université de Blida; pour avoir accepté le travail d'analyse et d'évaluation qu'implique ce statut.

DEDICACE

*Je dédie cet humble travail en premier lieu à la mémoire de **mon très cher père** et à **ma très chère maman** que dieu nous les préserve, je leur dis mission accomplie et le but est atteint. Veuillez accepter mes très chers ce modeste travail comme l'une des récompenses de vos efforts avec moi depuis toujours.*

A mes frères et sœurs : Amina, Hamza, Meriem et Ibrahim.

A ma grande mère

A mon amis : Hiba Chahinez.

A tous mes amis et collègues de mon option Nutrition et control des Aliments.

Résumé

Notre étude a pour objectif la comparaison de la qualité nutritionnelle de l'huile chez quelque variété de carthame. Une évaluation du rendement en huile a été effectuée sur vingt variétés de carthame, originaires de différentes régions. Une analyse quantitative des protéines, des sucres et de l'amidon a été réalisée sur deux variétés de carthame dont une variété d'origine locale. Le profil d'acide gras a été analysé pour deux variétés, une variétés qui possède un rendement potentiel élevé et une variété locale

Pour le rendement en huile des 20 variétés, la variété USDA20, USDA31 et USDA28 possèdent les teneurs les plus élevées (21,1%, 20,2 et 19,5%) en huile et USDA31 possède le plus faible rendement en huile 15,3% (pour les extractions réalisées avec l'éther de pétrole). Pour les variétés dont l'huile a été extraite avec l'heptane, USDA26, USDA19, USDA22 et Bouhouhou9, possèdent les teneurs les plus élevées (19,9 à 18%) par contre USDA21 possède la plus faible teneur en huile, 14,9%.

L'analyse des paramètres nutritionnels montre que la variété syrienne « USDA32 » a une teneur en sucre soluble plus élevé par rapport à la variété de Touggourt (0,027 ; 0,022 mg /g) et pour l'amidon USDA32 possède une teneur élevé par rapport à la variété de Touggourt (0,008 ; 0,006 mg /g) mais ces différences n'ont pas été révélées significatives par l'analyse de la variance, , La variété USDA 32 possède aussi une teneur en huile plus élevée que celle de la variété Touggourt et cette différence entre les deux variétés pour la teneur en protéines a été révélée significative par l'analyse de la variance . Les résultats de l'analyse des acide gras montre que les deux variétés étudiées présentent une teneur élevée en acide Linoléique 78,19% pour la variété locale et 75,26% pour la variété syrienne

Mots clés : extraction d'huile, carthame, sucres, amidon, protéines, acides gras, oléagineux.

Summary

Our study aims to compare the nutritional quality of the oil in some variety of safflower. An evaluation of oil yield was performed on twenty varieties of safflower from different regions. A quantitative analysis of proteins, sugars and starch was carried out on two varieties of safflower including a variety of local origin. The fatty acid profile was analyzed in two varieties, one variety that has a high yield potential and a local variety.

For the oil yield of 20 varieties, the variety USDA20, and USDA31 USDA28 have the highest contents (21.1%, 20.2 and 19.5%) of oil and USDA31 has the lowest oil yield 15.3% (for the extractions performed with petroleum ether). Varieties for which the oil was extracted with heptane, USDA26, USDA19, and USDA22 Bouhouhou9, have the highest contents (19.9 to 18%) by contrast USDA21 possesses the lowest oil content, 14.9%.

The analysis of nutritional parameters shows that the Syrian variety "USDA32" has a soluble sugar content higher compared to the variety of Touggourt (0.027, 0.022 mg / g) and starch content USDA32 has high compared to variety Touggourt (0.008, 0.006 mg / g), but these differences were not found to be significant by analysis of variance, variety 32 USDA also has a higher oil content than the variety and Touggourt this difference between the two varieties for protein content was found to be significant by analysis of variance. The results of fatty acid analysis shows that the two varieties studied present a high content of linoleic acid 78.19% to local variety and 75.26% for variety Syrian

Keywords: oil extraction, safflower, sugar, starch, proteins, fatty acids, oilseeds.

ملخص

دراستنا تهدف للمقارنة بين نوعية التغذية من الزيت في مجموعة متنوعة من العصفور. تم إجراء تقييم لمردود الزيت على عشرين نوعاً من العصفور من مختلف المناطق. وأجري التحليل الكمي من السكريات والبروتينات والنشويات بها على نوعين من العصفور بما في ذلك نوعية من المنشأ المحلي. تم تحليل الملف الأحماض الدهنية في نوعين، نوعية واحد لديها إمكانات عالية الإنتاجية والنوعية المحلية.

فيما يخص المردود الزيتي من 20 نوعاً، التنوعات 20USDA, 31USDA و 28USDA لديها أعلى مستويات (21.1, 20.2 و 19.5%) من الزيت و 13USDA لديها أدنى مردود من الزيت 15.3% (الاستخراج مع ايثر البترول). الأصناف التي تم استخراج الزيت مع الهبتان, 26USDA, 19USDA, 22USDA و 9Bouhouhou لديها أعلى مستوياتها من الزيت (19.9 إلى 18%) على عكس 21USDA لديها أدنى احتوى من الزيت 14.9%.

تحليل العوامل الغذائية يدل على أن التنوع السوري 32 USDA يحتوي أعلى نسبة السكر بالمقارنة مع التنوع Touggourt (0.027 , 0.022 g\mg) و النشاء 32 USDA لديها كمية أعلى بالمقارنة مع التنوع Touggourt (0.008 , 0.006 g\mg) و لكن هذه الاختلافات ليست لها مغزى في تحليل التباين. التنوع 32 USDA يحتوي أيضاً على أعلى نسبة من الزيت من التنوع tTouggourt و هذه الاختلافات بين التنوعين لمحتوى البروتينات لها مغزى في التحليل التباين. نتائج تحليل الأحماض الدهنية يدل على أن الصنفين لديهما نسبة عالية من حمض اللينوليك 78.19% للتنوع المحلي و 75.26% للتنوع السوري.

كلمات جوهرية: استخراج الزيت، العصفور، والسكر، والنشاء، والبروتينات، والأحماض الدهنية، والبذور

الزيتية

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : La plante de carthame (<i>carthamus tinctorius</i>)(origine).....	04
Figure 2 : Structure des tocotriénols.....	14
Figure 3 Structures de stérols naturels de plantes.....	16
Figure4 : schéma d'un appareillage pour CPG.....	23
Figure 5 : graines de carthame de variété de Touggourt.....	26
Figure 6 : graines de carthame de variété USDA 1.....	27
Figure 7 : graines de carthame de variété USDA 32.....	28
Figure 8 : Courbe étalon des sucres (densité optique lue à $\lambda= 630\text{nm}$).....	34
Figure 9 : Courbe d'étalonnage de protéine. (Méthode Bradford).....	36
Figure 10 : Rotavapeur.....	37
Figure 11 : Représentation de la teneur en huile pour déterminer la meilleure méthode d'extraction.....	40
Figure 12 : boite à moustaches de la teneur en huile(g) pour la meilleure méthode... 	41
Figure 13 : Représentation de la teneur en huile de 20 variétés de carthame.....	42
Figure 14 : Représentation de la teneur en sucre soluble de 2 variétés de carthame..	44
Figure 15 : Représentation de la teneur en amidon de 2 variétés de carthame.....	45
Figure 16 : Représentation de la teneur en protéine de 2 variétés de carthame.....	46
Figure 17 : Chromatogramme 1 : Profil chromatographique en acide gras de l'huile de Carthame de la variété Touggourt avec mention des temps de rétention.....	48
Figure 18: Chromatogramme 2 : Profil chromatographique en acide gras de l'huile de Carthame de la variété USDA 32 avec mention des temps de rétention.....	48

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : composition en acides aminés de la graine de carthame (en %des protéines brute).....	10
Tableau 2 : la composition de l'huile de carthame (exprimée en pourcentage des acides gras totaux).....	12
Tableau 3 : comparatif des caractéristiques des vingt variétés de carthame étudiées.	27
Tableau 4 : Les caractéristiques de variété de carthame USDA32 étudiée.....	29
Tableau 5 : Analyse de la variance relative de la teneur en huile de la méthode d'extraction.....	41
Tableau 6 : Analyse de la variance de 6 variétés pour la teneur en huile.....	43
Tableau 7 : Analyse de la variance de 14 variétés pour la teneur en huile.....	43
Tableau 8 : Analyse de la variance de deux variétés pour la teneur en sucre soluble.	44
Tableau 9 : Analyse de la variance de deux variétés pour la teneur en amidon.....	45
Tableau 10 : Analyse de la variance de deux variétés pour la teneur en protéine.....	46
Tableau 11 : Composition quantitative en acide gras de l'huile de Carthame de la variété Touggourt.....	49
Tableau 12 : Composition quantitative en acide gras de l'huile de Carthame de la variété USDA-32.....	49

ABREVIATIONS

AG : acide gras.

AGPI : acide gras polyinsaturé.

AOAC : Association des Chimistes Analytique Officiels.

AOCS : American Oil Chemists' Society.

Arg : arginine.

CLHP : Chromatographie en Phase Liquide.

CPG : Chromatographie en Phase Gazeuse.

Cys : cystine.

ENCG : Entreprise National des Corps Gras.

FAO : Food and Agriculture Organization (organisation des nations unis pour l'alimentation et l'agriculture).

FOSFA : Federation of Oils, Seeds and Fats Association.

Gly : Glycine.

His : histidine.

IA : indice d'acide.

Ile : isoleusine.

ISO : International Organization for Standardization

Leu : leucine.

Lys : lysine.

Met : méthionine.

MC : moyenne des carrés.

Phé : phénylalanine.

SC : somme des carrés.

Thr : thréonine.

Try : tryptophane

Tyr : tyrosine.

UICPA : Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée.

Val : valine.

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	01
-------------------	----

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I : GENERALITES SUR LE CARTHAME

I.1. Origine et répartition géographique	03
I.2. Le carthame en Algérie.....	03
I.3. La plante de carthame	04
<i>I.3.1. Morphologie de la plante</i>	<i>04</i>
<i>I.2.2. La biologie de la plante</i>	<i>05</i>
<i>I.2.3. Croissance et développement de la plante</i>	<i>06</i>
I.4. Utilisation du carthame	06
<i>I.4.1. Alimentation humaine</i>	<i>06</i>
a/Graines de carthame.....	06
b/Huile de carthame	07
c/Les fleurs et feuilles de carthame	07
<i>I.4.2. Alimentation animale</i>	<i>07</i>
<i>I.4.3. L'industrie</i>	<i>08</i>
<i>I.4.4. Médecine</i>	<i>08</i>

Chapitre II : COMPOSITION DE LA GRAINE

II.1. Constituants de la coque	09
II.2. Constituants de l'amande.....	09
II.3. Constituants lipidiques.....	10
<i>II.3.1. Acides gras.....</i>	<i>10</i>
<i>II.3.2. Tocophérols.....</i>	<i>13</i>
<i>II.3.3. Phytostérols.....</i>	<i>14</i>

Chapitre III : METHODES D'ANALYSES DES CONSTITUANTS DE LA GRAINE

III.1. Méthodes de dosage des lipides totaux de la graine.....	17
III.2. Méthodes de dosage des constituants protéiques de la graine.....	19
III.3. Méthodes de dosage des sucres de la graine	20
III.4 Détermination des constituants majeurs.....	21
III.4.1 Triglycérides.....	21
III.4.2 Acides Gras.....	22
III.4.3. Phospholipides.....	23

MATERIEL ET METHODE

1- Objectif	26
2 - Matériel végétal	26
3- Extraction et dosage des lipides totaux.....	29
4. Extraction et Dosage des sucres solubles et de l'amidon.....	33
5. Extraction et Dosage des protéines.....	35
6- La détermination de la composition en acides gras.....	36
7. Méthodes d'analyses statistiques.....	39
RESULTATS ET DISCUSSION	40
CONCLUSION	51
Références bibliographiques	53

Annexe

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

INTRODUCTION

Les plantes oléagineuses sont cultivées pour l'huile de leurs graines. 91% des besoins en huile alimentaire dans le monde sont assurés par 6 cultures qui sont par ordre d'importance : soja, palme, colza, tournesol, cotonnier et arachide. Les 9% restants sont assurés par des espèces de moindre importance et sont des huiles rares (olive, carthame, coprah, amande, lin, maïs, courge, ricin, pistache, arganier, sésame, etc.).

Outre leur importance nutritionnelle dans l'alimentation humaine (sous forme d'huile raffinée, de margarine et de produits similaires), les huiles de graines oléagineuses sont corollairement associées aux tourteaux destinés à l'alimentation animale et aux produits industriels tels que les savons, les détergents, les peintures et les vernis ainsi qu'à l'industrie du cuir.

Le manque de ressources alimentaires de haute qualité (produit d'origine animale), a en effet conduit de nombreux pays à recourir à l'utilisation de produits d'origine végétale.

L'objectif principal de ces pays, dont l'Algérie, est d'atteindre l'autosuffisance et sortir de la dépendance alimentaire.

En Algérie, nous rappelons que les importations des huiles brutes pour l'année 2001 ont atteint 320.000 tonnes et pour cela il faut 960.000 tonnes en graines oléagineuses (Rachedi et Ameroun, 2003). Pour l'année 2010/2011 ont atteint 0.6 millions de tonnes en huiles brutes et matières grasses. (Thoenes, 2010)

Quoiqu'il en soit, il est certain que la culture du carthame est ancienne. On utilise depuis des siècles, les propriétés thérapeutiques de son huile, les pigments de ses fleurs (pétales) dans la teinturerie et l'alimentation humaine (faux safran).

Pourtant cette culture ne semble pas poser de problème technique majeur en Algérie, sa plasticité, sa résistance permet de fonder beaucoup d'espoirs pour son développement et contribuer ainsi à résorber le déficit huilier national.

Afin d'amorcer une autosuffisance nationale en produits agricoles, les modes de production de l'agriculture algérienne doivent évoluer et prendre en compte les attentes des consommateurs, la demande des filières et la durabilité des systèmes de production.

Cette étude a pour objectif

-l'évaluation du rendement en huile de quelques variétés de carthame originaires de différentes régions et de la qualité nutritionnelle de la graine de deux variétés de carthame une variété locale et une variété de référence.

**ETUDE
BIBLIOGRAPHIQUE**

Chapitre I : GENERALITES SUR LE CARTHAME

I.1. Origine et répartition géographique

Le carthame (*Carthamus tinctorius*), est, probablement, originaire du Proche-Orient. Cependant, l'Afghanistan, l'Ethiopie et l'Inde ont été sites comme centres de diversité (Van Der Vossen et Mkamilo, 2007). Il a été domestiqué depuis des temps très anciens, à l'origine pour le colorant orange fourni par ses fleurs et pour lequel on la cultivait déjà en Egypte en 2000 av. J-G. son emploi comme plante oléagineuse est probablement plus récent, mais il remonte aussi à l'époque préchrétienne (Van Der Vossen et Mkamilo, 2007).

Le carthame fut probablement introduit vers 200-300 après J-G en Chine. De la Chine, le carthame à été introduit au Japon. A partir du Proche-Orient, cette culture s'est répandue également vers l'ouest en Europe et dans les Amériques. Le Soudan, l'Ethiopie, le Kenya et la Tanzanie en sont les principaux producteurs en Afrique tropicale (.Van Der Vossen et Mkamilo, 2007).

I.2. Le carthame en Algérie

Le carthame a été introduit en Afrique du nord par des arabes (Benzouhra, 2001). En Algérie le carthame était cultivé à l'époque coloniale française et d'après KADDACH M (1982), le carthame a déjà été cultivé en Algérie dans la région de Tiaret même avant la période coloniale.

Plus récemment, le carthame a été relancé comme plante industrielle dans le plan quadriennal 1973/1977 (Benzouhra, 2001).

La culture du carthame a été introduite en Algérie en 1975 (Benzouhra, 2001).

Cette introduction avait pour but la Production de l'huile pour l'alimentation humaine, la Production de tourteaux pour l'alimentation animale et la valorisation de la jachère.

Malgré les résultats prometteur obtenus aussi bien en expérimentation qu'en parcelles pilotes, le développement de cette culture a été un échec jusqu'en 1983-84 date laquelle la culture du carthame comme d'ailleurs pour le tournesol fut abandonnée.

Le rendement obtenus étaient faible et loin de répondre aux objectifs du plan de développement des cultures oléagineux. Mais il importe de ne pas perdre de vue un certain nombre de facteurs qui ont rendu difficile voire impossible la culture du carthame.

Parmi ces facteurs:

-La lenteur dans la mise en place d'un circuit de commercialisation adéquat. Ce qui a rendu difficile la commercialisation de la production et décourager les agriculteurs à développer la culture du carthame.

-La transformation du carthame relève de la SOGEDIA (ENCG actuellement) mais aux unités de cet organisme, de sérieux problèmes technique.

-Le prix à la production fixé par l'état était loin à même d'encourager les producteurs. Le prix de base fixé à 160DA le quintal.

Une longue tradition de mise en jachère des soles libres de blé était difficile à abandonner. Surfaces réalisées et rendements obtenus en Algérie 1975-76 à 1981-82 (Benzouhra, 2001). : Les surfaces semées ont diminuées d'année en année de 14000 à 150Ha et par conséquent les rendements ont aussi diminués. (Annexe 1)

I.3. La plante de carthame

I.3.1. Morphologie de la plante



Figure 2 : La plante de carthame (*carthamus tinctorius*). (origine)

a/ La racine :

Le carthame est une plante à racine fusiforme et pivotante lui permettent d'explorer les couches profondes du sol et de résister, ainsi à la sécheresse printanière.

b/ La tige :

Cette composée annuelle à une tige droite, dressée, lisse de couleur blanchâtre, et rameuse à son sommet. Elle atteint de 0,60 à 1,5 m suivant la date de semis et les conditions de développement.

c/ Les feuilles :

Les feuilles sont culinaires, alternés, sessiles, ovales, coriaces et bordées de dents épineuses.

d/ L'inflorescence :

Les fleurs terminales ou capitules sont solitaires, ovoïdes, comprimées, composées de fleurons d'une couleur jaune orange rappelant la couleur du safran.

Les fleurs provenant de cultivars épineux sont cultivées pour la production d'huile ; quelques cultivars sans épines sont utilisés comme plantes tinctoriales.

e/ Le fruit :

Les grains sont de petits akènes de forme pyramidale, de couleur blanches, luisantes, elles contiennent des amandes oléagineuses d'une saveur d'abord douce ensuite âcre.

1.3.2. La biologie de la plante

Semé au début d'hiver, il germe d'une façon épigée et développe une rosette, une racine en pivot pour favoriser la pénétration en profondeur. La floraison commence 55 à 80 jours après le semis.

La récolte des graines lorsque le carthame est à complète maturité c'est-à-dire lorsque l'on constate que la plante est totalement desséchée et le grain est très dur. Sa récolte s'effectue avec une moissonneuse-batteuse à céréales en prenant les précautions de procéder aux réglages spécifiques à cette culture (Anonyme, 1995)

1.3.3. Croissance et développement de la plante :

Le cycle végétatif du carthame se déroule en 6 phases (Benbabaali, 1995):

a/ Stade cotylédonaire :

Ce stade se caractérise par l'absence de feuilles vraies, seuls les deux cotylédons sont visibles.

b/ Stade rosette :

A cette phase l'apparition des feuilles commence simultanément au fur et a mesure du développement, pas de tige principale.

c/ Stade montaison :

Apparition des entre-nœuds et élongation de la tige.

d/ Stade formation de capitule :

Avant la formation de capitule, la tige se ramifie, et chaque ramification porte de 1 à 5 capitules.

e/ Floraison :

A ce stade les fleurs sont ouvertes, la couleur varie du jaune franc au safran foncé en passant par le jaune citron, l'oranger et le rouge. A ce moment la teinte safran est accentuée.

f/ Formation de la graine :

Elle commence par la chute des premiers pétales jusqu'à la formation d'akène.

I.4. Utilisation du carthame

I.4.1. Alimentation humaine

a/Graines de carthame

Les graines décortiquées sont comestibles et très nutritives, traditionnellement consommées grillées en Ethiopie (Dajue et Mündel, 1996).

La farine délipidée contient de 30 à 42% de protéines : les acides aminés limitant sont la méthionine et la lysine (Boullard, 2001). On a expérimentalement produit de la farine à partir de graines de carthame décortiquées pour servir de complément protéique de qualité alimentaire.

La farine de graines décortiquées de carthame est employée pour produire des suppléments alimentaires riches en protéines pour les humains. La farine peut être ajoutée à celle de blé pour faire des pains et des tartes (Van Der Vossen et Mkamilo, 2007).

b/Huile de carthame

L'huile est utilisée en alimentation humaine. Elle se caractérise par l'absence d'odeurs désagréables et par une saveur agréable. C'est une huile de composition simple qui ne contient pas des acides gras cyclique, elle possède une teneur élevée en acide linoléique.

Huile de carthame est spécialement appréciée à cause de sa manifeste action hypocholestérolémiant et de son efficacité en cas d'athérosclérose (FAO, 1990). Comme l'huile de tournesol, elle est médicalement recommandée pour les régimes où une forte teneur en acides gras polyinsaturés est souhaitable pour réduire le taux de cholestérol dans le sang,(FAO,1990) et aussi pour prévenir une déficience en acides gras essentiels par leur teneur élevée en acide linoléique.

c/Les fleurs et feuilles de carthame

Les fleurs de carthame sont utilisées en tant que colorant alimentaire naturel, c'est un substitut ou un succédané du safran, et les fleurs sont couramment mélangées à du riz, du pain, des pickles et autres aliments pour leurs donner une couleur attrayante jaune orangé (Van Der Vossen et. Mkamilo, 2007).

Les jeunes feuilles de carthame se mangent crues en salade ou cuites à la vapeur.

1.4.2. Alimentation animale

Chez les animaux, ce sont les tourteaux qui sont utilisés. Les tourteaux sont des résidus solides obtenus lors des traitements des graines ou des fruits oléagineux naturels ou

décortiqués. Ces traitements sont soit l'extraction par pression ou par des solvants qui donnent d'huile comestible, industrielle ou pharmaceutique.

Les tourteaux sont employés comme aliment du bétail. Les tourteaux de graines non décortiquées (botaniquement le fruit) contiennent un glucoside, le matairésinol, et ne sont utilisés que pour les ruminants. Après élimination des composés amers, le tourteau de graines décortiquées constituerait un excellent aliment pour les animaux monogastrique, mais la décortication est généralement une opération trop coûteuse (Van Der Vossen et Mkamilo, 2007).

Le tourteau pressé de graines décortiquées contient jusqu'à 42% de protéines.

Le feuillage de carthame constitue un bon fourrage vert, et peut être conservé sous forme de foin ou d'ensilage.

1.4.3. L'industrie

Cette huile a des usages industriels. En Inde, on l'utilise traditionnellement pour faire de la cire « roghan », employée dans l'industrie du batik. (C'est une technique d'impression des étoffes)

L'huile de carthame est utilisée dans la fabrication des peintures, et elle se caractérise par un séchage rapide. L'huile est aussi utilisée dans le traitement des surfaces en bois. L'huile de carthame peut aussi être utilisée comme biocarburant.

La poudre de feuilles desséchées du carthame est utilisée par les égyptiens pour coaguler le lait pour fabrication des fromages (Heuze, 1859).

Les fleurs du carthames servent à teindre les étoffes de soie et de coton en couleurs rose, cerise et ponceau (Heuze, 1859).

1.4.4. Médecine

En Chine, les fleurs sont employées pour traiter des affections telles que thrombose cérébrale, stérilité masculine, rhumatisme et bronchite, pour provoquer l'accouchement, et comme tisane tonique pour revigorer la circulation sanguine et le cœur (Van Der Vossen et Mkamilo, 2007). Des médicaments à base de carthame montrent également un effet bénéfique sur la douleur et l'enflure associées à un traumatisme. A Maurice, les graines

sont considérées comme laxatives. L'huile est appliquée pour traiter la gale (Van Der Vossen et Mkamilo, 2007). Récemment, l'attention a été de plus en plus attirée par l'huile de graines de carthame comme un produit de soins de santé excellente, parce qu'elle est efficace pour le traitement de l'hyperlipémie, l'artériosclérose, la maladie coronarienne et il peut améliorer la microcirculation (LU et *al.*, 2004).

Chapitre II : COMPOSITION DE LA GRAINE

De la taille d'un gros grain de blé, à coque blanche ou quelquefois nacrées et striées de multiples couleurs, plus rarement complètement noires. La graine est composée de 30-40% de coque et de 60-70% d'amande. Cette graine peut contenir d'humidité 5.3%, protéines 14,9%, graisses 27.5%, cendres 2.3%, 3.2% sucres totaux et de fibres brutes 40,6% (Latha et Prakash, 1984).

II.1. Constituants de la coque

Les coques constituent environ 40% des graines. D'après GOSS. et OTAGAKI (1954), la variété d'Etats-Unis, la coque qu'est composée de 91.3% Matière Sèche contient en pourcentage de la matière sèche : 4.2% Protéines Brutes, 58.2% Fibres Brutes, 1.5% Cendres, 5.1% énergie assimilable, 31% extrait non azote.

II.2. Constituants de l'amande

L'amande constitue 60 à 70 % de la graine entière qui est le lieu de stockage des réserves de la graine nécessaires au développement de l'embryon. La graine de carthame accumule essentiellement deux types de substances de réserve, les protéines et les lipides.

Les acides aminés qui constituent 17% des protéines brute du l'amande de carthame sont résumés dans le tableau 1.

Tableau 1 : composition en acides aminés de la graine de carthame (en %des protéines brute). D’après Van Etten, C.H. et al. (1963).

	Gly	Ile	Leu	Lys	Met	Cys	Arg	Phé	Tyr	His	Thr	Try	Val
Graine de carthame	5.0	3.7	6,0	3.2	1.5	1,7	9.4	4.3	2,9	2.6	3,2	0,9	5,3

L’amande peut contenir 20-45% d’une huile très recherchée pour sa teneur en acides gras linoléique ou Omega 6 (C18:2) (Dajue et Mündel, 1996).

II.4. Constituants lipidiques

La graine de carthame se compose de plusieurs constituants. Parmi ces différentes molécules mises en réserves, nombre d’entre elles sont susceptibles de fluctuer selon les conditions génétiques et environnementales.

II.4.1. Acides gras

Définition

Les acide gras molécules peut abondants sous forme libre dans les matières grasse fraiche.

Ces sont des acide carboxylique à chaîne aliphatique hydrophobe saturés ou non saturés.

Ils sont notés **n:m** où **n** représente le nombre d’atomes de carbone et **m** représente le nombre des doubles liaisons.

La longueur de la chaîne carbonée permet une classification des AG en quatre catégories:

- AG volatils avec 2,3ott 4 atomes de carbone.
- AG à chaîne courte qui possède 6 à10 atomes de carbone
- AG à chaîne moyenne avec 12 à 14 atomes de carbone
- AG à chaîne longue avec 16 ou plus de 16 atomes de carbone.

Les acides gras de 16 et 18 atomes de carbone sont les plus dominants dans le règne végétal (Cuvelier et *al.*, 2004).

Les acides gras sont classés en trois groupes essentiels selon leur structure chimique

a. acides gras saturés

Les acides gras saturés ont comme formule brute général $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_n - \text{COOH}$. La plus part des AG retrouvés à l'état naturel sont à nombre pair de carbone et à chaîne linéaire.

les acides gras à courte chaîne sont liquides à température ambiante alors que les acides gras pourvus de 10 atome de carbone sont solides (Cuvelier et al., 2004).

d. Les acides gras insaturés

Les acides gras insaturés peuvent contenir entre 1 et 6 doubles liaisons et sont dite selon le cas monoinsaturés ou polyinsaturés, à titre d'exemple il est fréquent de rencontrer les AG suivant :

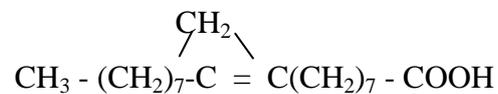
-acide oléique C18:1

-acide linoléique C18:2

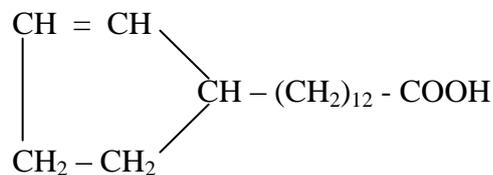
-acide linoléique C18:3

c/ Acides gras cycliques

Sont rarement rencontrés, ils consistent :



Acide sterculiques : (Octyle-2- cyclopropényll) 8 octanoïque)



Acide chaulmoogrique : (Cyclopentényll) 13 tridécanoïque (Naudet , 1992)

Il existe deux types de cultivars fournissant des huiles différentes sont reconnus : ceux à oléique, et ceux à huile linoléique. La composition en acides gras des premiers est la suivante : acide palmitique 5-6%, acide stéarique 1.5-2%, acide oléique 74-80%, acide

linoléique 13-18% et traces d'acide linoléique et d'acides gras à chaîne plus longue ; la composition en acides gras de l'huile de carthame linoléique est donnée dans le **tableau 2**.

Les acides gras sont les composants alimentaires qui représentent la plus forte quantité d'énergie libérée pendant l'oxydation des lipides « 9Kcal »²⁹. Ce sont les acides gras des aliments qui confèrent la forte valeur énergétique qui présente un intérêt de point de vue nutritionnel (FAO, 1990).

Tableau 2 : la composition de l'huile de carthame (exprimée en pourcentage des acides gras totaux) D'après Virginie Dubois et al.(2008)

Nom	Carthame
Latin	Carthamus tintorius
C16:0	6,1
C18:0	2,3
C20:0	0,4
C22:0	0,3
C24:0	0,1
Total AGS	9,1
C16:1 n-7	0,1
C18:1 n-9	13,4
C20:1 n-9	0,2
C24:1 n-9	0,2
Total AGMI	13,9
C18:2 n-6	76,0
C18:3 n-3	0,3
Total AGPI	77,3
Total n-6	76,5
Total n-3	0,8

Rôle biologique des acides gras

Les acides gras jouent un rôle énergétique et de réserve. Parmi les acides gras on distingue les acides gras essentiels qui sont indispensables au corps humain. Dans le cas de carence en ces acides ce manifeste plusieurs maladies parce que l'homme il est incapable de les synthétiser. Parmi les acides gras essentiels, on peut citer :

--L'acide polyinsaturés (n-6) [AGPI n-6] série linoléique qui possède une fonction reproductrice et fonction cellulaire (favorise la différenciation de l'épiderme) et la régulation des lipides du plasma abaissent le cholestérol LDL.

La carence en acide linoléique a été décrite chez des enfants dont le régime alimentaire ne contenait pas de matières grasses (Hansen et *al.*, 1963). Ces enfants ont eu des dermatoses qui guéries par l'administration d'acide linoléique.

--L'acide polyinsaturés (n-3) [AGPI n-3] série α -linoléique possède une neurosensorielles (fonction spécifique dans le développement de la rétine, du cerveau et du système nerveux' fonction plaquettaire (les AGPI n-3 sont des antiagrégants plaquettaires). Les acide gras AGPI n-3 possèdent des fonctions anti-inflammatoires, précurseurs de nombreuse molécules aux fonctions de signalisation inter et intracellulaires impliqués dans les réactions inflammatoires. Ils diminuent la synthèse de cytokine proinflammatoire.

Ces deux types des acide gras possédant des autres rôles communs, ils entrant dans la composition des phospholipides membranaires plus la molécule est insaturée à long chaîne plus elle est souple. Autres rôles peuvent être attribués à ce type d'acides gras comme la prévention contre certaines maladies cardiovasculaires (Bremaud. et *al.*, 2008).

II.4.2. Tocophérols

La vitamine E fait partis de la famille des tocophérols est proposée pour la première fois en 1936 par "Evans et collaborateurs ". Ce nom provient du grec "tokos pour progéniture "pherein" pour porter.

Structure chimique

Les tocols rassemblent deux familles de molécules : les tocophérols et les tocotriénols. Les tocol naturellement présents dans les huiles végétales possèdent un squelette benzopyranol commun et une chaîne hydrocarbonée ramifiée en C16.

Cette famille comprend quatre substances α -tocophérol, β -tocophérol, γ -tocophérol et δ -tocophérol. (Cuvelier, et *al.*, 2003) qui sont représentés dans la Figure 2.

L'alpha tocophérol est le plus fréquent et le plus actif biologiquement et le bêta et gamma tocophérol représente une activité vitaminique réduite (respectivement 30et15% environ de l'activité d'alpha tocophérol) (Cuvelier , et *al.*, 2003).

	R1	R2
Alpha-tocophérol	CH ₃	CH ₃
Alpha-tocotriénol		
Béta-tocophérol	CH ₃	H
Béta-tocotriénol		
Gamma-tocophérol	H	CH ₃
Gamma-tocotriénol		
Delta-tocophérol	H	H
Delta-tocotriénol		

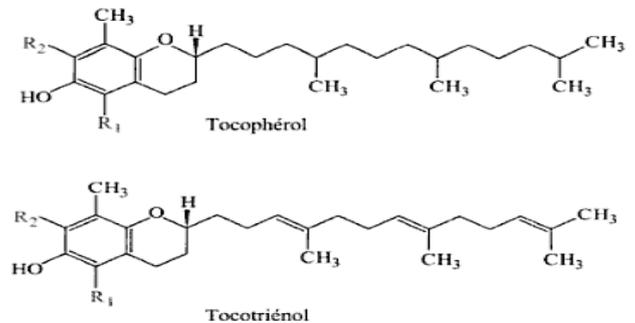


Figure 2 : Structure des tocotriénols (Werner et *al.*, 2010)

On a l'huile de carthame contient une quantité pas mal en Vitamine E ou tocophérol : 240-670mg/kg dont Alpha-tocophérol : 234-260 mg/kg, et de forme de trace en beta et gamma- tocophérol (FAO, 1999).

Rôle biologique de la vitamine E

La vitamine E est reconnue comme antioxydant naturels, grâce à sa capacité à inhiber les peroxydations lipidiques. Ils sont largement utilisés comme antioxydants dans l'industrie alimentaire comme conservateur ([E306](#) à [E309](#)) pour éviter le [rancissement](#) des aliments par les radicaux libres. La vitamine E a une action sur l'agrégation plaquettaire responsable des thromboses.

Elle a une action sur le métabolisme des globules rouges. La Vitamine E protège les membranes érythrocytaires contre l'action de la peroxydase de l'hémoglobine sur les AG désaturés. (Larbie, Leclercq, 1992)

II.4.3. Phytostérols

Les phytostérols ne sont pas synthétisés par l'homme et l'animal, mais sont apportés par l'alimentation (Vahouny et Kritchevsky , 1981). Ce sont des composés naturellement présents dans la fraction lipidique des plantes.

Définition et structure :

Les phytostérols sont des composants minotaires des huiles végétales, des produits céréaliers, des légumes, etc. Ils sont classés en 3 groupes en fonction du nombre de méthyles sur le carbone C-4 :

- Les 4-desméthylstérols(ou choléstanes), communément appelés phytostérols,
- Les 4-monométhylstérols (ou série des 4 α -méthylcholestanes),
- Les 4,4'-diméthylstérols (ou série des lanostanes).

Les formes les plus répandues de phytostérols sont le sitostérol, le campestérol et le stigmastérol, et depuis quelques années les phytostanols, dérivés hydrogénés en 5 α du sitostérol et du campestérol : respectivement le sitostanol et le campestanol (FABIENNE NIGON et *al*, 2000) (Figure 3).

Les phytostérols ont une structure très similaire à celle du cholestérol (Fabienne Nigon et *al.*, 2000); ils possèdent le même squelette carboné, c'est-à-dire un noyau cyclo-pentano-phénanthrénique. Ils diffèrent du cholestérol seulement par la présence d'une fonction méthyl pour le campestérol ou éthyl pour le sitostérol sur le carbone 24 (C24) de la chaîne carbonée (Figure 3). Le stigmastérol possède la même structure que le sitostérol avec une double liaison supplémentaire en position C22.

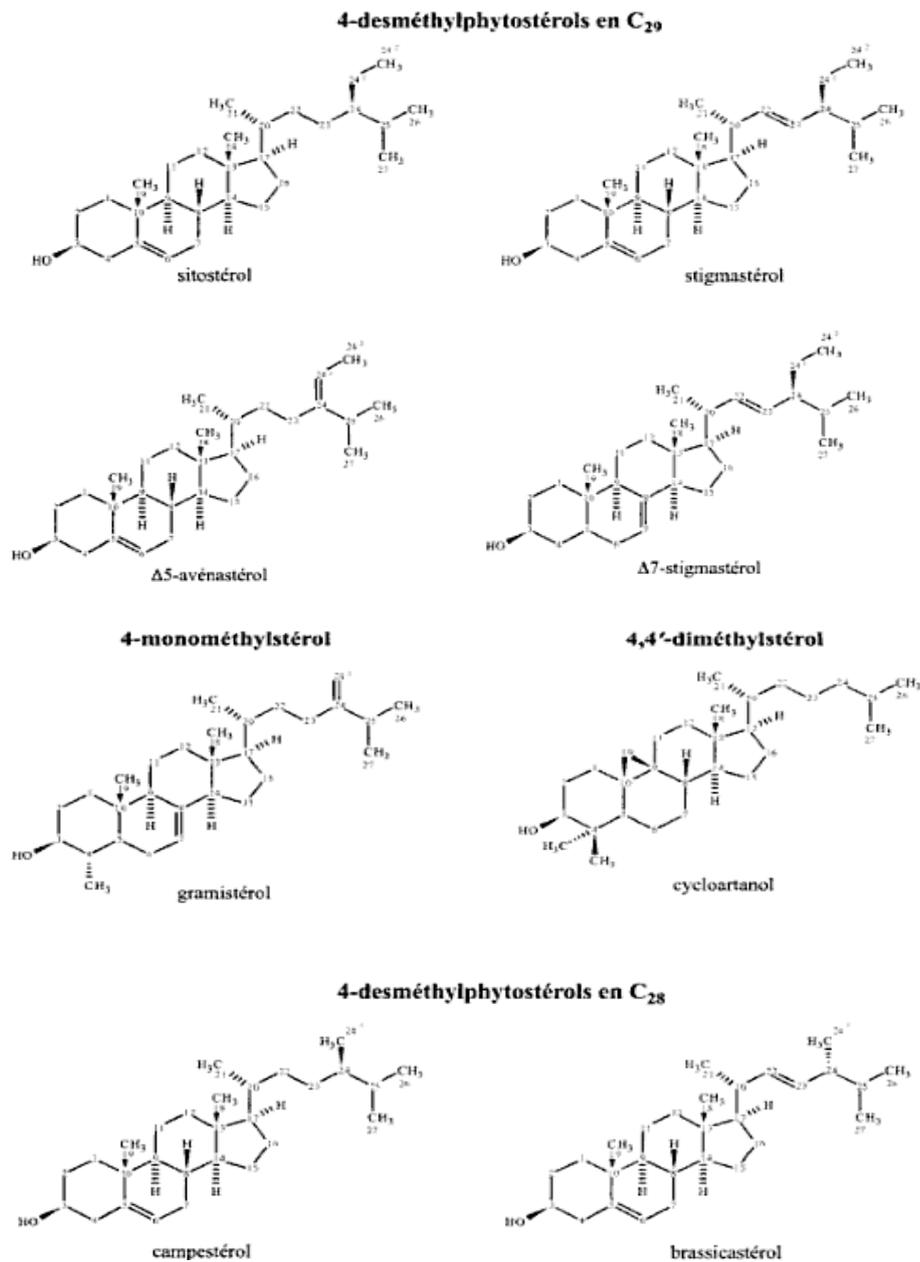


Figure 3 Structures de stérols naturels de plantes (Werner et al, 2010)

L'huile de carthame contient ainsi de ces formes qui sont par ordre décroissant : β -sitostérol : 40.2-50.6 mg/kg, campestérol : 9.2-13.3mg/kg, stigmastérol : 4.5-9.6mg/kg, Δ -7-avenastérol : 2.2-6.3mg/kg, Δ -5-avenasterol : 0.8-4.8mg/kg, autre : 0.5-6.4mg/kg (FAO, 1999).

Rôle des phytostérols

Depuis les années 1950, il a été montré à maintes reprises qu'une consommation importante de phytostérols conduit à une diminution des concentrations de cholestérol

plasmatique, que cette diminution est due à la baisse du cholestérol LDL (*low density lipoprotein*), et qu'elle est sans effet sur les concentrations plasmatiques en cholestérol HDL (*high density lipoprotein*) et en triglycérides (Miettinen et al., 1995). Depuis une vingtaine d'années, en Europe, notamment en Allemagne, des suppléments de phytostérols connaissent un succès populaire remarquable pour le traitement de l'hypertrophie bénigne de la prostate (Weststrate et Meijer, 1998).

Ces stérols végétaux ont une fonction cellulaire. Ils entrent dans la composition et la structure des membranes cellulaires. D'après Werner et al. (2010) les phytostérols ont également des propriétés antioxydantes et antipolymérisantes.

Les phytostérols sont aussi étudiés pour leur action anticancéreuse (Awad et Fink, 2000), immunomodulatrice et anti-inflammatoire (Bouic et al., 1999). Les phytostérols possèdent également un pouvoir émulsifiant et pénétrant. Cette propriété est utilisée en cosmétique où ils sont souvent employés comme agents anti-dessiccateurs de l'épiderme et du cuir chevelu (Folmer, 2003).

Chapitre III : Méthodes d'analyses des constituants de la graine

III.1. Méthodes de dosage des lipides totaux de la graine

La teneur en huile des oléagineux est le facteur de qualité essentiel et celui qui a le plus de répercussion sur la valeur marchande des graines oléagineuses.

La Norme NF ISO 659 (Soxhelt) qui est la méthode officielle reconnue dans la majorité des transactions commerciales tant nationales qu'internationales opère sur une prise d'essai de 10g de mouture qui est soumise à une succession d'opérations d'extraction et de broyage jusqu'à épuisement complet de la graine. La norme ne définit pas le type d'extracteur à utiliser, dans la pratique deux appareils sont généralement utilisés pour déterminer la teneur en huile des oléagineux à savoir le *Soxhelt* et le *Bolton Williams* (Karleskind et al., 1992).

A côté de la norme NF-ISO 659, il existe un certain nombre d'autres méthodes de dosage de l'huile par extraction par solvant qui ont également fait l'objet d'une Normalisation ou une officialisation au niveau national et international.

Méthode FOSFA

Le protocole opératoire de la méthode FOSFA est identique à celui de la norme NF-ISO 659 si ce n'est que le nombre d'extractions a été fixé précisément à 3 pour une durée totale de 8 heures (4+2+2h).

Les études comparatives conduites avec ces deux méthodes (NF/ISO et FOSFA) n'ont pas montré de différence significative au niveau des résultats obtenus.

Méthode AOCS

Au niveau américain, l'AOCS n'a pas normalisé un protocole unique de détermination de la teneur en huile des graisses oléagineuses mais pratiquement une méthode par type de graines, qui diffère par rapport les autres par les points suivants :

- utilisation unique de l'éther de pétrole comme solvant d'extraction.
- utilisation d'une prise d'essai plus faible de 2 à 5g suivant le type de graines.
- réalisation d'une extraction unique sans microbroyage durant un temps de 4 à 6h suivant la nature de la graine analysée.

Les méthodes de références (ISO – FOSFA – AOCS) que nous venons de décrire sont dans l'ensemble longues à mettre en œuvre (8 à 10h). Il est bien souvent nécessaire de pouvoir disposer de résultats dans des délais courts d'où l'utilisation de méthodes dites « rapides ».

Dans l'industrie, (Van Der Vossen et Mkamilo, 2007) L'extraction et la transformation de l'huile a lieu dans des usines pour les oléagineux. On nettoie les graines et on les fait sécher à 7% d'humidité avant de les débarrasser de leur enveloppe (décorticage), ce qui suppose de briser et d'enlever la paroi du fruit, il y a 3 méthodes pour l'extraction industrielle de l'huile :

- L'expulsion mécanique par presse à vis,
- L'extraction avec des solvants organiques comme l'hexane,
- Ou une combinaison d'extraction mécanique et aux solvants.

La pression mécanique laisse un résidu farineux à 5-6% d'huile tandis que l'extraction aux solvants forme des résidus contenant 0.5-1.5% d'huile. L'huile brute est ensuite

nettoyée par filtrage, raffinée (chimiquement ou à la vapeur) pour diminuer sa teneur en acide gras libre, décolorée (à la terre décolorante) pour enlever les caroténoïdes et autres pigments, et finalement désodorisée (extraction à la vapeur) pour produire une huile de table et de cuisson incolore.

III.2. Méthodes de dosage des constituants protéiques de la graine

Il existe plusieurs méthodes mais la plus célèbre est **la Méthode Kjeldahl** (Karleskind et *al.*, 1992).

La teneur en matières protéiques se détermine par calcul à partir de la teneur en azote dosée par cette méthode qui a fait l'objet d'une normalisation tant au niveau de l'AFNOR, de l'ISO que de la CEE. AOAC 978.02

Dans cette méthode l'azote organique est transformé en azote ammoniacal (sulfate d'ammonium) par minéralisation par l'acide sulfurique concentré en présence d'un catalyseur (oxyde de mercure...). L'azote ammoniacal est ensuite déplacé par un alcali (soude) et l'ammoniac libéré dosé titrimétriquement par une solution d'acide sulfurique.

Le taux de protéines est obtenu en multipliant la teneur en azote total trouvé par le facteur conventionnel 6,25.

Ainsi la technique de **Bradford (1976)** a été utilisée pour doser les protéines. Elle utilise du bleu de Coomassie G250 dont la forme leuco (brun orange) est convertie en forme bleue, qui absorbe de la lumière visible à 595nm, caractéristique du complexe formé entre les groupements NH_3^+ des protéines et ce réactif. Elle permet de doser des quantités de protéine de l'ordre du microgramme.

Elle utilise une solution de concentration connue qui permet de constituer une gamme étalon : série de tubes qui contiennent un volume identique mais des quantités croissantes et connues de la protéine de référence.

En parallèle, une série de tubes, contenant différents volumes de prise d'essai de la protéine dont on veut déterminer la concentration (l'échantillon à doser), est préparée.

L'absorbance de tous les tubes est ensuite mesurée.

Cette proportionnalité permet de déterminer la quantité de protéine contenue dans un volume de prise d'essai de l'échantillon à doser. On en déduit alors la concentration de la protéine à doser.

III.3. Méthodes de dosage des sucres de la graine (Kadri, 2010)

Il existe beaucoup de méthodes de dosage des glucides. Certaines de ces méthodes utilisent le pouvoir réducteur ou non réducteur des sucres. Un sucre réducteur doit posséder dans sa structure une fonction aldéhyde ou cétone libre.

III.3.1. Méthode Lane-Eynon

La méthode Lane-Eynon est une méthode volumétrique de détermination des sucres réducteurs totaux dans les aliments. C'est une méthode empirique qui relie, à l'aide d'une table de conversion, une quantité de sucres réducteurs contenus dans un volume de solution alimentaire requis pour réduire un volume donné de réactif de Fehling.

III.3.2. Méthode Munson-Walker

La méthode Munson-Walker est une méthode gravimétrique de détermination des sucres réducteurs totaux dans les aliments. C'est une méthode empirique qui relie, à l'aide d'une table de conversion, une quantité de précipité formé par la réaction de Fehling à une quantité d'un sucre réducteur particulier.

La quantification des glucides peut être réalisée par une méthode colorimétrique.

III.3.3. La méthode de Mc Ready (1950)

La méthode de McReady basée sur la complication des sucres avec l'antrone dans un milieu acide donnant une coloration verte détectable dans le visible à 630 nm. Cette méthode est divisée en deux parties la première consiste à doser les sucres solubles et la seconde consiste à doser l'amidon.

A l'aide d'une courbe d'étalonnage qui relie l'absorbance en fonction de la concentration en glucides, la quantification des échantillons en glucides est calculée.

III.4 Détermination des constituants majeurs

III.4.1 Triglycérides

Les triglycérides ou acylglycérols sont des esters d'acides gras et de glycérol. Ce sont les principaux constituants des corps gras (97 à 99 %).

1. Analyse par chromatographie couche mince CCM

Il est possible, en utilisant des **couches minces de gel de silice imprégné de AgNO₃** de séparer les triglycérides en fonction de leurs insaturations.

Les couches sont obtenues par adjonction de nitrate d'argent à la silice (5 à 30 %) et conservées à l'obscurité.

Cette méthode reste cependant d'une interprétation très délicate, de nombreux phénomènes intervenant au cours de la migration, et ne peut s'appliquer qu'à un nombre limité de corps gras.

2. Analyse par chromatographie en phase gazeuse CPG

Les triglycérides peuvent être analysés en CPG en utilisant des colonnes courtes imprégnées de phases stationnaires apolaires ou peu polaires de type silicone. Pendant longtemps, les triglycérides ont été élués, regroupés par nombre pair d'atomes de carbone (UICPA 2-323).

Les développements récents de la CPG sur colonne capillaire ont permis d'améliorer considérablement l'analyse des triglycérides.

3 Analyse par chromatographie liquide CL

Grâce aux plus récents développements de la chromatographie liquide et en particulier aux développements des supports greffés, l'analyse des triglycérides a fait d'importants progrès.

Les phases utilisées sont essentiellement des phases constituées de silice de granulométrie 5 µm greffées par des chaînes octadecyl (C18). L'éluant utilisé est du type acétone-acétonitrile 50-50 v/v. (Ollé, 2012).

III.4.2 Acides Gras

La Préparation d'ester méthylique comporte quatre méthodes distinctes selon la norme AFNOR NF 60-233 : (Karleskind et *al.*, 1992)

Le choix s'effectuera en fonction des acides gras à analyser : présence d'acides gras libres, d'acides gras à chaîne courte, acides gras à fonction alcools ou acides.

a) une méthode générale : elle prévoit d'abord la saponification du corps gras, puis l'estérification des acides gras en présence de trifluorure de bore. Les esters se concentrent dans l'heptane jouant le rôle de tiers solvant.

b) une méthode applicable aux corps gras neutres : il s'agit d'une transesterification des triglycérides par le méthanol, à chaud et en présence de potasse. Après adjonction d'eau, les esters sont extraits par l'heptane.

c) une méthode applicable aux corps gras acide et aux acides gras : on opère à chaud avec une méthanolyse en milieu alcalin (solution méthanolique de méthylate de sodium), au cours de laquelle il y a saponification des acides gras libres, méthanolyse des triglycérides et qui est suivie d'une méthanolyse en milieu acide (méthanol chlorhydrique), transformant les savons en acides gras puis en esters. Après diminution du titre alcoolique (ajout d'eau), les esters sont extraits par l'heptane. Si l'échantillon est constitué uniquement d'acides gras, seule l'estérification en milieu acide sera nécessaire.

d) une méthode applicable à des corps gras neutres ou peu acides ($IA < 2$) et pouvant renfermer de l'acide butyrique : la transesterification s'effectue en milieu alcalin (potasse méthanolique) à froid, en présence d'un tiers solvant (heptane), pour éviter de perdre tout ou partie des esters méthyliques d'acides gras de chaînes les plus courantes par suite de leur grande volatilité. Elle est très rapide (moins de 30 secondes).

1. Analyse des acides gras ou esters d'acides gras par C P G

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) (figure4) nécessite d'opérer dans des colonnes spéciales, portées à haute température afin de maintenir les molécules sous forme gazeuse pendant leur traversée. Les échantillons à chromatographie sont dissous dans un solvant vaporisable n'ayant aucune affinité pour les matériaux qui constituent la colonne.

Ils sont transformés en vapeur dans une chambre d'injection préchauffée à température élevée. Ils sont donc volatilisés et entraînés à travers la colonne par un courant de gaz inerte, appelé gaz vecteur. Les molécules sortent de la colonne séparément, celles qui ont le moins d'affinité pour le support les premières. On les détecte à leur sortie par un appareillage appelé « détecteur » qui diffère des dispositifs utilisés en chromatographie liquide parce que l'état de vapeur permet d'utiliser des propriétés physiques plus sensibles.[34] Le détecteur principalement utilisé pour l'analyse des acides gras est le **détecteur à ionisation de flamme (FID)**.

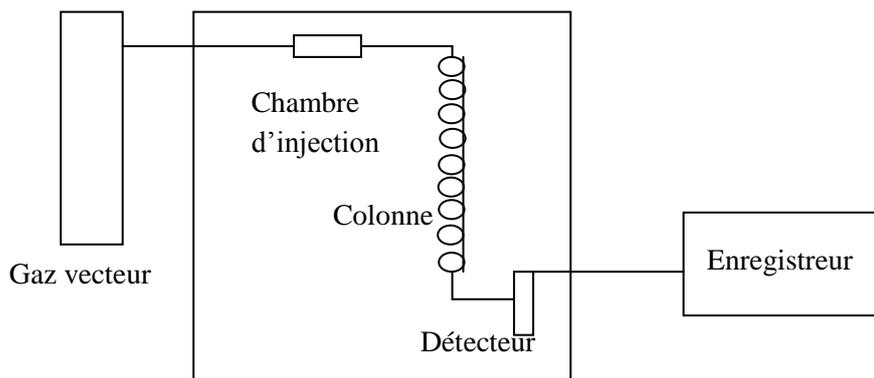


Figure4 : schéma d'un appareillage pour CPG. (Kamoun et *al.*, 1987)

L'analyse quantitative est réalisée selon :

- la méthode de normalisation interne corrigée (les coefficients de réponse sont calculés par rapport à la réponse de l'acide palmitique C16:0) et les différents acides gras sont exprimés en pourcentage de mélange ;
- la méthode d'étalonnage interne (utilisation d'un étalon) si l'on désire des valeurs pondérales.

III.4.3. Phospholipides

1 Dosage par le phosphore

En se basant sur un poids moléculaire moyen, la quantité de phospholipides se déduit de la teneur en phosphore mesurée.

$$\text{Phospholipides} = \text{Phosphore} \times 26,5$$

1 mg de phosphore correspondant en général à 26,5 mg de phospholipides.

Différentes méthodes permettent de doser le phosphore.

Méthodes colorimétriques : après formation des cendres puis solubilisation dans un acide fort, deux méthodes permettent le dosage : méthode au molybdate d'ammonium. — méthode au phosphovanadomolybdate.

Méthode par spectrométrie d'absorption atomique : méthode permettant une grande sensibilité (jusqu'à 1 mg/kg) par l'utilisation d'un spectromètre d'absorption atomique équipé d'un four graphite prétraité au tantale.

2. Dosage des phospholipides

Dans les échantillons à teneur élevée en phospholipides, il est possible de déterminer la teneur directement par précipitation à l'acétone, lavage, puis gravimétrie.

Cette analyse peut se faire :

- par chromatographie couche mince sur gel de silice :
- chromatographie unique avec solvant chloroforme-méthanol-eau 62-25-4 v/v/v ;
- chromatographie bidimensionnelle avec chloroforme-méthanol- ammoniaque 65-30-4 v/v/v puis chloroforme-méthanol-acide acétique-eau 170-25-25-6 v/v/v/v.
- par chromatographie liquide haute pression : la phase mobile est constituée par un mélange

CH₃CN/CH₃OH/H₂O 65-21-14 v/v/v. La colonne est une colonne de silice. La détection est réalisée par un spectromètre à 210 nm. Après extraction de la matière grasse, celle-ci est purifiée par passage sur microcolonne de silice Sep-pak puis analysée en CLHP.

**MATERIEL ET
METHODES**

1- Objectif

Cette étude a pour objectif, l'évaluation du rendement en huile de quelques variétés de carthame originaires de différentes régions de pays et de la composition nutritionnelle de graines de deux variétés de carthame une variété locale et une variété de référence.

2 – Matériel végétal

Les graines sont issues d'une culture de carthame réalisée durant la période Avril – Aout 2011 à la station expérimentale de l'TGC de Oued Semar.

Deux variétés de carthame ont été étudiées pour choisir la meilleure méthode d'extraction.

La première est une variété locale « Touggourt », et la deuxième « USDA 1 ».



Figure 5 : graines de carthame de variété de Touggourt.



Figure 6 : graines de carthame de variété USDA 1.

Vingt variétés de carthame ont été étudiées pour leur teneur en huile.

Tableau 3 : comparatif des caractéristiques de quelques variétés de carthame étudiées

	ALPHA TOCO	BETAT OCO	HYDRO XYARC	LINOL EIC	LYSINE	MATAI RESIN	OIL	OLEIC	PALMI TIC	STEARI C
USD A 13	81	2	3,28	76,6	ND	0,36	29	13,1	5,6	1,7
USD A 14	87	4	2,42	78,6	382	0,62	22,34	11	5,8	2,2
USD A 15	70	2	4,21	77,2	354	0,31	25,28	13,1	5,4	2,3
USD A18	76	4	4,14	80,9	396	0,46	29,34	9,9	5,2	2
USD A 19	72	2	3,63	81,2	409	0,34	26,32	9,6	5,7	2,1
USD A 20	72	2	4,86	79,5	367	0,31	26,33	10,6	5,5	2,4
USD A 22	64	1	4,47	78	ND	0,43	34	10,6	6,8	2,7
USD	78	2	4,64	79,3	363	0,15	27,31	9,8	5,9	3,1

A 23										
USD A 26	72	1	4,71	78,7	338	0,42	28,29	12	5,3	2,1
USD A 27	83	3	6	80,1	426	0,66	25,30	10,3	5,3	2,3
USD A 28	78	2	4,26	79,1	377	0,23	24,31	11,7	5,1	2,2
USD A 31	73	3	4,78	78,6	ND	0,44	28,32	10,8	6,5	2,2
USD A5	67	2	3,79	77,3	361	0,38	25,28	13,5	5,3	2
USD A6	70	3	4,35	81,3	333	0,46	32,34	9,3	5,3	2,1

ND : non déterminer.

Deux variétés de carthame ont été étudiées pour leur composition nutritionnelle.

La première est une variété locale « Touggourt », et la deuxième originaire syrienne « USDA 32 ».



Figure 7 : graines de carthame de variété USDA 32.

Tableau 4 : Les caractéristiques de variété de carthame USDA32 étudiée.

	ALPHA TOCO	BETAT OCO	HYDRO XYARC	IODINE	LINOL EIC	LYSINE	MATAI RESIN	OIL	OLEIC	PALMI TIC	STEARIC
USDA 32	67	2	5,16	138	80,9	397	0,28	26,3 1	8,8	5,9	2,4

-alphatoco : teneur en mg en alpha-tocophérol par 100g d'huile

-betatoco : teneur en mg en alpha-tocophérol par 100g d'huile

-hydroxyarc : pourcentage du 2-hydroxyarctiin dans la farine de la graine..

-Linoleic : pourcentage d'acide linoléique dans les graines.

-Lysine : teneur en g de lysine dans 16g de nitrogène.

-Oil : pourcentage d'huile dans les graines.

-Oleic : pourcentage d'acide oléique dans les graines.

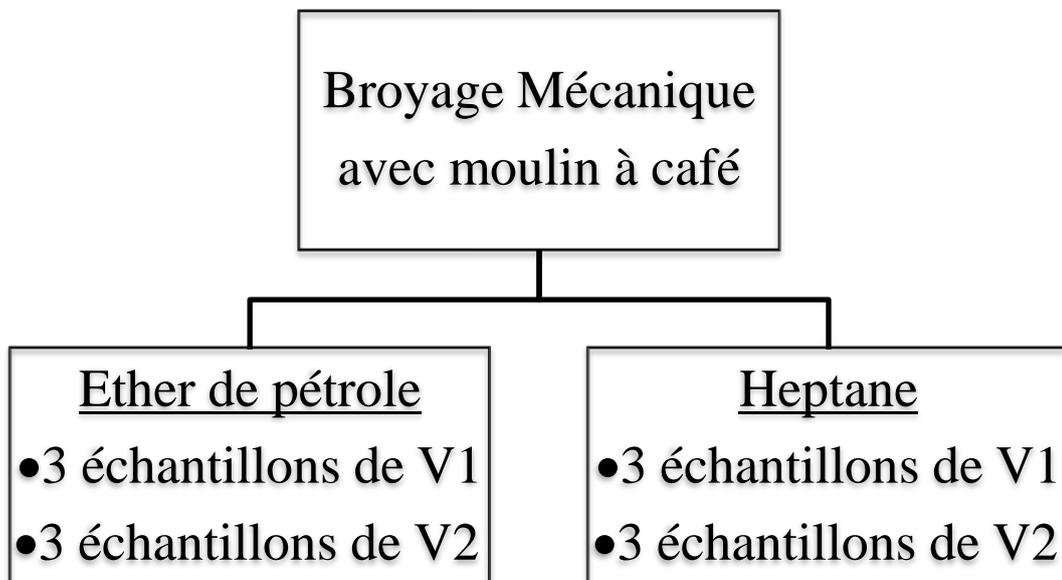
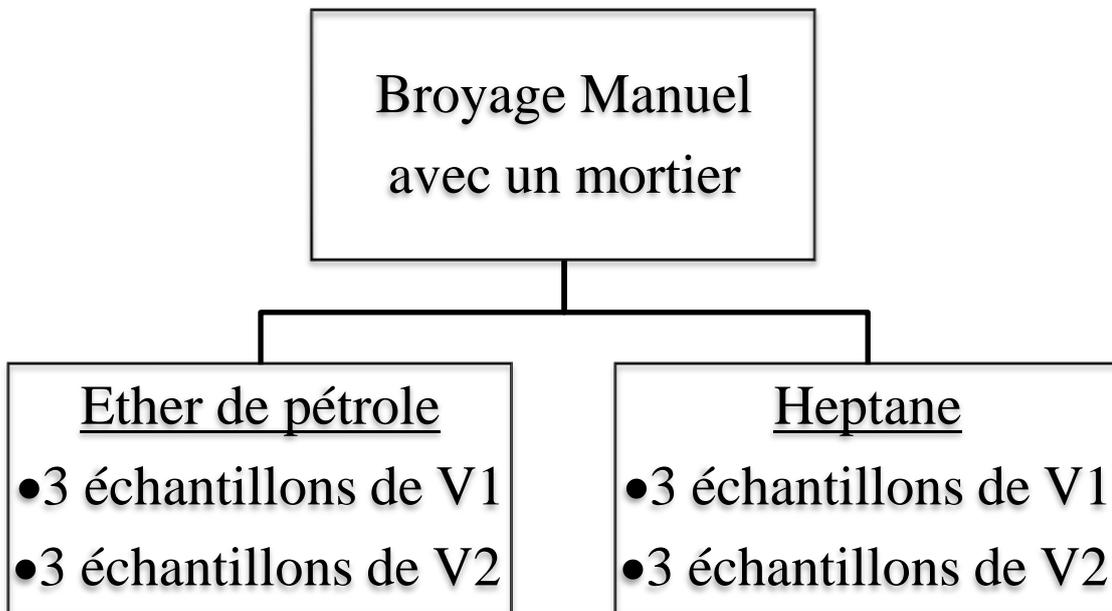
-Palmitic : pourcentage d'acide palmitique dans les graines.

-Stearic : pourcentage d'acide stéarique dans les graines.

3- Extraction des lipides totaux

Pour déterminer la méthode qui permet une extraction optimum de l'huile à partir de graines de carthame nous avons testé deux types de broyage (manuel et mécanique) et deux types de solvants (Ether de Pétrole et Heptane) sur deux variétés de carthame (une variété algérienne et l'autre de référence).

3-1 Le dispositif expérimental suivi pour déterminer la meilleure méthode d'extraction



V1 : Touggourt.

V2 : USDA 1.

Schéma du dispositif suivi pour la détermination de la meilleure méthode d'extraction.

3-2 Descriptif des différents traitements étudiés pour la détermination de la meilleure méthode d'extraction

3-2-1 -Broyage manuel

Le broyage manuel a été effectué à l'aide d'un mortier en porcelaine, les graines, en d'abord, été concassées avec le pilon du mortier puis un broyage plus fin à été effectué en ajoutant une quantité de solvant organique.

3-2-2 -Broyage mécanique

Le broyage mécanique est effectué à l'aide d'un moulin à café électrique.

3-2-2-1 Caractéristiques de l'éther de pétrole utilisé :

Solubilité dans l'eau	(25 °C) pratiquement insoluble
Densité	0.68 g/cm ³ (20 °C)
Point d'ébullition	60 - 80 °C

3-2-2-2 Caractéristiques de l'heptane utilisé:

Solubilité dans l'eau	0.05 g/l (20 °C)
Point de fusion	-90.5 °C
Densité	0.68 g/cm ³ (20 °C)
Point d'ébullition	97 - 98 °C

3- Principe générale utilisé pour l'extraction de l'huile

10g de graines de carthames sont broyés soit manuellement à l'aide d'un mortier soit mécaniquement à l'aide d'un broyeur électrique (la lame est en métal qui fait des coupes transversales). 40ml de solvant organique sont ajouté (heptane ou éther de pétrole) au broyat obtenu et centrifugé à 5000 tour/mn pendant 15 minutes. Le surnageant est récupéré dans une fiole. 20ml de solvant organique sont encore ajouté au culot puis

centrifugé encore pendant 15 minutes. Le surnageant est récupéré dans la même fiole que le premier.

La fiole contenant les deux surnageant est alors mise dans l'étuve à 60°C pendant deux heures environs pour les échantillons traités avec l'éther de pétrole et 6 heures environs pour les échantillons traités avec l'heptane. Une fois le solvant a été complètement éliminé. , la teneur en huile des graines est alors estimée de la manière suivante :

$$\text{Teneur en huile en \%} = m / E \times 100$$

Où m =est le poids de l'huile, en gramme, trouvé dans la fiole.

E = est le poids de la prise d'essai, soumise à l'extraction.

4. Extraction et Dosage des sucres solubles et l'amidon

Le dosage des glucides est déterminé par la méthode de Mc Ready (1950).

Réactifs utilisés

-L'anthrone sulfurique est un mélange de 0.1g d'anthrone et de 200ml de l'acide sulfurique. (Qui est préparée 2 heures avant le dosage)

-l'éthanol 80%.

Mode opératoire

1g de la mouture de graines de carthames de chaque variétés sont broyés avec 20ml d'éthanol 80% bouillant. Après agitation, le mélange est centrifugé à 5000tour/mn pendant 20mn le surnageant contenant les sucres solubles est récupéré et conservé. Deux autres extractions sont réalisées à l'aide de 10 ml d'éthanol à 80 % bouillant. Les trois surnageant obtenus contenant les sucres solubles sont mélangés dans une fiole et ajustés à 100 ml avec de l'eau distillée.

L'amidon contenu dans le culot est dilué dans 10 ml d'eau distillée et hydrolysé par 13ml d'acide perchlorique à 65%. Le mélange est incubé au froid et à l'obscurité pendant 24 heures pour une hydrolyse complète de l'amidon, puis centrifugé à 5000 tr/min pendant 20minutes. Le surnageant est récupéré dans une fiole et il ajusté à 100mL avec de l'eau distillée.

A l'aide d'une pipette, on mélange 0,25ml d'extrait glucidique avec 0,25ml d'eau distillée et 1ml de réactif à l'anthrone.

La méthode de Mc Ready présente la faculté de doser à la fois les sucres solubles et d'estimer la quantité d'amidons ramenés à sa juste valeur, par utilisation d'un facteur de correction qui est de 0,9.

A chaud, les acides concentrés provoquent une déshydratation des monosaccharides par départ de molécules d'eau à partir des groupements alcools des oses, avec formation d'hétérocycles : ce sont les dérivés furfuraux. Le 5hydroxyméthyl furfural formé se

condense avec la forme tautomère de l'anthrone, l'antranol. La condensation entraîne la formation de complexes vert-bleu.

Après agitation du mélange au vortex, les tubes sont mis au bain marie à 100°C pendant 7 min, une coloration bleu-vert apparaît. Après refroidissement, les densités optiques sont lues au spectrophotomètre à la longueur d'onde de 630 nm.

La courbe étalon est préparé à partir de solution mère de glucose à 200 µg. ml⁻¹. Les dilutions préparées varient de 0 à 100 µg. ml⁻¹.

[Sucres solubles] µg. ml ⁻¹	0	20	40	60	80	100
DO	0	0,312	0,439	0,505	0,624	0,877

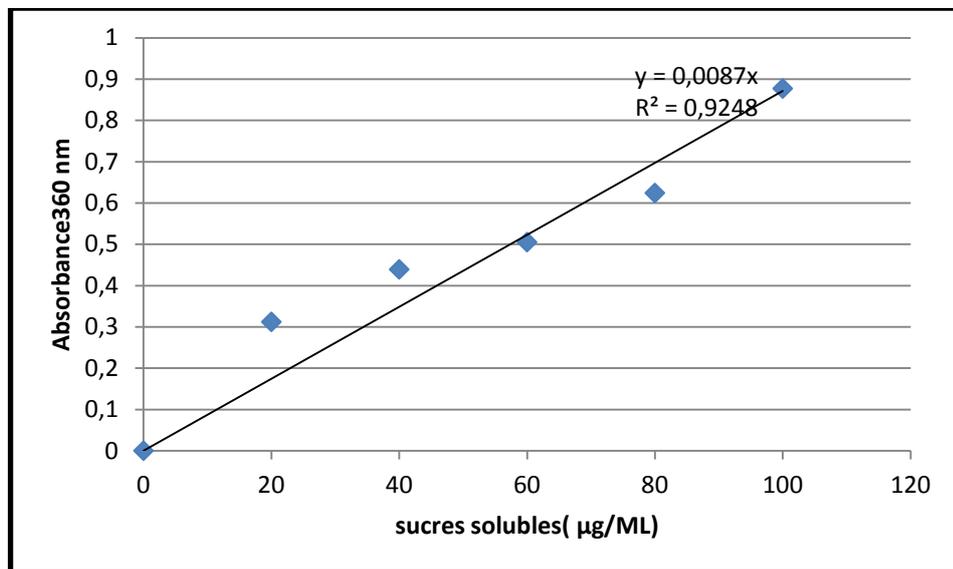


Figure 8 : Courbe étalon des sucres (densité optique lue à $\lambda = 630\text{nm}$)

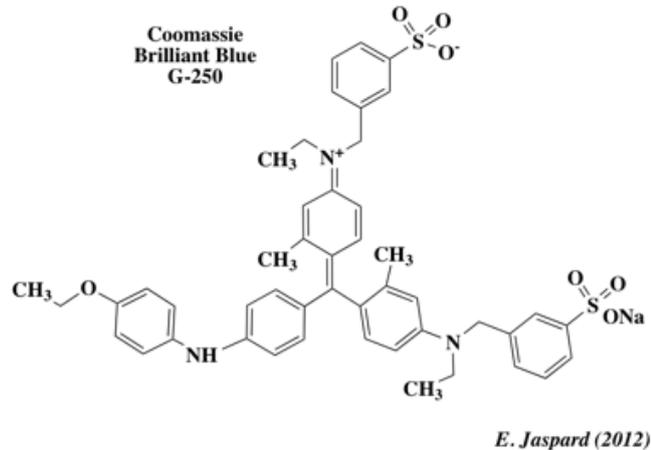
La teneur en sucres soluble et en amidon des échantillons sera déterminée à partir de la courbe d'étalonnage. Les résultats obtenus sont mentionnés dans l'annexe.

5. Extraction et Dosage des protéines

Le nom anglais du réactif de Bradford est : "*Bradford Coomassie brilliant blue G-250 protein-binding dye*".

Le pigment ("*dye*") existe sous forme cationique, neutre et anionique.

Sa longueur d'onde d'[absorbance maximale](#) est 465 nm.



Le pigment forme un complexe avec les protéines : sa structure est modifiée par cette interaction et sa longueur d'onde d'absorbance maximale est déplacée de 465 à 595 nm.

Réactifs utilisés

Le réactif de Bradford est un mélange homogène de bleu de Coomassie G 250 (100mg), d'acide orthophosphorique 85% (100ml), de l'éthanol 95% (50ml), et complété par l'eau distillée jusqu'à 1L.

Mode opératoire

10g de poudre de graines ont été pesées, 10 ml d'eau distillé ont été ajoutés à cette poudre. Le mélange a été centrifugé à 5000 tour/min pendant 15 minutes. 1,5 ml du réactif de Bradford est ajouté à 0.5 ml du surnageant. Après 10 minutes d'incubation, la lecture de l'absorbance est effectuée sur un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 595nm.

Pour déterminer la quantité de protéines présentes dans les échantillons, nous avons utilisé une courbe étalon (absorbance en fonction de la concentration), préalablement établie dans le laboratoire.

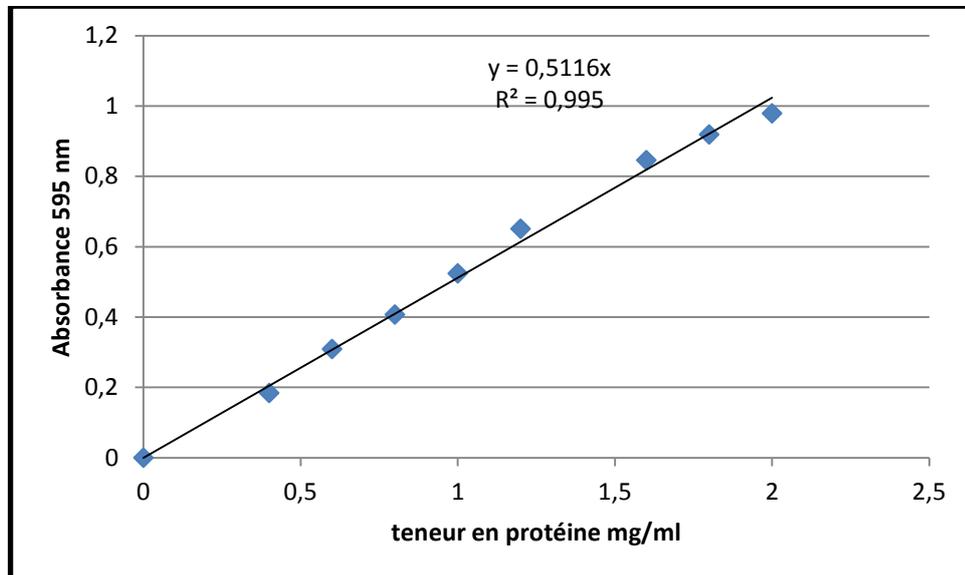


Figure 9 : Courbe d'étalonnage de protéine. (Méthode Bradford)

La teneur en protéine des échantillons sera déterminée à partir de la courbe d'étalonnage. Les résultats obtenus sont mentionnés dans l'annexe.

6. La détermination de la composition en acides gras

6.1 Extraction d'huile

17g de poudre de graines de carthame sont mélangés avec 60ml d'hexane dans un bécher à l'aide d'un agitateur magnétique de type **LAB TECH** pendant 30min, après décantation, la partie supérieure sera centrifugée pendant 20min à 3000 rpm. Le surnageant est filtré par un coton. On réalise une deuxième extraction sur les tourteaux restant avec 40ml. Les deux surnageants sont mélangés et placés dans un rotavapeur de type **STUART** à une température de 60°C jusqu'à ce que le solvant s'évapore complètement.



Figure 10 : Rotavapeur

6.2 Préparation des esters méthyliques

Pour notre cas, nous avons choisie la méthode applicable à des corps gras neutres ou peu acides. Cette méthode comporte deux étapes consistent à préparer les EMAGs puis les analyser par CPG.

Dans une éprouvette à bouchon à vis de 5ml, on met 0.1g de l'échantillon d'huile.

On ajoute 2ml d'heptane et on agite. 0,2ml d'une solution méthanolique 2 N d'hydroxyde de potassium, bouché à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermé et on agite énergiquement pendant 30 secondes. On laisse reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire. On décante la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques.

6.3 Analyse par CPG

Conditions Chromatographiques :

CPG : Hewlett Packard Agilent 6890N piloté par Chemstation (NIST98).

Les conditions de chromatographie sont les suivantes :

- Injection de 0.8 µl en mode Split 1/50.
- Température de l'injecteur : 250°C
- Colonne capillaire HP5MS (30 m x 0.25 mm x 0.25µm)
- Programmation de température : 180°C Pendant 2 min; 4 °C/min jusqu'à 250°C pendant 10 min.
- Débit du gaz vecteur : Hélium (1ml/min)

Spectre de masse : model Agilent 5973

- Températures : interface (280°C), source (230°C), quadripôle (150°C)
- L'énergie d'ionisation est de 70 ev.

7. Méthodes d'analyses statistiques

Différentes méthodes statistiques ont été employées pour ce travail, en utilisant le logiciel Statistica Ver. 6. La détection d'une différence significative entre les variétés pour la teneur en huile, la teneur en sucres, la teneur en amidon et la teneur en protéines a été réalisée à l'aide de l'analyse de la variance à un facteur (variété) avec 2 répétitions pour avec un niveau de risque $\alpha = 0.05$. La détection d'une différence significative entre les différentes méthodes d'extraction a été réalisée à l'aide de l'analyse de la variance à 3 facteurs (solvant organique, méthode de broyage et variété) avec 3 répétitions et un niveau de risque $\alpha = 0.05$.

RESULTATS ET DISCUSSION

1. Extraction et dosage des lipides

L'histogramme pour les rendements en huile trouvés pour déterminer la meilleure méthode d'obtention d'huiles est ci-dessous :

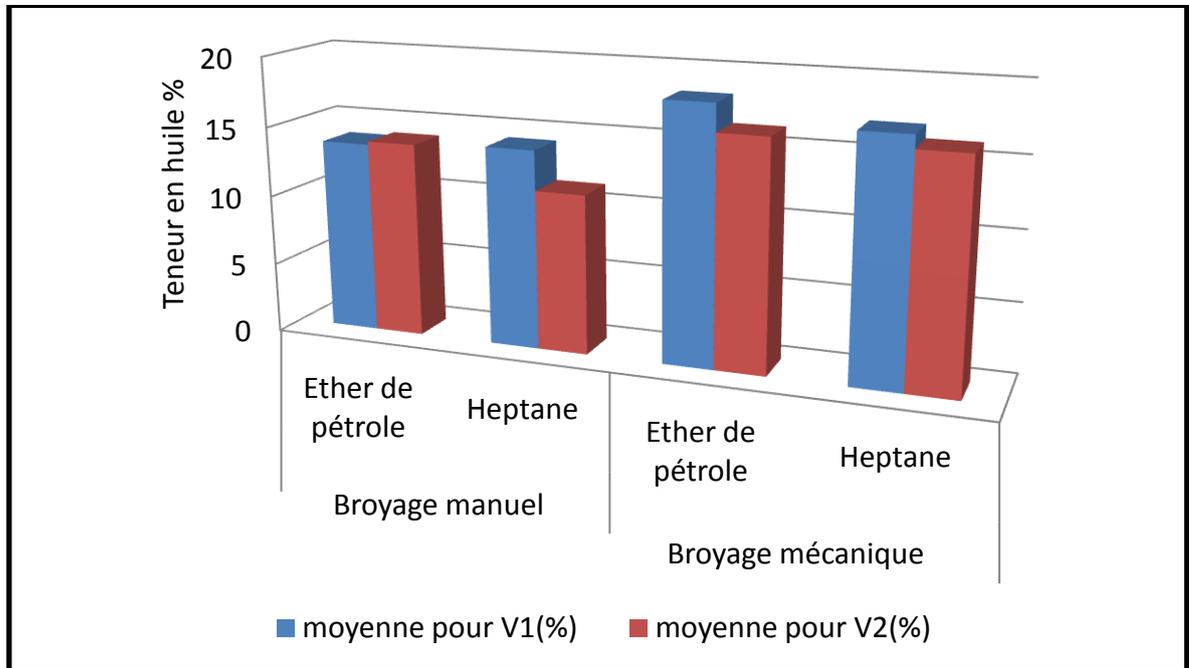


Figure 11 : Représentation de la teneur en huile pour déterminer la meilleure méthode d'extraction.

Il existe une différence dans le rendement en huile entre les deux types de broyage ; broyage manuel varie entre 11,3 – 14,2% et le broyage mécanique entre 16,1 – 18,2%. Ainsi entre le type de solvant, qui varie chez l'heptane de 11,3 - 16,1%, alors que chez l'éther de pétrole est de 13,7 – 18,2%, puisque les solvants n'ont pas le même pouvoir extracteur, les résultats sont différents d'un solvant à un autre.

Concernant les variétés, la variété 2 « USDA 1 » possède le plus faible rendement en huile (11,3 - 16,3%) mais la variété 1 « Touggourt » possède un rendement en huile plus important (13,7 – 18,2%).

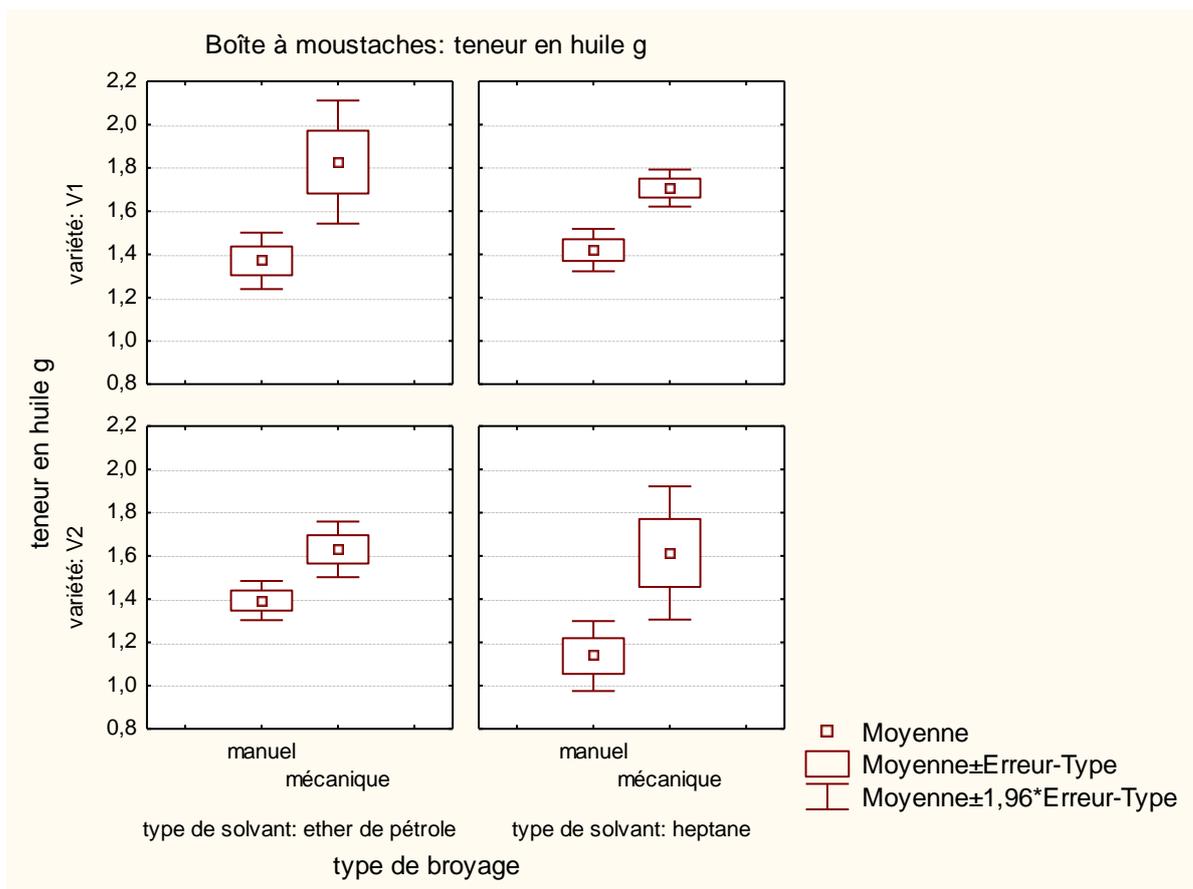


Figure 12 : boîte à moustaches de la teneur en huile(g) pour la meilleure méthode.

Tableau 5 : Analyse de la variance relative de la teneur en huile de la méthode d'extraction.

	SC	Degr. De liberté	MC	F	p
ord. origine	54,87350	1	54,87350	2248,684	0,000000
type de broyage	0,79570	1	0,79570	32,607	0,000014
type de solvant	0,04420	1	0,04420	1,811	0,193393
variété	0,11344	1	0,11344	4,649	0,043434
Erreur	0,48805	20	0,02440		

SC : somme des carrés, MC : moyenne des carrés.

Un effet significatif du type de broyage (mécanique et manuel) sur le rendement en huile ($P < 0.05$) est noté. Il existe aussi un effet significatif de la variété sur le

rendement en huile, Par contre le type de solvant n'a pas d'effet significatif sur le rendement en huile. Donc on peut déduire que la meilleure méthode d'extraction peut être réalisée par le broyage mécanique. C'est probablement dû, au fait qu'il donne une farine plus fine que celle du broyage manuel. Il est à noter que la variété Touggourt possède un rendement en huile, significativement plus élevé que la variété USDA 1.

Le diagramme suivant représente les rendements en huiles pour les 20 variétés de de carthame .

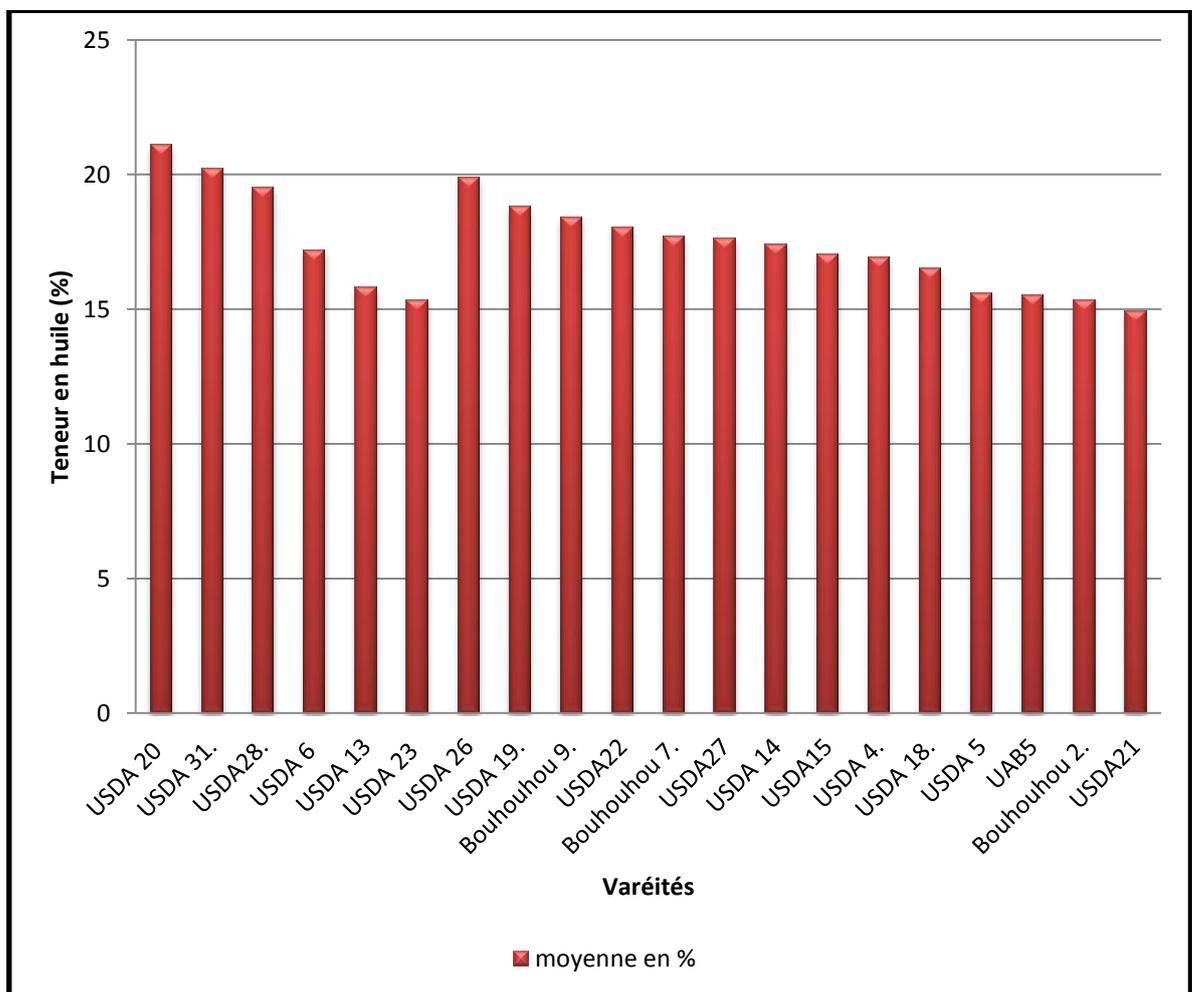


Figure 13 : Représentation de la teneur en huile de 20 variétés de carthame.

Pour les variétés dont l'extraction d'huile a été réalisé avec l'éther de pétrole, USDA20 est la variété qui possède la teneur en huile la plus importante 21.1%. USDA31

et USDA28 possèdent aussi des teneurs en huile, relativement importantes 20,2 et 19,5% respectivement. USDA13, possède la plus faible teneur en huile et 15,3%

Pour les variétés dont l'extraction d'huile a été réalisé avec l'heptane, les variétés USDA26, USDA19, USDA22 et Bouhouhou 9 possèdent les teneurs en huile les plus importantes, ils varient entre 19,9 et 18%. La variété USDA 21 contient la plus faible teneur en huile (14,9%).

Tableau 6 : Analyse de la variance de 6 variétés pour la teneur en huile.

	SC	Degr. De liberté	MC	F	p
variété	71.297	10	7.130	39.61	0.123083
Erreur	0.180	1	0.180		

Il n'y a pas de différence significative entre les 6 variétés pour le rendement en huile ($p > 0.05$),

Tableau 7 : Analyse de la variance de 14 variétés pour la teneur en huile.

	SC	Degr. De liberté	MC	F	p
variété	102,799	22	4,673	3,628	0,078463
Erreur	6,440	5	1,288		

Il n'ya pas de différence significative entre les quatorze variétés pour le rendement en huile ($p > 0.05$),

La plupart de cette variabilité dans le rendement d'huile peut être attribuée à des différences de climat, type de sol, les géotypes, date de semis etc..... Un certain nombre de chercheurs ont montré des effets significatifs des pratiques agronomiques sur la teneur en huile et la composition en acides gras des cultivars de carthame (Knowles et Ashri, 1995). Par exemple la teneur en huile de carthame des cultivars varie de 24,5% à 28,5% en semis d'hiver et de 21,2% à 25,8% en semis de printemps en Turquie (Knowles et Ashri, 1995).

2. Extraction et dosage des sucres solubles et de l'amidon

Les résultats obtenus pour les teneurs en sucre soluble et les teneurs en amidon sont résumées dans les histogrammes numéro 13 et 14 respectivement.

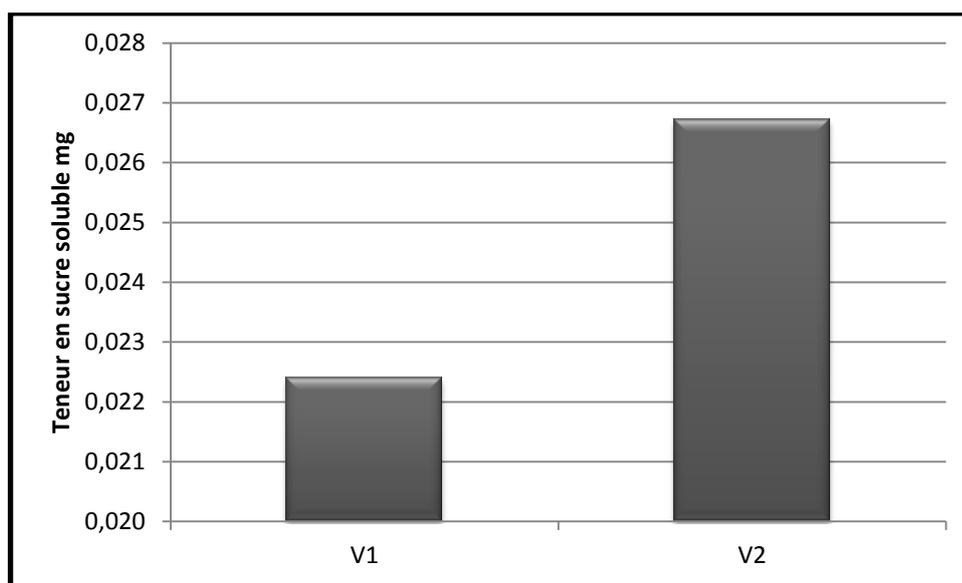


Figure 14 : Représentation de la teneur en sucre soluble de 2 variétés de carthame.

La comparaison de la teneur en sucre soluble entre les deux variétés (Figure 13) montre que la variété de référence USDA 32 (V2) est riche en sucre soluble à ce lui de Touggourt (V1). La première contient 0,027 mg dans un gramme de graine équivalent de 106,83 $\mu\text{g/ml}$ et la deuxième contient 0,022 mg dans un gramme de graine équivalent de 89,56 $\mu\text{g/ml}$.

Tableau 8 : Analyse de la variance de deux variétés pour la teneur en sucre soluble.

	SC	Degr. De liberté	MC	F	p
variété	298,25	1	298,25	4,2831	0,174357
Erreur	139,27	2	69,63		

Il n'y a pas de différence significative entre les deux variétés pour la teneur en sucre soluble ($p > 0.05$).

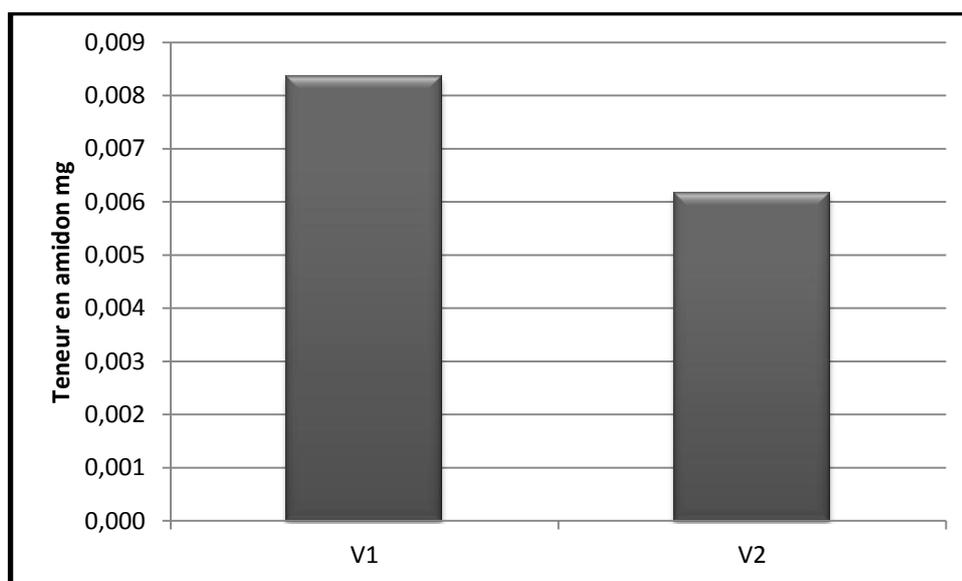


Figure 15 : Représentation de la teneur en amidon de 2 variétés de carthame.

Concernant les teneurs en amidon, les deux variétés ont une teneur inférieure à 35 $\mu\text{g/ml}$, la variété de Touggourt V1 contient 0,008 mg dans un gramme de graine équivalent de 33,40 $\mu\text{g/ml}$ qui est la plus élevée par rapport à la variété USDA 32 V2 (0,006 mg dans un gramme de graine équivalent de 24,68 $\mu\text{g/ml}$).

La plupart des gens croient que les graines oléagineuses ne contiennent pas d'amidon, mais la graine de carthame en contient et aussi la graine de tournesol et la graine de soja en contiennent aussi avec une faible teneur.

Tableau 9 : Analyse de la variance de deux variétés pour la teneur en amidon.

	SC	Degr. De liberté	MC	F	p
variété	76,126	1	76,126	10,3489	0,084554
Erreur	14,712	2	7,356		

Il n'y a pas de différence significative entre les deux variétés pour la teneur en amidon ($p > 0.05$).

La teneur en glucides dans les graines des oléagineuses est faible, à cause, de sa transformation en lipide (acides gras et triacylglycérol...).

3. Extraction et dosage des protéines

Les résultats sont résumés sous forme d'histogramme ci-après.

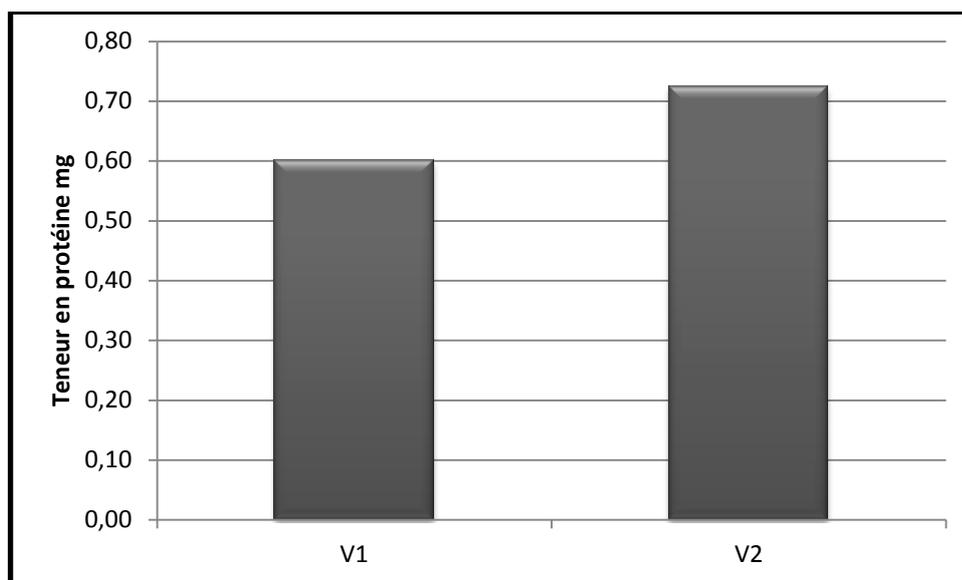


Figure 16 : Représentation de la teneur en protéine de 2 variétés de carthame.

La variété de référence USDA 32 (V2) a une teneur plus élevée (0,72 mg équivalent de 1,44 mg/ml) en protéines que la variété Touggourt (V1) qui contient que 0,60 mg équivalent de 1,20 mg/ml

Tableau 10 : Analyse de la variance de deux variétés pour la teneur en protéine..

	SC	Degr. De liberté	MC	F	p
variété	0,060853	1	0,060853	132,08	0,007486
Erreur	0,000921	2	0,000461		

Il ya une différence significative entre les deux variétés pour la teneur en protéine $p < 0.05$.

4. Détermination de la composition en acides gras

La composition en acides gras des deux variétés a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse couplée par une spectrométrie de masse.

Les différents esters méthyliques des acides gras constituant les huiles des deux échantillons des deux variétés Touggourt et USDA 32, avec mention des temps de rétention, sont représentés par les chromatogrammes 17 - 18 La composition quantitative obtenue par GC/MS est aussi donnée par les tableaux 10 - 11.

Les pourcentages relatifs donnés sont calculés en considérant les aires des pics.

Les acides gras sont nettement séparés l'un de l'autre, et en fonction de leur temps de rétention, les pics des esters des acides gras sont obtenus dans l'ordre suivant :

Acide pentatonique C15, acide palmitique C16, acide linoléique C18 :2, acide oléique C18 :1 et acide stéarique C18.

L'analyse chromatographique de l'huile des deux variétés a permis de mettre les comparaisons suivantes :

La variété locale « Touggourt » présente un pourcentage plus élevé en acide linoléique totale 78,19%, en acide pentatonique 3,10% et en acide palmitique 5,44% par rapport à celui de la variété syrienne « USDA 32 » 75,26% ; 2,67%, 4,77% respectivement.

La pourcentage en acide linoléique de ces deux variétés est largement supérieur à celle d'huile de colza 21%, et l'huile de tournesol 64,8%. (Morin, 2007)

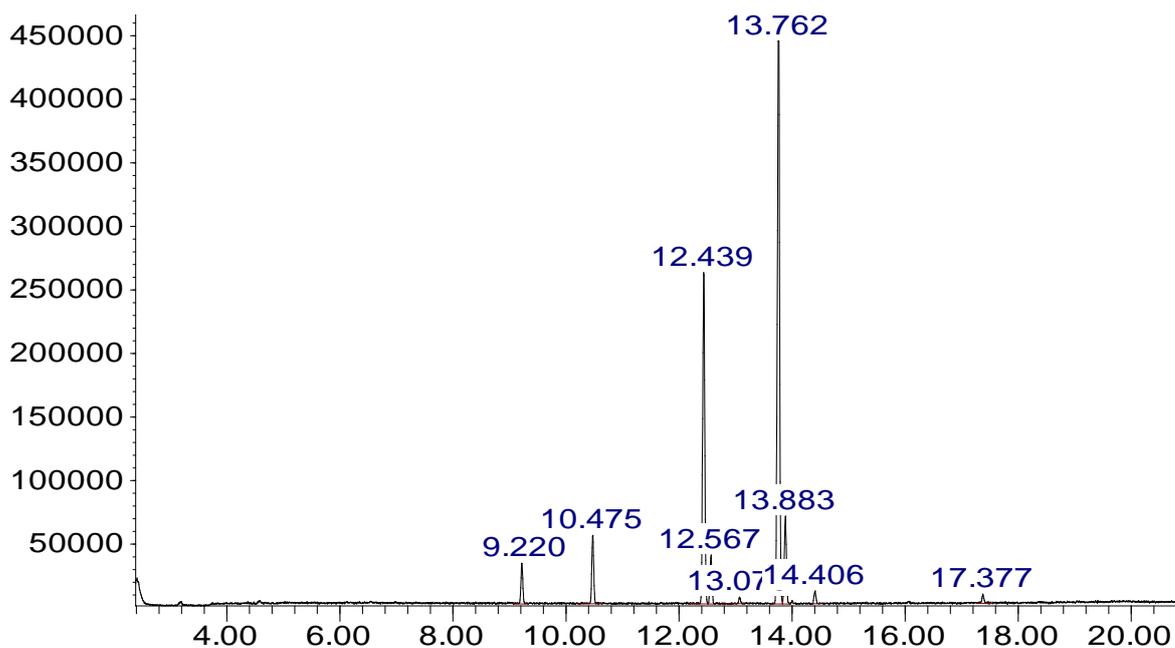


Figure 17 : Chromatogramme 1 : Profil chromatographique en acide gras de l'huile de Carthame de la variété Touggourt avec mention des temps de rétention.

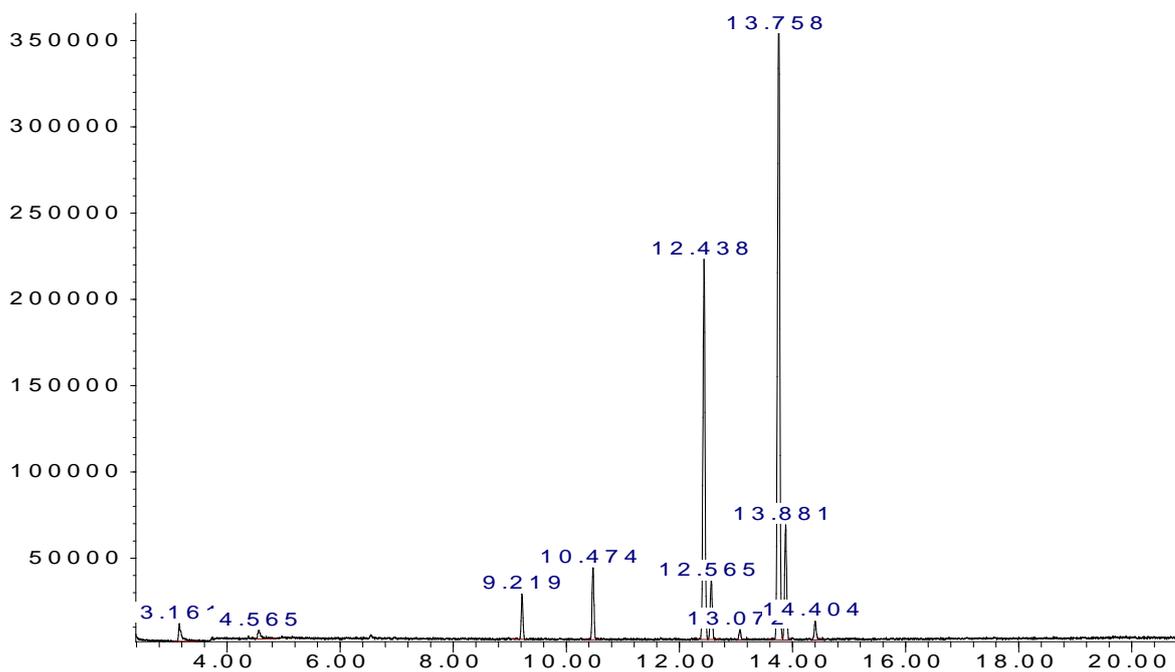


Figure 18: Chromatogramme 2 : Profil chromatographique en acide gras de l'huile de Carthame de la variété USDA 32 avec mention des temps de rétention.

Tableau 11 : Composition quantitative en acide gras de l'huile de Carthame de la variété Touggourt.

N° de pic	tr (min)	Composé	%
1	9.22	Pentadecanoic acid, 14-methyl-, methyl ester, C15	3.10
2	10.47	Hexadecanoic acid, ethyl ester, C16	5.44
3	12.44	9,12-Octadecadienoic acid, methyl ester, C18:2	27.69
4	12.56	9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester, C18:1	3.68
5	13.07	Octadecanoic acid, methyl ester, C18	0.65
6	13.75	Linoleic acid ethyl ester, C18:2	50.50
7	13.88	Ethyl Oleate, C18:1	7.10
8	14.40	Octadecanoic acid, ethyl ester, C18	0.94

Tableau 12 : Composition quantitative en acide gras de l'huile de Carthame de la variété USDA-32.

N° de pic	tr (min)	Composé	%
1	9.22	Pentadecanoic acid, 14-methyl-, methyl ester, C15	2.67
2	10.47	Hexadecanoic acid, ethyl ester, C16	4.77
3	12.43	8,11-Octadecadienoic acid, methyl ester, C18:2	27.01
4	12.56	9-Octadecenoic acid (Z)-, methyl ester, C18:1	4.17
5	13.07	Octadecanoic acid, methyl ester, C18	0.66
6	13.75	Linoleic acid ethyl ester, C18:2	48.25
7	13.87	Ethyl Oleate, C18:1	8.03
8	14.40	Octadecanoic acid, ethyl ester1, C18	1.40

CONCLUSION

Au cours de cette étude, nous avons mis en évidence la comparaison de la qualité de graine chez quelque variété de carthame.

Les résultats de notre travail permettent de tirer les conclusions suivantes :

D'après les teneurs en huile enregistrées dans le test du choix de la meilleure méthode d'extraction, le broyage mécanique présente les meilleures performances par rapport au broyage manuel,

Concernant l'évaluation des rendements en huile, les variétés USDA 20 USDA 26, USDA 19, USDA 22 et Bouhouhou 9 possèdent les teneurs les plus élevées en huile. Donc il est possible de cultivé ces variétés en Algérie car elles sont riche en huile pour diminué un pu les importations.

L'étude comparative de la composition nutritionnelle entre la variété locale « Touggourt » et la variété syrienne « USDA32 » montre que la variété USDA32 possède des teneurs en sucre soluble, en amidon et en protéines plus élevés que celles de la variété Touggourt

Concernant les acides gras, l'analyse montre que l'huile des deux variétés étudiées est très riche en acide linoléique qui lui donne l'avantage d'être plus recommandé pour son effet thérapeutique sur le système nerveux, immunitaire et cardiovasculaire (FAO, 1996).

Les importations en huile et en aliment de bétail représentent une part substantielle des importations alimentaires, si dans le passé l'abondons des cultures oléagineuses à semblé nécessaire pour orienter les efforts vers d'autres priorités, aujourd'hui, les besoins croissantes amènent à reconsidérer la possibilité de relance des oléagineuses.

S'il apparait nécessaire d'assurer une couverture même partielle des besoins en huile cela implique un encouragement de l'état, pour la culture du carthame.

Les connaissances agro-physiologiques permettent d'adapter la culture aux objectifs des industries de transformation. Dans ce domaine, l'amélioration des techniques

analytiques peut permettre d'envisager la valorisation de composés présents en faibles teneurs, extraits de la graine entière ou de la fraction coque.

Ce travail nécessite d'être répété pour s'assurer de la fiabilité des résultats, des investigations plus profondes doivent être menées sur la variété locale, notamment, l'analyse quantitative du profil des acides gras de l'huile, la valorisation de la farine de carthame (étude de la possibilité de l'incorporation de la farine de carthame dans un biscuit) et la valorisation des tourteaux

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

- Anonyme. Janvier 1995-Institut Technique de Grandes Cultures, Ministère de l'Agriculture, - la conduite de la culture du carthame.
- AWAD AB,et FINK CS. 2000- Phytosterols as anticancer dietary components : Evidence and mechanism of action, *J Nutr*, 130 : 2127-30
- BENZOUHRA A. Janvier 2001- Institut Technique de Grandes Cultures, Station expérimentale de KHEMIS-MILIANA : le Carthame. In, Ministère de l'agriculture. Janvier 2001- forum sur les conditions de développement des cultures oléagineuses en ALGERIE, 13-17 Janvier 2001.
- Bouic PJD, Clark A,et Lamprecht J. 1999- The effects of β -sitosterol (BSS) and β -sitosterol glucoside (BSSG) mixture on selected immune parameters of marathon runners: Inhibition of post marathon immune suppression and inflammation. *Int J Sports Med*, 20 : 258-62.
- BOULLARD B. 2001- plantes médicinales du monde : croyances et réalités, Ed. ESTEM, 660p.
- BREMAUD-C., CLAISSE J-R., LEULIER F., ULRICH E. 2008- Alimentation, santé, qualité de l'environnement et du cadre de vie en milieu rural, Ed. Educagri, 231p.
- CUVELIER .C, O. DOTREPPE et L. ISTASSE. 2003- Chimie, Sources alimentaires et dosage de la vitamine E, *Méd. Vét.*, 147 : 315-324.
- CUVELIER C., CABARAUX J-F., DUFRASNE I., HORNICK J-LO ISTASSE L. 2004- Acides gras : nomenclature et sources alimentaires, *Méd. Vét.*, 148 : 133 - 140.
- FAO, *CODEX STAN 210-1999* ; NORME POUR LES HUILES VÉGÉTALES, 17p.
- FAO. 1990- Utilisation des aliments tropicaux : graines oléagineuses tropicales, 92p.
- FAO.1990. Les graisses et huiles dans la nutrition humaine, Rapport d'une consultation mixte d'experts, n°57, 102p.
- FOLMER BM. 2003- Sterol surfactants : from synthesis to applications. *Adv Coll Interface Sc*, 103 : 99-119.
- GOSS, H. et OTAGAKI, K.K. 1954- Calif. Agric., 8(5):15. In FAO statistique.
- H.A.M.VAN DER VOSSEN ; G.S. MKAMILO. 2007- Oléagineux, Ed. PROTA, Wageningen, Pays-Bas, 260p.
- HANSEN, A.E., WIESE, H.F., BOELSCHE, A.N., HAGGARD, M.E., ADAM, D.J.D., AND DAVIES, H. 1963- Role of linoleic acid in infant nutrition. Clinical and chemical study of 428 infants fed on milk mixtures varying in kind and amount of fat. *Pediatrics*. 31 : 171-192.

- HEUZE G.. 1859- les plantes industrielles, vol 2, 376p.
- Izquierdo, N., Aguirrezábal, L., Andrade, F., et Pereyra, V. 2002- Night temperature affects fatty acid composition in sunflower oil depending on the hybrid and the phenological stage. In Hadi Yeilaghi , Ahmad Arzani , Mostafa Ghaderian , Reza Fotovat , Mohammad Feizi ,et Sayyed Saied Pourdad , Effect of salinity on seed oil content and fatty acid composition of safflower (*Carthamus tinctorius* L.) genotypes, *food chemistry* (681-625).
- KADDACHE M. 1982- L'Algérie médiévale, Ed. SNED, 41P
- KADRI, 2010- cours d'analyse physico-chimique, licence « NCA »
- KAMOUN P., RANDOUX A., BOREL J. 1987- APPAREILS ET METHODES EN BIOCHIMIE, 3^e ÉDITION. Flammarion Médecine-Sciences, PARIS, France, 210P.
- KARLESKIND A., Jean-Pierre WOLFF et Jean-François GUTHMANN. 1992- Manuel des corps gras, Tome 2, Ed. Technique et Documentation, Lavoisier, Paris, 789-1579p.
- Knowles, P., & Ashri, A. (1995). Safflower: *Carthamus tinctorius* (Compositae). In Hadi Yeilaghi , Ahmad Arzani , Mostafa Ghaderian , Reza Fotovat , Mohammad Feizi ,et Sayyed Saied Pourdad , Effect of salinity on seed oil content and fatty acid composition of safflower (*Carthamus tinctorius* L.) genotypes, *food chemistry* (681-625).
- Larbie M. et Leclercq M. 1992- Nutrition et alimentation des valailles, édition INRA, Paris, 362p.
- Latha,-TS; Prakash,-V. 1984- Studies on the proteins from safflower seed (*Carthamus tinctorius* L). Protein Technology Discipline, Central Food Technological Research Inst., India. *Journal-of-Agriculturaland-Food-Chemistry.*, 32: 6, 1412-1416.
- LI DAJUE et HANS-HENNING MÜNDEL. 1996- Safflower « *Carthamus tinctorius* L. », International Plant Genetic Resources Institute, Rome, Italy, 83p.
- LU S., ZHANG F.Q., MENG G.L., WANG Y.L. 2004- *Carthamus tinctorius* L. oil and its using in food. *Food Research and Development*, 25, 74–76 (in Chinese).
- MIETTINEN TA, PUSKA P, GYLLING H, VANHANEN H, VARTIAINEN E. 1995- Reduction of serum cholesterol with sitostanol-ester margarine in a mildly hypercholesterolemic population. *N Engl J Med*, 333 : 1308-12.
- MORIN O. 2007– Cahiers de nutrition et de diététique, 42, Hors série 1, 1519p.
- MOUAOTGA B. 1995- Etude de deux cultures oléagineuses dans le haut Cheliff :-Colza (*Brassica-napus*) date et dose de semis-Carthame (*Carthamus –tinctorius*) date de semis ; Aspects particuliers de rentabilité. Thèse d'Ingénieur d'Etat en Agronomie, Uni.Saad DAHLAB ; Blida, 97 P.

- NAUDET. M. 1992- Manuel des corps gras, Tome 1, Ed. Technique et Documentation, Lavoisier, Paris, 798 P
- NIGON F., SERFATY-LACROSNIERE C., CHAUVOIS D., NEVEU C., CHAPMAN J., ERIC BRUCKERT. 2000- Les phytostérols : une nouvelle approche diététique de l'hypercholestérolémie, *Sang Thrombose Vaisseaux*. 8 ,12 : 483-90.
- OLLÉ M. 06/2012- Analyse des corps gras, Éditions Techniques de l'Ingénieur, Paris, France, 15p.
- Primomo, V., Falk, D., Ablett, G., Tanner, J., et Rajcan, I. 2002- Genotype_ environment interactions, stability, and agronomic performance of soybean with altered fatty acid profiles. . In Hadi Yeilaghi , Ahmad Arzani , Mostafa Ghaderian , Reza Fotovat , Mohammad Feizi ,et Sayyed Saied Pourdad , Effect of salinity on seed oil content and fatty acid composition of safflower (*Carthamus tinctorius* L.) genotypes, *food chemistry* (681-625).
- RACHEDI M.F.et AMEROUN R. 2003- Actes des travaux de l'atelier sur l'introduction et le développement des cultures oléagineuses en systèmes de production diversifiés en Algérie, 16-18 décembre 2002, Guelma (Algérie), 112P.
- Thoenes P.. Novembre 2010- Perspectives de l'alimentation ; Le marché des graines oléagineuses en bref, 107p. In FAO statistique.
- VAHOUNY GV, KRITCHEVSKY D. 1981- Plant and marine stérols and cholesterol metabolism. In : Spiller G, ed. *Nutritional pharmacology*. New York : Liss, AR : 32-72.
- VAN ETTEN, C.H. et al. 1963- J. agric. Fd Chem., 11:137. In FAO statistique.
- VIRGINIE DUBOIS, SYLVIE BRETON, MICHEL LINDER, JACQUES FANNI et MICHEL PARMENTIER. janvier-février 2008- Proposition de classement des sources végétales d'acides gras en fonction de leur profil nutritionnel, *Oléagineux, corps gras, lipides*. n°1, 15 : 56-75.
- WERNER J. BAUER, RAPHAEL BADOUD, JURG LOLIGER et ALAIN ETOURNAUD. 2010-Science et Technologie des Aliments : Principes de chimie des constituants et de technologie des procédés, Presses polytechniques et universitaires romandes, Lausanne, 270P.
- WESTSTRATE JA, MEIJER GW. 1998- Plant sterol-enriched margarines and reduction of plasma total- and LDL-cholesterol concentrations in normocholesterolaemic and mildly hypercholesterolaemic subjects. *Eur J Clin Nutr* , 52 : 334-43.

ANNEXES

Tableau 12: surface semées et rendement obtenus en Algérie 1975-76.

	Surface semées(Ha)	Rendement (Qux/Ha)
1975-76	14.000	6.7
1976-77	13900	-
1977-78	16750	1.3
1978-79	6560	1.4
1979-80	-	0.4
1980-81	5370	3.5
1981-82	4660	3.3
1982-83	2490	1.2
1983-84	150	0.7

Tableau 13: les teneurs relatives à la courbe d'étalon des protéines.

teneur en protéines µg/ml	0	0,4	0,6	0,8	1	1,2	1,6	1,8	2
DO	0	0,184	0,309	0,407	0,524	0,651	0,846	0,919	0,979

Tableau 14: teneur en huile relative de la meilleure méthode.

Teneur en huile (g)	Broyage manuel		Broyage mécanique	
	Ether de pétrole	Heptane	Ether de pétrole	Heptane
Variété 1	1,25	1,37	1,93	1,62
	1,38	1,52	2,01	1,76
	1,48	1,37	1,54	1,74
varianceV1	0,0133	0,0075	0,2961	0,0057
moyenne(g)	1,37	1,42	1,8266667	1,7066667
moyenne pour V1(%)	13,7	14,2	18,266667	17,066667
Variété 2	1,4	1,26	1,55	1,52
	1,31	0,98	1,58	1,4
	1,47	1,17	1,76	1,92
varianceV2	0,0082	0,2997	0,0129	0,0988
moyenne(g)	1,3933333	1,1366667	1,63	1,6133333
moyenne pour V2(%)	13,933333	11,366667	16,3	16,133333

Tableau 15: teneurs en huile des 20 variétés.

Type de solvant	Variétés	teneur en huile de 1 ^{er} essai (g)	teneur en huile de 2 ^{eme} essai (g)	moyenne en g	teneur en huile de 1 ^{er} essai (%)	teneur en huile de 2 ^{eme} essai (%)	moyenne en %	variance
ETHER DE PETROLE	USDA 20	1,06	1,05	1,055	21,2	21	21,1	0,02
	USDA 31.	1,04	0,98	1,01	20,8	19,6	20,2	0,72
	USDA28	0,96	0,99	0,975	19,2	19,8	19,5	0,18
	USDA 6	0,92	0,8	0,86	18,4	16	17,2	2,88
	USDA 13	0,81	0,77	0,79	16,2	15,4	15,8	0,32
	USDA 23	0,87	0,66	0,765	17,4	13,2	15,3	8,82
HEPTANE	USDA 26	0,88	1,11	0,995	17,6	22,2	19,9	10,58
	USDA 19.	1,06	0,82	0,94	21,2	16,4	18,8	11,52
	Bouhouh ou 9.	0,93	0,91	0,92	18,6	18,2	18,4	0,08
	USDA22	0,89	0,91	0,9	17,8	18,2	18	0,08
	Bouhouh ou 7.	0,81	0,96	0,885	16,2	19,2	17,7	4,5

USDA27	0,9	0,86	0,88	18	17,2	17,6	0,3 2
USDA 14	0,89	0,85	0,87	17,8	17	17,4	0,3 2
USDA15	0,78	0,92	0,85	15,6	18,4	17	3,9 2
USDA 4.	0,74	0,95	0,845	14,8	19	16,9	8,8 2
USDA 18.	0,82	0,83	0,825	16,4	16,6	16,5	0,0 2
USDA 5	0,68	0,88	0,78	13,6	17,6	15,6	8
UAB5	0,8	0,75	0,775	16	15	15,5	0,5
Bouhouh ou 2.	0,84	0,69	0,765	16,8	13,8	15,3	4,5
USDA21	0,7	0,79	0,745	14	15,8	14,9	1,6 2

Tableau 16: Statistiques Descriptives de pourcentage en huile des six variétés.

	N Actifs	Moyenne	Minimum	Maximum	Ecart-type
teneur en huile %	12	18,18333	13,20000	21,20000	2,549094

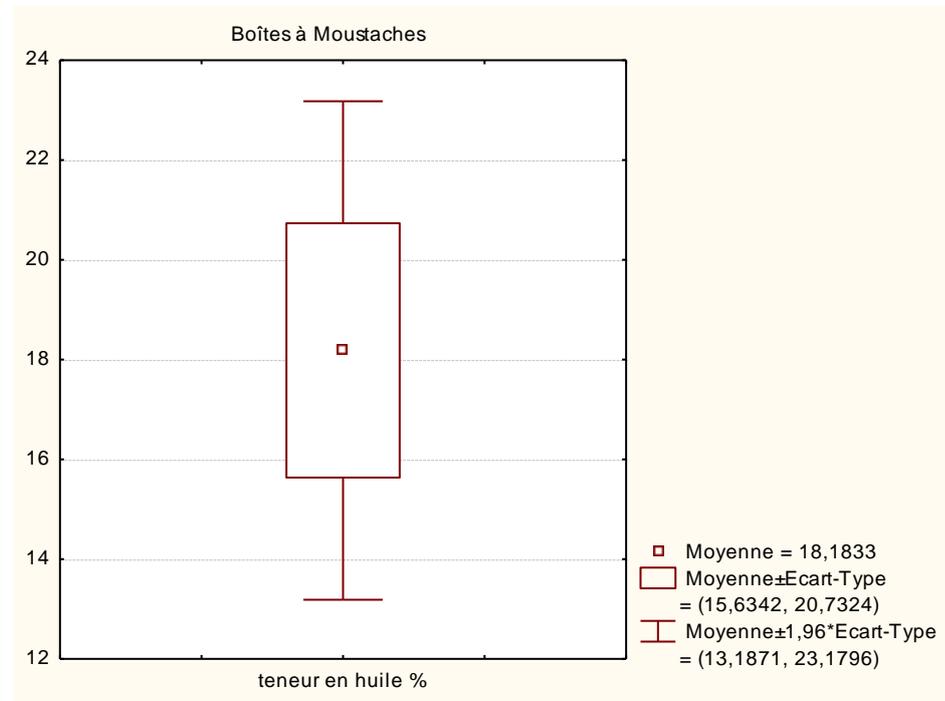


Figure 19 : boîte à moustache ; teneur en huiles pour les six variétés.

Tableau 17: Statistiques Descriptives de pourcentage en huile des quatorze variétés.

	N Actifs	Moyenne	Minimum	Maximum	Ecart-type
teneur en huile %	28	17,10714	13,60000	22,20000	2,011436

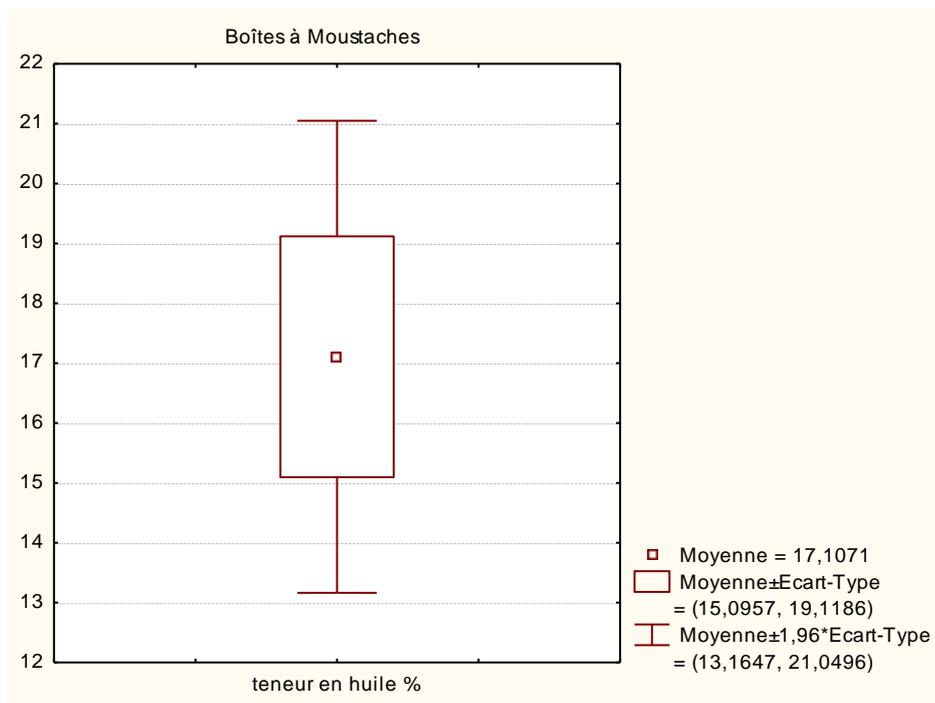


Figure 20 : boîte à moustache ; teneur en huiles pour les 14 variétés.

Tableau 18: Statistiques Descriptives de teneur en sucres soluble µg/ml.

	N Actifs	Moyenne	Minimum	Maximum	Ecart-type
teneur en sucre µg. ml-1	4	98,20000	83,58000	112,6500	12,07645

Tableau 19: teneur et absorbance relative de teneur en sucres solubles.

variétés	DO	teneur en sucres solubles µg. ml-1	teneur en sucre mg
V1	0,733	83,58	0,021
	0,838	95,55	0,024
moyenne V1		89,565	0,022
V2	0,886	101,02	0,025
	0,988	112,65	0,028
moyenne V2		106,835	0,027

Tableau 20: Statistiques descriptives de teneur en amidon µg/ml.

	N Actifs	Moyenne	Minimum	Maximum	Ecart-type
teneur en amidon µg. ml-1	4	58,08500	45,82000	70,92000	11,00530

Tableau 21: teneur et absorbance relative de teneur en sucres solubles.

varétés	DO	teneur en amidon µg. ml-1	teneur en amidon mg
V1	0,275	31,35	0,008
	0,311	35,46	0,009
moyenne V1		33,405	0,008
V2	0,201	22,91	0,006
	0,232	26,45	0,007
moyenne V2		24,68	0,006

Tableau 22: Statistiques descriptives de teneur en protéine mg/ml.

	N Actifs	Moyenne	Minimum	Maximum	Ecart-type
teneur en protéine mg. ml-1	4	1,323342	1,179361	1,452580	0,143497

Tableau 23: teneur et absorbance relative de teneur en amidon.

variété	DO	teneur en protéine mg/ml	teneur en protéine mg
V1	0,6	1,179	0,59
	0,621	1,221	0,61
moyenne V1		1,200	0,60
V2	0,739	1,453	0,73
	0,733	1,441	0,72
moyenne V2		1,447	0,72

Tableau 24 : Nomenclature chimique des AG

Symbole (nomenclature normalisée)	Nom systématique de l'acide	Nom commune de l'acide
C16 :0	Hexadécanoïque	palmitique
C18 :0	Octadécanoïque	stéarique
C20 :0	Icosanoïque	arachidique
C22 :0	Docosanoïque	béhénique
C24 :0	Tétracosanoïque	lignocérique
C16:1 n-7	Hexadécène 9c oïque	palmitoléique
C18:1 n-9	Octadécène 9c oïque	oléique
C20:1 n-9	Eicosène 9c oïque	gadoléique
C24:1 n-9	Tétracosène 15c oïque	nervonique
C18:2 n-6	Octadécadiène 9c 12c oïque	linoléique
C18:3 n-3	Octadécatriène 9c 12c 15c oïque	α linoléique

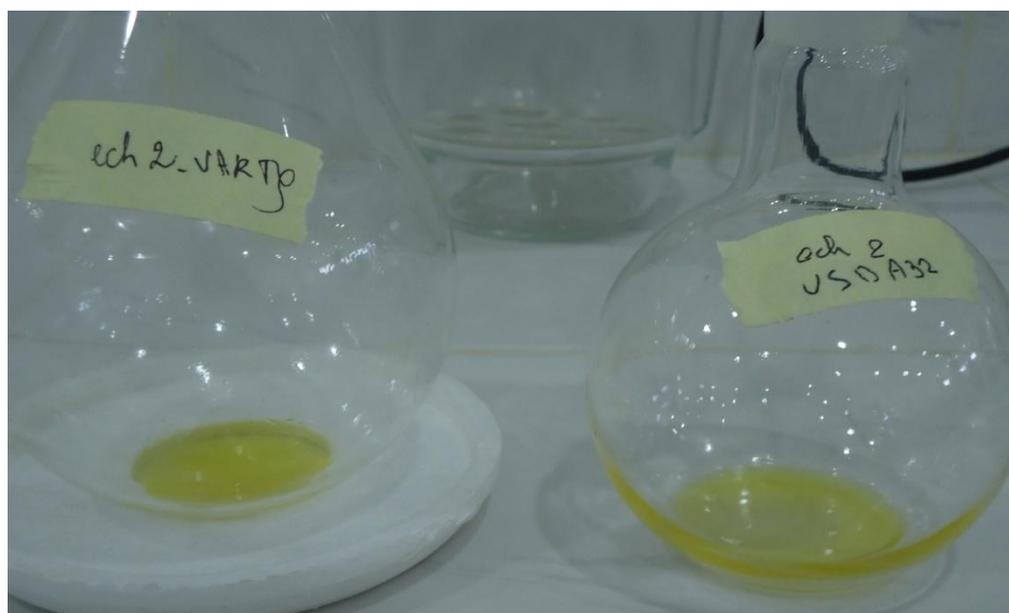


Figure 20 : huile extraite par solvant des deux variétés de carthame.

Figure