

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche scientifique*  
**Université A. MIRA - Bejaia**

**Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie**  
**Département des Sciences Alimentaires**  
**Filière : Sciences Biologiques**  
**Spécialité : Sciences Alimentaires**  
**Option : Industrie des Corps Gras**



**Réf : .....**

**Mémoire de Fin de Cycle**  
**En vue de l'obtention du diplôme**

**MASTER**

***Thème***

**Caractérisation physico-chimique et activité  
antioxydante des huiles de *Melia azedarach***

Présenté par :

**BAAZIZ Kahina & SLAMANI Nadira**

Soutenu le : **15 Juin 2016**

Devant le jury composé de :

M.: KATI Djamel Eddine

M.: ZAIDI Farid

M<sup>me</sup>: HASSISSENE Nadia

M<sup>me</sup>: AOUDIA Hassiba

MCA

Professeur

MCB

Docteur

Président

Encadreur

Examinatrice

Invité

**Année universitaire : 2015 / 2016**

# Remerciements

*Tout d'abord, nous remercions Dieu, le tout puissant, de nous avoir donné la force, le courage et la patience pour mener à terminer ce travail.*

*Nous tenons, en suite, à exprimer notre sincère gratitude à notre directeur de mémoire, Monsieur le Pr. ZAIDI Farid. Nous le remercions infiniment pour sa grande contribution à l'aboutissement de ce travail, sa disponibilité, ses judicieuses remarques et sa rigueur scientifique. Pour tout cela, nous tenons à lui exprimer notre vive reconnaissance.*

*Nos remerciements vont aussi à l'égard de notre co-directrice de mémoire madame la Dr AOUDIA Hassiba pour l'accompagnement, les conseils et les orientations qu'elle nous a procurées.*

*Nous remercions également les membres de jury M. KATI et Mme HASSISSENE, qui ont accepté d'évaluer ce travail. Leurs remarques et suggestions ne feront que parfaire ce travail.*

*Enfin, nous exprimons de vifs remerciements pour le personnel de laboratoire des entreprises CO.G.B. La Belle et CEVITAL.*

# *Dédicaces*

*A ma magnifique famille*

*A mes cher(e)s ami(e)s*

*A tous ceux que j'aime*

KaaKoucha

## Dédicaces

*A tous ceux qui ont semé les grains du savoir en moi, ce travail leur est dédié*

*A tous ceux qui ont partagé ma joie et ma peine.*

*A mon Père, symbole de la lutte, a ma Mère une orchis comme un soleil levant.*

*A la mémoire de ma grand-mère pour son éducation écume de la sagesse séculaire.*

*A mon frère Tahar et sa femme Hassiba et leur fils Maxane , mon frère Ghani et sa femme Nadre, et Houcine qui m'ont tous pris si jeune que l'impossible n'est qu'une chimère et que la fatalité n'est qu'un leurre.*

*A mes sœurs Saida, Lila, Lisa, elles sont ma fierté sans eux je serai une autre personne.*

*A mon cousin Zahir, son épouse Farida, et ses enfants Sabrina, Ali, Rayane, Walid, sans eux la dignité et le respect me seraient dissimulés.*

*mes cousins Djamel, Larbi, Arezki, Karim, mes cousine Djamila, Feroudja, Nora, Ghnima, Hayat, Rosa, Warda, Mira, Yasmine et Celina avec eux je partage les plus harmonieuses relations de fraternité.*

*A mes amis,*

*A Samia ma meilleure amie d'enfance, pour sa loyauté et toute les joies, les maux, la sagesse et la folie que nous avons partagés.*

*A Samira, Hania, Mounia, Yasmina, Zahra, Wiza, Fatima, Fatima, Tinhinane, Nadjet, Sedda, Celia, Sonia, Djidji, et Souad, avec eux j'ai appris à voir plus loin que les lisières des journées sombres et que l'amitié.*

*A Djouad, Hamza, Brahim, Amar, Abd arrazek, Farid, Djamai, Atmane, Toufik, Ayache, Sassi, Hamza, Amazighe, Nassim, et Massi pour leur amitié rarissime et leur compréhension au paroxysme de l'honnêteté.*

*A Fahim, Hassane, Amine, Lamine, et Farida qui enseignent la force de la volonté qui écrase toute forme d'ignorance.*

*A toute la famille Harzouz et Touati pour eux, je suis comme une feuille qui retombe inéluctablement vers les racines.*

*A Kahina et sa famille, mes remerciements anticipés pour leur aimable hospitalité.*

*Enfin, à tous les miens qui savourent ma compagnie.*

***Cordialement Nadira***

## Liste des abréviations

- **Abs** :Absorbance
- **Al**:Aluminium
- **ANOVA**: Analyse de la **V**ariance
- **AOAC** :Association of Official Analytical Chemists
- **BSA**:Bovin SérumAlbumine
- **CEE**:Communauté Européenne Economique.
- **COGB**:Corps Gras de Bejaia
  
- **CPG** :Chromatographie en Phase Gazeuse
- **COI** : Conseil Oléicole International
- **DPPH:2,2** – diphényl- picrylhydrazyl
- **Eq**:Equivalent
- **HA** : huile d'amande
- **HG** : huile de graine
- **HO** : huile d'olive
- **HS** : huile de soja
- **H3PMo12O40**:Hétéropolyacides PhosphoMolybdiques
- **H3PW12O40** :Hétéropolyacides Phospho Tungstiques
- $I_i$  :Índice d'iode
- $I_p$ :Índice de peroxyde
- **Is** : Indice de saponification
- **ISO**:International Organisation for Standardisation
- **IUPAC**: Union internationale de chimie pure et appliqué
- **J** : Jaune
- **KI** : Iodure de Potassium
- **KOH** :Hydroxyde de Potassium
- **MS**:Matière sèche
- **Mo8O23**:Molybdène.
- **Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>**:Carbonate de Sodium
- **PTS** : Phénols Totaux Soluble
- **R** : Rouge

## Listes des figures

Figure n°	Titre	Page
<b>1</b>	Photographie de l'arbre de <i>Melia azedarach</i> .	<b>4</b>
<b>2</b>	Photographie des différentes parties de <i>M. azedarach</i> ; Feuilles (a), Fleurs (b), Fruits (c), Noyau (graine) avec amandes (d) de <i>Melia azedarach</i> .	<b>5</b>
<b>3</b>	Photographie du fruit sur l'arbre <i>Melia azedarach</i>	<b>16</b>
<b>4</b>	Photographie du fruit entier (a), pulpe du fruit (b), graines entières (c), poudre de graines entières (d), coques (e), amandes (f), poudre d'amandes (g), poudre d'amande délipidée (h) et poudre de graine délipidée de <i>Melia azedarach</i> (i).	<b>17</b>
<b>5</b>	Photographie des huiles de <i>M. azedarach</i> extraites avec l'appareil de Soxhlet.	<b>18</b>
<b>6</b>	Protocole d'extraction des composés phénoliques	<b>25</b>
<b>7</b>	Réaction du Chlorure d'Aluminium avec les flavonoïdes.	<b>26</b>
<b>8</b>	Mécanisme réactionnel de la réduction du radical DPPH	<b>27</b>
<b>9</b>	Pourcentage de teneur en huiles de <i>Melia azedarach</i>	<b>28</b>
<b>10</b>	Extinction spécifique à 232 nm des huiles analysées	<b>29</b>
<b>11</b>	Extinction spécifique à 270 nm des huiles analysées	<b>30</b>
<b>12</b>	% d'Acidité des huiles analysées des huiles analysées	<b>31</b>

<b>13</b>	Indice de peroxyde des huiles analysées	<b>32</b>
<b>14</b>	Indice d'iode des huiles analysées	<b>32</b>
<b>15</b>	Indice de saponification des huiles analysées	<b>33</b>
<b>16</b>	Teneurs en composés insaponifiables des huiles analysées	<b>33</b>
<b>17</b>	Teneur en phénols totaux solubles	<b>35</b>
<b>18</b>	Teneur en phénols totaux liés à la protéine BSA	<b>35</b>
<b>19</b>	Teneur en flavonoïdes	<b>36</b>
<b>20</b>	Activité antioxydante DPPH	<b>37</b>
<b>21</b>	Profils chromatographiques des acides gras obtenus par CPG des huiles de <i>M. azedarach</i> (huile d'amandes et huile de graines respectivement).	<b>Annexe: IV</b>
<b>22</b>	Profils chromatographiques des acides gras obtenus par CPG d'huile d'olive et d'huile de soja respectivement	<b>Annexe: V</b>
<b>23</b>	Analyse statistique : Extinction à 232nm et à 270nm ; Acidité ; Indice de Peroxyde ; Indice de Saponification ; Indice d'Iode.	<b>Annexe: VI</b>
<b>24</b>	Analyse statistique : Teneur en composés Insaponifiable ; PTS ; PTSL ; Flavonoïde ; Activité anti oxydante par DPPH.	<b>Annexe: VII</b>

## Liste des tableaux

<b>Tableau</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>I</b>	Classification botanique de <i>Melia azedarach</i>	<b>3</b>
<b>II</b>	Quelques noms vernaculaires pour <i>Melia azedarach</i>	<b>6</b>
<b>III</b>	Potentiel médicinal de <i>Melia azedarach</i>	<b>7</b>
<b>IV</b>	Potentiel phytosanitaire de <i>Melia azedarach</i>	<b>8</b>
<b>V</b>	Teneur en composés phénoliques des différentes parties de la plante	<b>8</b>
<b>VI</b>	Résultats de la détermination de la couleur des différentes huiles	<b>28</b>
<b>VII</b>	Résultats de la densité et de l'indice de réfraction	<b>29</b>
<b>VIII</b>	Teneur en acides gras des huiles analysées	<b>37</b>



# *Sommaire*

---



---

## Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction.....1

### **Chapitre I :Généralités sur la plante**

I.Généralités sur la plante.....	3
I.1. Classification botanique.....	3
I.2. Description de l'arbre .....	3
I.3. Origine et répartition géographique .....	5
I.4. Intérêt biologiques des extraits de <i>Melia azedarach</i> .....	6
I.4.1. L'intérêt médicinal.....	6
I.4.2. L'intérêt phytosanitaire .....	7
I.5. Composition chimique .....	8
I.5.1. Les composés phénoliques.....	8
I.5.2. Les limonoïdes .....	9
I.5.3. Les triterpénoïdes.....	9
I.5.4. Les matières grasses.....	9

### **Chapitre II : Généralités sur les corps gras**

II.1.Classification des corps gras .....	10
II.1.1. La source végétale .....	10
II.1.2. La source animale .....	10
II.2. Composition des corps gras.....	10
II.2.1. Les acides gras .....	10
II.2.2. Les glycérides .....	10
II.2.3. Les cérides.....	11
II.2.4. Les phospholipides .....	11
II.2.5. Les insaponifiables .....	11
II.3. Propriétés des corps gras.....	11

---

II.3.1. Les propriétés physico-chimiques .....	11
II.3.2. Les propriétés biologiques .....	13
II.3.3. Les propriétés nutritionnelles .....	14
II.3. 4. Les propriétés spectrales .....	14
II.4. Altération des corps gras.....	15
II.4.1. L'hydrolyse.....	15
II.4.2.L'oxydation.....	15

### **Chapitre III :Matériel et méthodes**

III.1. Matériel végétal .....	16
III.2. Préparation du matériel végétal. ....	17
III. 2.1 Séchage.....	18
III.2.2 Broyage .....	18
III.2.3 Extraction .....	18
III.3. Calcul de la teneur en huile.....	19
III.4. Caractérisation physico-chimique des M.G. de <i>M.azedarach</i> .....	19
III. 4.1. Détermination de la couleur .....	19
III. 4.3. Indice de réfraction.....	20
III. 4.4. Extinction spécifique dans l'ultraviolet.....	20
III.4.5. Acidité selon la norme de Règlement CEE n°2568/91 .....	21
III.4.6. Indice de peroxyde .....	21
III.4.7. Indice d'iode.....	22
III.4.8. Indice de saponification .....	23
III.4.9. les insaponifiables .....	23
III.4.10. Détermination du profil en acides gras par la CPG.....	24
III.5. Extraction et dosage des composés phénoliques .....	25
III.5.1. Extraction .....	25
III.5.2.Dosage des Phénols totaux soluble par la méthode du Folin Ciocalteu.....	25
III.5.3. Dosage des flavonoïdes.....	26

III.5.4. Dosage des phénols totaux liés à la protéine (BSA) .....	27
III.6. Etude de l'activité antioxydante en utilisant le DPPH.....	27
III.7. Analyses statistiques .....	28

## **Chapitre IV: Résultats et discussion**

IV.1 .Teneur en huiles.....	28
IV.2. Caractérisation physico-chimiques des huiles .....	28
IV.2.1. Détermination de la couleur .....	28
IV.2.2. Détermination de la densité et de l'indice de réfraction .....	29
IV.2.3. Détermination de l'extinction spécifique à 232 nm.....	30
IV.2.4. Détermination de l'extinction spécifique à 270 nm.....	30
IV.2.5. Détermination de l'acidité.....	32
IV.2.6. Détermination de l'indice de peroxyde.....	32
IV.2.7. Détermination de l'indice d'iode .....	34
IV.2.8. Détermination de l'indice de saponification .....	35
IV.2.9. Détermination de teneur en composés insaponifiables .....	36
IV.3. Détermination du profil en acides gras par la CPG : .....	37
IV.4. Dosage des composés phénoliques.....	38
IV.4.1. Teneur en polyphénols totaux solubles.....	38
IV.4.2. Teneur en polyphénols totaux solubles liés à la protéine BSA.....	39
IV.4.3. Teneur en flavonoïdes :.....	40
IV.5. Activité antioxydante des différentes huiles sur le radical DPPH.....	41
Conclusion.....	42
Références bibliographiques.....	43

Annexes

# *Introduction*

## Introduction

*Melia azedarach* communément appelée Margousier, trouve ses origines géographiques en Inde (Nardo *et al.* 1997). L'arbre s'est très rapidement adapté à d'autres territoires en Amérique ou même dans le Nord de l'Afrique. Il a été dans un premier temps, cultivé comme arbre d'ornement, de protection contre le soleil (ombre), mais aussi pour la reforestation et la stabilisation des sols. Toutes les parties de l'arbre (écorces, troncs, feuilles, fruits et graines) ont fait l'objet de divers usages (médicinal ou phytosanitaire), dans toutes les régions du monde où il a été implanté (Faye, 2010).

Selon Ji *et al.* (2009), *Melia azedarach* a été largement exploité en médecine traditionnelle chinoise grâce à ses propriétés médicinales. Cette plante est citée dans la littérature comme étant une source considérable de nombreux composés bioactifs caractérisés par une multitude de fonctions exploitées en médecine : anticancéreuses, anti-oxydantes, antimicrobiennes, anti-inflammatoires... (Macielet *al.*, 2006; Alouaniet *al.*, 2009).

Cette Méliacée est réputée pour ses propriétés insectifuges (Huang *et al.*, 1995 ; Valladares *et al.*, 1997 ; Valladares *et al.*, 1999). Ces dernières proviennent des limonoïdes qu'elle renferme (Bohnenstengelet *al.*, 1999 ; Carpinella *et al.*, 2002). Cet arbre a de nombreuses défenses contre des insectes et autres micro organismes pathogènes, lui donnant un avantage concurrentiel par rapport à beaucoup d'autres espèces (Neupane (1992) ; Nardo *et al.* (1997) ; et Vallardes *et al.* 1997). Kim *et al.*, (1999) et Carpinella *et al.* (2003) rapportent que des composés actifs extraits des fruits de *Melia azedarach* entraînent une inhibition de la réplication de virus. Ils ont également démontré que les extraits éthanoliques et hexanoïques de différentes parties de la plante (fruits, graines et feuilles) avaient un effet fongistatique sur divers phytopathogènes (*Aspergillus flavus*, *Diaporthe phaseolorum*, *Fusarium verticillioïdes*, *Fusarium solani* et *Sclerotinia sclerotiorum*).

*Melia azedarach* représente une ressource importante en molécules biologiquement actives à travers son écorce, ses feuilles, ses fruits et ses graines. Une étude de ces dernières et plus particulièrement leurs huiles qui renferment selon Schmutterer, (1995) une teneur de 40% est nécessaire pour une meilleure appréhension de l'arbre et son éventuel usage aussi bien dans l'agroalimentaire, le cosmétique (antioxydant et conservation de produits),

la médecine, la protection phytosanitaire des plantes, la production des savons et les huiles de graissage pour les moteurs.

L'objectif de ce présent travail est une contribution à la valorisation des huiles d'une agroressource locale *Melia azedarach*. Les huiles de cette dernière étant peu étudiées, nous nous sommes intéressées dans une première étape à une caractérisation physico-chimique (les indices caractéristiques ainsi le profil en acide gras) des huiles extraites de la graine entière et amande et au même temps de comparer ces huiles de *M.azedarach* à l'huile d'olive et l'huile de soja.

Dans une deuxième étape, nous avons déterminé la teneur en composés phénoliques (phénols totaux solubles, phénols totaux liés à la protéine et les flavonoïdes) et à évaluer l'activité antioxydante des différentes huiles de nos échantillons (huile d'amande, huile de graine et huile d'olive) au moyen du test du DPPH.

*Synthèse*

*Bibliographique*



## I. Généralités sur la plante

*Melia azedarach*, connue sous le nom de chinaberry ou lilas de Perse est un arbre qui appartient à la famille des Méliacées, elle est reconnue mondialement pour ses propriétés médicinales et phytosanitaires (Huang et al., 1996; Alchéet al., 2003 ; Al-Rubae 2009 ; Ntalliet al., 2010 ).

Il est connu depuis très longtemps, que les plantes de la famille des méliacées sont une bonne source de médicaments populaires, ceci a attiré l'attention de beaucoup de scientifiques autour du monde pour étudier la contribution potentielle de ses extraits à fin de trouver des produits appropriés, efficaces et favorables à l'environnement pour lutter contre les parasites et les maladies (Al- Rubae, 2009).

### I.1. Classification botanique

La famille des Méliacées compte 51 genres et 550 espèces (Timbo, 2003), parmi ces espèces *Melia azedarach*. Selon (Miller et al., 2010), elle est classée comme suit :

**Tableau I :** Classification botanique de *Melia azedarach*

Règne	Plantae
Sous règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous classe	Rosidae
Ordre	Sapindales
Famille	Meliaceae
Genre	<i>Melia</i>
Espèce	<i>Melia azedarach</i>

### I.2. Description de l'arbre

*Melia azedarach* est une plante de couleur verte avec une multitude de feuilles, caractérisée par une croissance rapide et une hauteur qui peut atteindre environ de 16 mètres (figure n° 1). C'est un arbre ramifié au port érigé, caractérisé par un tronc sombre très rameux. Cet arbre est très dense en feuilles qui sont caduques particulièrement au moment de la maturation (Hajaniaina, 1996).

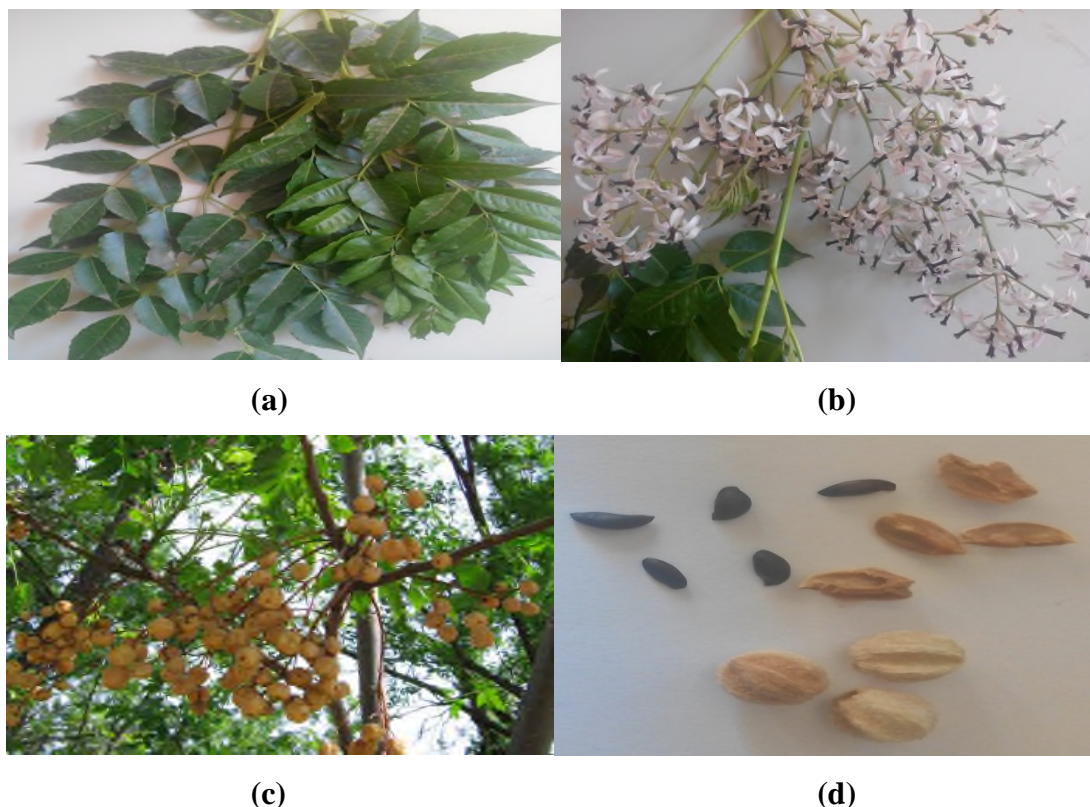
Ses feuilles sont de couleur vert foncé, dentelés, ovales et bipennées de longueur qui peut aller de 2 à 8 cm (Sagoua, 2009 ; Burks, 1997 ; Radford et al., 1968) (figure n° 2a), alors que ses fleurs sont violacées et caractérisées par une odeur forte (figure n° 2b).

*Melia azedarach* donne un fruit en grappe (**figure n° 2c**) composé de deux parties, la première est appelée le sarcocarpe (la pulpe), elle est charnu, de couleur jaune foncé (**Sagoua, 2009**) et un diamètre de 1 à 1,5 cm (**Burks, 1997 ; Radford et al., 1968**), la deuxième partie appelée sclérocarme, caractéristique des drupes, qui est sous forme de noyau (la graine) (**Sagoua, 2009**). A l'intérieur de la partie charnu se retrouve un noyau simple, cannelée, brun clair contenant 5 à 6 amandes, lisses et noires (**Bonner et Grano, 1970**) (**figure n° 2d**).



**Figure n° 1** : Photographie de l'arbre de *Melia azedarach* (**Deepika et Yash, 2013**)

La fructification commence à partir du mois de Novembre et la maturation à lieu à partir du mois de Février jusqu'au mois de Mai. Les fruits murs peuvent rester pendant une longue période sur l'arbre.



**Figure n° 2:** Photographies des différentes parties de *M. azedarach* ; Feuilles (a): Fleurs (b), Fruits (c), Noyau (graine) avec amandes (d).

### I.3. Origine et répartition géographique

*Melia azedarach* est une plante originaire de l'Asie tropicale, plus précisément du Nord-Ouest de l'Inde. Mais elle pousse également dans les régions méditerranéennes, européennes, dans toute l'Asie, l'Amérique du sud, l'Australie et l'Afrique. (**Hajaniaina, 1996 ; Huang et al., 1996 ; Al-Rubae 2009,**).

Selon **Hammadet al., (2001)** *M. azedarach* se trouve dans presque toutes les régions climatiques chaudes. Elle est généralement propagée par des graines et des boutures, et peut également être multipliée in vitro à partir de différents explants de jeunes plants et plantes matures (**Marino et al., 2009**). En Afrique, l'arbre est employé comme plante ornementale et d'ombrage résistant à la sécheresse. Il est aussi largement distribué dans les régions arides du sud et de l'ouest des États-Unis et de l'Espagne où il est présent dans de nombreuses villes comme arbre d'ornement dans les jardins, les parcs et les rues (**Juan et al., 2000**).

D'après la large répartition géographique, il existe plusieurs appellations à travers le monde (tableau II)

**Tableau II:** Quelques noms vernaculaires pour *Melia azedarach*

Régions géographique	Noms vernaculaires selon la région
Amérique du sud	Lila des Indes ou cèdre blanc <b>Ntalliet al., (2010) b</b>
Afrique du sud	Syringatree <b>Lunguet al., (2011)</b>
Chine	China Berry <b>Ntalliet al., (2010)</b>
England	China tree, Persian lilac, pride of China, pride of India <b>(Orwaet al., 2009)</b>
France	Lilas des Antilles, lilas des Indes, fleurs lilas, Piment d'eau <b>(Orwaet al. 2009)</b>
Espagne	Arbolenano, Alilaila, jacinta, Violeta, lila, Paraíso, lilayo <b>(Orwaet al., 2009)</b>
Jordanie	Zanzalacht <b>Al-Rubae (2009)</b>

#### I.4. Intérêts biologiques de *Melia azedarach*

*Melia azedarach* est connue pour ses vertus médicinales et thérapeutiques, ainsi que par sa qualité phytosanitaire ou insecticide. Elle est très intéressante vu les activités biologiques présentées dans ses extraits (feuille, fruit et graine) **(Ghnaya et al., 2013)**.

##### I.4.1. L'intérêt médical

*Melia azedarach* a été étudiée en détail par de nombreux chercheurs en référence à son potentiel d'activité comme une plante médicinale **(Al-Rubae, 2009)**. Plusieurs composés de Chinaberry ont été isolés pour des buts médicaux, qui sont employés comme abortif, antiseptique, purgatif, diurétique, etc. **(HerbWeb 2000)**.

En Corée du Sud, cette plante a été utilisée dans la médecine populaire pour ses propriétés antipyrétique, vermifuge et anti-inflammatoire **(Kownet al., 1999)**.

Les études plus tôt ont indiqué que l'huile de neem (plante de la même famille que *Melia azedarach*) a une activité antibactérienne contre 14 bactéries pathogènes. **(Baswaet al., 2001)**.

Parmi ces bactéries *Staphylococcus aureus* **(Rao et al., 1986)**, *Staphylococcus typhus* **(Patel et Trivedi 1962)**, *Escherichia coli*, *Streptococcus mutans* et *Lactobacillus* **(Vanka et al., 2001)**.



Selon **Singh et Sastry, (1981)** l'activité antimicrobienne d'huile de neem extraite à partir de 1 g de graines était équivalente aux 800 unités internationales de pénicilline ou à 0.5 g de sulfate de streptomycine.

Les propriétés médicinales de *M. azedarach* sont résumées dans le tableau qui suit :

**Tableau III:** Potentiel médicinale de *Melia azedarach* (**Al-Rubae, 2009**).

Propriétés médicinales	Maladie ou organisme responsable de la maladie	Extraits
Antibactérienne	<i>Shigella flexneri</i> , <i>Plesimonas shigellidis</i> <i>Staphylococcus aureus</i> <i>Bacillus subtilis</i>	Feuille
Antivirale	Fièvre aphteuse Herpes simplex Herpes Oculaire simplex	Feuille
Anti protozoaire	<i>Trichomonas vaginalis</i>	Feuille et graine
Anti nephrolithiasis	Ethylène glycol-Induit Nephrolithiasis	Feuille et graine
Anti ulcéreuse	Ulcère d'estomac chez les rats	Feuille et graine
Anti helminthique	<i>Haemonchus contortus</i>	Feuille et graine

#### I.4.2.L'intérêt phytosanitaire

Les plantes de la famille des Méliacées ont suscité beaucoup d'intérêt pour l'exploration de leur activité phytosanitaire (**Timbo, 2003**). Elles sont connues par une variété des composés, lesquels ont montré des propriétés insecticides, antiappétantes, de régulation de la croissance, et de modification du développement (**Al Rubae, 2009**).

Des composés isolés d'espèces appartenant à la famille des Méliacées ont reçu une attention particulière par des entomologistes à cause de leurs excellentes propriétés en tant qu'agents contrôleurs d'insectes ravageurs de l'agriculture (**Carpinella et al., 2003**).

La capacité de *M. azedarach* d'écarter les insectes a été signalée pour la première fois vers le début du vingtième siècle, durant les grandes invasions acridiennes ; Palestine en

(1915), Inde en (1926), Algérie en (1888-1894), durant lesquelles l'arbre était épargné par les criquets (**Schmutterer, 1995**).

Les propriétés phytosanitaires de *M. azedarach* sont résumées dans le tableau qui suit:

**Tableau IV:** Potentiel phytosanitaire de *Melia azedarach* (**Al-Rubae, 2009**)

Propriétés phytosanitaire	Ravageurs ciblés	Extraits
Larvicide et Anti ponte	<i>Aedes aegypti</i>	Fruit
Pubicidal, Anti pente, Dissuasion de morsure	<i>Anopheles stephensi</i>	Graine
Inhibition phagocytaire, Anti-mue	<i>Rhodnius prolixus</i>	Graine
Larvicide, Anti ponte, lutte contre l'embryogenèse	<i>Boophilus microplus</i>	Fruit
Biopesticide	<i>Bamisia tabaci</i>	Fruit et Feuille
Fongicide	<i>Aspergillus flavus</i> <i>Diaporthe phaeolorum</i> <i>Sclerotinia sclerotiorum</i>	Graine

## I.5. Composition chimique

### I.5.1. Les composés phénoliques

Les travaux effectués par **Aoudia et al., (2013)** montrent une présence de différentes classes de composés phénoliques dans les extraits de *Melia azedarach* dans les différentes parties de la plante et à des concentrations variables comme montre le tableau V.

**Tableau V :** Teneur en composés phénoliques des différentes parties de plante **Aoudia et al., (2013)**.

Polyphénols	Concentration
PTS	4.25 à 75.16 mg Eq Cat/g de MS
Flavonoïdes	1.17 à 10.47 mg Eq Q/g de MS
Esters tartriques	1.18 à 9.75 mg Eq Caf/g de MS
Anthocyanes	0.09 à 0.71 mg Eq cyanidine-3-glucoside/g de MS
Tannins	3.29 à 26.08 mg Eq Cat/g de MS

### I.5.2. Les limonoïdes

Selon **Al-Rubae, (2009)** *Melia azedarach* contient des limonoïdes étroitement liés à ceux trouvés chez le neem.

Une large gamme de ces composés bioactifs ont été isolés à partir des graines de *M. azedarach* tels que salannin, meliacarpins et volkensin. Le constituant le plus notable cependant est le toosendanin, qui se produit dans l'écorce à des concentrations élevées (0,5%). Un extrait d'écorce contenant toosendanin a été commercialisé en Chine comme un insecticide naturel avec des effets anti-appétants contre les insectes (Isman, 2006).

### I.5.3. Les triterpénoïdes

Selon AL-Rubae, (2009) et Chiffelle et al., (2009), l'analyse photochimique d'extraits éthanoliques de graines et de feuilles de *Melia azedarach*, a révélé la présence de triterpénoïdes et stéroïdes.

Ces composés bioactifs sont capables d'inhiber le développement ou l'alimentation des insectes et montrent aussi une activité ovicide.

### I.5.4. Les matières grasses

Selon Schmutterer, (1995) les graines de fruit de *Melia azedarach* contiennent approximativement 40% de matière grasse. Les analyses de la teneur en matière grasse réalisées par Faye (2010) sur les graines et amandes d'une plante appelée neem (*Azadirachta indica* Juss) de la même famille que *Melia azedarach*, relevées dans la littérature montrent que les lipides constituent la fraction majoritaire (30 à 50 % de la masse de la matière sèche des amandes).

Selon Hadiakhoondiet al. (2006), la composition en acide gras de la matière grasse du fruit de *M. azedarach* représente (48.6 à 69.0%) d'acide oléique, (14.5 à 25.0%) d'acide palmitique et (13.4 à 27.5%) d'acide stéarique.

Quant aux autres paramètres physicochimiques tels que l'indice d'acide, de peroxyde, de saponification, d'iode, de réfraction, la densité, la couleur, l'extinction spécifique et les composés insaponifiables ainsi que la composition en polyphénols et l'activité antioxydante feront l'objet de notre étude pratique.

A notre connaissance, peu de travaux ont été réalisés sur la teneur en acides gras et surtout les caractéristiques physico-chimiques de l'huile du fruit de *M. azedarach*.

## II. Généralités sur les corps gras

Les graisses et les huiles sont constituées de triglycérides résultants de la combinaison d'une unité de glycérol et de trois unités d'acides gras. Elles sont insolubles dans l'eau mais solubles dans la plupart des solvants organiques, elles ont une densité plus faible que celle de l'eau. (Dennis *et al.*, 2006).

Ils sont considérés comme produits de haute importance en raison de leurs apports nutritifs et énergétiques (Joseph et Rourth, 1979 ; Alais et Liden, 1997).

### II.1. Classification des corps gras

Selon Mohtadji et Lambollais, (1989) les corps gras proviennent de deux grandes sources, végétales ou animales.

#### II.1.1. La source végétale

Les corps gras sont issus des graines oléagineuses (tournesol, soja, coton, maïs, arachide...) ou de fruits oléagineux (palme, olive, noix...).

#### II.1.2. La source animale

Les corps gras d'origine animale peuvent provenir du porc (saindoux), du bœuf (suif), des mammifères marins (huiles de foie de morue) et de la vache (beurre).

Selon (Graille, 2003) les corps gras sont parfois classés, non pas en fonction de leurs sources, mais selon leurs consistances : corps gras fluide cas des huiles (soja, tournesol, colza...); corps gras solide cas des graisses (huile de coco, huile de palmiste...); corps gras cireux cas des cires.

## II.2. Composition des corps gras

Les corps gras qu'ils proviennent d'organismes animaux ou végétaux, correspondent à la partie « graisses neutres » de la fraction lipidique totale. Les principaux constituants des corps gras sont :

### II.2.1. Les acides gras

Composants majoritaires des triglycérides, ils représentent 90 à 96% de la masse totale des triglycérides, les acides gras connus sont extrêmement nombreux, en particulier dans le règne végétal (Naudet, 1992).



**II.2.2. Les glycérides**

Les corps gras ne sont pas constitués par des mélanges d'acides gras, mais par des mélanges de triesters entre ceux-ci et le glycérol.

**II.2.3. Les cérides**

Sont des esters d'acides gras et de mono ou di alcools de masse moléculaire suffisamment élevée pour que ces alcools soient insolubles dans l'eau. (**Naudet, 1992**).

**II.2.4. Les phospholipides**

Présents en particulier dans les membranes cellulaires ; du point de vue de la technologie alimentaire, ils sont notamment intéressants à la raison de leur pouvoir tensioactif et émulsifiant, dû au caractère amphiphile de leurs molécules. La lécithine de soja est le phospholipide le plus employé dans l'industrie alimentaire. (**Cheftel J.C. et Cheftel H., 1977**).

**II.2.5. Les insaponifiables**

C'est l'ensemble des composés qui sont après l'hydrolyse basique (saponification) très peu soluble ou insoluble dans l'eau (**Roger, 1974**). Ces composés sont les vitamines liposolubles, les hydrocarbures, les pigments naturels (caroténoïdes).

**II.2.5.1. Les vitamines liposolubles**

Les corps gras renferment une quantité importante de vitamines liposolubles A, D, E et K.

**II.2.5.2. Les hydrocarbures**

La quantité totale des hydrocarbures est généralement faible, de l'ordre de 10% de la fraction insaponifiable. (**Naudet, 1992**).

**II.2.5.3. Les caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont des pigments naturels. Ils ont toujours une origine végétale ; mais aussi on les trouve également chez les animaux, car la demi-molécule oxydée de  $\alpha$ ,  $\beta$ , et  $\gamma$  carotène est la vitamine A. (**Alais et Linden, 1997**).

**II.3. Propriétés des corps gras****II.3.1. Les propriétés physico-chimiques****II.3.1.1. La solubilité**

Les lipides sont insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques (éther éthylique, tétrachlorure de carbone, chloroforme, hexane), cette propriété employée pour l'extraction totale des lipides. (**Graille, 2003**).

### II.3.1.2. La densité

Les acides gras, et les lipides en général, possèdent un grand nombre d'atomes légers (hydrogène et carbone). Ces molécules sont volumineuses mais peu denses, de sorte que la masse volumique des acides gras est inférieure à celle de l'eau, c'est pour ça que les lipides flottent sur l'eau. (Frenotet Vierling, 2001).

### II.3.1.3. Les émulsions

Une émulsion est constituée par la dispersion en très fines gouttelettes d'un liquide (phase dispersée) dans un autre liquide (phase dispersante) avec lequel il n'est pas miscible. (Tremolieret *al.*, 1984). Pour former des émulsions stables il faut utiliser des émulsifiants tels que la lécithine de soja (Graille, 2003).

### II.3.1.4. Le point de fusion

Il est difficile de saisir exactement le point de fusion car les corps gras passent par un état pâteux avant d'être liquides. De même toutes les parties d'un même corps gras naturels ne se solidifient pas à la même température, ce phénomène bien visible dans le cas des huiles à demi figées montre que celles-ci ne sont pas des espèces chimiques ce sont des mélanges.

Le point de fusion des corps gras dépend du mélange des triacylglycérol qu'ils contiennent, ce qui conduit à la classification suivante : Huiles fondant vers 10°C ; beurre vers 20°C et graisses vers 40°C (Graille, 2003).

### II.3.1.5. La température

La chaleur apporte de nombreuses modifications pour les lipides, deux catégories de corps chimiques peuvent apparaître : Les produits légers volatiles provenant principalement de l'oxydation des acides gras insaturés qui sont responsables de l'odeur dégagée par les fritures. Des produits lourds qui restent dans le bain de friture et dont une partie imprègne les aliments (Graille, 2003).

### II.3.1.6. L'hydrogénation

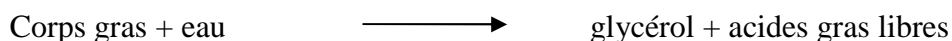
Les corps gras contenant des lipides formés d'acides gras insaturés peuvent être hydrogénés, ce qui augmente leur degré de saturation et ce qui augmente le point de fusion. Cette opération « hydrogénation catalytique » permet de durcir et de transformer les huiles en graisses solides (cas des margarines) (Graille, 2003).

### II.3.1.7. L'onctuosité et la plasticité

Les lipides sont onctueux au toucher, ils s'étalent facilement en couches minces. Les corps gras améliorent la texture des préparations dans lesquels ils sont incorporés, ainsi que la fiabilité d'une pâte (Tremolieret *al.*, 1984).

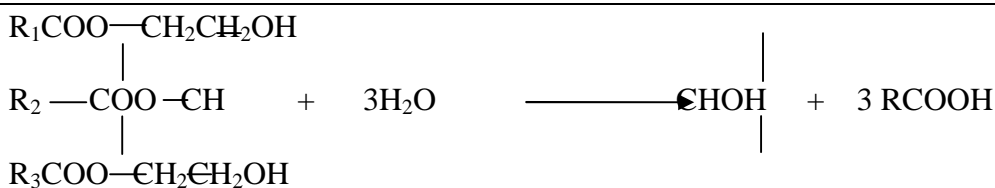
### II.3.1.8. L'hydrolyses et la saponification

L'hydrolyse des glycérides peut être obtenue au moyen de l'eau seule à condition d'opérer à chaud (température élevée) ou en présence d'un catalyseur, on obtient alors des acides gras libres et le glycérol comme montre la réaction suivante :

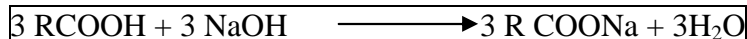


La réaction de la saponification des triglycérides peut se décomposer en deux, la première est la réaction d'hydrolyse qui donne des acides gras libre et de la glycérine. La seconde est une réaction de neutralisation par la soude des acides gras libres formés dans la première réaction. (François,1978).

#### ➤ Réaction hydrolyse



#### ➤ Réaction de neutralisation



## II.3.2. Les propriétés biologiques

### II.3.2.1. Source de calories

Les matières grasses sont essentiellement un aliment énergétique. Elles apportent le maximum d'énergie sous le plus faible volume (9 calorie soit 38 KJ par gramme). (Serville *etal.*, 1980).

Leur rôle dans la couverture des besoins énergétiques est donc extrêmement important, tout particulièrement lorsque ces besoins sont élevés, comme dans la lutte contre le froid ou les efforts physiques moyenne ou longue durée. (Feinberg, *etal.*, 1987).

### II.3.2.2. Source de vitamine

Avec le lait entier, le beurre est pratiquement la principale source de vitamine A indispensable à la croissance. Certaines huiles brutes (particulièrement huile de palme) sont très riches en vitamine A (carotène) et en vitamine E.

### II.3.2.3. Source d'acides gras essentiels

A côté de ces vitamines, il faut signaler l'existence des acides gras essentiels dont l'organisme ne peut pas les synthétiser. Les principaux sont l'acide linoléique, l'acide linoléique et l'acide oléique (Serville *et al.*, 1980).

Enfin les lipides interviennent dans de nombreux mécanismes biologiques parmi les plus importants le fonctionnement de la cellule nerveuse et la respiration (Arnaud, 1985).

### II.3.3. Les propriétés nutritionnelles

#### II.3.3.1. L'intérêt énergétique

Les lipides sont présents dans la plupart des aliments naturels ou transformés. Ils jouent un rôle important dans les qualités organoleptiques de ces aliments et ont un intérêt nutritionnel évident aussi bien au point de vue quantitatif que qualitatif. Ce sont eux qui ont le plus fort rendement calorique (en moyenne 1g de graisse produit 9cal) (Luisot, 1992).

#### II.3.3.2. Les acides gras essentiels et leurs rôles biologiques

Il y'a trois acides gras poly insaturés dont l'organisme a un besoin fondamental pour sa croissance. L'acide linoléique, acide linoléique et l'acide arachidonique, ils jouent un rôle important dans le transport et le métabolisme du corps gras, ainsi que dans le maintien de la fonction et de l'intégrité des membranes cellulaires (Krause et Hunscher, 1978).

#### II.3.3.3. Les tocophérols et leurs rôles biologiques

Les tocophérols jouent un rôle d'antioxydants naturels ce qui explique pourquoi les huiles végétales résistent bien au phénomène de rancissement. Parmi les tocophérols, l' $\alpha$ -tocophérol ou vitamine E doté de l'effet antioxydant le plus puissant (Dilmi, 2004).

### II.3. 4. Les propriétés spectrales

Les acides gras sont incolores. Dans les milieux naturels, comme les huiles, la couleur ambrée provient de constituants liposolubles comme les carotènes (Frénot et Vierling, 2001). Les acides gras à double liaisons maloniques ( $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}-$ ) n'ont pas de spectre U.V., par contre les acides gras à doubles liaisons conjuguées ( $-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}=\text{CH}-$ ) absorbent entre 316 et 232 nm.

### II.4. Altération des corps gras

Les principales réactions d'ordre chimique susceptibles d'affecter les corps gras lors de leur production (obtention de l'huile brute, raffinage) ou de leurs utilisations, sont l'hydrolyse, l'oxydation et la polymérisation (Perrin, 1992).

#### II.4.1. L'hydrolyse

L'hydrolyse des corps gras conduit à l'apparition d'acides gras libres et de glycérides partiels, di glycérides et mono glycérides, glycérol. La mesure de l'acidité d'un corps gras est l'un des bons moyens pour déterminer son altération par hydrolyse (**Perrin, 1992**).

#### II.4.2.L'oxydation

Il est nécessaire de rappeler que la principale altération des matières grasses est l'oxydation des acides gras insaturés qu'elles renferment, le risque augmente avec le nombre d'insaturations(**Adrian *et al.*,1998**).

Les réactions d'oxydation des lipides entraînent la formation de composés volatils et d'odeurs désagréables. Les principaux substrats de l'oxydation sont: les acides gras insaturés; ils s'oxydent en général plus vite à l'état libre que lorsqu'ils font partie des molécules de triglycérides. D'autres substrats non saturés peuvent subir des réactions d'oxydation comme la vitamine A et E(**Alais et Linden, 1997**).

L'oxydation des constituants lipidiques qui aboutissent au rancissement, présente des inconvénients sur les plans nutritionnel, sensoriel et hygiénique (**Bourgeois, 2003**).La mesure de l'indice de peroxyde d'un corps gras est l'un des bons moyens pour déterminer son altération par oxydation.

- **Causes de l'oxydation**

- Teneur en oxygène : La teneur en oxygène est le facteur prépondérant car cette molécule initie les réactions d'oxydation. Pour assurer une bonne conservation des aliments riches en lipides, il faut les placer sous emballage non poreux en atmosphère pauvre en oxygène (**Frénot et Vierling, 2001**).

- La présence d'agents pro-oxydants (les métaux et les lipoxygénases). Ces agents sont présents dans les tissus végétaux, catalysent l'oxydation des acides gras poly insaturés tel que l'acide linoléique (**Alais et Linden, 1997**).

- Teneur en acides gras libres: Sont plus sensibles à l'oxydation que les estérifiés.

- **Conséquences de l'oxydation:**

- Perte de la valeur marchande, défaut de rancissement qui influe sur l'acceptabilité du produit par le consommateur.

- Perte de la valeur nutritive: perte d'activité vitaminique (A et E), acides gras indispensables.

- Modification de l'aspect du produit: couleur, texture, arôme (**Alais et Linden, 1997**).

*Matériel*  
*Et*  
*Méthodes*

*Partie*  
*Expérimentale*



### III. Matériels et méthodes

Notre travail expérimental porte sur l'extraction à chaudes huiles des graines et des amandes de fruit de *Melia azedarach*. L'objectif de ce travail est une caractérisation physico-chimique de ces huiles suivie d'une évaluation de leurs activités anti oxydantes.

#### III.1. Matériel végétal

Les fruits (**figure n°3**) ont été récoltés durant le mois de Janvier à Février 2016 à la Résidence Universitaire Targa Ouzemmour.



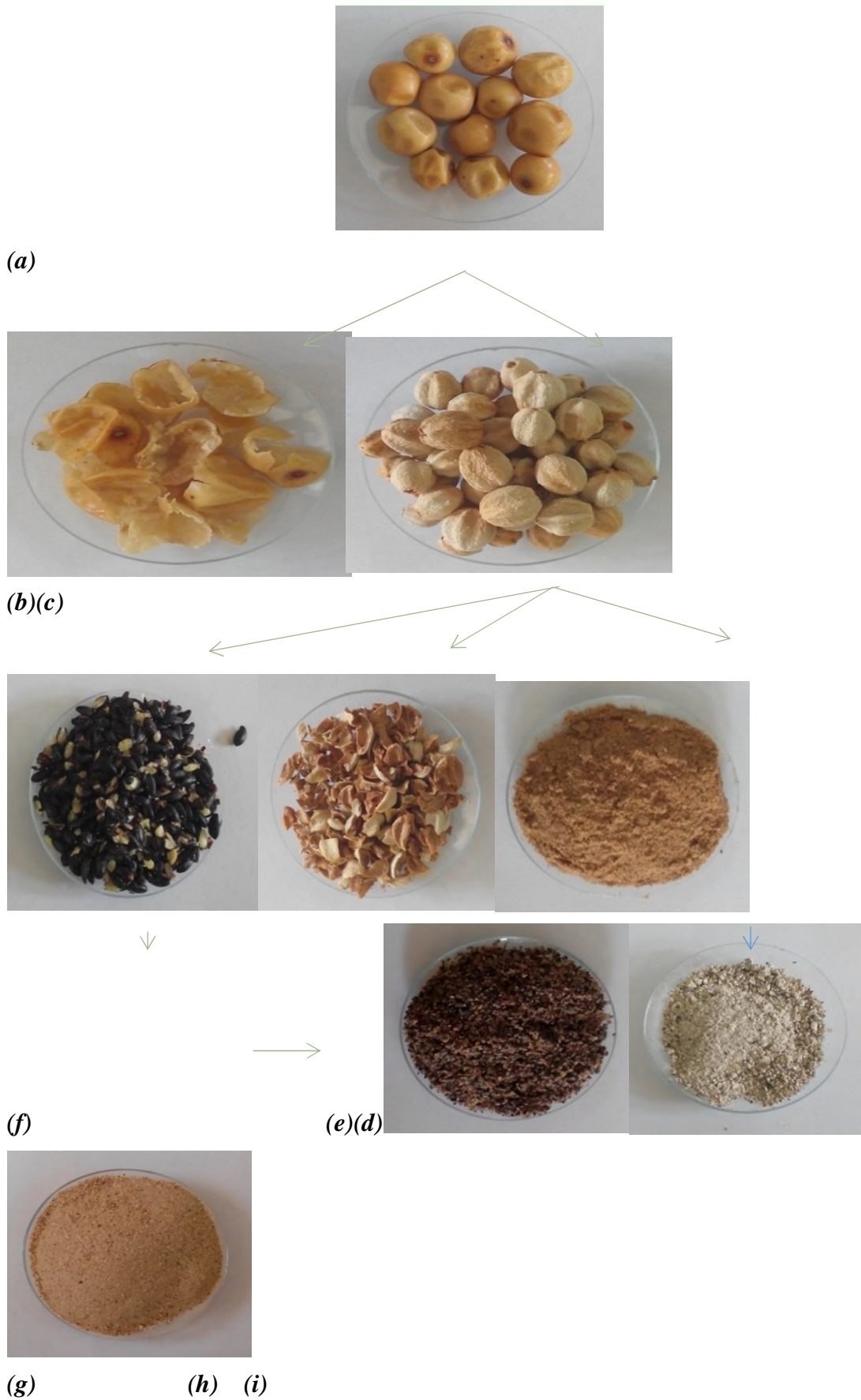
**Figure n°3** : Photographie de fruit sur l'arbre (a) et cueillette (b).

#### III.2. Préparation du matériel végétal.

Après avoir procédé au tri des fruits récoltés, nous les avons immergés dans de l'eau pendant 24 heures selon la méthode décrite par **Bonner et Grano (1970)** afin de séparer la pulpe charnue des graines.



La figure ci-dessous résume les étapes de la préparation d'échantillon.



**Figure n°4** : Photographie du fruit entier(a), pulpe du fruit (b), graines entières (c), poudre de graines entières (d), coques (e), amandes (f),poudre d'amandes (g),poudre d'amande délipidée(h) et poudre de graine délipidée de *Melia azedarach*(i).

### III 2.1 Séchage

Les graines obtenues cesont été séchées à l'air et à l'ombre pendant 7 jours puis stockées dans un endroit sec et aéré. Une quantité des graines a été décortiquée délicatement une par une à l'aide d'un mortier et d'un pilon afin de bien séparer les amandes et les coques et l'autre quantité est gardée telle qu'elle.

### III.2.2 Broyage

Les graines entières et les amandes ont été broyées à l'aide d'un broyeur électrique jusqu'à l'obtention d'une poudre fine dont le diamètre des particules est  $\leq$  à 0,5 mm.

### III.2.3 Extraction

Les huiles des graines entières et des amandes de *Melia azedarach* sont été extraites selon la méthode d'AOAC (1975).

Environ 25g de poudre sont introduites dans chaque une des cartouches, qui sont elles-mêmes placées dans un appareil à Soxhlet (figure n°5 a). Les ballons utilisés sont des ballons de 500 ml, placés dans des chauffe-ballons adaptés et reliés à un système de réfrigération. Environ 150 ml d'hexane pure sont introduits dans chaque ballon. Le temps d'extraction total dure 8 heures. A la fin de l'extraction, l'hexane est évaporé à l'aide d'un rota-vapeur à une température d'environ 62°C et l'huile est récupérée et mise dans des flacons (figure 5 b).



**Figure n°5** : Photographie de l'appareil de soxhlet(a)et les huiles extraites (b)

### III.3. Calcul de la teneur en huile

- **Mode opératoire**

La teneur en huile est déterminée après distillation du solvant au moyen d'un évaporateur rotatif. L'extrait lipidique est ensuite mis à sécher dans une étuve jusqu'à obtention d'un poids constant(Lecoq, 1965).

- **Expression des résultats**

La teneur en huile (le rendement) est calculée selon la formule suivante :

$$R \% = [(M - M_0) / M_{pe}] * 100$$

**M** : masse en grammes du ballon contenant l'huile.

**M<sub>0</sub>** : masse en grammes du ballon vide.

**M<sub>pe</sub>** : masse en grammes de la prise d'essai.

### **III.4. Caractérisation physico-chimique des huiles de *Melia azedarach***

La caractérisation physico-chimique des matières grasses de *Melia azedarach* a été réalisée sur les huiles issues des graines entières ainsi que celles issues des amandes afin de faire une comparaison entre ces huiles.

#### **III. 4.1. Détermination de la couleur**

- **Principe**

La mesure de la couleur de l'huile se fait par l'utilisation d'un calorimètre « **Lovibond** » qui est composé de deux séries de verres de couleur jaune et rouge.

Le principe consiste à faire une comparaison entre la couleur de la lumière transmise à travers l'huile dans une cuve à face parallèle, et de la couleur de la lumière provenant de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées (Sudkeet *al.*, 2013).

#### **III. 4.2. Détermination de la densité**

La densité relative d'une huile est le rapport entre la masse d'un certain volume de cette huile et la masse d'un même volume d'eau distillé à 20°C.

- **Mode opératoire**

Peser un pycnomètre vide, puis avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge et enfin peser avec d'huile jusqu'au trait de jauge(Réf N° : ISO 299- 1972. COGB la Belle).

- **Expression des résultats**

La densité est déterminée selon la formule suivante :

$$d_{20}^{20} = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0}$$

- $M_0$  : Masse en gramme du pycnomètre vide
- $M_1$  : Masse en gramme du pycnomètre remplie d'eau distillée
- $M_2$  : Masse en gramme du pycnomètre contenant l'huile.

### III. 4.3. Indice de réfraction

La mesure de l'indice de réfraction des huiles se fait par un réfractomètre à 20°C, le plus utilisé est le réfractomètre d'ABBE.

- **Mode opératoire**

Disposer quelques gouttes d'huile à analyser entre les prismes du réfractomètre (ABBE) de façon à remplir complètement l'espace compris entre ces prismes. Attendre quelques minutes pour permettre à la matière grasse d'atteindre la température des prismes, puis effectuer la lecture (**Pharmacopée Européenne, 2004**).

### III. 4.4. Extinction spécifique dans l'ultraviolet

- **Principe**

L'analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse. A 232 nm permet d'évaluer la présence des produits primaires d'oxydation des acides gras tels que les hydro peroxydes. A 270 nm permet d'évaluer la présence des produits secondaires d'oxydation tels que les cétones et aldéhydes.

- **Mode opératoire**

Peser 0,25 g d'huile dans un erlenmeyer puis ajouter 25 ml de cyclohexane (1%), bien homogénéiser puis mesurer l'absorbance aux longueurs d'onde de 232 et 270 nm en utilisant une cuve en quartz en effectuant un essai à blanc (**AOAC, 1997**).

- **Expression des résultats**

L'extinction spécifique dans l'ultraviolet est déterminée selon la formule suivante :

$$E_{1\text{cm}\lambda}^{1\%} = \frac{A_\lambda}{C \cdot E}$$

$E_{1\text{cm}\lambda}^{1\%}$  : Extinction spécifique à la longueur d'onde  $\lambda$  (232 et 270 nm)

$A_\lambda$  : Absorbance mesurée à la longueur d'onde  $\lambda$

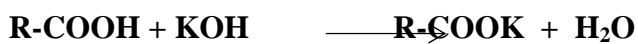
C: Concentration de la solution en grammes par 100 millilitres.

E: épaisseur de la cuve en centimètres.

### III.4.5. Acidité selon la norme de Règlement CEE n°2568/91

- **Principe**

Le principe est basé sur la mise en solution d'une quantité bien précise d'huile dans un mélange d'éthanol et d'oxyde di éthylique ; puis titrage des acides gras libres par une solution d'hydroxyde de potassium (KOH) en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré, selon la réaction suivante :



Acide gras    Soude    SavonEau

- **Mode opératoire**

Peser 2,5g de matière grasse dans une fiole et dissoudre dans 50ml d'un mélange de volume égal éthanol et oxyde di éthylique neutralisé, homogénéiser puis ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine, puis titrer par une solution de KOH (0.1N) jusqu'à l'apparition d'une couleur rose pâle puis calculer le volume de chute de la burette.

- **Expression des résultats**

L'acidité est donnée par l'expression suivante

$$A (\%) = \frac{N \cdot V \cdot 282.5}{M \cdot 10} \text{ (en mg de KOH/g d'huile)}$$

- **N** : Normalité exacte de la solution titrée de KOH (0.1N)
- **V** : Volume en ml de la solution titrée de KOH (volume de chute de burette)
- **M**: Masse de prise d'essai en gramme.
- **282.5** : Masse molaire de l'acide oléique.

### III.4.6. Indice de peroxyde

- **Principe**

Le principe consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution (l'acide acétique et le chloroforme) par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

- **Mode opératoire**

Peser dans un erlenmeyer de 250 ml, 2 g d'huile, ajouter 25 ml du mélange acide acétique -chloroforme (3 : 2) puis ajouter 1 ml d'une solution de KI saturé.

Fermer l'erlenmeyer, et bien homogénéiser puis placer à l'obscurité pendant 5 mn, ajouter 75 ml d'eau distillée et bien agiter. Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon puis titrer par du  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0.002N). Effectuer un essai à blanc (**Pharmacopée Européenne, 2004**).

- **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde est donné par l'expression suivante:

$$I_p = \frac{V - V_0 * N}{M} * 1000 \text{ (en ml équivalent d'O}_2 \text{ actif /Kg d'huile)}$$

- **N** : Normalité de la solution de Thiosulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .
- **V** : Volume en ml, de la solution  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  utilisé.
- **V0** : Volume du blanc.
- **M** : Masse en (g) de la prise d'essai.

### III.4.7. Indice d'iode

- **Principe**

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation de l'huile, c'est le nombre de grammes d'halogène fixé par 100 g de produit, exprimé en gramme d'iode, est déterminé à l'aide du réactif de WIJS et titrer avec une solution de thiosulfate de sodium.

- **Mode opératoire**

Peser dans un erlenmeyer de 250 ml 0,3gde matière grasse puis la solubiliser dans 10 ml de chloroforme. Pipeter pour deux essais (un pour le témoin) 2 ml de cette solution et les déposer dans un autre erlenmeyer de 250 ml et y ajouter 5 ml du réactif WIJS. Pour le témoin, remplacer 2 ml de solution par 2ml de Chloroforme. Bien homogénéiser et les mettre à l'abri de la lumière pendant une heure. Ajouter ensuite 2 ml de KI (10 %) puis environ 50 ml d'eau distillée. Dans les deux cas, titrer par le thiosulfate de sodium 0,1N jusqu'à la disparition de la couleur brune. Ajouter alors une pincée d'empois d'amidon et terminer le dosage jusqu'à la décoloration totale

(AOAC, 1980).

- **Expression des résultats**

L'indice d'iode est donné par l'expression suivante:

$$I_i = [V - V_0] * 1,27 / PE$$

- **V0** : Volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N de témoin.
- **V** : Volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium 0,1 N de l'essai.
- **PE** : Prise d'essai en grammes.
- **1,27**: Masse d'iode.

### III.4.8. Indice de saponification

- **Principe**



L'indice de saponification, représente la quantité en milligrammes de KOH nécessaire pour transformer en savon les acides gras libres et les glycérides contenus dans un gramme de corps gras. Il est déterminé en mélangeant un volume d'huile avec de la potasse et titration avec l'acide chlorhydrique.

- **Mode opératoire**

Mélanger 2g de la matière grasse avec 25ml d'une solution de KOH à 0,5M, laisser saponifier pendant 1h en chauffant sous un réfrigérant à reflux. L'excès d'alcalin dans la solution savonneuse chaude est titré avec l'acide chlorhydrique à 0,5M en présence d'1 ml de phénophtaléine. Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoire (**Pharmacopée Européenne, 2004**)

- **Expression des résultats :**

L'indice de saponification est donné par l'expression suivante:

$$I_s = 28,05(V_2 - V_1) / M$$

- $V_2$  : volume en millilitres d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai à blanc
- $V_1$  : volume en millilitre d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai avec l'huile
- $M$  : la masse en gramme de la prise d'essai.

### III.4.9. Les insaponifiables

Le terme insaponifiable désigne un ensemble de substances non volatiles à 100°C qui ne sont pas susceptibles d'être modifiées par la réaction de saponification.

- **Mode opératoire**

2g d'huile ont été mis dans un ballon muni d'un réfrigérant, ajouter 25ml de solution d'hydroxyde de potassium à 2 M, puis chauffé au bain marie pendant une heure, après refroidissement transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter avec 100ml d'eau distillée, puis récupérer la phase étherée dans une autre ampoule contenant 20 ml d'eau. Après avoir rejeté la phase aqueuse et laver la phase étherée avec 2 fois 20 ml d'eau distillé. 20ml d'une solution de KOH à 30 g/l et 20 ml d'eau ont été rajoutés, puis laver cette phase à plusieurs reprises jusqu'à ce que la phase aqueuse ne soit plus alcaline à la phénophtaléine. La solution étherée est transvasée dans un ballon, puis éliminer le solvant, mettre ensuite le ballon dans une étuve réglée environ de 105°C jusqu'à obtention d'une masse constante, après refroidissement peser le résidu (**Pharmacopée Européenne, 2004**).

- **Expression des résultats :**

La teneur en composés insaponifiables est donnée par l'expression suivante :

$$\text{Insaponifiable} = \frac{P_1 - P_0}{P_E} \times 100$$

- **P<sub>0</sub>**: Masse en gramme de ballon vide
- **P<sub>1</sub>** : Masse en gramme de ballon avec résidus
- **P<sub>E</sub>** : Masse de la prise d'essai

#### **III.4.10. Détermination du profil en acides gras par la CPG**

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode séparative qui permet d'analyser qualitativement et quantitativement des mélanges complexes de gaz ou de composés qui peuvent être vaporisés sans être décomposés. Elle s'effectue en deux étapes :

- **Préparation des esters méthyliques des acides gras**

Les acides gras sont analysés après transformation en esters méthyliques obtenus par trans-estérification des triglycérides par la potasse méthanolique. Les triglycérides sont attaqués par la potasse et les acides gras libérés sont estérifiés par le méthanol. Les esters méthyliques sont préparés comme suit :

Un échantillon de 0.5g d'huile est dissout dans 5ml d'hexane, 0.5ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium à 2N préalablement préparée (1.3g de KOH dans 10ml de méthanol) sont ajoutés, le tout est agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours /min pendant 5 minutes, 2 gouttes du surnageant sont prélevées et mélangées avec 1 ml d'hexane (**Réf. N° : ISO 5508, 2000. Cevital SPA**).

- **Analyse des esters méthyliques obtenus**

1 µl de ces esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe en phase gazeuse de marque Agilent Technologies 6890 Network GC System, (plus de détails sur cet appareil voir **Annexe I**).

### **III.5. Extraction et dosage des composés phénoliques**

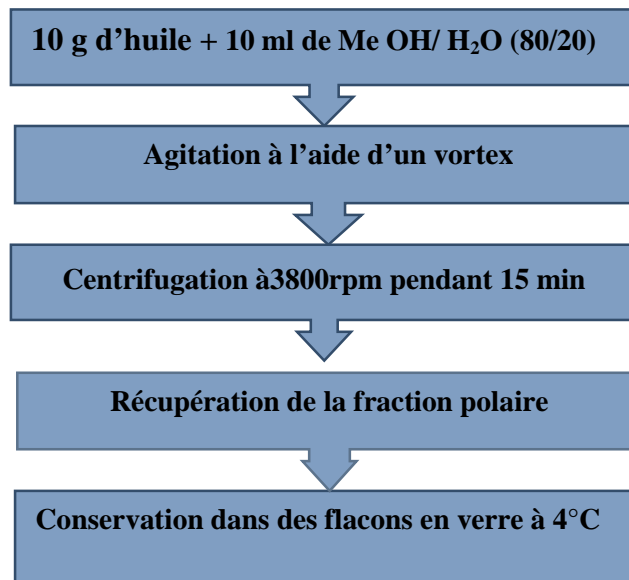
#### **III.5.1. Extraction**

- **Principe**



Quand une matrice est au contact d'un solvant, les composants solubles migrent vers le solvant, ainsi l'extraction est un transfert du principe actif de la matrice vers le solvant selon un gradient de concentration (Handa, 2008).

- **Mode opératoire**



**Figure n°6** : Protocole d'extraction des composés phénoliques (Ollivier *et al.*, 2004).

### III.5.2. Dosage des Phénols totaux soluble par la méthode du Folin Ciocalteu

- **Principe**

Le principe de la méthode est basé sur l'oxydo-réduction. Le réactif du Folin Ciocalteu est un acide de couleur jaune, constitué de poly-hétérocycles acides contenant du molybdène et du tungstène (Gervaise, 2004).

La méthode consiste à réduire le mélange d'acide phosphotungstique (H<sub>3</sub>PW<sub>12</sub>O<sub>40</sub>) et d'acide phosphomolybdique (H<sub>3</sub>PMo<sub>12</sub>O<sub>40</sub>), lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène (W<sub>8</sub>O<sub>23</sub>) et de molybdène (Mo<sub>8</sub>O<sub>23</sub>). La présence de carbonates de sodium rend le milieu légèrement alcalin. La coloration produite est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux (Ribéreau, *et al.*, 1982).

La teneur en phénols totaux solubles est déterminée en se référant à une courbe d'étalonnage préparée préalablement (annexe II) et elle est exprimée en mg équivalent d'acide gallique par gramme d'échantillon (mg EAG/g Ech).

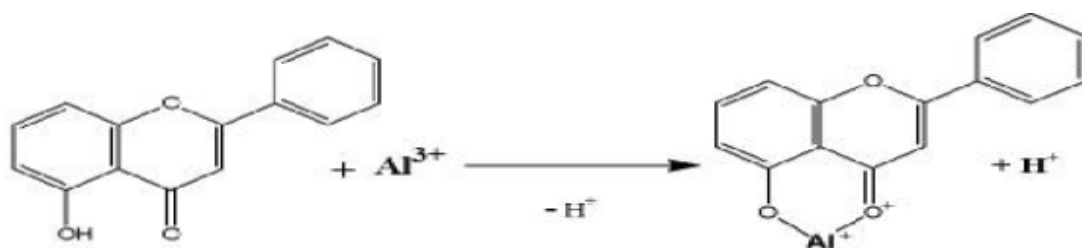
- **Mode opératoire**

Peser 0.5 g d'extrait dans un tube puis ajouter 2,5ml du réactif de FolinCiocalteu et reposer 5 à 8 minutes puis ajouter 2ml de carbonate de sodium( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ), incuber dans un bain marine à  $50\text{C}^0$  pendant 5min, laisser refroidir et mesurer l'absorbance à 760nm(Skerget *et al.*, 2005).

### III.5.3. Dosage des flavonoïdes

- **Principe**

La méthode repose sur le principe du dosage par le chlorure d'aluminium. En effet, les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyle (OH) libre en position 5 susceptible de donner en présence de chlorure d'aluminium un complexe jaunâtre par chélation de l'ion  $\text{Al}^{3+}$ . La coloration jaune produite est proportionnelle à la quantité de flavonoïdes présente dans l'extrait (Ribereau-Gayon, 1968).



**Figure n° 7 :** Réaction du Chlorure d'Aluminium avec les flavonoïdes(Ribéreau,1968).

- **Mode opératoire**

Peser 1 ml d'extrait puis rajouter 1ml d' $\text{AlCl}_3 (6\text{H}_2\text{O})$ , homogénéiser à l'aide d'un vortex et incuber pendant 15min à température ambiante et à l'obscurité. Puis mesurer l'absorbance à 430nm(Carnet, 1990).

### III.5.4. Dosage des phénols totaux liés à la protéine (BSA)

- **Principe**

Les phénols simple liés à la protéine sont dosés sur le surnageant obtenu après précipitation des tanins par la BSA. Le dosage de ces phénols est estimé par la méthode duFolinCiocalteuSkergetet *al.*, (2005) décrite dans dosage des composés phénoliques totaux.

- **Mode opératoire**

Peser 2ml de BSA additionner avec 1ml d'extrait et incubé à 4°C<sup>0</sup> pendant 24h puis centrifuger à 1400 tr/min pendant 15min (Hagerman *et al.*, 2002). Récupérer le surnageant et effectuer un dosage des PTS.

### III.6. Etude de l'activité antioxydant en utilisant le DPPH

- **Principe**

La molécule du 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH) est un radical libre synthétique n'existant pas dans l'organisme (Iqbal *et al.*, 2005). Il est capable de capter un proton ou un électron (Wang *et al.*, 2007; Hseu *et al.*, 2008) afin de devenir une molécule stable (Gülçin *et al.*, 2003 ; Kumaran et Karunakaran, 2007). L'activité inhibitrice du radical DPPH est déterminée par la diminution de l'absorbance à 517 nm par sa réduction en présence d'un antioxydant (AH) responsable de la perte de la couleur violette foncée du DPPH (Molyneux, 2004; Villaño *et al.*, 2007; Maitisakul *et al.*, 2008), selon la réaction suivante :

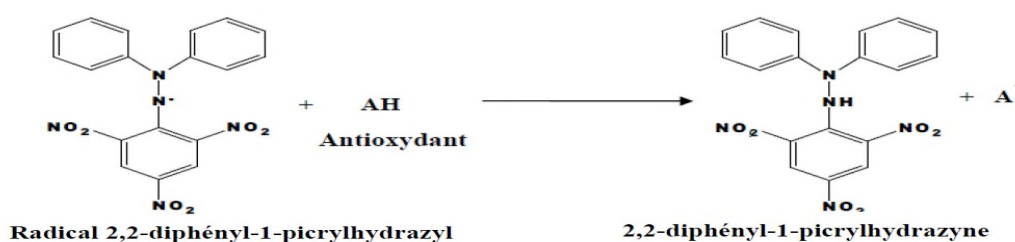


Figure n° 8 : Mécanisme réactionnel de la réduction du radical DPPH (Molyneux, 2004).

- **Mode opératoire**

L'activité anti radicalaire envers le radical DPPH a été mesurée selon la méthode décrite par Brand *et al.*, (1995) . Peser 0.1ml d'extrait, puis mélanger avec 3.9 ml de la solution méthanolique du DPPH (préparée dans du méthanol 100%). Agitation au vortex puis incubation pendant 30 min à température ambiante et à l'obscurité. L'absorbance a été mesurée à 515 nm. Effectuer un contrôle.

### III.7. Analyses statistiques

Toutes les analyses ont été effectuées en triple. Les résultats sont exprimés par les moyennes et les écarts types. Aussi ces résultats ont fait l'objet d'une analyse de la variance (ANOVA) suivie d'une comparaison multiple des moyennes grâce au logiciel Statistica.

*Résultats*  
*Et*  
*Discussion*

*Conclusion*  
*et*  
*Perspectives*

## **Conclusion**

Les objectifs de l'étude que nous avons menée portent sur la valorisation d'huile de *Melia azedarach*. A travers cette étude nous avons tenté d'une part, de caractériser les paramètres physico-chimiques et d'identifier le profile en acides gras ainsi que les composées phénoliques et évaluer d'autre part, le potentiel antioxydant.

Les résultats obtenus des analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de *M.azedarach* montres que : la densité (0,91 ; 0,92) l'indice de réfraction (1,47 ; 1,47) et l'indice de saponification (199,2 ; 197,8 pour l'amande et graine respectivement) sont conforme aux normes cités dans la littérature. L'huile de *M. azedarach*, localisée essentiellement dans l'amande (41,1%) se distingue par une richesse en acides gras de celle de certaines huiles comestibles comme l'huile d'olive et l'huile de soja. L'acide linoléique d'huile d'amande et l'huile de graine (71,30, 71,18%) et l'acide oléique (17,32, 17,17%) représentent les principaux acides gras constitutifs de ces matières grasses.

Diverses classes des composés phénoliques (PTS, PTS liés à la protéine BSA, et les flavonoïdes) sont présents dans l'huile d'amande et l'huile de graine entière. L'analyse des composés impliqués dans ses propriétés pourrait être utile pour une utilisation de produits naturels tant dans l'agroalimentaire qu'en phytopathologie et la médecine. L'activité antioxydant de l'huile de *M. azedarach* est comparable à celle de l'huile d'olive.

L'ensemble de nos données analytiques suggèrent un potentiel certain de l'huile de *Melia azedarach* particulièrement au regard de sa proximité avec l'huile d'olive. Une évaluation poussée de leur sécurité d'utilisation est indispensable pour une exploitation en alimentation humaine ou animale. A l'heure des nouvelles technologies, l'avènement du biocarburant, les besoins et le développement de l'industrie cosmétique ainsi que la fabrication de lubrifiants représentent une voie prometteuse de valorisation de cette ressource.

### **Perspectives**

Le présent travail mérite des études supplémentaires. Les perspectives que nous proposons pour la suite de ce travail :

- ✓ Quantifier et identifier les composés phénoliques contenus dans les huiles de *M. azedarach* de différentes origines ;
- ✓ Tester cette huile dans les produits cosmétiques, les produits pharmaceutiques, lubrifiant et pour la fabrication des savons ;
- ✓ Améliorer les procédés d'extraction d'huile de *M. azedarach*, soit procédé physique ou / et chimique (à froid ou / et à chaud).

*Références*  
*Bibliographiques*



1. **Adrian, J. Potus, J. Poiffait, A. et Dauvilier P. (1998).** Méthodes physico-chimiques générales, analyses physico-chimique particulière in Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Ed Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
2. **Alais, C. et Linden, C. (1997).** Les lipides. In : Abrégé de biochimie alimentaire. Tome1. 4<sup>ème</sup> éd. Paris : éd Masson. ISBN 2-225-82853-9.
3. **Alché, L. E., Guillermo, A. F., Meo, M., Coto, C. E., et Maier, M. S. (2003).** An antiviral meliacarpin from leaves of *Meliaazedarach*L. 58, 215-219.
4. **AL-Rubae, A. Y., (2009).**The Potential uses of *MeliaAzedarach*L. as pesticidal and medicinal plant, Review, *Am.-Eurasian J. Sustain. Agric*, 3(2), 185-194.
5. **Aoudia, (2005).** Potentiel bioactif et phytosanitaire du margousier (*Melia azedarach*) de la region de Béjaia. Thèse de doctorat, Université de Bejaia.
6. **AOAC (1984).** Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. (W. HORWITZ, ed.). Association of Official Analytical Chemists (AOAC), Washington, DC.
7. **AOAC (1990).** Official Methods of Association of Official Analytical Chemists. Association of Official Analytical Chemists (AOAC), Virginia.
8. **AOAC International (2005).** Official Methods of Analysis of AOAC International, 18th Ed., Gaithersburg, MD, Official Methods 925.09, 984.27 and 999.11.
9. **AOAC. (1975).** Official Methods of Analysis.12 Edition .Association of official Analytical chemists.AOACWashington,D.C .
10. **Arnaud, P. (1985).** Lipides Terpènes Stéroïdes. Ed. Gauthier Villars. Paris. ISBN : 2-04-016408-1.
11. **Baswa, M., Rath, C. C., Dash, S. K. et Mishra, R. K. (2001).** Antibacterial activity of karanj (*Pongamiapinnata*) and neem (*Azadirachtaindica*) seed oil: a preliminary report. *Microbiology*, 105, 183-189.
12. **Bonner, F. T. et Grano, C. X. (1970).** Méthode rapide d'évaluation de contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier, pp1-2.
13. **Bourgeois, C. (2003).** Analyses des vitamines dans les aliments, utilisation technologique des vitamines comme anti-oxygène in Les vitamines dans les industries agroalimentaires. Ed Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
14. **Brand-WilliamsW.,cuvelierM.E.,etBersetC.(1995).**  
useofafreeradicalmethodtoevaluateantioxidantactivity.foodScience and  
Technology.28:25- 30.

15. **Burks, K. C. (1997).** *Melia azedarach*. Fact sheet prepared by the Bureau of Aquatic Plant Management, Department of Environmental Protection, State of Florida, Tallahassee, FL.
16. **Carpinella, M. C., Giorda L. M., Ferrayoli C. G., et Palacios S. M. (2003).** Antifungal effects of different organic extracts from *Melia azedarach* L. on phytopathogenic fungi and their isolated active components. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51, 2506-2511.
17. **CEE, (2003).** Characteristics of olive and olive pomace oil and their analytical methods, EEC Regulation 1989/2003. Official Journal of the European communities. 295, 57-66.
18. **Cheftel, J. C. (1977).** Introduction à la biochimie et la technologie des aliments. Ed. Lavoisier, Paris, P243-254. ISBN : 2-8520+6-827-3.
19. **Cheftel, J. C. et Cheftel, H. (1977).** Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Lavoisier. Ed. Tec & Doc.2, 300- 315.
20. **Chiffelle, I. G., Huerta, F. A., et Lizana R. D. (2009).** Physical and chemical characterization of *Melia azedarach* L. fruit and leaf for use as botanical insecticide. *Chilean journal of agricultural research*, 69 (1), 38-45.
21. **COI.** Conseil Oléicole Internationale. Catalogue Mondiale des variétés d'olivier, 2005.
22. **Deepika, S. et Yash, P. (2013).** Preliminary and Pharmacological Profile of *Melia azedarach* L.: An Overview. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 3, 133-138.
23. **Diabate, S., Konan, K. E., Allou, D., Coulibaly O. A. et De Franqueville H. (2009).** Performance de deux techniques d'extraction des phénols racinaires pour l'évaluation du marquage de la tolérance à la fusariose des clones de palmier à huile (*Elaeis guineensis* Jacq.). *Sciences & Nature* Vol.6 N°2 : 117-123.
24. **Dilmi-Bouras, A. (2004).** Biochimie alimentaire. Ed. Office des Publications Universitaires, Alger.
25. **Faye, M. (2010).** Nouveau procédé de fractionnement de la graine de neem (*Azadirachta indica* A. Juss) sénégalais: production d'un bio-pesticide d'huile et de tourteau. Thèse de doctorat de l'université de Toulouse, spécialité Sciences des Agroressources.
26. **François, R. (1974).** Généralités, huilerie in les industries des corps gras. Ed. Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
27. **Frénot, M. et Vierling, E. (2001).** Les lipides, les vitamines in biochimie des aliments diététiques du sujet bien portant. 2<sup>ème</sup> édition Doin, Paris.

28. Garcia, L., Vélez, A and Roso M. (1985). Isolation of polyphénols from the extracts of olive leaves ( *Olea europaea L.*) by adsorption on silk fibroin. Biochemical Engineering Research Laboratory (BERL).Departement of Chemical Engineering. Izmir Institute of Technology.1-3.
29. Gervaise Y.(2004).Analyses des antioxydants naturels dans les matières premières et les produits. *Euroforum*.Paris.
30. Ghnaya, A. B., Hamrouni, L. et Hanana, M. (2013). Notes ethnobotanique et pharmacologiques sur *Melia azedarach L.* *Phytothérapie*, 11, 284-288.
31. Graille, J. (2003). Lipides et corps gras alimentaires. Ed. Lavoisier, Paris.
32. Graille, J. (2003). Usages des corps gras alimentaires dans les différents secteurs de la technologie alimentaire (Elisabeth, P.), dérivés de lipides acaloriques bathécaloriques (Pierre, V.), aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels (Poisson, J.P. Michel, N.). In lipides et corps gras alimentaires. Ed Tec & Doc, Lavoisier, Paris.
33. Gülçin I., Oktay M., Kreççi E., Küfrevi oğ Ö. I. (2003). Screening of antioxidant and antimicrobial activities of anise (*Pimpinella anisum L.*) seed extracts. *Food Chemistry* **83**:371-382.
34. Hadjiakhoondi, A., Vatandoost, H., Khanavi, M., Hamid, R., Sadeghipour-Roodsari, M, Vosoughi, M. K., Mohammad, R. A., (2006). Fatty acid composition and toxicity of *Melia azedarach L.* fruits against malaria vector *Anopheles stephensi*. *Iranian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 2(2), 97-102.
35. Hajaniaina, (1996). Produits de l'arbre neem en lutte antiacridienne : expériences à Madagascar. Le faux neem (*Melia azedarach*) et son utilisation à Madagascar, 164pp.
36. Handa S. S. (2008). An overview of extraction techniques for medicinal and aromatic plants. In: Extraction Technologies for Medicinal and Aromatic Plants. United Nations Industrial Development Organization and the International Centre for Science and High Technology Trieste. Italy. 21-54.
37. HerbWeb (2000). Global botanical exchange. <http://www.herbweb.com>.
38. Hseu Y.C., Chang W.H., Chen C.S., Liao J.W., Huang C.J., Lu F.J., Hsia Y.C., Hsu H.K., Wu J.J., Yang H.L. (2008). Antioxidant activities of *Toonasinensis* leaf extract using different antioxidant models. *Food and Chemical Toxicology* **46**: 105-114.
39. Huang, R. C., Kenjiro, T., Fumio, Y., Yuji, M., Hiroaki, O., Tetsuo, I. et Nakatani, M. (1996). Limonoids from *Melia Azedarach*. *Phytochemistry*, **43** (3), 581-583.
40. International Union of Pure and Applied Chemists. (1985). Standard methods for the analysis of oils, fats and derivatives (7th ed.). Oxford, UK: International Union of Pure and Applied Chemistry.

41. Iqbal S., Bhangar M., Anwar F. (2005). Antioxydant proprieties and component of some commercially available varieties of rice bran in Pakistan. *Food Chemistry* **93**: 265-272.
42. Isman, M.B. (2006). Botanical insecticides, deterrents, and repellents in modern agriculture and an increasingly regulated world. *Annual Review of Entomology*, 51, 45-66.
43. IUPAC (International Union of pure and applied chemistry) (1974). Standard methods for the Analysis of oils, fats and soaps, Butterworth, London.
44. Jacotot, B. Campillo, B. (2003). Nutriments in Nutrition humaine Ed. Masson.
45. Juan, A., Albert, S and Magi, R (2000). Antifeedant activity of fruit and seed extracts of *Melia azedarach* and *Azadirachta indica* on larvae of *Sesamia nonagrioides*. *Phytoparasitica*, 28 (4), 311-319.
46. Kwon, H.C., Lee, B.G., Kim, S.H., Jung, C.M., Hong, S.Y., et Han, J.W. (1999). Inducible nitric oxide synthase inhibitors from *Melia azedarach* var. *Japonica*. *Arch Pharm Res*, 22, 410-3.
47. Krause, M. V. et Hunscher, M. A. (1978). Nutrition et diétothérapie. Ed. HRX, Montréal.
48. Kumaran A., Kurunakaran R.J. (2007). *In vitro* antioxidant activities of methanol extracts of five *Phyllanthus* species from India. *LWT* 40:344-352.
49. Lecoq, R. (1965). Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles. Tome 2. Ed. Doin, Paris. pp 1296 - 1324
50. Linden, G. et Lorient, D. (1994). Biochimie agroindustrielle : valorisation alimentaire de la production agricole. Ed. Masson. 225-251.
51. Maisuthisakul P., Pasuk S., Ritthiruangdej P. (2008). Relationship between antioxidant properties and chemical composition of some Thai plants. *Journal of Food Composition and Analysis* **21**: 229-240
52. Marino, G., Gaggia, F., Filippo, S., Bruno, B. et Bruno, M. (2009). Elimination of in vitro bacterial contaminants in shoot cultures of 'MRS 2/5' plum hybrid by the use of *Melia azedarach* extracts. *Eur J Plant Pathol*, 123, 195-205.
53. Miller, J. H., Chambliss, E. B., et Loewenstien, N. J. (2010). A field guide for identification of invasive plants in southern forests. General Technical Rapport SRS 119. Asheville, NC. United States Department of Agriculture, *Forest Service*, 1-126.
54. Mohtadji, L. et Lambollais, B. (1989). Les aliments. Ed. Maloine, Paris. P87.103. ISBN : 2224018894.

55. **Molyneux P. (2004).** The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakar in J. Sci. Technol* 26(2):211-219.
56. **Molyneux, P. (2004).** L'utilisation du diphenylpicrylhydrazyl stable de radical libre (DPPH) pour une estimation de l'activité antioxydante. *Journal de la Science et de technologie.* 26: 211-219.
57. **Naudet, M. (1992).** Principaux constituants chimiques des corps gras. In : Manuel des corps gras. Ed. Tec et Doc Lavoisier, P 65 – 90. ISBN : 2-85206-662-9.
58. **Ndiavii, S. (1991).** Etude des corps gras utilisés au Sénégal: les huiles végétales. *Revue Bibliographique, ENDA Tiers Monde Dakar, SYSPRO.*
59. **Ntalli, N. G., Menkissoglu-Spiroudi, U., et Giannakou, I. (2010).** Nematicidal activity of powder and extracts of *Melia azedarach* fruits against *Meloidogyne incognita*. *Ann. Appl. Biol.* 156, 309-317.
60. **Ollivier, D., Boubault, E., Pinatel, C., Souillol, S., Guère, M. et Artaud, J. (2004).** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *J. Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique, N.965,* p: 169-196.
61. **Orwa, C. Mutua, A., Kindt, R., Jamnadass, R. et Anthony, S. (2009).** Agroforestry Database: a tree reference and selection guide version 4.0 (<http://www.worldagroforestry.org/sites/treedbs/treedatabases.asp>)
62. **Patel, R. P. et Trivedi, B. M. (1962).** The *in vitro* antibacterial activity of some medicinal oils. *Indian Journal of Medical Research*, 8, 218-222.
63. **Perrin, J. L. (1992).** Manuel des corps gras, tome 2, éd. technique et documentation, Lavoisier, Paris: p.1020-1198.
64. **Pharmacopée Européenne (2004).** 3<sup>ème</sup> édition,
65. **Poisson, J. P. et Nacre, M. (2003).** Lipides et corps gras alimentaires. Ed. TEC & DOC Lavoisier, Paris. P30-32. ISBN : 2-7430-0594-7.
66. **Prevot, A. et Mordret, F. (1976).** *Revue Française de Corps Gras*, 23, 409,
67. **Radford, A. E., Ahles, H. E. et Bell C. R. (1968).** Manual of the vascular flora of the Carolinas, University of North Carolina Press. Chapel Hill, NC.
68. **Rahmani, M. (2007).** Méthode d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. *Oléagineux des Corps gras-Lipide*, 2, 18-21.
69. **Rao, D.V.K., Singh, I. et Chopra, P. (1986).** *In vitro* antibacterial activity of neem oil. *Indian Journal of Medical Research*, 6, 314-316.
70. **Reglement (CEE) n°2568/91** de la Commission du 11 juillet 1991, relatif aux normes commerciales de l'huile d'olive. J.O.C.E. du 15.05.2002.

- 71. Ribéreau-Gayon J., Peynod E., Sudraud P., Ribéreau-Gayon P. (1982).** Science et technique du vin. Tome 1. Analyse et contrôle des vins. Ed Dunod. Paris.
- 72. Ribéreau-Gayon, P. (1968).** Les composés phénoliques des végétaux. Ed. Dunod, Paris.
- 73. Sagoua, W. (2009).** Etude synergique du couplage du Système Lactoperoxydase avec d'autres molécules naturelles actives ayant des propriétés antifongiques pour l'amélioration de la conservation en frais des bananes. Thèse de doctorat de l'université d'Avignon et des Pays de Vaucluse.
- 74. Scalbert, A., Monties, B. et Janin, G. (1989).** Tannins in wood: comparison of different estimation methods. *J Agric Food Chem* 37: 1324-1329.
- 75. Schmutterer, H., (eds.) (1995).** The neem tree, *Azadirachta indica* A. Juss and other meliaceous plants. *Verlagsgesellschaft: Weinheim*.
- 76. Singh, N. et Sastry, M. S. (1981).** Anti-microbial activity of neem oil. *Indian Journal of Pharmacology*, 2, 102.
- 77. Skerget, M., Kotnik, P., Hadolin, M., Hras, A., Simonič M., et Knez T. (2005).** Phenols, proanthocyanidins, flavones and flavonols in some plant materials and their antioxidant activities. *Food Chemistry*. 89: 191-198.
- 78. Sudke S. G., Dinesh, M. et Sakarkar, (2013).** An Extensive Insight On Physico-Chemical.
- 79. Srivastava, S.D.,** Limonoids from the seeds of *Melia azedarach*. *J. Nat. Prod.* **49**, 56-61 (1986).
- 80. Tashiro, T., Fukuda, Y. Osawa, T. Namiki, M. et Amer, J. (1990).** *Oil Chem. Soc.* 76, 508-511.
- 81. Terrones, A. (1990).** Sésame, safflower seeks new impetus in Mexico. *Inform*, 1, 701-704.
- 82. Timbo, B. (2003).** Etude phytochimique et des activités biologiques de *Trichilia Emetica* Vahl (*Meliaceae*). Thèse doctorale. Université de Bamako. Faculté de Médecine, de Pharmacie Et d'Odonto-Stomatologie, 112p.
- 83. Trémolieres, J. Serville, Y. R. Jacquot, et al., 1980.** Manuel d'alimentation humaine. Les bases d'alimentations. Tome 1. Ed. 17, 143-144.
- 84. Trémolières, J. Serville, Y. Jacotot, R. et Dupin, H. (1984).** Les bases de l'alimentation. In manuel d'alimentation humaine Tome 1. Ed. ESF.
- 85. Trémolière, J. Serville, Y. Jacotot, R. et Dupin, H., 1984.** Manuel d'alimentation humaine. Tome 2. Ed. Lavoisier, Tec & Doc. 95-140.

- 86. Vanka, A., Tandon, S., Rao, S. R., Udupa, N. et Ramkumar, P. (2001).**The effect of indigenous Neem (*Azedarichaindica*) mouth wash on *Streptococcus mutans* and *lactobacilli* growth. *Indian Journal of Dental Research*, 12, 133-144.
- 87. Wang J., Yuan X., Jin Z., Tian Y., Song H. (2007).**Free radical and reactive oxygen species scavenging activities of peanut skin extract. *Food Chemistry* 104: 242-250.
- 88. Wolf J. P. (1992).** Manuel des corps gras. Ed. Lavoisier, Paris, 248-249.

# *Annexes*



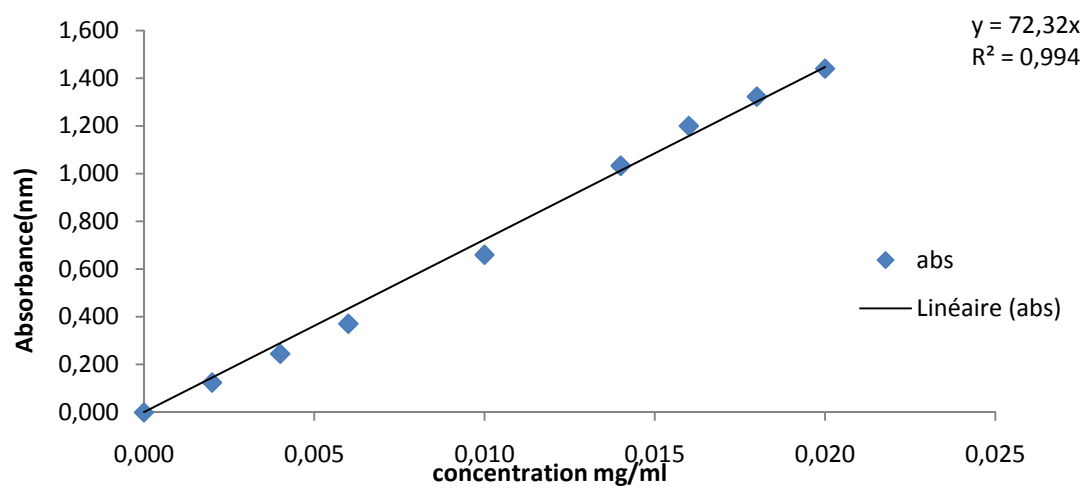
**Annexe :I**

- **Condition opératoires de l'appareille CPG**

<b>Chromatographe</b>	<b>Chrompack CP 9002</b>
Détecteur	FID
Injecteur	SPLIT
Gaz vecteur	AZOTE
Colonne capillaire	DB23
Longueur	30mm
Diamètre inferieur	0,32mm
Epaisseur	0,25µm
<b>Températures</b>	
Injecteur	250°C
Détecteur	250°C
Four	200°C
Qualité injectée	0,4°µl
Vitesse de papier	0,5cm/mn

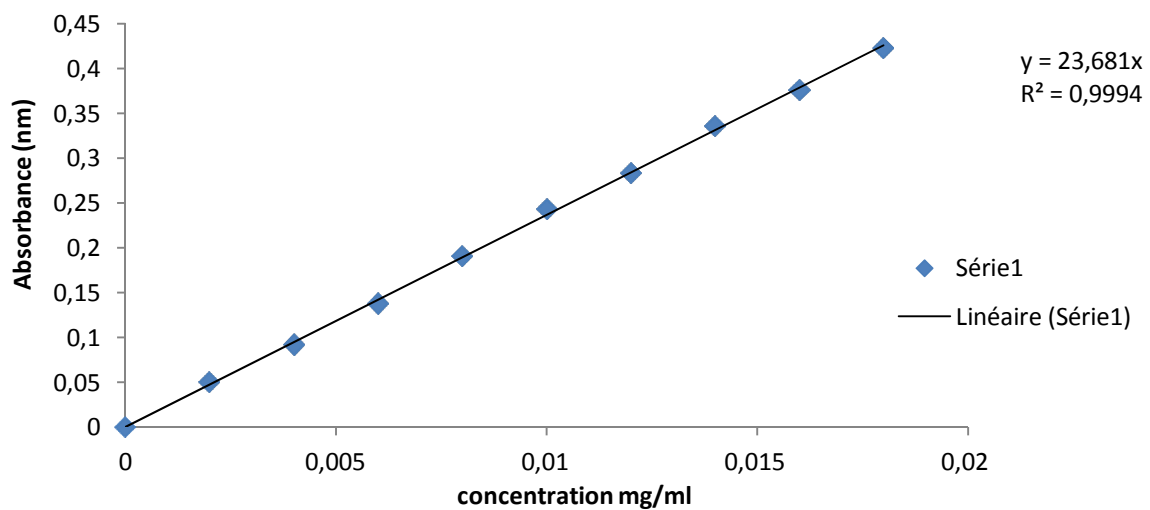
- **Préparation des solutions**

<b>Solutions</b>	<b>Réactifs</b>
Méthanol 80%	100ml du méthanol pure + 28.59 ml d'eau distillée.
Solution de folincioaltea (0.1N)	10 ml du folin- ciocaltea ajusté à 100 ml d'eau distillée.
Solution de carbonate de sodium( $\text{NO}_2\text{CO}_3$ ) 75g /l	7.5 g de carbonate de sodium ajusté à 100 ml d'eau distillée.
Solution de chlorure d'aluminium ( $6\text{H}_2\text{O}$ ) a 2%	2g $\text{AlCl}_3 (6\text{H}_2\text{O})$ ajusté à 100 ml du méthanol 100%.
HCL 24%	24 ml d'HCL concentré ajusté à 100 ml du méthanol 100%.
Solution de NaOH	16 g de NaOH ajusté a 100 ml d'eau distillée.
Solution de BSA	0.1 g de la BSA ajusté à 100 ml de tampon acétate.
NaCl 0.5 M	2.95g de NaCl ajustée a 100 ml d'eau distillée.
$\text{FeCl}_3$ 2%	2g de $\text{FeCl}_3$ ajustée a 100 ml de l'eau distillée.
DPPH	0.0024g DPPH dans 100ml de methanole pur

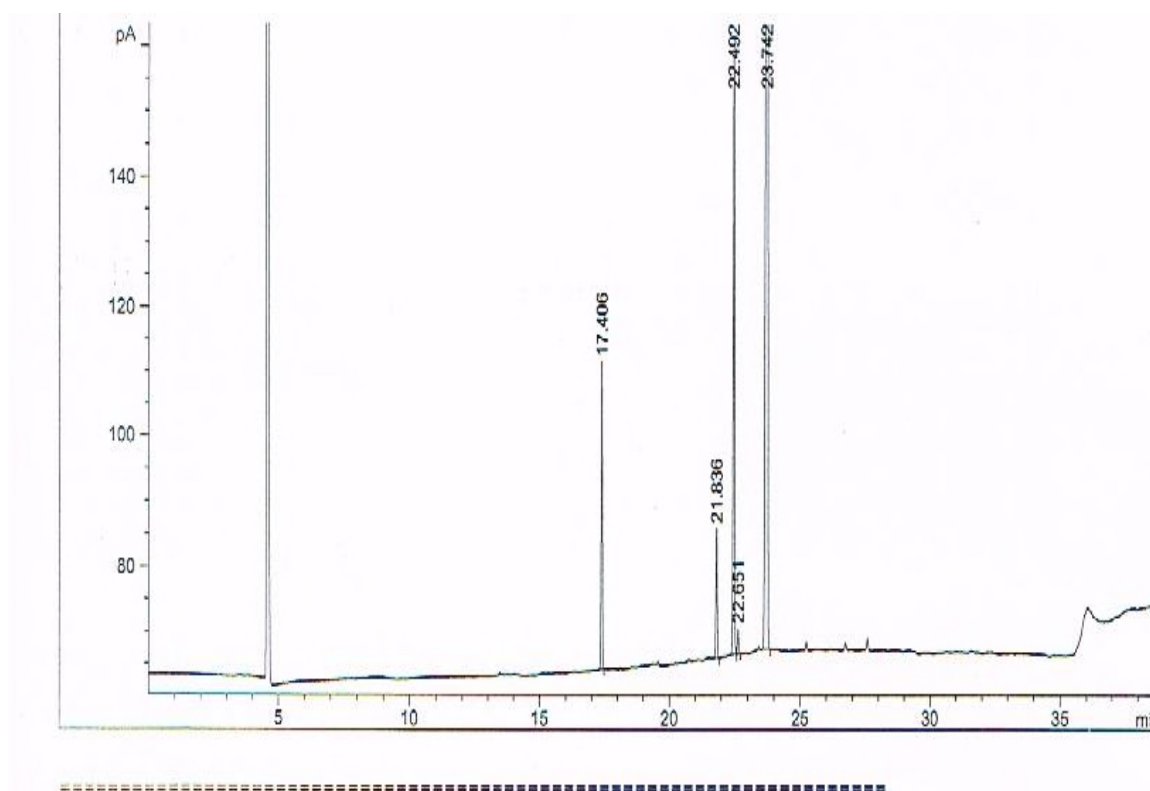
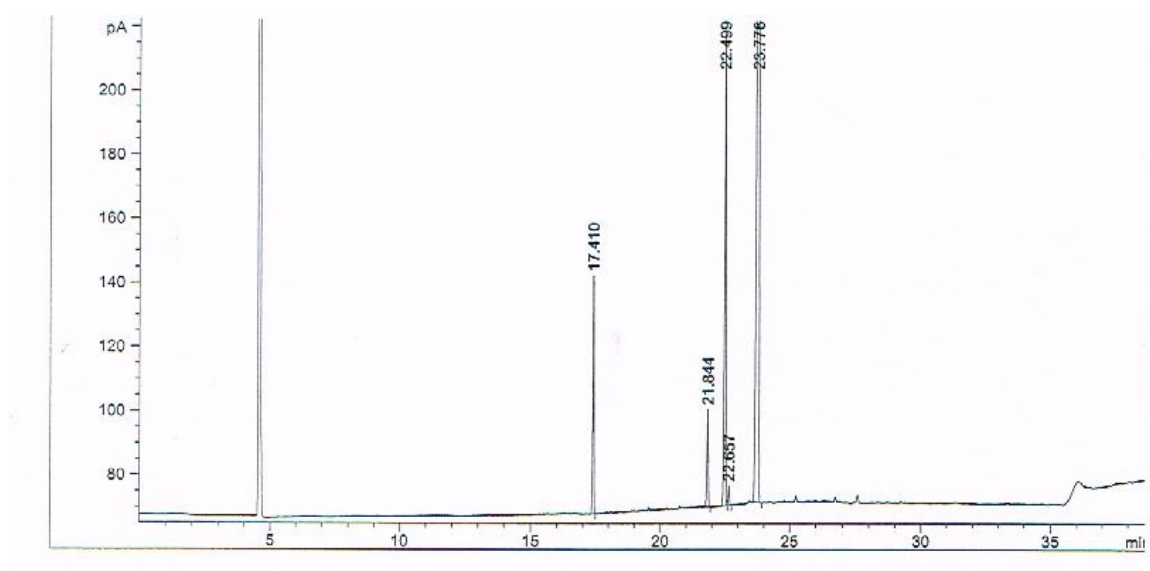
**Annexe : II**

Courbe d'étallonnage de l'acide gallique

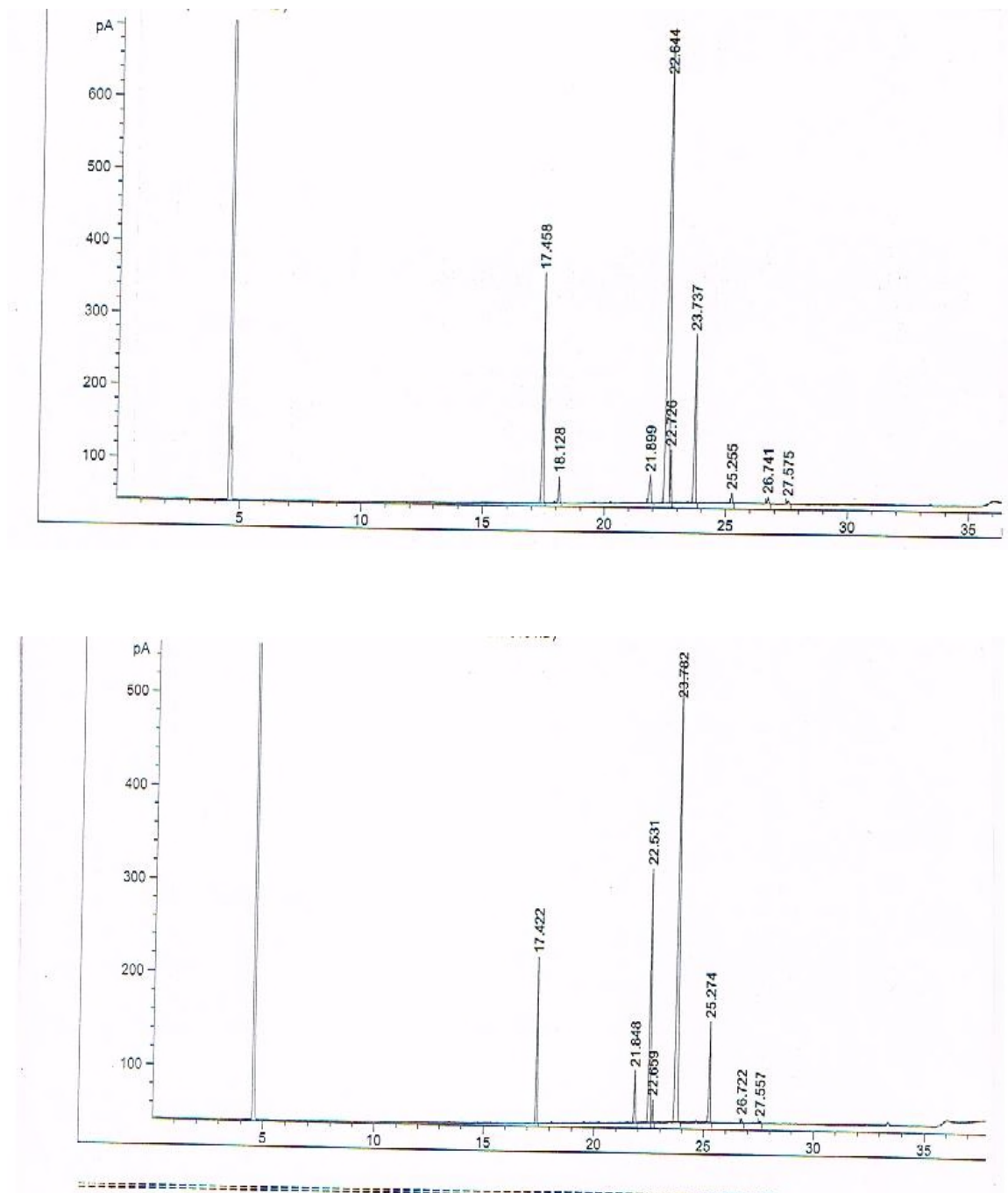
**Annexe :III**



Courbe d'étalonnage de la quercitine

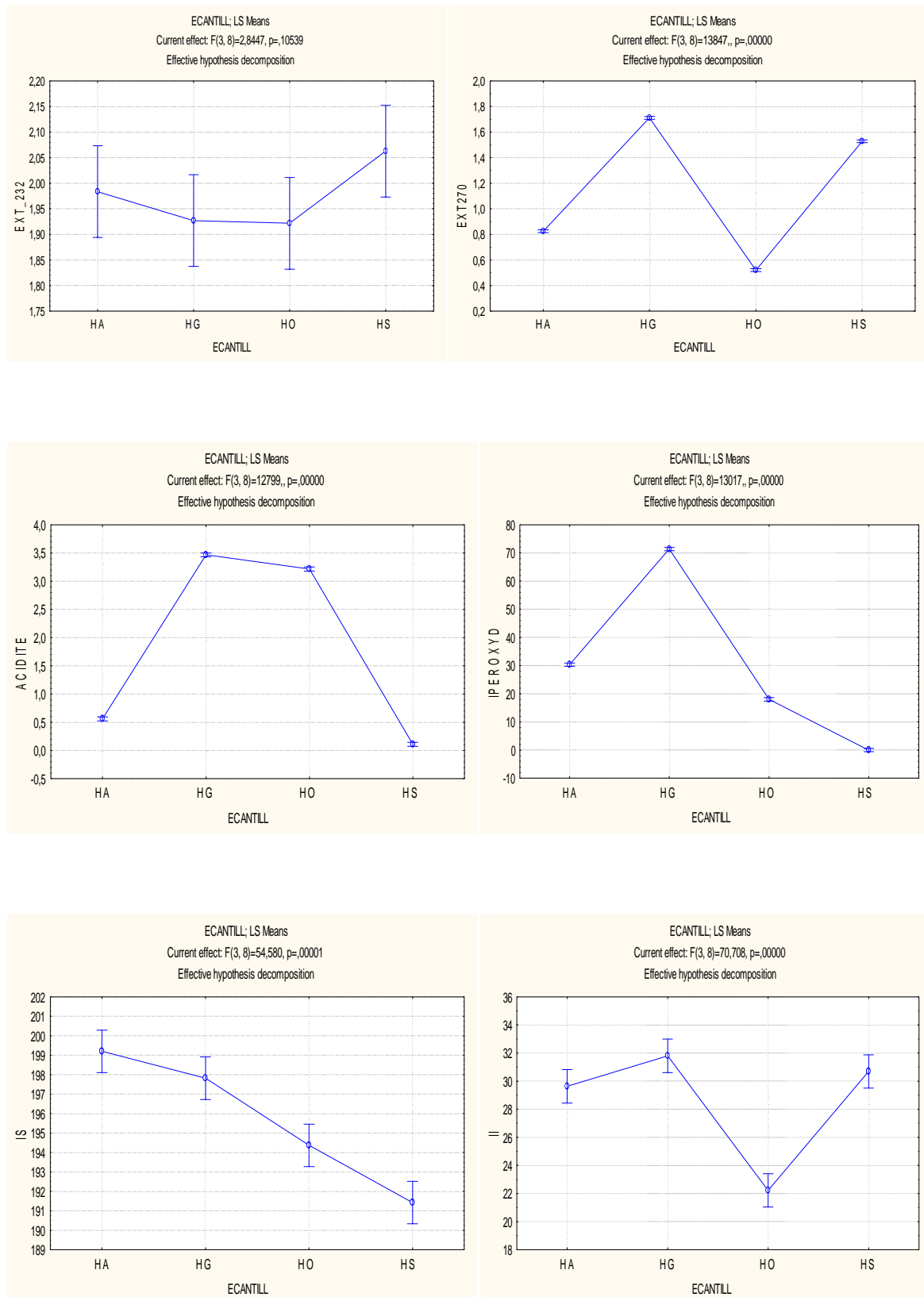
**Annexe : IV**

**Figure n° 21** : Profils chromatographiques des acides gras obtenus par CPG des huiles de *M. azedarach* (huile d'amandes et huile de graines respectivement).

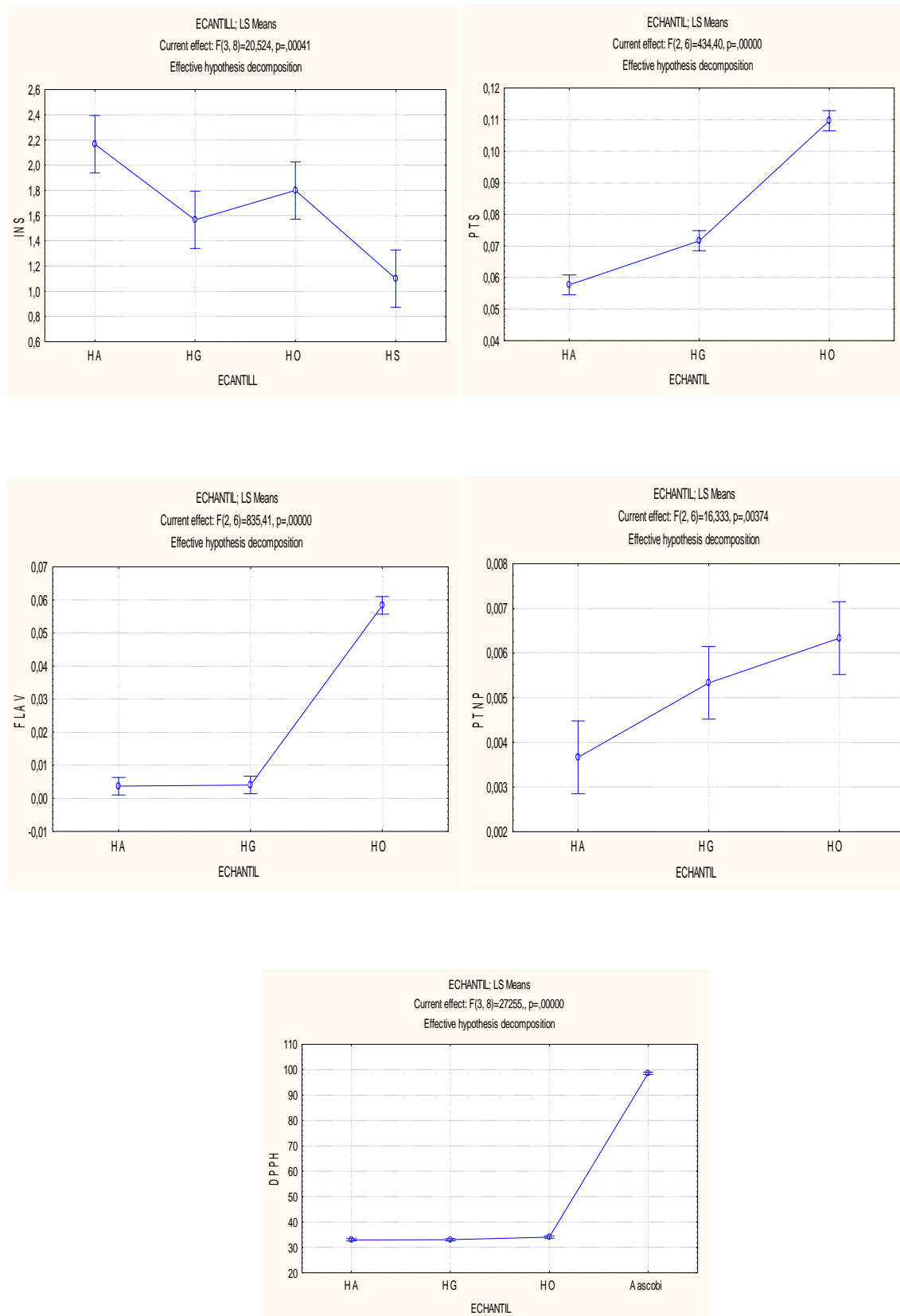
**Annexe :V**

**Figure n° 22** : Profils chromatographiques des acides gras obtenus d'huile d'olive et d'huile de soja respectivement.

## Annexe: VI



**Figure n° 23 :** Analyse statistique : Extinction à 232nm et à 270nm ; Acidité ; Indice de Peroxyde ; Indice de Saponification ; Indice d'Iode.

**Annexe: VII**

**Figure n° 24 :** Analyse statistique : Teneur en composés Insaponifiable ; PTS ; PTSL ; Flavonoïde ; Activité anti oxydante par DPPH.

## Résumé :

*Melia azedarach* est une plante utilisée dans la médecine et la phytopathologie, l'extraction au soxhlet de la matière grasse a permis de mettre en évidence que l'amande présente un rendement (41,1%) très important.

Cette plante a fait l'objet d'une caractérisation physique et chimique d'huile obtenue par différentes parties de fruit qui a montré son importance. Ainsi l'analyse de cette l'huile par la chromatographie phase gazeuse a permis de mettre en évidence un profil d'acide gras très diversifié qui comporte les acides (stéarique, palmitique, oléique et linoléique). Ce dernier étant le principal acide gras constitutif d'huile de graine et d'huile d'amande alors que les acides stéarique et palmitique sont présents en faible quantité. Différentes classes de composés phénoliques ont été identifiés (PTS, flavonoïdes, PTS non liée a la protéine) par comparaison de leur profil aux standard utilisés avec des teneurs très importante dans l'huile de graine particulièrement en flavonoïdes qui atteint (0,67 mg eq AG/g) ainsi en PTS qui est de (3,9 mg eq AG/g).

L'analyse des résultats de l'activité antioxydant à montré que l'huile d'amande et l'huile de graine sont dotées d'un fort pouvoir antioxydant contre le radical DPPH (32,99, 33,04%).

**Mots clés :** *Melia azedarach*, caractérisation physico-chimiques, composés phénoliques, activité antioxydante.

## Absrtact:

*Meliaazedarach* is a plant used in the pharmacopeia for the treatment of various infections or diseases, the extraction with the soxhlet of the fat content made it possible to highlight which the almond presents a very significant output (41, 1%).

This plant is the subject of a physical and chemical oil characterization obtained by various parts of fruit which showed its importance. Thus the analysis of this oil by the chromatography gas phase have makes it possible to highlight a profile of very diversified fatty acid which comprises the acids (stearic, palmitic, oleic and linoleic) this last being principal the fatty acid constitutive of oil of almond seed and oil whereas the stearic and palmitic acid are present in small quantity. Different classes of phenolic compounds are identified (PTS, flavonoïdes, nondependent PTS has protein) by comparison of their profile to the standard used with contents very significant in oil of seed particularly of flavonoïds which reaches (0, 67 Mg eq AG/g) thus in PTS which is of (3,9 Mg eq AG/g).

Analysis of the results of the antioxydant activity showed that the almond oil and the seed oil are equipped with a strong antioxydant capacity against radical DPPH (32, 9; 33, 04%).

**Key word:** *Meliaazedarach*, physic-chemical characterization, phenolic compounds, antioxydant activity.