REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université M'HAMED BOUGARA Boumerdès.

Faculté des sciences

Département de Biologie

MÉMOIRE DE MASTER

Pour l'obtention du diplôme de : Master en Biochimie Appliquée

Domaine : Sciences de la nature et de la vie

Filière : Sciences biologiques

Spécialité : Biochimie Appliquée

Thème :

Etude de la fraction lipidique de germe de blé tendre et dur : essai d'incorporation dans une crème cosmétique.

Présentée par :

Melle Haddad Thanina

Melle Salhi Melissa

Devant la commission de Jury :

Mme. LEFKIR. S	**MCA**	**UMBB**	**Présidente.**
Mme. YAHIAOUI. K	**Pr**	**UMBB**	**Examinatrice.**
M. DJIZIRI. M	**MCA/MRA**	**UMBB/CRAPC**	**Promoteur.**

Année universitaire : 2021/2022

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier Allah le tout puissant et le tout miséricordieux, qui nous a donné le courage et la patience durant ces langues années d'étude et la force pour réaliser ce modeste travail.

Un grand merci, à notre encadreur ***Dr. DJIZIRI Mourad****, pour sa disponibilité, sa gentillesse, son orientation et ses précieux conseils qui ont constitué un apport considérable sans lesquels ce travail n'aurait pas pu être achevé. On lui souhaite toute la réussite le long de sa carrièe.*

Hommage respectueux, a notre maitre et présidente de jury ***Mme. LEFKIR. S*** *maitre de conférence A à l'Université de M'HAMED BOUGARA Boumerdes pour l'intérêt qu'il a porté a notre recherche en acceptant de présider notre jury.*

Sincères remerciements, au professeur Mme ***YAHIAOUI. K*** *responsable de spécialité Alimentaire a l'Université de M'HAMED BOUGARA Boumerdes pour avoir accepté d'évaluer notre travail et sa participation au jury de ce mémoire.*

Nous tenant à remercier également tous les membres de laboratoire de recherche technologie alimentaire de l'Université de M'Hammed Bougara, Boumerdes, ainsi que tous les membres du laboratoire physicochimique de l'unité SAIDAL de Dar El Baida.

Nous remercions Madame ***Samia LEZAMI*** *et Madame* ***Wahiba MECHID****, ingénieurs d'état en chimie pour leur gentillesses et leur compétences et leur conseils durant notre recherche qui a duré jusqu'au dernier jour, sans oublier Monsieur* ***Amin ELGUERRI****,* ***Samia****,* ***Faiza, Saida****.*

Enfin, merci a tous ceux qui ont contribué de prés ou de loin a la rédaction et la réalisation de ce travail.

Dédicace

Merci Allah de m'avoir donné la capacité d'écrire et de réfléchir, la force d'y croire, la patience d'aller jusqu'au bout du rêve.

Je dédie ce modeste travail a mes chères parents pour leur soutien ; leur patience ; leur encouragement durant mon parcours scolaire mon père Kamel et ma mère Zahira.

A mes adorables sœurs Lilia et Elina. A mon frère Walid, aussi Au corps enseignant qui nous a donné une très bonne formation pendant le cursus universitaire. A ceux qui n'ont jamais cessé de nous encourager et nous conseiller.

A ceux qui n'ont jamais été avares ni de leur temps ni de leur connaissances pour satisfaire nos interrogations,

A ma collègue et ma sœur dans ce projet Thanina.

A ma meilleure amie Imen qui m'a accompagné tout au long de mon parcours académique à l'Université avec qui j'ai partagé les plus beaux souvenirs jusqu'à la fin de ce parcoure.

A tous ceux qui sont chères.

A tous ceux qui m'aiment, a tous ceux que j'aime. Je dédie ce travail.

Melissa

Dédicaces

Je dédie ce mémoire,

A mon cher père ;

Pour m'avoir soutenu moralement et matériellement jusqu'à ce jour, pour leur amour, leur encouragement. Que ce travail soit pour vous un faible témoignage de ma profonde affection et tendresse. Que Dieu le tout puissant te préserve, t'accorde santé, bonheur, quiétude de l'esprit et te protège de tout mal

A ma chère mère ;

Celle qui a attendu avec patience les fruits de sa bonne éducation et de ses dévouements, Que DIEU vous garde en bonne santé.

A mon cher frère Saïd ;

A mes sœurs ;

A ma binôme adorée Mélissa

A mes amis Dihia, Sabrina et Amel

A tous mes collègues durant toute ma vie universitaire

Thanina

Table des matières **Pages**

Remerciement..... ./.

Dédicace..... ./.

Liste des tableaux ..... ./.

Liste des figures..... ./.

Liste des abréviations ..... ./.

Introduction ..... ./.

Chapitre I : Blé tendre et Blé dur…… ./.

I.1. Phénologie de la plante …… 01

I.2.Le blé et son origine…… 04

I.3. Production et importance de la culture du blé…… 04

I.4. Classification botanique de blé…… 05

I.5. La morphologie de blé…… 07

I.6. Composition biochimique du grain de blé…… 08

I.7. Composition histologique du grain …… 09

Chapitre II : Le germe de blé…… 10

II.1. Description…… 14

II.2. La position de germe dans le grain …… 14

II.3.Composition chimique du germe de blé…… 14

II.4.Déférentes forme d'utilisation de germe …… 15

II.5. Utilisation de germe de blé entier…… 18

II.6. Utilisation de l'huile de germe de blé…… 18

Chapitre III : Utilisation de l'huile de germe de blé …… 19

Chapitre IV : Matériels et méthodes…… 21

IV.1. Matériels biologiques…… 25

IV.2. Extraction de l'huile a froid…… 25

IV.3. Analyses physicochimiques des huiles…… 26

IV.3.1. Mesure de l'humidité…… 26

IV.3.2. Indice d'acide…… 26

IV.3.3. Indice de peroxyde…… 27

IV.3.4. Indice de saponification…… 27

IV.3.5. Indice d'iode…… 28

IV.3.6. Extinctions spécifiques…… 28

IV.3.7. Teneur en caroténoïdes 29
IV.3.8. Teneur en chlorophylles 29
IV.3.9. Dosage des polyphénols totaux par la méthode de Folin..... 30
IV.3.10. Dosage des flavonoïdes 30
IV.3.11. Analyse spectral par infrarouge a transformée de Fourier..... 31
IV.3.12. Détermination du profil en acides gras par GC-MS 32
IV.4. Valorisation en cosmétique : cas de la crème..... 32
IV.4.1. Préparation de la phase huileuse..... 33
IV.4. 2. Préparation de la phase aqueuse 34
IV.4.3. Préparation de l'émulsion de type huile dans l'eau..... 34
IV.4.4. Addition de teinture mère, la base parfumante et des conservateurs 34
IV.4.5. Conditionnement 35
IV.4.6. Caractérisation rhéologique..... 35
IV.4.7. Analyses sensorielles 35
IV.5. Analyse statistique 36
Chapitre V : Résultats et Discussion 37
V.1. Analyses physicochimiques de l'huile de germe de blé 39
V.2. Métabolites secondaires de l'huile de germe de blé tendre et dur..... 39
V.2.1. Dosage des caroténoïdes..... 41
V.2.2. Dosage des chlorophylles 43
V.2.3. Dosage des polyphénoles 43
V.2.4. Dosage des flavonoïdes 43
V.2.5. Activité antioxydante..... 44
V.3. Analyse spectral par infrarouge a transformée de Fourier 44
V.4. Composition en acides gras des huiles de germe de blé 45
V.5. Analyses rhéologiques de la crème cosmétique 46
V.5.1. Viscoélasticité 49
V.5.2. Propriétés d'écoulement..... 49
V.6. Analyses sensorielles de la crème cosmétique..... 50
Conclusion générale..... 53
Références bibliographiques 57
Annexe.....
Resumé.....

LISTE DES TABLEAUX

Tableaux **Pages**

Tableau I : Classification botanique de blé ……. 7

Tableaux II: Composition biochimique du germe de blé (grammes pour 100g de matière digestible).. 15

Tableau III : Composition en acides gras du germe brut (g pour 100 g de matière sèche)……. 16

Tableau IV : Eléments minéraux du germe (mg pour 100 g de germe)…….. 17

Tableau V : Proportion des vitamines en mg pour 100 g de germe de blé brut……... 17

Tableau VI : Réparation des enzymes dans le germe de blé……... 18

Tableau VII : Paramètre physicochimiques des huiles de germes de blés……. 39

Tableau VIII : Profile en acides gras des huiles de germe de blé tendre et dur…….. 47

Tableau IX: Résultats des analyses sensorielles…….. 53

LISTE DES FIGURE :

Figures : **Pages**

Figure1: Production des céréales dans le monde ……6
Figure 2 : Structure de graine de blé ……11
Figure 3 : Couche cellulaires de grain de blé ……12
Figure 4 : L'emplacement de germe de blé……..14
Figure 5 : Extraction de la poudre et de l'huile de germe de blé…….25
Figure 6 : Extraction de l'huile de germe de blé……..25
Figure 7 : Equipement de chromatographie phase gaz couplée a la spectroscopie de masse (GC-MS) ……33
Figure 8 : Procède de fabrication de la crème pour visage a l'huile de germe de blé……..34
Figure 9 : Flacons contenant la crème pour visage a base de l'huile de germe de blé…….35
Figure 10 : Métabolite secondaire d'huile de germe de blé tendre……42
Figure 11 : Métabolites secondaires d'huile de germe de blé dur……42
Figure 12: Spectres IRTF des huiles de germes de blés……..……45
Figure 13: Evolution du module de conservation (élastique) G' et le module de perte (visqueux) G'' en fonction de la contrainte oscillante obtenus pour la crème à base de l'huile de germe de blé dur……...……49
Figure 14 : Evolution du module de conservation (élastique) G' et le module de perte (visqueux) G'' en fonction de la contrainte oscillante obtenus pour la crème a base de l'huile de germe de blé tendre……...……50
Figure 15 : Mesure de la viscosité pour la crème a base de l'huile de germe de blé dur ……..51
Figure 16 : Masure de la viscosité pour la crème a base de l'huile de germe de blé tendre …52
Figure 17 : Histogramme présentant l'effet de la crème à base de l'huile de germe de blé tendre……...54
Figure 18 :histogramme présentant l'effet de la crème a base de l'huile de germe de blé dur……55

.

Liste des abréviations

FAO	Food and Agricultural Organization.
WGO	white germe oil.
Kg	kilogramme.
Ppm	partie par million.
LDL	la résistance des LDL à l'oxydation.
AFNOR	Association Française de la Normalisation.
H%	humidité pondérale.
m	masse.
C	cendre.
MG	matière grasse.
IA	1ndice d'acide.
IP	Indice de peroxyde.
IS	Indice de saponification.
II	Indice d'iode
IRTF	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
GC-MS	Chromatographie phase gaz couplée à un spectromètre de masse
HGBT	Huile de germe de blé tendre
HGBD	Huile de germe de blé dur

Introduction générale

Le blé est l'une des cultures vivrières les plus importantes, généralement moulu pour produire de la farine et d'autres produits. Le germe de blé (2 à 3 % du grain) peut être séparé en tant que sous-produit lors de la mouture du blé. Il est considéré comme un sous-produit important et peut être utilisé dans différentes applications telles que : Applications alimentaires, pharmaceutiques et autres applications biologiques **(Shao *et al.,* 2008).** Naturellement, il existe une ligne de séparation entre l'endosperme et la croûte du germe, ce qui permet de le séparer facilement du grain de blé **(Pomeranz, 1987 ; Özkaya *et al.,* 2005).**

L'embryon se compose de deux parties, l'axe embryonnaire et le scutellum, qui est un organe de stockage **(Özkaya *et al.,* 2005 ; Hoseney, 1986).** Le germe contient des quantités élevées de protéines (25%), sucre (18%), huile (16%) de l'axe embryonnaire et 32% du (scutellum) et cendres (5%). Le site huile de germe de blé (HGB) est riche en phosphore (1,4 g/kg). Ne contient pas d'amidon mais une forte teneur en vitamines B. La teneur en vitamine E peut également atteindre 500 ppm **(Hoseney, 1986 ; Brandolini and Hidalgo, 2012).**

Une autre étude a montré que le germe constitue environ 2,5 à 3,5 % du grain et que sa teneur en huile varie entre 10 et 15 % (Hoseney, 1986), dont 2-6% insaponifiables **(Megahad and El Kinawy, 2002)**, contenant principalement du phytostérol et du tocophérol **(Eisenmenger and Dunford, 2008)**. La teneur en tocophérol de l'huile de germe de blé est la plus élevée parmi les huiles végétales, elle peut atteindre 2500 mg/kg et l'α-tocophérol (60%) est prédominant **(Özcan *et al.,* 2013)**. Les teneurs en phytostérols (principalement sitostérol et campestérol) de l'huile de germe de blé sont aussi généralement plus élevées que celles des autres huiles commerciales **(Eisenmenger and Dunford, 2008).** Elle contient également des niveaux élevés d'acides gras insaturés, dont 80 % sont des acides linoléniques et linoléiques.

La consommation de ces acides gras est importante pour la santé humaine car ils sont considérés comme essentiels (ne peuvent pas être synthétisés dans l'organisme). Ils contribuent également à la synthèse d'un groupe d'hormones appelées prostaglandines qui sont importantes pour leur rôle dans les contractions musculaires et pour leurs propriétés anti-inflammatoires **(Özcan *et al.,* 2013).** L'huile de germe de blé, grâce à ses composés bioactifs, est associée à différents avantages nutritionnels et de santé tels que la réduction des taux plasmatiques et hépatiques, l'amélioration de l'endurance physique et le retardement des effets du vieillissement.

Certains de ces effets positifs sur la santé sont également dus aux éléments suivants polycosanol et surtout à l'octacosanol contenu dans l'huile **(Eisenmenger and Dunford, 2008).**

La quantité plus élevée de vitamine E agit comme stabilisateur de la membrane cellulaire en protégeant les acides gras insaturés du clivage par la peroxydase **(Megahad and El Kinawy, 2002).** L'huile est également utilisée dans les aliments, les agents de contrôle biologique des insectes et les formulations pharmaceutiques **(Dunford and Zhang, 2003).**

En cosmétologie, les huiles de germe de blé sont des excipients incontournables pour la formulation de certains produits cosmétiques notamment les crèmes, le lait hydratant et d'autres produits. Elles donnent l'onctuosité nécessaire à la peau pour permettre la pénétration des molécules aromatiques dans les pores. Elles soutiennent, complètent et renforcent l'action des huiles essentielles avec leurs propriétés spécifiques (vitamines, acides gras) liées à la plante mère dont elles sont issues. De ce fait, il est très important, d'utiliser les huiles de germe de blé de première qualité et non raffinées. Des huiles riches en acides gras insaturés contribuentà l'effet attendu du produit considéré comme assurer la protection, l'assouplissent, le réensemencement; la tonification de l'épiderme. Autrement dit, elles offrent un effet synergique dans les fonctions métaboliques et physiologiques effectuées par les cellules.

L'objectif de ce travail est de discuter les propriétés physico-chimiques, la composition et les propriétés bioactives de l'huile extraite des germes de blé tendre et dur afin de promouvoir une meilleure utilisation dans la formation de différents produits à valeur ajoutée (incorporer l'huile de germe de blé dans une crème cosmétique) et de nouvelles recherches.

Après cette introduction, nous avons structuré ce travail en 5 Chapitres :

Chapitre I : intitulé « Blé tendre et Blé dur», qui donne un ensemble de connaissances de base sur les deux types de blé ;

Chapitre II: intitulé " Le germe de blé " qui traite les caractéristiques physicochimiques de l'huile de germe;

Chapitres III : intitulé « Utilisation de l'huile de germe de blé » la où on expliqué brièvement quelques travaux qui ont été faits sur l'incorporation de l'huile dans la préparation des crèmes cosmétiques ;

Chapitre IV: intitulé " Matériel et méthodes " suivis dans le cadre de cette recherche ;

Chapitres V: « Résultats et Discussion » traitants la caractérisation de l'huile de germe de blé ;

Nous terminons enfin par une conclusion générale et les perspectives envisagées.

Chapitre I : Le blé tendre et le blé dur

I.1. Phénologie de la plante

Le blé est une plante monocotylédone annuelle appartenant au genre *Triticum* de la famille des graminées. C'est un fruit sec et non fêlé appelé caryopse, constitué d'une graine et d'une enveloppe **(Feillet, 2000)**. La période végétative est caractérisée par un développement herbacé strict, qui dure du semis à la fin du tallage **(Bada, 2007)**. La germination est un ensemble de phénomènes au cours desquels, dans les graines matures, la vie du plant se ralentit, entame une vie active et se développe grâce à l'énergie contenue dans la réserve de graines **(Clément, 1981)**. La germination des graines est caractérisée par l'émergence de coléorizhe, qui produit des racines spermatiques, et de coléoptiles, qui protègent la sortie de la première feuille fonctionnelle **(Bada, 2007)**.

La période d'activation des graines peut durer une dizaine d'heures. Aucun changement notable n'est visible. Seule une petite quantité de changement métabolique le préparera au début de la croissance. La phase mitotique dure environ deux heures. Il n'y a pas de changements morphologiques évidents. Pendant la période où la cellule radiculaire commence à s'allonger, elle pénètre dans la fissure causée par la rupture du tégument. Lors de la germination, les semis utilisent les réserves des graines (grains d'amidon, grains d'aleurone, lipides, etc.) pour répondre à ces besoins énergétiques, qui doivent être transformés par des enzymes appropriées en substances directement utilisables pour la croissance (glucose, maltose, acides aminés, etc.) **(Clément, 1981).**

Lorsque ces substances sont épuisées, les plantules qui possèdent des organes radiculaires et aériens, formées et fonctionnels, deviennent autonomes et peuvent assurer leur propre croissance, complétant ainsi la germination est terminée. Dans un peuplement d'émergence, l'émergence est atteinte lorsque la plus grande partie de la ligne de semis est visible **(Gate, 1995)**. Au stade semis-levée, la nutrition d'une plante est entièrement dépendante de son système racinaire et de ses réserves de graines **(Eliard, 1979)**.

I.2. Le blé et son origine

- **Origine géographique de blé dur et tendre**

Le Croissant fertile a été le berceau des premiers grains, formant une région couvrant l'Afrique et l'Asie. Il est centré sur la plaine alluviale du Nil à l'ouest, du Jourdain au milieu et de l'Euphrate et du Tigre à l'est. Il est bordé par le désert libyen et la mer Méditerranée à l'ouest, les monts Taurus de Turquie au nord, les monts Zagros d'Iran à l'est, et la mer Rouge et le désert d'Arabie a sud. **(Gaufichon *et al*., 2010)**.

- **Origine génétique**

Le blé est une céréale autogame appartenant au groupe des angiospermes monocotylédones, de la famille des Poaceae, tribu des Triticéeset genre Triticum. Ces dernier sont des herbacées annuelles produisant un fruit sec indéhiscent, le caryopse. Le blé dur (Triticum durum) est parmi les espèces les plus cultivées dans le monde et en Algérie. Selon **(Mckey, 1966)**, l'origine génétique du blé dur remonte au croisement entre deux espèces ancestrales Triticum monococcum et une graminée sauvage du nom Aegilops speltoides. Le blé dur Triticum durum, appelé ainsi en raison de la dureté de son grain. Le nombre chromosomique de base est de 2n =4x = 28, le chromosome hérité du genre Triticum monococcum est désigné par A et celui dérivé de l'Aegilops est dénommé B, de sorte que Triticum duruma une garniture chromosomique AB.

I.3. Production et importance de la culture du blé

Production et utilisation mondiale

D'après la FAO la production mondiale des céréales en 2021 ont été relevées de 2,2 millions de tonnes et s'établissent à présent à 2 796 millions de tonnes, soit une hausse de 0,7 pour cent sur une base annuelle.la production mondiale de blé restent inchangées. Les prévisions concernant l'utilisation mondiale de céréales en 2021-2022 ont été abaissées à 2 802 millions de tonnes, soit 3,5 millions de tonnes de moins et un niveau supérieur de 1,5 pour cent (41 millions de tonnes) à celui de 2020-2021. La majeure partie de la révision à la baisse apportée ce mois-ci résulte d'une diminution de 3 millions de tonnes de l'utilisation mondiale de blé. Toutefois, l'utilisation du blé devrait encore progresser de 1,5 pour cent en glissement annuel et atteindre 772,8 millions de tonnes.

En ce qui concerne la future production mondiale de céréales en 2022, les premières estimations de la FAO indiquent que la production mondiale de blé devrait connaître une quatrième hausse annuelle consécutive et atteindre 790 millions de tonnes.

.

Figure 1 : Production des céréales dans le monde **(FAO, 2022)**

Production et consommations en Algérie

- **Le blé tendre**

Les céréales et leurs dérivés constituent l'épine dorsale du système alimentaire algérien **(Djermoun, 2009)**, le blé tendre représente 60 % des rations des citoyens algériens et ses habitudes alimentaires(pain, pâte, biscuit) font un grand consommateur de cette denrée **(Bengriche et Tiliouine, 2017)**. La production de blé tendre en Algérie reste faible. D'un point de vue productivité. Les variations des rendements céréaliers dans les régions semi-arides sont principalement dues aux effets de ces limitations abiotiques **(Bouzerzour *et al.*, 1994).**

Actuellement, l'Algérie est un grand importateur de blé, notamment de blé tendre **(Djermoun, 2009)**, avec une forte dépendance vis-à-vis du marché international, une situation qui pourrait perdurer pendant plusieurs années en raison d'une production insuffisante et d'une demande croissante des consommateurs face aux fortes mutations démographiques **(Chellali, 2007; Benseddik, 2017)**. La réserve de blé tendre est située dans les plaines intérieures et les hauts plateaux, avec des larges variétés anciennes et améliorées dont Hidhab, Arz, Anza, Mahon-Demias, Ain Abid, El Wifak, Boumerzoug, Djanet, Boumerzoug et Akhamokh **(Fellahi, 2017)**.

- **Le blé dur**

La culture des céréales s'effectue sur une zone géographique très variable de ce point de vue climatique, de sub-humide à aride, avec des concentrations élevées de près de 50% Candide 300-400 mm, laisse une marque sur la qualité et quantité **(Mekhlouf, 2000).** Cette distribution se fait

souvent au détriment des autres. Des cultures mieux adaptées à certaines régions, comme les vivaces et les cultures fourragères.

Par conséquent, la plupart des cultures céréalières sont concentrées dans la zone du plateau. La région est caractérisée par l'altitude (900 à 1200 m), des hivers froids, un régime hydrique irrégulier et faible **(Baldy, 1974)**. La superficie cultivable empiète sur cinq grands ensembles qui se différencient surtout par le cumul annuel des pluies qui déterminent dans une large mesure le potentiel de production.

Les Hautes Plaines sont triplement affectées par Tel Atlas, qui limite les précipitations hivernales de l'Atlas saharien, qui est à l'origine de vents secs et desséchants intervenants dès le printemps, et de l'altitude qui entraîne des gelées tardives **(Baldy, 1974)**. Ces contraintes climatiques limitent du potentiel de production de ces zones, accentué par le fait que la céréaliculture est conduite en pluviale.

Le déficit hydrique coïncide avec les stades végétatifs déterminants où les besoins de la plante en eau deviennent intenses **(Bouzerzour et Oudina, 1989)**.

I.4. Classification botanique de blé

Le blé une plante herbacée, appartenant au groupe des céréales à paille, d'après la classification, il est une monocotylédone classée de la manière suivante (Tableau I).

Tableau I : Classification botanique de blé **(FEUILLET, 2000)**.

Règne	**Taxonomie**
Embranchement	Spermaphytes
S/Embranchement	Angiospermes
Classe	Monocotylédones
Ordre	Poales
Famille	Graminacées
Genre	*Triticumsp*
Espèce	Triticum durum Desf (blé dur) T. aestivum Desf (blé tendre)

I.5. La morphologie de blé

On distingue deux espèces de blé : dur et tendre.

- **Blé tendre**

Les racines de blé sont de type fasciculé peu développé dont on peut distinguer des racines primaires qui assurent la croissance de la plantule jusqu'au tallage tandis que les racines secondaires ou adventices sont émises à partir du plateau de tallage. Celles produites par la plantule durant la levée sont des racines séminales tandis que ces adventives se forment plus tard à partir des nœuds à la base de la plante et constituent le système racinaire permanent **(Maamri, 2010)**.

La profondeur des racines est variable selon le travail et l'humidité du sol. Pour 50% du poids total des racines se trouvé entre 0 – 25 Cm, pour 10% entre 20 – 50 Cm. Cependant pour **Fritas, (2012),** 55 % du poids total des racines se trouve entre 0 et 25 Cm de profondeur.

Les tiges sont des chaumes, cylindriques, généralement creux et interrompues par des nœuds où émergent des longues feuilles, qui d'abord engainent la tige puis s'allonge en un limbe.

Les fleurs sont regroupées en inflorescences ou épillets, attachés à l'épi ou au rachis, à raison de 15 à 25 épillets par épis **(Benderradji, 2013)**, constitués de 3 à 5 fleurs, chacune recouverte de deux glumes l'une à l'intérieur et l'autre à l'extérieur , dont chacune compte trois étamines avec des anthères à deux yeux et un pistil à deux styles avec des stigmates plumeux qui peuvent produire des fruits à une seule graine, le caryopse **(Maamri, 2010)**. Pendant la fécondation, les anthères sortent des fleurs, tandis que le grain est à la fois le fruit et la graine **(Bebba, 2011)**. La fécondation de la fleur a lieu à l'intérieur des gamelles, avant la sortie des étamines à l'extérieur **(Benderradji, 2013)**.

L'inflorescence du blé est un épi muni d'un rachis portant des épillets séparés par de courts entre nœuds **(Maamri, 2010)**. Généralement, ils sont barbus, compacts portant des glumes longues fortement cornées étoilés et allongées **(Bachir Bey *et al.,* 2015)**. Ils sont formés de deux rangées d'épillets situés de part et d'autre de l'axe tandis que la fécondation est autogame.

- **Blé dur**

Possède deux sortes de racines : Les racines primaires ou séminales issues de la semence qui se développent au moment de la germination, un système radiculaire fasciculé assez développé, (racines adventifs ou coronaires) ; qui sont produites par le développement de nouvelles talles. Elles peuvent atteindre jusqu'à 1,50 m **(Soltner, 1990)**.

Les tiges sont des chaumes, cylindriques, souvent creux par résorption de la moelle centrale mais chez le blé dur est pleine. Ils se présentent comme des tubes cannelés, avec de longs et nombreux faisceaux conducteurs de sève. Ces faisceaux sont régulièrement entrecroisés et renferment des fibres à parois épaisses, assurant la solidité de la structure. Les chaumes sont interrompus par des nœuds qui sont une succession de zones d'où émerge une longue feuille **(Soltner, 1990)**.

Les fleurs sont regroupées en inflorescence correspondant à l'épi dont l'unité morphologique de base est l'épillet constitué de grappe de fleurs enveloppées de leurs glumelles et incluses dans deux bractées appelées les glumes (inférieure et supérieure) **(Gate, 1995)**.

Chez le blé dur comme la plupart des graminées possèdent un fruit sec (caryopse), celle-ci distingué par un grain étroit allongé à sillon profond à brosse peu développé et à texture souvent vitreuse **(Bachir Bey *et al.,* 2015).** Elle est entourée d'une matière végétale qui la protège des influences extérieures. Elle est constituée d'un germe ; la partie essentielle du fruit permettant la reproduction de la plante: il se développe et devient à son tour une jeune plante et d'une amande avec 65 à 70% d'amidon ainsi qu'une substance protéique (le gluten) dispersée parmi les grains d'amidon **(Bebba, 2011)**.

I.6. Composition biochimique du grain de blé

- **Amidon**

L'amidon est le principal polysaccharide de réserve des végétaux supérieurs, le grain de blé et l'albumen en contiennent respectivement 67-68% et 78-82%. C'est l'un des polymères fonctionnels les plus importants des aliments en raison de son pouvoir gélifiant et fixateur d'eau. L'amidon de blé est constitué de granules de type A (80-90%) en poids et 15-20% en nombre), les plus gros (20-25 µm) et lenticulaires, et de granules de type B, plus petits (2- 10 µm) et sphérique **(Feuillet, 2000)**.

- **Protéines**

Les grains de blé renferment un grand nombre de protéines : des protéines de structure, des protéines biologiques actives et des protéines de réserve. Ces protéines ne sont pas réparties dans le grain de blé uniformément, elles sont surtout localisées dans le germe et l'assise protéique **(Surget et Barron, 2005)**. Les protéines sont les seules composés responsables à la fois de l'extensibilité, ténacité, élasticité et cohésion de la pâte. Parmi les différents types de protéines du blé, le gluten est le plus important tant du point de vue quantitatif (80-85% des protéines totales) que technologique **(Benhania, 2013)**.

- **Lipides**

Les lipides représentent une classe complexe hétérogène de constituants, que nous définirons comme étant insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques (chloroforme, éther, benzène…..). Ils sont constitués de longues chaines hydrocarbonées et contiennent un ou plusieurs acides gras ou des dérivés d'acides gras. Les lipides sont des constituants mineurs du blé puisqu'ils ne représentent en poids qu'entre 1,5 et 2,5 % **(Daniels *et al.,* 1971)**, Cette faible quantité, est d'un intérêt particulier parce qu'elle modifie l'attitude des autres constituants.

- **Vitamines**

Localisées surtout dans le germe, leur répartition varie selon le sol, le climat et la variété du blé. On retrouve surtout les vitamines : B1, B2, B5, PP, B6 et E. Les variations dues aux traitements technologiques sont beaucoup plus marquées parce que certaines vitamines sont très sensibles à la chaleur **(Godon, 1995)**.

- **Matières minérales**

Tous les éléments minéraux sont présents dans le grain à des proportions très différentes : 75% de Potassium (300-600 mg/100 g de matière sèche), le Phosphore (200-500 U) dont la majeure partie se trouve sous forme de phytate, le Souffre (100-250 U), Magnésium (100-150 U), Chlore (50-150 U) et Calcium (25-100 U). Les éléments minéraux n'existent pas à l'état libre mais à l'état combiné. Le blé peut être plus ou moins riche en minéraux selon le sol, le climat, la fumure et même l'année **(Godon, 1995)**.

- **Enzymes**

Elles sont présentes en faible quantité dans le grain, les plus importantes sont :

✓ Les protéases trouvées en quantité relativement faible.
✓ Les amylases: sont des hydrolases capables de dégrader spécifiquement les liaisons glucidiques de l'amidon (amylose et amylopectine) **(Adrian, 1996)**.

I.7. Composition histologique du grain

La structure: Le grain de blé est constitué de 3 grandes parties :

Le germe, l'albumen et les enveloppes **(Figure 2)**. Il est constitué majoritairement d'amidon qui représente environ 70% de la matière sèche du grain et situé dans l'albumen. Les protéines représentent entre 10 et 15% de la matière sèche et se retrouvent dans tous les tissus du grain de blé avec une concentration plus importante dans le germe et la couche à aleurone (Pomeranz, 1988). Les pentosanes (polysaccharides non amylacés) représentent quant à eux entre 2 et 3% de la matière sèche et sont les principaux constituants (70 à 80%) des parois cellulaires de l'albumen **(Kara, 2015)**.

D'un point de vue morphologique, le grain de blé a une forme ovoïde et présente sur la face ventrale un sillon qui s'étend sur toute la longueur. A la base dorsale du grain, se trouve le germe qui est surmonté par une brosse. Le grain de blé mesure entre 5 et 7 mm de long, et entre 2.5 et 3.5 mm d'épaisseur, pour un poids compris entre 20 et 50 mg. Le grain est constitué de différentes couches. De la surface externe vers le centre du grain, on trouve l'enveloppe du fruit ou péricarpe, puis l'enveloppe de la graine ou testa, et enfin, à l'intérieur de la graine, la bande hyaline, l'albumen et le germe **(Surget et Barron, 2005)**.

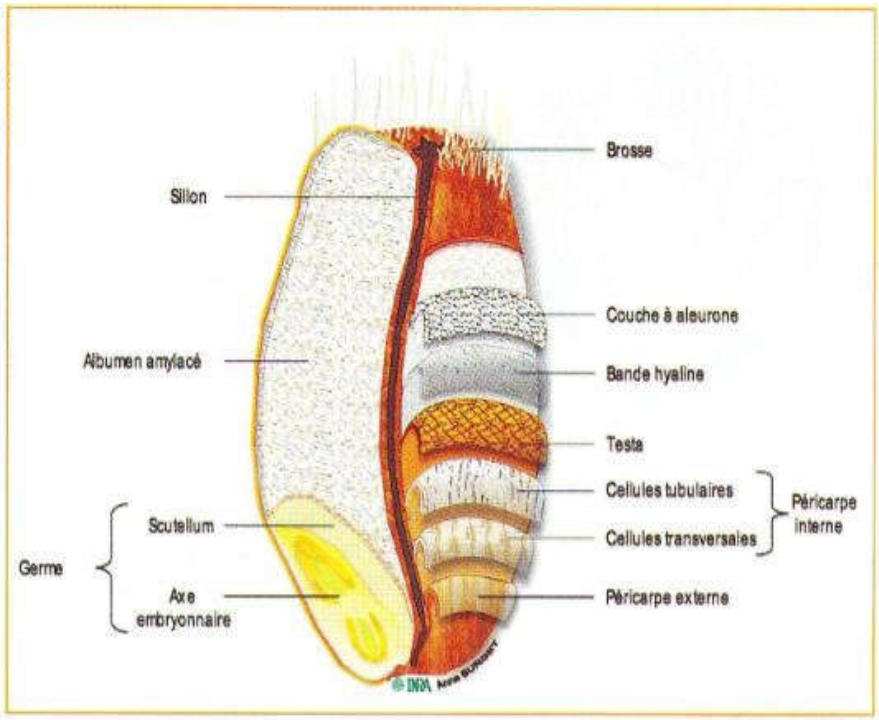


Figure 2: Structure du grain de blé **(Surget et Barron, 2005)**.

-La coupe du grain de blé montre trois parties bien distinctes : Les enveloppes, L'endosperme et le germe.

- **Les enveloppes et la couche à aleurone**

Elles sont composées principalement de polysaccharides mais aussi d'acides phénoliques, de lignine et de protéines (principalement albumines et globulines localisées dans la couche à aleurone). Le péricarpe externe est constitué de 45% d'arabinoxylane, 25% de glucose, 10% de lignine et 6-7% de protéines **(Pomeranz, 1988 ; Surget et Barron, 2005)**. Il permet d'éviter les pertes d'eau durant le développement du grain mais n'empêche pas sa pénétration **(Evers *et al.*, 1999)**. Une seule couche à aleurone entoure l'albumen amylacé chez le blé. Elle est, avec le germe, la seule partie du grain constituée de cellules vivantes riches en vitamines : B1, B2, B3,

B6, B9 et E et en minéraux : P, K, Mg, Mn et Fe **(Pomeranz, 1988 ; Antoine *et al.*, 2002)** . La couche à aleurone a par sa richesse en métabolites, un rôle nourricier et par sa structure un rôle de protection.

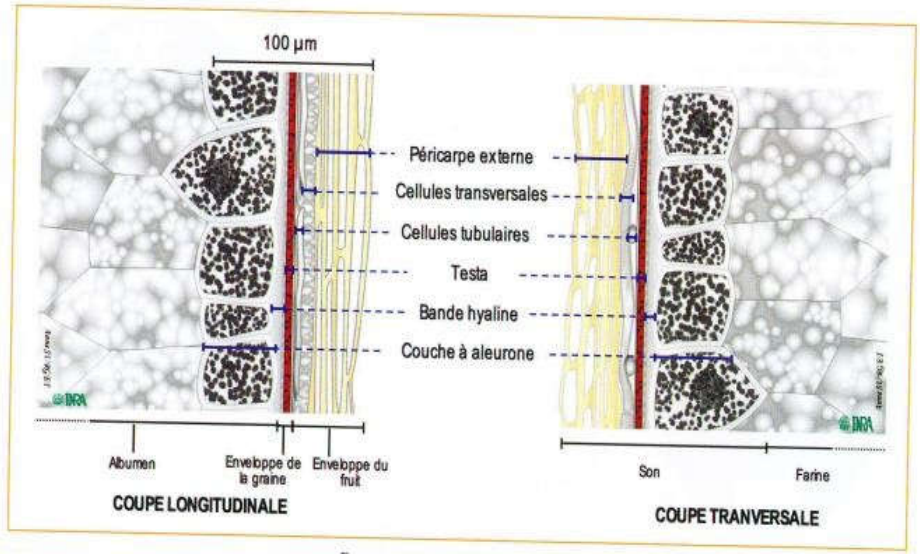


Figure 3 : Couches cellulaires du grain de blé **(Surget et Barron, 2005)**.

- **L'Albumen**

L'albumen constitue le plus important compartiment du grain et représente environ 80% de son poids **(Pomeranz, 1988)**. Il correspond au tissu de réserve. L'albumen amylacé est essentiellement constitué des granules d'amidon enchâssés dans une matrice protéique composée en grande partie de prolamines (gliadines, gluténines de hauts et faibles poids moléculaires) mais aussi d'albumines et de globulines. Ces deux familles protéiques, gluténines et gliadines, sont hydrolysées lors de la germination et du développement de la plantule par les enzymes produites dans l'embryon et la couche à aleurone. Elles constituent la source d'acides aminés nécessaires à la germination de la graine **(Surget et Barron, 2005)**.

- **Le germe**

Le germe provient de la fusion des gamètes mâles et femelles. Il est constitué d'une part, de l'axe embryonnaire qui donnera la tigelle, la mésocotyle et la radicule et d'autre part du scutellum qui donnera le cotylédon **(Evers et Millar, 2002 ; Surget et Barron, 2005)**. Le germe est la partie du grain où le taux d'humidité et la concentration en lipides sont les plus importantes **(Pomeranz, 1988).** Les protéines dans le germe sont des albumines et globulines et représentent environ 35% de la matière sèche. Les protéines dans le germe sont des albumines et globulines et représentent environ 35% de la matière sèche.

Chapitre II: Le germe de blé

II.1. Description :

Le germe provient de la fusion des gamètes mâles et femelles. Il est constitué d'une part de l'hypocotyle, qui produit la tige, la mésocotyle et la radicule, et d'autre part, du scutellum, qui produit les cotylédons **(Evers et Millarr, 2002 ; Surget et Barron, 2005)**. Il représente environ 2 à 3% du poids du grain de blé et peut être séparé en une forme de grain assez pure pendant le processus de mouture. Le germe de blé contient de la lipase hydrolytique et environ 11 % d'huile **(Megahed, 2011)**. Le germe est le composant principal du grain de blé, qui se caractérise par sa composition en acides gras polyinsaturés, et la plupart des nutriments, à l'exception de l'amidon, sont concentrés dans le germe **(Arshad, M. U *et al.*, 2008 ; Hassan *et al*., 2010)**.

II.2. La position du germe dans le grain

La figure 4 montre la structure générale et l'emplacement du germe dans un grain. La partie longue du grain de blé montre le son (la couche la plus externe du grain de blé, qui contient des fibres et est une bonne source de vitamines B), endosperme (contient principalement de l'amidon, des protéines, des minéraux et certaines vitamines) et germe (germe ou partie germée) Les graines contiennent de l'huile et sont riches en vitamine E et en vitamines du complexe B). **(Ghafoor *et al.*, 2017)**.

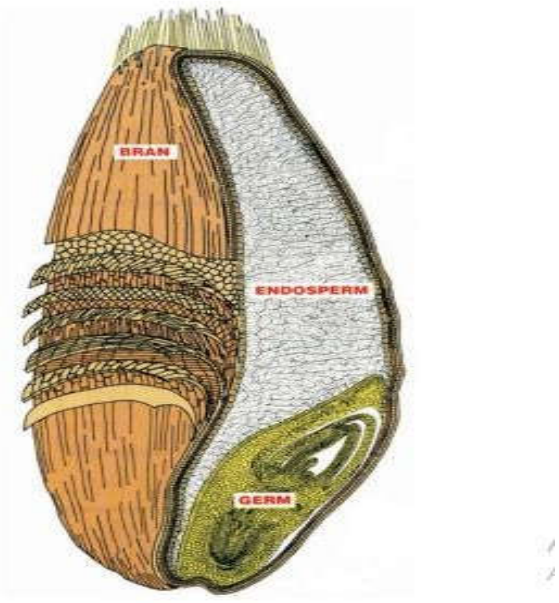


Figure 4: L'emplacement de germe de blé **(Ghafoor *et al.*, 2017)**.

II.3. Composition chimique du germe de blé

Le germe de blé est le composant principal du grain de blé. À l'exception de l'amidon, la plupart des nutriments sont concentrés dans le germe, la durée de conservation est faible (Tableau 2) **(Arshad, M. U *et al*., 2008 ; Hassan et al., 2010).**

Le germe de blé est relativement riche en protéines, matières grasses et de nombreuses vitamines **(Kumar *et al.,* 2011)**. Il est riche en tocophérols **(Bilgiçli *et al.,* 2006)**, en vitamines B et en huiles composées majoritairement d'acides gras insaturés **(Zacchi *et al.,* 2006)**. - L'huile de germe de blé (HGB) est riche en phosphore (1,4 g/kg) et ne contient pas d'amidon, mais elle est riche en vitamine B et la vitamine E peut également atteindre 500 ppm. **(Ghafoor *et al.,* 2017)**.

Tableau II : Composition biochimique du germe de blé (grammes pour 100 grammes de matière digestible) **(Srivastava *et al.,* 2007 ; Kumar *et al.,* 2011)**.

Paramètre	Germe de blé	
Humidité %	11,4 ±0,2	
Protéines %	25,11- 31,4± 0,5	
Lipides %	7,3-9±0,2	
Cendre %	4,2±0,1	
Fibres %	soluble	2,8± 0,1
	insoluble	15,6±0,2
Vitamines en mg /100g	15,80-22,0	
Carbohydrate %	51,99±1,0	

- **Protéines**

Le germe de blé contient 25,11-31,4% (ms) de protéines, principalement représentées par 18,9% de globuline et 30,2% d'albumine, sa teneur en acide glutamique et en proline est inférieure à celle du gluten, mais leur teneur en lysine est beaucoup plus élevée, tandis que la teneur en gliadine et en glutenine sont faibles en alcalins acides (Tableau 02**) (Feillet, 2000 ; Dunforod, 2005 ; Srivastava *et al.,* 2007 ; Kumar *et al.,* 2011)**. Ces protéines contiennent des niveaux élevés d'acides aminés essentiels d'excellente valeur biologique, tels que la lysine, la méthionine et la thréonine, qui ne se trouvent pas dans de nombreuses autres protéines de céréales. Les substances azotées non protéiques constituent 11,3 % à 15,3 % et sont constituées d'asparagine, d'allantoïne, de lécithine et de glutathion comme les polyamines et l'hémoglobine **(Cornell, 2003)**.

- **Lipides**

La teneur en lipides des germes est de l'ordre de 7,3 à 9 % **(Srivastava *et al.,* 2007 ; Kumar et *al.,* 2011)**. Ces corps gras étaient constitués de lipides polaires et non polaires, qui représentaient respectivement 4,88 % et 23,97 % des lipides totaux des grains de blé. Les lipides polaires contenaient principalement des glycolipides et des phospholipides, représentant respectivement 0,53 % et 4,35 % des lipides du germe de blé. D'autre part, les lipides non polaires sont principalement représentés par les triglycérides **(Berger, 1982)**. Les lipides du germe contiennent des acides gras dans les proportions indiquées dans le tableau III.

Tableau III: Composition en acides gras du germe brut (g pour 100 g de matière sèche) **(Megahed, 2011)**.

Acides gras	Teneurs en %
Acide palmitique	18,5
Acide stéarique	0,40
Acide palmitoleique	0,70
Acide oléique	17,3
Acide linoleique	57,0
Acide linolénique	5,20

- **Carbohydrates**

- Mono et disaccharides : Ils sont sous forme de glucose, de saccharose et de raffinose, dont leurs proportions sont respectivement 5 g et 7 g pour 100 g de la matière brute **(Kiger et Kiger, 1967)**.

- Fibres : Les fibres insolubles représentent environs 15-16 % sur base sèche (ms) **(Srivastava et *al.,* 2007)**.

-Amidon : Il se trouve en petites quantités dans les cellules de l'embryon mais non dans le scutellum **(Kiger et Kiger, 1967)**.

- **Stérols végétaux**

Le germe de blé est une matrice très compacte. Il ne représente que 2 à 3 % du poids de la graine entière mais contient à lui seul de 15 à 20 % des isoflavones totales de la graine et présente aussi une plus forte concentration en saponines, phytostérols que les cotylédons **(Godon *et al.,* 1991 ; Hubert, 2006)** .

Les phytostérols végétaux ont une structure chimique similaire à celle du cholestérol, comportant un noyau stéroïdien 3-β-hydroxylé. Les principaux stérols végétaux du germe de blé sont le sitostérol (24-α-éthylcholesterol), le campestérol (24-α-méthylcholesterol) et le stigmastérol (Δ22, 24-α-éthylcholesterol) **(Hubert, 2006 ; Hemery et *al.,* 2007)**. Les stérols qui ont un rôle de diminution du niveau de cholestérol dans le sérum sont aussi concentrés dans le germe de blé **(Nystrom *et al.,* 2007)**.

- **Minéraux**

La composition en matières minérales du germe de blé est présentée dans le tableau IV.

Tableau IV : Eléments minéraux du germe (mg pour 100 g de germe) **(Favier *et al.,* 1995)**.

Element	Sodium	Magnésium	Phosphore	Potassium	Calcium	Fer
Concentration (mg/100 g MS)	9	250	971	871	55	7,6

Clairement dans ce tableau les minéraux majeurs les plus importants que contient le germe de blé sont le phosphore et le potassium.

- **Vitamines**

Les vitamines liposolubles sont majoritaires dans le germe de blé en raison de sa teneur élevée en lipides. Le germe de blé est surtout riche en vitamine E (Tableau V) **(Souci et *al.,* 1994 ; Eisenmenger et *al.,* 2008)**.

Tableau V : Proportion des vitamines en mg pour 100 g de germe de blé brut **(Souci *et al.,* 1995)**.

Vitamine	B1	B2	B6	E	Niacine	B5	Caroténoïdes
Concentration (mg/100 g MS)	2,01	0,720	0,492	31,06	4,52	1,00	0,062

- **Enzymes**

Les enzymes sont des protéines impliquées dans la catalyse des réactions biologiques leur action est extrêmement spécifique d'une part, a regard du type de réaction à effectuer (hydrolyse, réduction, oxydation) et d'autre part de la structure et de la géométrie des substances concernées **(Arnaud, 1985)**. Parmi les enzymes disponibles au niveau du germe on a surtout les lipoxygénases lipases et **(Srivastava *et al.,* 2007)**. La répartition des enzymes dans le germe est représentée dans le tableau VI.

Tableau VI : Répartition des enzymes dans le germe de blé **(Nurt, 1991)**.

Les enzymes	Germe
Lipase	+++
Protéase	+++
Lipooxygénase	+++
Oxydase	+++
Estérase	++
B amylase	+

+ + + : présence importante + + : présence notable + : présence.

II.4. Différentes formes d'utilisation de germe de blé

Les données statistiques sur la production de germe de blé ne sont pas disponibles mais une estimation de 10 millions de tonnes est obtenue au cours des étapes de broyage et de séparation des différentes fractions du grain de blé **(Shahidi, 2005)**. Le germe de blé est une source précieuse qui n'a jamais été utilisée de façon rationnelle et efficace. Sa valeur nutritionnelle et thérapeutiques excellente le rendent un sous produit idéal et un supplément alimentaire d'enrichissement important dans différents produits. Les composants bioactifs qu'il renferme permettent de l'utiliser dans d'autres domaines autres que l'agro-alimentaire **(Arshad, M. U *et al.,* 2008 ; Piras *et al.,* 2009)**.

Les produits alimentaires enrichis devraient avoir les caractéristiques suivantes : peu coûteux, économique, nutritif et satisfaisant pour les consommateurs. Néanmoins, l'enrichissement ne devrait pas poser des modifications importantes dans les propriétés sensorielles et fonctionnelles du produit final **(Hassan *et al.,* 2010)**.

II.5. Utilisation de germe de blé entier

Le germe de blé est commercialisé soit en farine en paillettes soit sous forme incorporée pour permettre l'enrichissement de certains produits **(Pınarlı *et al.,* 2004; Bilgiçli *et al.,* 2006 ; Srivastava *et al.,* 2007 ; Arshad, M. U *et al.,*2008; Ahmed, F *et al.,* 2010 ; Megahed, 2011)** tels que

- Farines composées ;
- Pâtes au germe de blé et potage ;
- Pain au germe de blé ;
- Biscuits au germe de blé et galettes ;

II.6. Utilisation de l'huile de germe de blé

Afin de répondre aux besoins nutritionnels, de nouvelles ressources d'huiles végétales sont recherchées en tant que sources de vitamines et acides gras essentiels. L'extraction de l'huile à partir du germe de blé peut ouvrir de nouvelles opportunités pour son utilisation plus large à l'avenir. L'huile de germe de blé est connu pour son utilisation multiple notamment dans les aliments comme ingrédient de préparation, des exploitations biologiques comme agents de contrôle des insectes, dans les produits pharmaceutiques et dans le domaine de la cosmétique **(Nara *et al.,* 1983 ; Piras IRAS *et al.*, 2009)**.

Il est admis que le germe de blé renferme une forte présence d'huile, et sachant par ailleurs, l'intérêt que représente les antioxydants naturels (tocophérols) dans notre alimentation, nous amène à utiliser celui-ci pour son aptitude dans la fabrication des biscuits améliorés au plan nutritionnel et de le substituer désormais aux oxydants de synthèse selon **(Arshad *et al.,* 2008)**. La qualité sensorielle des biscuits contenant ce composant jusqu'à 50 % a été aussi acceptable que les échantillons de contrôle, au delà duquel les caractéristiques sensorielles des biscuits ont été affectées négativement.

Les résultats enregistrées à partir des différentes études ont confirmés les effets bénéfiques de ces huiles végétales essentiellement en raison de leur teneur élevée en acides gras insaturés et de leurs composants bioactifs précieux qui ont été générés pour réduire les risques de maladie cardiovasculaire **(Lenhardt *et al.,* 2008)**. Par sa teneur appréciée en tocophérols antioxydant liposoluble transportés dans des LDL qui inhibe la prolifération des cellules musculaires lisses *in vitro* et lorsqu'il est ajouté au plasma, augmente ainsi la résistance des LDL à l'oxydation **(Miller *et al.*,2005)** a également enquêté et montré que la supplémentation en α-tocophérol a été bénéfique pour la réduction des concentrations de peroxyde de sang-lipidique sans affecter les activités antioxydantes chez les patients atteints de diabète de type 2. L'huile de germe de blé est aussi très appréciée pour sa haute teneur en acides gras insaturés constitués principalement de l'acide linoléique (18:2) et linolénique (18:3), ce sont des acides qui ont une grande importance dans le métabolisme humain et qui ne sont pas synthétisés par l'organisme **(Yuldasheva *et al.,* 2010)**. Ils constituent les précurseurs d'un groupe d'hormones appelées prostaglandines, qui jouent un rôle important dans la contraction musculaire et dans la guérison de processus inflammatoires.

En outre, l'acide linoléique permet de diminuer le cholestérol et est aussi un précurseur des phospholipides des membranes cellulaires **(Piras *et al.,* 2009)**. Egalement, l'huile a la capacité de promouvoir l'endurance physique et retarde le vieillissement **(Chang *et al.,* 2007; Leenhardt *et al.,* 2008)**.

Chapitre III : Utilisation de l'huile de germe de blé

En plus de son utilisation en médecine, dans l'industrie cosmétique et dans la production de vitamines, l'huile de germe de blé est également utilisée dans l'alimentation humaine et animale, dans la lutte biologique contre les insectes et pour le traitement des troubles et des faiblesses circulatoires et cardiaques **(Brandolini and Hidalgo, 2012)**.

L'huile est actuellement vendue sous forme de bouteilles ou de capsules et certaines de ses préparations comprennent également des compléments alimentaires pour le bétail, les chevaux de course et les animaux de compagnie. Elle peut être mélangée à de la lécithine, de l'huile de poisson et des shampooings. Étant riche en α-tocophérol, elle est facilement disponible. L'activité de la vitamine E (tocophérols) est élevée et la vitamine E est considérée comme un nutriment essentiel pour la santé humaine **(Barnes, 1983)**.

L'utilisation cosmétique de l'huile de germe de blé est due au fait qu'il contient des céramides qui préviennent ou ralentissent le vieillissement de la peau. L'enzyme nécessaire à la production de céramides est la sphingomyélinase et la diminution de son activité est associée au vieillissement de la peau. Les céramides peuvent protéger et humidifier la peau et comme la vitamine E a également des effets hydratants et apaisants sur la peau, l'activité hydratante des céramides peut être augmentée par l'incorporation de l'huile, riche en vitamine E **(SIRAJ, 2022)**.

La diminution du niveau d'acides gras essentiels entraîne un épaississement de l'épiderme. En raison de la détérioration de la fonction de barrière épidermique liée à la carence en acides gras, un niveau élevé de perte d'eau de la couche cornée se produit. Les effets apaisants sur la peau et la réduction de la perte d'eau trans-épidermique des applications locales d'acide linoléique et de ses dérivés polyinsaturés ont été prouvés par différents tests cliniques **(SIRAJ, 2022)**. L'élastase des neutrophiles, qui est une sérine protéase, joue un rôle crucial dans les processus inflammatoires et l'altération des composants du tissu conjonctif **(SIRAJ, 2022)**. Elle peut être inhibée par les acides gras à longue chaîne et leurs dérivés **(Bizot-Foulon *et al.*, 1995)**.

La céramide protège la matrice extracellulaire contre les protéinases leucocytaires qui provoquent la dégradation, en inhibant cette élastase, c'est donc un bon agent anti-inflammatoire. L'activité anti-inflammatoire est le résultat de l'effet contre la formation de la lipoperoxyde. Ses applications locales présentent des effets anti-œdème et anti-érythème en empêchant la synthèse des prostaglandines, médiateur de l'inflammation, à partir de l'acide arachidonique **(SIRAJ, 2022)**.

De plus, Grâce à sa teneur en tocophérols (1300-2700 mg/kg) et en caroténoïdes (56 mg/kg), c'est un bon antioxydant et joue un rôle important dans la prévention des maladies **(Brandolini and Hidalgo, 2012)**. L'acide férulique estérifié avec dihydro-γ-sitostérol est un autre antioxydant naturel présent dans l'huile de germe de blé **(Chakrabarty, 2003)**. **(Megahed *et al.*, 2011)**, ont déduit que l'huile de germe de blé et l'huile de germe acylée étaient des antioxydants naturels et une source de produits nutraceutiques. Les antioxydants réduisent significativement les radicaux libres qui provoquent des altérations cellulaires, l'immunosuppression photo-induite et l'augmentation de la peroxydation lipidique dans la peau exposée aux rayons UV. Il a été démontré que différents dérivés de la vitamine E avaient une activité contre la production de radicaux libres, par exemple, 0,5 % d'acétate de vitamine E diminue la production de radicaux libres à un taux de 23 %. Cette activité est protectrice à la fois contre l'érythème et l'immunosuppression **(SIRAJ, 2022)**.

Le malonyldialdéhyde (MDA), qui est un produit de réaction des lipoperoxydes, conduit à la formation de radicaux libres. lipoperoxydes, contribue au vieillissement en détruisant les fibres de collagène du tissu conjonctif et en réduisant l'élasticité de la peau. Dans une étude, l'irradiation par les UV-B (290-320 nm) a induit la formation de lipoperoxyde et de radicaux libres et une augmentation des niveaux de MDA de la peau a été déterminée après l'irradiation. Dans l'étude ultérieure, les souris ont été exposées à une solution à 5 % d'acétate de vitamine E avant l'irradiation UV-B et la formation de MDA a diminué à un taux de 40-80%. D'après ces résultats, il a été démontré que la vitamine E inhibait la formation de radicaux libres dans la peau **(SIRAJ, 2022)**.

Grâce à sa teneur élevée en vitamine E, l'huile de germe de blé a un effet accélérateur sur la microcirculation veineuse et artérielle, aide à la circulation du sang dans les vaisseaux et facilite la décongestion. En raison du fait que l'huile stimule la microcirculation du cuir chevelu et soigne les cellules dystrophiques dans le bulbe pileux. Elle joue un rôle important dans la prévention de la chute des cheveux. L'amélioration de la circulation sanguine dans la peau peut entraîner un meilleur apport de nutriments à la peau et l'élimination des catabolites résultant du métabolisme de la peau est améliorée grâce à l'activité protectrice de la vitamine E sur les lipides membranaires des vaisseaux sanguins **(SIRAJ, 2022)**.

L'huile de germe de blé contient deux groupes d'alcools ayant un effet hypocholestérolémiant : les policosanols et les phytostérols. Les policosanols détectés sont le docosanol (C22), le tétracosanol (C24), l'hexacosanol (C26), l'octacosanol (C28) et le triacontanol

(C30). La quantité de phytostérols dans l'huile de germe de blé est beaucoup plus importante que dans d'autres huiles commerciales et le sitostérol (60-70%) et le campestérol (20-30%) sont également présents dans l'huile de germe de blé **(Brandolini and Hidalgo, 2012)**. L'octacosanol a de nombreux effets bénéfiques sur de nombreux domaines de la santé humaine, notamment la performance à l'exercice, l'agrégation plaquettaire et les niveaux de cholestérol plasmatique. En raison de ses propriétés ergogéniques et de ses effets hypocholestérolémiants, il fait l'objet de nombreuses études. L'octacosanol peut être un médicament important à l'avenir pour réduire l'obésité et les maladies cardiaques **(Mitmesser, 2007)**.

Les extraits préparés à partir de l'huile de germe de blé ont tendance à réduire les radicaux libres 2, 2-diphényl-1-picrylhydrazyl ou DPPH et cette tendance est comparable à celle des antioxydants synthétiques tels que l'hyroxytoluence butylée (BHT) et l'hydroxyanisole butylée (BHA) **(Zhu *et al.,* 2011)**. L'activité antibactérienne des extraits de l'huile a également été testée contre des bactéries pathogènes et il a été observé que L. monocytogenes et S. aureus étaient les souches les plus sensibles, suivies par E. coli et S. enterica **(Mahmoud *et al.,* 2015)**.

Il a été observé que l'huile est une excellente source d'antioxydants naturels, de bioactifs et de composés antimicrobiens. Par conséquent, il a également un fort potentiel d'application dans la formulation de produits nutraceutiques, fonctionnels et d'autres produits alimentaires en raison de son ensemble unique de diverses activités biologiques et de propriétés de santé. Dans une étude **(Arshad *et al.,* 2007)**, des biscuits contenant de l'huile de germe de blé ont été donnés à des rats expérimentaux pour contrôler leur profil lipidique. Il a été observé qu'il réduisait la peroxydation lipidique, ce qui peut être un outil utile pour réduire les problèmes de santé liés au cœur. Parmi les autres applications typiques du WG et du WGO, citons le pain enrichi en germes, les gâteaux, les snacks et les compléments aux céréales pour le petit-déjeuner **(Yazicioglu *et al.,* 2015)**.

Dans une étude intéressante **(Gumus *et al.,* 2015)**, une infusion de fleurs de Calendula a été préparée dans de l'huile de graines noires et de l'huile de germe de blé et étudiée pour des expériences cellulaires in vitro (cicatrisation des plaies et activité radio-protectrice) qui ont montré une plus grande bio-activité. Les compléments alimentaires qui ont une efficacité thérapeutique.

Chapitre IV: Matériel et méthodes

IV.1. Matériels biologiques

Les germes de blés frais ont été obtenus à partir de la variété *Triticum aestivum* (Blé tendre) et la variété *Triticum Durum* (Blé dur), juste après la mouture dans des moulins locaux de CORSO et de BAGHLIA, wilaya de Boumerdes. Une quantité suffisante de germe de blé a été utilisée pour l'extraction de l'huile et Le reste des échantillons a été conservé dans des emballages hermétiques à 4 °C.

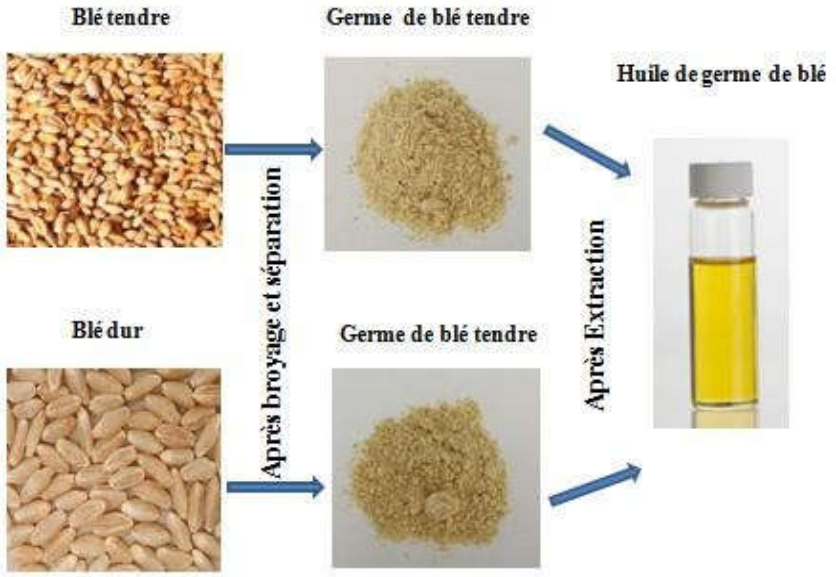


Figure 5: Extraction de la poudre et huile de germe de blé.

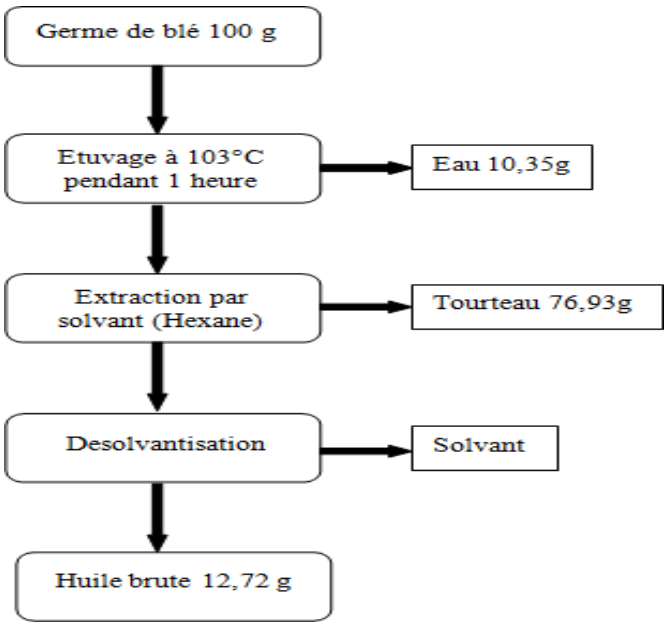


Figure 6: Extraction de l'huile de germe de blé.

IV.2. Extraction de l'huile à froid

Cette procédure a été appliquée pour déterminer la composition de l'huile n'ayant pas subit de dégradation thermique. Les huiles contenues dans les germes extraites par macération dans de l'hexane à température ambiante. Les germes, préalablement broyées à l'aide d'un moulin à café pendant 1 min, ensuite ils sont introduits dans un Erlenmeyer de 500 mL. L'hexane est alors ajouté, pour atteindre un ratio solide/liquide de 1:10 (g/v). L'huile est extraite des germes par macération, sous agitation magnétique, pendant 2h à froid. Après décantation pendant 12h, la phase liquide, composée d'huile et d'hexane, est prélevée. L'huile est obtenue après évaporation de l'hexane sous pression réduite (Rotavapor IKA RV 10 DS 99, Chine) à 40°C **(Figure 6).**

IV.3.Analyses physicochimiques des huiles

IV.3.1. Mesure de l'humidité

C'est la perte en masse subie par l'échantillon après chauffage à 103 ± 2°C exprimée en pourcentage de masse. Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une quantité connue d'huile jusqu'à élimination complète de l'eau **(Karleskind, 1992)**. Le taux d'humidité se détermine de la façon suivante:

- 10 g d'échantillon sont pesés et bien homogénéisés dans un creuset préalablement séché à l'étuve à 103°C pendant 30 min ;
- Le creuset contenant l'huile est porté à 103 ± 2°C pendant 1 heure dans l'étuve ;
- Laisser refroidir au dessiccateur (20 min) et peser à nouveau le creuset ;
- Répéter le chauffage et la pesée dans les mêmes conditions avec des séjours successifs dans l'étuve jusqu'à ce que la perte de masse de deux pesées successives n'excède pas 2 mg ;
- Des triplicatas ont été effectués à chaque essai et la moyenne de ces différentes mesures a été calculée. La teneur en eau (en % de masse de l'échantillon) est:

$$T_e = \frac{M_1 - M_2}{P_E} * 100$$

Avec : $\mathbf{M_1}$ est la masse en g du vase et de la prise d'essai ;
$\mathbf{M_2}$ est la masse en g du vase et de prise d'essai après séchage ;
$\mathbf{P_E}$ est la prise d'essai ;

IV.3.2. Indice d'acide

L'indice d'acide exprime la quantité (en mg) de KOH ou de NaOH nécessaire à la neutralisation des acides gras libres présents dans un gramme de substances grasses. Le protocole est issu de la norme ISO 660 (méthode à froid) **(Afnor, 2009a)**.

Le pourcentage d'acides gras libres s'exprime en équivalent d'acide oléique à l'exception de l'huile de palme (acide palmitique), de palmiste et de la noix de coco (acide laurique). On réalise cette expérience en introduisant 75 mL de mélange éthanol-étherdiéhylique (50%,50% V/ V) dans un Erlenmeyer de 250 mL puis on ajoute 15 gouttes de phénolphtaléine. Verser goutte à goutte une solution de KOH alcoolique (0,l N) jusqu'à virage au rose. Peser et introduire 10 g d'huile dans l'Erlenmeyer. Bien homogénéiser l'ensemble puis titrer la solution obtenue par la potasse alcoolique jusqu' à virage au rose. Au moins Trois mesures sont effectuées et la moyenne arithmétique de ces différentes mesures a été calculée. Le résultat est exprimé en mg de KOH par g d'huile.

$$I_a = \frac{V * T * 56,1}{P_E}$$

Ou : V: Volume de KOH versé en mL ;
T : Titre de la solution de KOH ;
P_E : Prise d'essai ;
56, l : Masse molaire du KOH.

IV.3.3. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde représente la quantité de substances de l'échantillon (exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile) capable de libérer l'iode des iodures **(Wolf, 1982)**. Sa détermination s'effectue en lumière du jour diffuse ou lumière artificielle. 2 mg d'huile sont introduits dans un flacon à col rodé muni d'un bouchon en verre rodé de 250 mL. Ajouter 10 mL de chloroforme préalablement dégazé. Dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant. Ajouter 15 mL d'acide acétique dégazé puis 1 mL de la solution d'iodure de potassium saturée. Boucher aussitôt le flacon, l'agiter durant 1 min et le laisser durant 5 minutes à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15 à 20°C. Ajouter 75 mL d'eau dégazée. En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur, titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium (0,01 N). Des triplicatas sont effectués par échantillon. L'indice de peroxyde est calculé de la manière suivante:

$$I_p = \frac{(V_1 - V_0) * T}{m} * 100$$

Ou V_0 : Volume (mL) de la solution titrée de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai du blanc;
V_1 Volume (mL) de la solution titrée de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination;
T : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée;
m : Masse (g) de la prise d'essai.

IV.3.4. Indice de saponification

L'indice de saponification est déterminé selon la méthode décrit par Lecoq (1965). Pour cela, 1g d'huile d'olive est ajouté a 25 mL de potasse alcoolique, après agitation, le mélange est porté à l'ébullition pendant 15 min en agitant de temps en temps, après refroidissement, 5 gouttes de phénol phtaléine sont additionnés au mélange. L'excès de potasse est titré par l'acide chlorhydrique 0,5N jusqu'à décoloration. Un essai à blanc est effectué en parallèle dans les mêmes conditions mais sans matière grasse pour titrer la solution de potasse mise en jeu. L'indice de saponification est exprimé par la formule suivante :

$$I_s = \frac{(V_b - V_e) * N_{HCl} * PM_{KOH}}{P}$$

Avec V_b : Volume (mL) de l'HCl 0.5N utilisé lors de la réaction du blanc;
V_e : Volume (mL) de l'HCl 0.5N utilisé lors de la réaction de l'essai;
N_{HCl}= 0.5N : normalité de la solution d'acide chlorhydrique;
PM_{KOH} = 56.1 g/mol : poids moléculaire de potasse alcoolique;
P : Prise d'essai (g).

IV.3.5. Indice d'iode

L'indice d'iode est défini comme le poids d'iode exprimé en gramme qui est fixé à 100 g du corps gras considéré. Il est particulièrement utile pour l'identification des huiles, lesquelles se rangent dans des gammes d'indice d'iode bien définies **(Roger, 1980)**. Dans notre expérience, le réactif de Wijs utilisé est une solution de mono-chlorure d'iode (ICI) qui est plus réactif que le diiode, mais strictement équivalent à celui-ci du point de vue du nombre de moles fixées sur les doubles liaisons. Le réactif de Wijs, mis en excès connu, réagit avec un corps gras non saturé. Pour cela, sont introduits dans l'Erlenmeyer 0,2 g d'huile de germe de blé, 20 mL de cyclohexane et 20 mL de réactif de Wijs. On bouche et on agite énergiquement puis on laisse reposer pendant 40 min à l'obscurité en secouant de temps en temps. Ensuite on ajoute 100 mL d'eau distillé et 20 ml d'iodure de potassium (100 g/L). On bouche et on agite vigoureusement pendant 5 mn; puis on dose l'iode formé par le thiosulfate de sodium (2,5 mmol/I). On réalise dans les même conditions un témoin en utilisant la moitié des réactifs mais sans corps gras. Des triplicatas ont été effectués à chaque essai. Une mole de I_2 réagit avec 2 moles de $S_20_3^{2-}$, donc 2_{nI2}= n $S_20_3^{2-}$

$$m_{I2} = \frac{C_{SO3^{2-}} * (2 * V_T - V_T) * M_{I2}}{2}$$

Ou

$C_{SO3^{2-}}$: Concentration de thiosulfate de sodium ;

V_T : Volume (mL) total de thiosulfate de sodium lors essai contenant l'échantillon ;

V_E : Volume (mL) total de thiosulfate de sodium lors essai dans le témoin ;

M_{I2}: Masse molaire de l'iode ;

IV.3.6. Extinctions spécifiques

L'examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, sur son état de conservation et sur les modifications dues aux processus technologiques. En effet, l'extinction spécifique d'une huile est une image de son état d'oxydation, plus son extinction à 232 nm est élevée, plus elle est oxydée par la présence d'hydroperoxyde. De même, plus l'extinction à 270 nm est forte, plus l'huile est riche en produits secondaires d'oxydation qui traduit ainsi sa faible aptitude à la conservation. Elle est déterminée d'après la méthode ISO 3656, par la lecture de l'absorbance d'une solution de 0.1 g de l'huile dissoute dans 10 ml de cyclohexane. Cette absorbance est mesurée dans une cuve en quartz par rapport à celle du solvant utilisé (avec le cyclohexane comme référence) à l'aide d'un spectrophotomètre U.V / Visible **(Shimadzu UV-1800, Japon)**, équipé d'une fibre optique d'1 Cm d'épaisseur. La lecture se fait à une longueur d'onde de 232 nm et 270 nm.

IV.3.7. Teneur en caroténoïdes

Les teneurs totales en caroténoïdes ont été déterminées par la méthode de **Mínguez-Mosquera *et al.*, (1991)**. Environ 0,2 g d'huile de germe de blé ont été entièrement dissoute dans 2 mL de cyclohexane. L'absorbance de la solution a été mesurée à une longueur d'onde de 470 nm pour les caroténoïdes à l'aide d'un spectrophotomètre UV **(Shimadzu UV-1800, Japon)**.La teneur en caroténoïdes a été quantifiée de la manière suivante :

$$Teneur\ en\ caroténoides\ (\frac{mg}{Kg} d'huile) = \frac{A_{470} - 10^b}{2000 * 100 * d}$$

Où : **A** est l'échantillon de la valeur d'absorption, 470 est le coefficient d'extinction pour les caroténoïdes,

2000 est le coefficient d'extinction pour les caroténoïdes (la lutéine étant un composant majeur de la fraction caroténoïde) ;

d est l'épaisseur de la cellule du spectrophotomètre (1 Cm) ;

IV.3.8. Teneur en chlorophylle

La quantification de la chlorophylle a été réalisée par spectrophotométrie via une extraction par solvant dans de l'acétone à 80 % (v/v) et du méthanol à 20 % (v/v). Un volume connu d'échantillon a été centrifugé dans une micro centrifugeuse (13 000 rpm, ~16 000 g, 10 min) et le surnageant a été retiré; le volume de l'échantillon a été choisi pour maintenir une absorbance <1,00 après l'extraction de la chlorophylle. Le culot a été remis en suspension dans de l'acétone à 80 % (v/v) dans du méthanol par vortex avant d'être à nouveau centrifugé (13 000 rpm, ~16 000 g, 5 min) pour éliminer les débris cellulaires. L'absorbance du surnageant a été mesurée à 646,6, 663,6 et 750 nm dans une cuve en verre contre un blanc de 80% d'acétone/20% (v/v) de méthanol, en utilisant un spectrophotomètre UV/Visible **(Shimadzu UV-1800, Japon)**. Une fois l'extraction de la chlorophylle effectuée, tous les échantillons ont été conservés dans l'obscurité jusqu'à l'analyse afin d'éviter la dégradation de la chlorophylle.

La teneur en chlorophylle a été calculée selon les coefficients d'extinction décrits dans **Porra *et al.*, (1989)** comme suit :

$$Chl\ a(\mu g/ml) = \frac{12,25 * E_{663,6} - 2,55 * E_{646,6}}{V_{échantillon}(ml)}$$

$$Chl\ b(\mu g/ml) = \frac{20,31 * E_{646,6} - 4,91 * E_{663,6}}{V_{échantillon}(ml)}$$

$$Chl\ a+b(\mu g/ml) = \frac{17,76 * E_{646,6} - 7,34 * E_{663,6}}{V_{échantillon}\ (ml)}$$

Où : $E_{663,6}$ et $E_{646,6}$ représentent les absorbances à 663,6 nm et 646,6 nm moins l'absorbance à 750 nm, respectivement.

IV.3.9. Dosage des polyphénols totaux par la méthode de Folin (Boussetta, 2010)

Ce dosage est basé sur une réaction d'oxydo-réduction. Le réactif de Folin est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique. Il est réduit lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène **(Ribéreau-Gayon, 1968)**. La coloration produite est proportionnelle à la quantité de polyphénols présente dans les extraits végétaux. Pour réaliser ce dosage, 0,2 mL de solution d'échantillon centrifugé et dilué (dans une solution tampon phosphate-citrate (Na_2HPO_4 à 66 mmol/L, KH_2PO_4

à 66 mmol/L, NaCl à 150 mmol/L) de pH 4) sont ajoutés à 1 mL du réactif de Folin (dilué dix fois dans l'eau distillée). Après agitation au vortex, 0,8 mL d'une solution de carbonate de sodium (75 g/L) sont additionnés. Le mélange est ensuite agité pendant 2 h à température ambiante ou 10 min à 60°C, à l'obscurité. Puis, l'absorbance de la solution est mesurée à 750 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV/Visible **(Shimadzu UV-1800, Japon)**. La mesure d'absorbance est réalisée contre une solution de référence ne contenant pas d'extraits de polyphénols mais ayant subi toutes les étapes du dosage. La courbe d'étalonnage est effectuée à partir de solutions d'acide gallique, à des concentrations de 0 à 100 mg/L. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent acide gallique (mg EAG) ou en teneur en polyphénols *P* par rapport à la matière sèche (MS) initiale de la matière première (g EAG /100 g MS).

$$P = \frac{C_1 * V_1}{m_g MS} * 100$$

Où : *C* est la concentration en polyphénols (g/L) ($C_1 = k.A$ avec *k* la pente de la droite d'étalonnage, *A* est l'absorbance à 750 nm ;

V_1 est le volume total du solvant d'extraction (L);

$m_g MS$ est la masse de matière sèche dans le produit (g).

IV.3.10. Dosage des flavonoïdes

Le contenu en flavonoïdes totaux a été déterminé en utilisant la méthode spectrophotométrique décrite par **Zhishen *et al.*, (1999)**. Un total de 250 µL de l'extrait a été mélangé à 1500 µL d'eau distillée, suivi de l'ajout de 85 µL d'une solution de nitrite de sodium à 5%. Après 5 min, 150 µL d'une solution de trichlorure d'aluminium à 10% ont été ajoutés et le mélange a été laissé au repos pendant 5 min supplémentaires, puis 500 µL de NaOH 1M et 765 µL d'eau distillée ont été ajoutés, et le mélange a finalement été agité. L'absorbance a été mesurée immédiatement à 510 nm à l'aide d'un spectrophotomètre Shimadzu UV-1800V. Les résultats ont été exprimés en équivalent quercétine par 100 g de matière sèche selon la courbe analytique de la quercétine. Pour la construction de la courbe d'étalonnage, une solution mère de quercétine de 1000 mg/L a été préparée ainsi qu'une série de solutions filles de 50, 100, 200, 500, et 1000 mg/L par dilutions en série de la solution mère. L'absorbance des solutions filles a été mesurée et tracée en fonction de leur concentration et l'équation linéaire obtenue par Excel a été utilisée pour la détermination de la concentration des flavonoïdes totaux des extraits.

IV.3.11. Analyse spectrale par infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

L'analyse par spectrophotométrie infrarouge permet de distinguer les bandes caractéristiques des principales fonctions chimiques d'un aliment ; il s'agit d'un outil indispensable au suivi des modifications chimiques induites. Ainsi, un échantillon irradié par un faisceau infrarouge subit des vibrations moléculaires et absorbe une partie de l'énergie incidente. Son spectre infrarouge présente donc des bandes d'absorption dont les fréquences sont caractéristiques en fonction de la nature chimique du composé.

L'appareil utilisé est un spectrophotomètre à Transformée de Fourier de marque Alpha de la maison Bruker. L'interprétation des spectres est effectué dans la zone **400-4000 Cm^{-1}** de nombre d'onde (**64** scans, résolution **1Cm^{-1}**).

IV.3.12. Determination du profil en acides gras par GC-MS

- **Méthylation des acides gras**

L'analyse en chromatographie en phase gazeuse et en UPC_2 des acides gras nécessite une dérivatisation des acides gras, afin d'augmenter leur volatilité **(Akoh and Min, 2002) (Belitz *et al.,* 2009)**. Pour cela, il faut préparer des esters méthyliques d'acides gras. Ainsi, le diéthyl éther ayant servi à recueillir les lipides dans les tubes de méthylation est évaporé grâce à de l'azote, et un mélange de KOH dans le MeOH 0,1M (KOH, Sigma Aldrich, Seelze, Allemagne) est ajouté aux échantillons, qui sont ensuite placés dans un bain-marie à 70°C pendant 1 heure. Après refroidissement, une solution de HCl 1,2M dans le MeOH est ajoutée, et les tubes sont de nouveau placés dans un bain-marie pendant 20 minutes, afin de permettre la formation des esters méthyliques d'acides gras. Après addition d'eau et d'hexane, les tubes sont placés en chambre froide pour séparation des phases, durant une nuit. La phase organique (hexane) est alors récupérée. Elle contient les esters méthyliques d'acides gras.

- **Conditions GC-MS**

Les analyses ont été réalisées sur un système de GC combiné à un détecteur sélectif de masse Chromatographe : Hewlett Packard Agilent 6890 plus Spectromètre de masse : Hewlett Packard Agilent 5973.

Injecteur:

- Température : 250°C ;
- Mode d'injection : Splitless ;
- Volume injecté : 1µl.

Colonne

- Type : HP-5MS ;
- Dimensions : long 30 m * D int 0.25 mm * épaisseur film 0.25 µm ;
- Phase stationnaire : 5% Phenyl 95% dimethylpolysiloxane. (Autre : Spécifier) ;

Température du four : 70°C pendant5 min, 10°C/min jusqu'à 130°C., isotherme pendant 2min, 3°C/min jusqu'à 220°C, isotherme pendant 4 min, 10°C/min jusqu'à 280°C., isotherme pendant 7 min.

- Durée d'analyse : 60 min
- Gaz vecteur : Hélium pureté : N6 ; Débit GV : 1ml/min

Détecteur de masse

- Mode d'analyse : Scan TIC(de 30à 550) ;
- Délai du solvant : 3.5min ;
- Température de l'interface: 270°C ;
- Type d'ionisation : Impact électronique ;
- Intensité du filament : 70 ev ;
- Type de l'analyseur de masse : Quadripôles ;
- Température de la source : 230°C.

Figure 7: Equipement de chromatographie phase gaz couplée à la spectroscopie de masse (GC-MS).

IV.4. Valorisation en cosmétique : Cas de la crème

La base de la préparation du crème antivieillissement est la transformation de l'huile en émulsion. Cette émulsion est le résultat d'un mélange d'une phase lipidique et d'une phase aqueuse, à une température d'environ 70°C. Pour mieux connaitre le bilan en matière, on a choisi le poids (gramme) des matières premières.

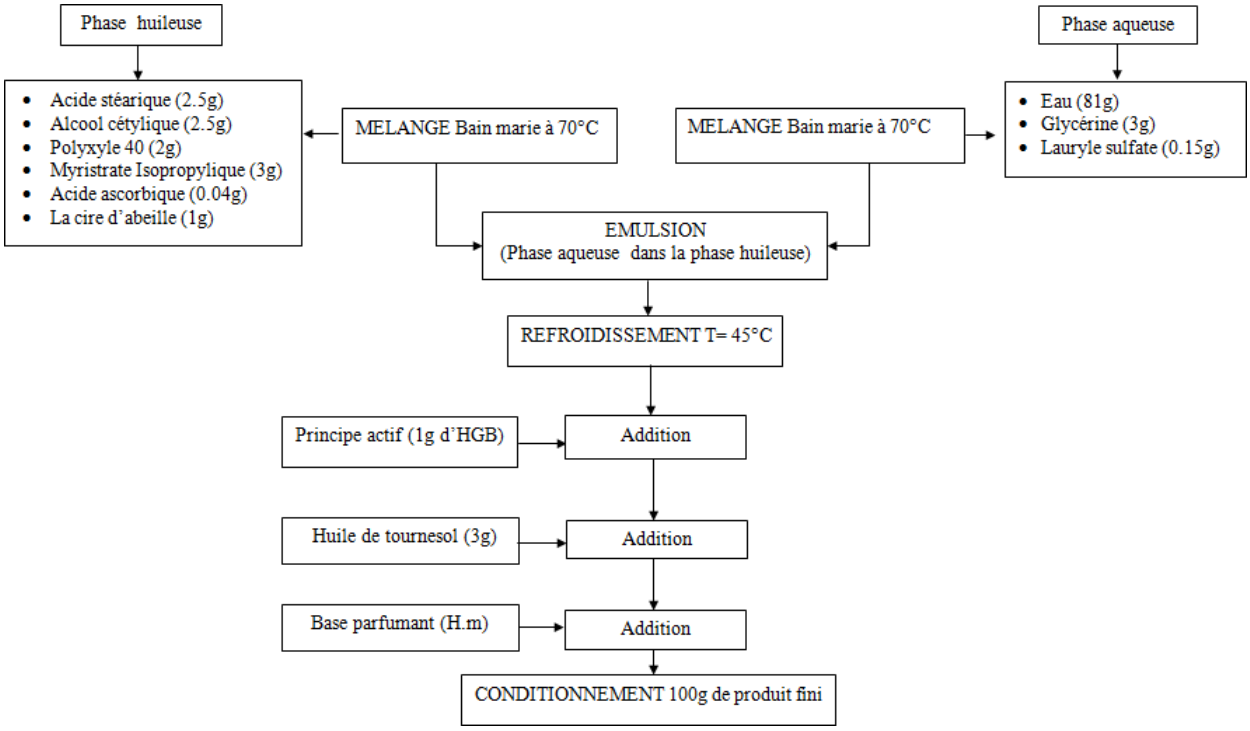


Figure 8: Procédé de fabrication de la crème pour visage à l'huile de germe de blé.

IV.4.1. Préparation de la phase huileuse

L'huile de germe de blé, la cire d'abeille, l'huile de tournesol et l'émulsifiant sont pesés et mélangés. Le mélange est chauffé jusqu'à une température à cœur d'environ 70°C dans un bain marie.

IV.4.2. Préparation de la phase aqueuse

L'eau, la glycérine et le Lauryle sulfate sont mélangés puis chauffés jusqu'à avoir une température à cœur d'environ 70°C dans un bain marie. On prend une petite quantité de ce mélange pour diluer l'agent gélifiant. Ensuite, la solution d'agent gélifiant sera versée que lors de l'émulsion des deux phases lipidique et aqueuse.

IV.4.3. Préparation de l'émulsion de type huile dans l'eau

La base de la préparation de la crème est la transformation de l'huile en émulsion par le mélangeur. Cette émulsion est le résultat d'un mélange d'une phase lipidique et d'une phase aqueuse, à une température d'environ 70°C. Pour faciliter la préparation de l'émulsion, il faut mélanger la phase aqueuse dans la phase lipidique pendant environ 45 min à 1h.

IV.4.4. Addition des Teinture mère, la Base parfumante et des conservateurs

Après l'émulsion des deux phases (aqueuse et lipidique) à 70°C, il faut laisser le mélange à 45°C avant d'ajouter la TM puis la BP et les conservateurs afin d'optimiser les effets attendus des ingrédients.

IV.4.5. Conditionnement

La crème pour visage est conditionnée dans des flacons en plastique stériles de couleur transparente, ayant une capacité d'environ 50 mL. Le flacon est hermétiquement fermé par et a été choisi pour éviter toute contamination secondaire (contamination par l'utilisateur du produit).

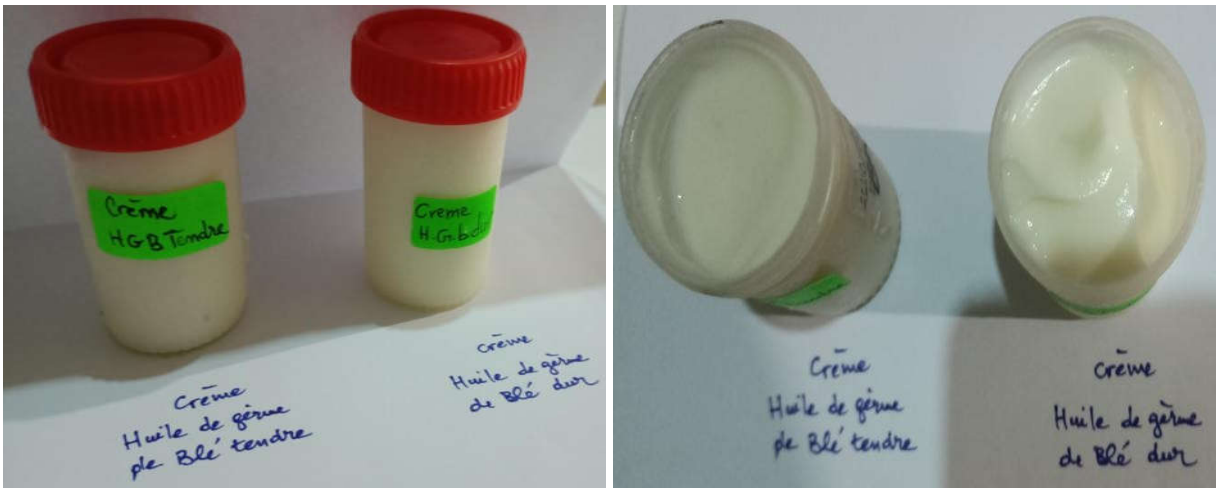


Figure 09 : Flacons contenant la crème pour visage à base de l'huile de germe de blé.

IV.4.6. Caractérisation rhéologique

Les mesures rhéologiques ont été réalisées aux fortes déformations pour caractériser les propriétés d'écoulement de la crème et aux faibles déformations et/ou contraintes pour caractériser leurs propriétés viscoélastiques. Le matériel utilisé est un rhéomètre à contrainte imposée AR 2000 (TA Instruments). Les échantillons ont été prélevés et déposés sur le plan métallique en titane du rhéomètre à la spatule. Ensuite, la mise de la géométrie à l'entrefer a été réalisée en mode exponentiel, *i.e.* la descente de la tête de mesure a été effectuée à vitesse exponentielle décroissante, dans le but de conserver l'intégrité de la structure des échantillons.

- ***Ecoulement***

La mesure d'écoulement a été réalisée à 25°C avec une géométrie cône acrylique (angle 0°59'37'', 40 mm de diamètre, 130 µm de troncature). Après avoir positionné le produit sur le plan inférieur du rhéomètre et la géométrie à son gap, le produit est laissé 2 min sans cisaillement pour se relaxer, puis une rampe continue croissante avec variation exponentielle du gradient de cisaillement de 0,01 à 1000 s^{-1} est effectuée en 150 s. Les données sont collectées à raison de 10

points par décade. Les courbes représentant l'évolution de la contrainte et de la viscosité en fonction du gradient de cisaillement sont obtenues. Les paramètres relevés au cours de cette expérience sont:

- les valeurs de contrainte (exprimée en Pa) ;
- les valeurs de viscosité (exprimée en Pa.s);

- ***Viscoélasticité en mode dynamique***

Les propriétés viscoélastiques de la crème ont été mesurées en mode dynamique par un test non destructif d'oscillations de faible amplitude. La géométrie utilisée est une géométrie cône-plan acrylique (angle 4°00'42'', 40 mm diamètre, 130 µm troncature). Après une période de repos à 25°C pendant 2 min une fois le produit mis en place dans l'entrefer de la géométrie, un balayage croissant en déformation, de 0,01 à 100% a été effectué à la fréquence de 1 rad/s (mode logarithmique, 10 points/décade). Cette mesure a permis d'obtenir les valeurs des modules G', G'' dans le domaine linéaire viscoélastique.

IV.4.7. Analyses sensorielles

L'analyse sensorielle est définie comme l'examen des propriétés organoleptiques d'un produit par les organes des sens. Cette discipline scientifique constitue ainsi un outil de mesure, fiable et indépendant, permettant d'étudier les caractéristiques d'un produit en conditions d'utilisation, de le décrire, de le classer ou de l'améliorer d'une façon extrêmement objective et rigoureuse.

Depuis quelques années, l'analyse sensorielle connaît un véritable essor notamment dans l'industrie cosmétique. En effet, l'innovation est un enjeu de taille pour les entreprises cosmétiques, dont l'objectif est d'identifier en amont du développement les critères spécifiques des produits qui vont attirer et fidéliser les consommateurs. Les produits, généralement sélectionnés par leur fonctionnalité ou leur promesse d'efficacité, vont aussi séduire leurs acheteurs par le plaisir qu'ils leur procurent. La préférence des consommateurs pour tel ou tel produit est souvent intimement liée aux caractéristiques sensorielles propres des produits (odeur, apparence, texture…). De nombreuses méthodes d'évaluation ont vu le jour et font l'objet de normes et d'ouvrages faisant aujourd'hui référence **(Laura, 2012)**.

- **Principe**

Afin d'étudier le point de vue des consommateurs, trente sujets féminins en bonne santé, âgées de 18 à 38 ans, sans maladie dermatologique apparente et avec des peaux sèches pour que

les crèmes peuvent être bien étalées, ont été sélectionnés et ont terminé l'étude croisée en double aveugle de deux semaines pour évaluer l'effet de deux crèmes différentes.

Il a été demandé aux sujets de faire une application au moins une fois par jour, après une période d'application de deux semaines.

Les sujets ont ensuite été répartis au hasard pour recevoir l'un des deux crèmes de l'étude à utiliser pendant deux semaines.

À la fin de la deuxième semaine d'étude, les sujets ont été invités à choisir leur crème préférée pour une utilisation continue pendant les deux dernières semaines de l'étude. Les volumes appropriés de la crème dans un emballage similaire ont été livrés aux demandeurs. Les auto-évaluations ont démontré les avantages pour les peaux après trois utilisations.

Les formulaires d'évaluation ont été remis aux consommatrices et leur avis a été pris en compte. Le questionnaire contenait de nombreuses questions. Les opinions des demandeurs ont été ensuite analysées

IV.5. Analyses statistiques

L'analyse statistique a été effectuée selon les méthodes standardes de l'analyse de variance à un critère (ANOVA I) en utilisant le programme informatique du logiciel XLSTAT 2014, après vérification préalable de l'homogénéité des variances et de la normalité des données à analyser. Le test de Fisher ainsi qu'un seuil de probabilité significatif de 5 % ont été utilisés.

Chapitre V : Résultats et discussions

V.1. Analyses physicochimiques de l'huile de germe de blé

Les résultats des analyses physicochimiques des huiles de germe de blé tendre et dur sont portés dans le tableau VII.

Tableau VII : Paramètres physicochimiques des huiles de germes de blés tendre et dur.

Paramètres	HGBT	HGBD
Rendement (%)	$12,72\pm1,01^{(c)}$	$8,19\pm0,98^{(c)}$
Couleur	Orange	Jaune ambrée
Aspect	Liquide/limpide	Liquide/limpide
Humidité (%)	$0,098\pm0,001^{(f)}$	$0,087\pm0,001^{(e)}$
Indice d'acide (mg KOH/g d'huile)	$3,34\pm0,11^{(e)}$	$3,36\pm0,12^{(d)}$
Indice de peroxyde ($MeqO_2$/Kg d'huile)	$11\pm0,94^{(c,d)}$	$10\pm0,85^{(c)}$
Indice de saponification (mg KOH /g d'huile)	$175,65\pm2,66^{(a)}$	$162,84\pm2,54^{(a)}$
Indice d'iode (g d'iode/100g d'huile)	$117\pm3,05^{(b)}$	$119\pm3,09^{(b)}$
Coefficient d'extinction K232	$10\pm0,33^{(d)}$	$10\pm0,34^{(c)}$
Coefficient d'extinction K270	$0,96\pm0,01^{(e,f)}$	$1,01\pm0,02^{(d,e)}$

- Le rendement de l'huile de germe de blé obtenue par Soxhlet est de 12.72% pour l'huile de germe de blé tendre et du 8.19% pour l'huile de germe du blé dur, et elle est de couleur orange pour huile de germe de blé tendre et de jaune ambrée pour l'huile de germe de blé dur. Ce rendement est élevé en comparaison aux résultats de **Dunford et Zhang, (2003)** et de **Mahmoud *et al.,* (2015)**, qui ont trouvé un rendement de l'ordre de 11% et de 7% - 10% respectivement. La différence de valeurs de rendement est peut-être due aux types de blé, la région et le tempsde la récolte. Les rendements variant d'une méthode d'extraction à une autre. Cette différence est expliquée par la diffusion du solvant dans le germe de blé ou par le nombre de cycles d'extraction et par la nature et la polarité des solvants utilisés pour l'extraction **(Naczk et Shahidi, 2004 ; Barroso *et al.,* 2014)**.

- La teneur en humidité de l'huile de germe de blé obtenue par extraction par l'hexane à froid est déterminée comme étant de 0,098 et 0,087% pour les deux huiles de germe de blé. Il a été démontré qu'il existe une différence entre les valeurs des deux échantillons d'huile. Ceci est probablement du à l'extraction des matières premières pendant les

conditions de stockage ou en raison des conditions d'extraction **(Dunford *et al.*, 1998)**. La teneur en eau du produit peut changer en fonction du système d'extraction et de l'humidité de la matière première **(Barnes, 1982 ; Irmak and Dunford, 2005)**.

- L'indice d'acide nous renseigne sur le taux d'acides gras libres existant dans l'huile donc c'est un indicateur de l'activité de la lipase ; il définit la qualité de l'huile et caractérise la pureté et la stabilité des huiles pendant le stockage. A travers les résultats d'indice d'acide obtenus lors de notre étude, on note que ces derniers sont de l'ordre de 3,34 et 3,36 (mg KOH/g d'huile), pour le germe de blé tendre et dur respectivement. Nos valeurs d'indice d'acide déterminées sont relativement inférieures à celles obtenues par (**Awad et *al.*, 2015)**, qui ont travaillé sur deux variétés de germe de blé le premier est Egyptienne et l'autre Tunisienne , ils ont trouvé respectivement les valeurs : 13,88 et 91,5 %. D'après les résultats trouvés, l'indice d'acide de nos huiles est très faible, ce qui leur confère une meilleure stabilité oxydative **(Chimi, 2005)**.

- La détermination de l'indice de peroxyde d'une huile permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire de l'huile par l'oxygène. Cet indice est lié aux conditions de conservation et aux modes d'extraction. Le tableau VII montre les résultats de l'indice de peroxyde des germes de blé étudiés exprimé en milliéquivalents d'oxygène active par kilogramme d'huile (meq O_2 kg d'huile). Les valeurs de l'indice de peroxyde trouvées pour les huiles de germe de blé tendre et dur respectivement sont de l'ordre de 11 et 10 (meq O_2/Kg). Les valeurs que nous avons obtenu sont comparables à celle de l'huile de soja 7.5 (meq O_2 /kg) **(Benites et *al.*, 2009)**, elle est par contre inférieur a celle de l'huile d'amande qui présente un indice de peroxyde maximum 13.3 (méq O_2 /kg) **(Lizette *et al.*, 2012)**, et inferieurs a celle de l'huile d'argan qui présente une valeur entre 15 et 20 (méq O_2 /kg) **(Kouidri, 2008)**. Certains auteurs, ayant analysé l'indice de peroxyde, ont trouvé des valeurs qui différent que les nôtres. Ces valeurs sont : 0,35 (méq O_2 /kg) **(Ramadan, 2008)** et 16,35 (méq O_2 /kg) **(Awad et *al.*, 2015)**.

- La valeur de l'indice de saponification est de 175.65 et 162.84 (mg KOH/g d'huile) de germe de blé tendre et dur indique également la présence d'acides gras insaturés à longue chaîne dans l'huile de germe. Cette valeur de saponification de cette huile a suggéré son utilisation potentielle dans la production de savon liquide et de shampooing **(Akbar *et al.*, 2009)**. Nos valeurs sont inférieures à celles obtenues par **(Arshad *et al.*, 2007)** qui sont de l'ordre de 207 (mg KOH/g d'huile), cela montre que l'huile est composée d'acides gras à longues chaînes carbonées.

- L'indice d'iode mesure la teneur en insaturation de l'échantillon d'huile. Un indice d'iode plus élevé indique un plus haut degré d'insaturation et par conséquent des indices de réfraction plus élevés. Pour cette étude, l'huile a montré une valeur élevée d'iode 117 et 119 (g d'iode/100g d'huile) pour l'huile de germe de blé tendre et dur respectivement, en raison de sa teneur élevée en acides gras insaturés tels que l'acide oléique et linoléique (Tableau VIII). Son indice d'iode la place dans le groupe des huiles semi-sèches. Cet indice d'iode suggère son utilisation dans la production de résine alkyde, de cirage et de vernis. Nos valeurs sont supérieures à celles de **(Arshad *et al.,* 2007)** qui sont de l'ordre de 107 (g d'iode/100g d'huile), cette valeur est assez faible donc cela signifie que l'huile de germe de blé est une huile faible en acide gras insaturés.
- Les valeurs des extinctions spécifiques en ultra-violet K_{232} et K_{270} sont obtenues pour l'huile de germe de blé des deux variétés est de 10 à K_{232} , et à K_{270} elle de 0.96 pour l'huile de germe de blé tendre et 1,01 pour l'huile de germe de blé dur. Nos valeurs obtenues sontsupérieures à celles trouvées par **Nahed et Enaam (2017)**, qui ont trouvé des valeurs de 5,10 pour K_{232} et inférieures à celle trouvées pour K_{270}nm qui est de 2,80. Les valeurs de l'extinction spécifique à K_{270}nm de l'huile des germes de blés sont les plus basses par rapport à d'autres huiles végétales, ce qui indique qu'elle contient plus d'antioxydants naturels et qu'elle a une teneur élevée en acide linoléique allant jusqu'à 68% **(Nahed et Enaam, 2017)**.

V.2. Métabolites secondaires de l'huile de germe de blé tendres

Les valeurs des métabolites secondaires des deux huiles de germes de blés tendre et dur sont présentées dans les figures 10 et 11.

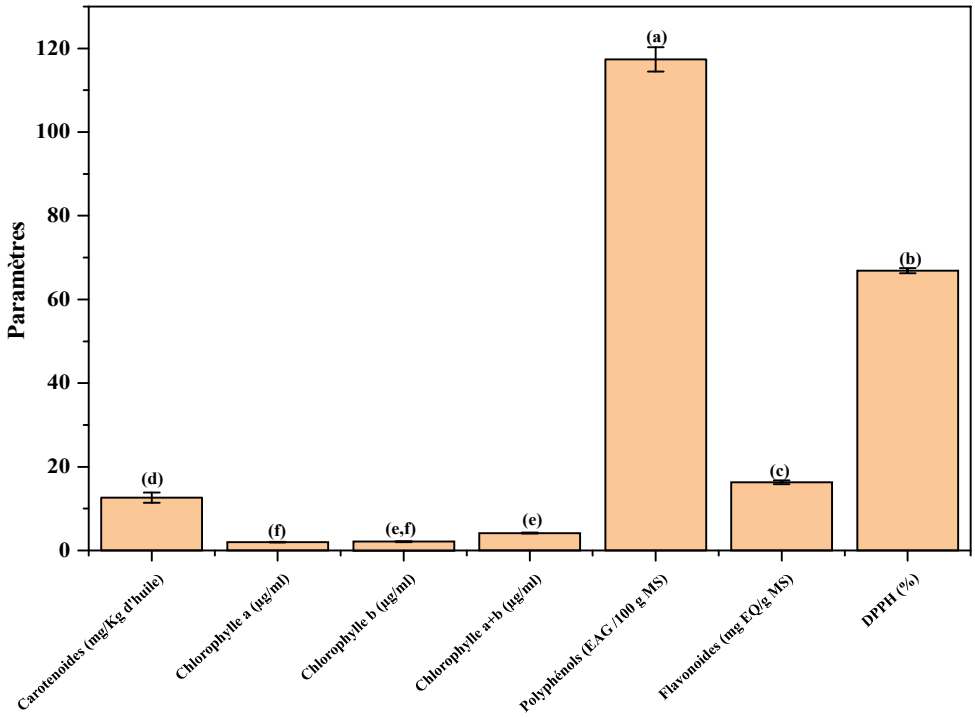


Figure 10: Métabolites secondaires d'huile de germe de blé tendre.

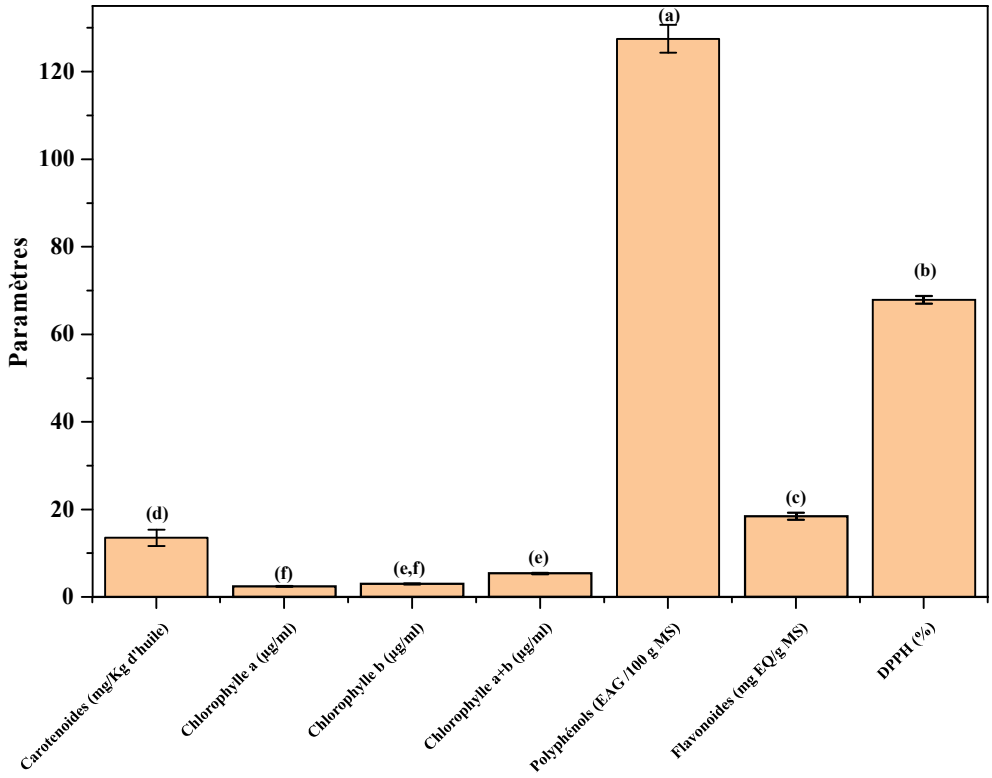


Figure 11: Métabolites secondaires d'huile de germe de blé dur.

V.2.1. Dosage des caroténoïdes

Les valeurs des caroténoïdes présentées dans la figure 10 et 11 égales à 12,63 et 13,46 (mg/Kg d'huile) pour l'huile de germe de blé tendre et dur respectivement. **Bowden et Moore (1933)**, ont cristallisé le pigment responsable de la couleur de l'huile de germe de blé et ont déterminé que le spectre était incident à la xanthophylle. La concentration de ce pigment était de 60 mg/kg dans l'huile. Plus tard, la xanthophylle, la lutéine et la cryptoxanthine ont été déterminées dans l'huile de germe de blé. Il est connu que les caroténoïdes dans l'huile de germe de blé impliquent 71-88% de xanthophylle, 2-17% des esters de xanthophylle et 10-12% de carotène. Dans une étude sur la détermination de la teneur totale en caroténoïdes de l'huile de germe de blé en mesurant la valeur d'absorbance spectrophotométrique à 440 nm, la teneur en caroténoïdes des huiles extraites en laboratoire s'est avérée plus élevée que celle des échantillons d'huiles commerciales. La raison de la faible teneur en caroténoïdes des huiles commerciales est l'oxydation qui se produit pendant le pressage ou le raffinage. Non seulement les caroténoïdes mais également les glycosides flavonoïdes contribuent à la couleur jaune du germe de blé **(Barnes, 1982, 1983)**. Les pigments végétaux tels que: les caroténoïdes sont des antioxydants efficaces capables d'éradiquer l'oxygène moléculaire singulet et les radicaux peroxyles. Ils peuvent jouer un rôle important dans le système de défense antioxydant du corps humain, car ils établissent une relation synergique avec d'autres antioxydants **(Stahl, 2003)**.

V.2.2. Dosage de la chlorophylle

Alors que les figures 10 et 11 montrent les valeurs de la chlorophylle dans l'huile de germe de blés. Il n'y avait pas de différence significative entre l'huile de germe de blé tendre et dur qui ont des valeurs de chlorophylles 4,17 et 5,39 (µg/mL) respectivement, la valeur la plus élevée est attribuée à l'huile de germe de blé dur. Nos valeurs obtenues sont supérieurs à celles obtenues par (**Nahed et Enaam, 2017)**, qui ont travaillé sur 17 types d'huiles végétales et qui ont trouvé une valeur de 1.794 (ppm) pour l'huile de germe de blé. Et ils ont conclu que les différences dans les valeurs de chlorophylle peuvent être dues aux différentes méthodes d'extraction.

V.2.3. Dosage des polyphénoles

Les teneurs en polyphénoles sont comprises entre 117.42 et 127.52 (EAG/100gMS) pour les deux huiles de germes de blés tendre et dur respectivement. Les composés phénoliques ont été rapportés comme étant les composés les plus significatifs avec une forte activité antioxydante dans le blé **(Dykes & Rooney, 2007)**. Nos valeurs obtenues au cours de cette étude sont supérieurs a celles de **(Nahed et Enaam, 2017)**, qui ont trouvé une valeur de 37,33 (mg /kg).

Jiang & Niu, (2011) ont rapporté que la teneur phénolique totale de l'huile de germe de blé obtenue par extraction de CO_2 supercritique et les méthodes d'extraction par solvant se sont avérées 8,64 µg EAG.mL^{-1} et 4,02 µg EAG.mL^{-1}, respectivement. **King, (1962)** a rapporté que le contenu phénolique dans le germe de blé était de 3,49 mg d'équivalent acide ferrulique équivalent g^{-1}.

Les composés phénoliques sont distribués dans les tissus et les cellules des plantes, et leur abondance dépend, entre autres, de l'espèce, de la partie de la plante utilisée, du stade de maturité et des heures de lumière. D'autre part, le profil et la quantité des composés phénoliques extraits des matrices végétales changent en fonction de l'espèce, du cultivar, du climat et d'autres facteurs. Le comportement antioxydant des composants phénoliques est lié à leur capacité à chélater les métaux, à inhiber la lipoxygénase et à capturer les radicaux libres. Ainsi, les composés phénoliques agissent comme antioxydants en retardant ou en empêchant l'auto-oxydation ou l'oxydation et la séquestration des radicaux libres, formant des composés plus stables qui ne peuvent pas subir d'oxydations ultérieures **(Shalaby, 2018)**.

V.2.4. Dosage des flavonoïdes

L'huile de germe de blé tendre représente une valeur de flavonoïdes de 16,36 (mEQ/gMS), elle est inférieur a celle de d'huile de germe de blé dur qui est de 18,44 (mEQ/gMS).

Les teneurs totales en flavonoïdes dans les échantillons d'huile de germe de blé étaient hautement proportionnelles aux teneurs en polyphénols totaux, ce qui signifie que lorsqu'il y avait une teneur plus élevée en polyphénols totaux, il y avait également une teneur plus élevée en flavonoïdes totaux. Nos résultats obtenus confirment ceux obtenus par **(Humna *et al.,* 2021)** qui ont trouvé une valeur des flavonoides de l'huile de germe de blé extraite par solvant (hexane) égale à 16,29 (mg CE/g). Plusieurs études ont rapporté les effets bénéfiques de l'huile de germe de blé sur divers aspects de la santé ; cependant, seules quelques études ont rapporté ses effets sur les marqueurs métaboliques **(Humna *et al.,* 2021)**. Il s'agit donc de la première étude qui a évalué les teneurs en polyphénols et en flavonoïdes de divers extraits de plantes médicinales approuvés par l'industrie alimentaire, en utilisant des solvants organiques et des extraits aqueux. Plusieurs études ont démontré que les contenus polyphénoliques et flavonoïdes sont liés à l'activité antioxydante **(Youn *et al.,* 2019 ; Akoo, 2019)**.

V.2.5. Activité antioxydante

Les teneurs de l'activité antioxydante des échantillons d'huile de germe de blé variaient entre 66,92 et 67,87%. Les composés antioxydants neutralisent les radicaux libres dans les

organismes vivants, protégeant ainsi les cellules ou facilitant le processus de renouvellement cellulaire **(Gök & Serteser, 2003)**. Les composés antioxydants réagissent avec les radicaux libres pour prévenir les dommages cellulaires et la progression des tumeurs dans les tissus et ils permettent une vie saine et de haute qualité dans laquelle les effets négatifs du vieillissement sont minimes **(Başer, 2002)**. L'activité antioxydante de l'huile de germe de blé a été largement étudiée dans la littérature. Il a été démontré que l'huile de germe de blé possède une activité antioxydante considérable. **Jiang & Niu (2011)** ont déterminé l'activité de piégeage des radicaux libres DPPH de l'huile de germe de blé et ont noté que la concentration de l'échantillon de 40 mg mL^{-1} était capable d'inhiber 96,08% des radicaux DPPH totaux. **Megahed *et al.*, (2011)** ont rapporté que 60% d'inhibition des radicaux libres a été atteint par le traitement avec 400 µg mL^{-1} de concentration d'huile de germe de blé. **Gelmez, (2008)** a testé la méthode d'extraction au dioxyde de carbone supercritique (SC-CO_2) assistée par ultrasons pour l'extraction des antioxydants du germe de blé grillé. Dans les résultats, l'activité antioxydante totale était 40-165 mg d'absorbeur DPPH g^{-1} de germe.

V.3. Analyse des huiles par spectroscopie Infrarouge à transformé de Fourrier (IRTF)

Les développements récents de la technologie infrarouge ont étendu son application dans la recherche alimentaire. Il est bien connu que chaque huile/graisse diffère en termes de composition, de longueur et de degré d'insaturation des acides gras ainsi que de leur position dans la chaîne **(Yang *et al.*, 2005)**. La technologie FT-IR a été un outil efficace dans l'étude des graisses et des huiles comestibles **(Vlachos *et al.*, 2006)**. Le spectre FT-IR de l'huile de germe de blé a été présenté dans la figure 12.

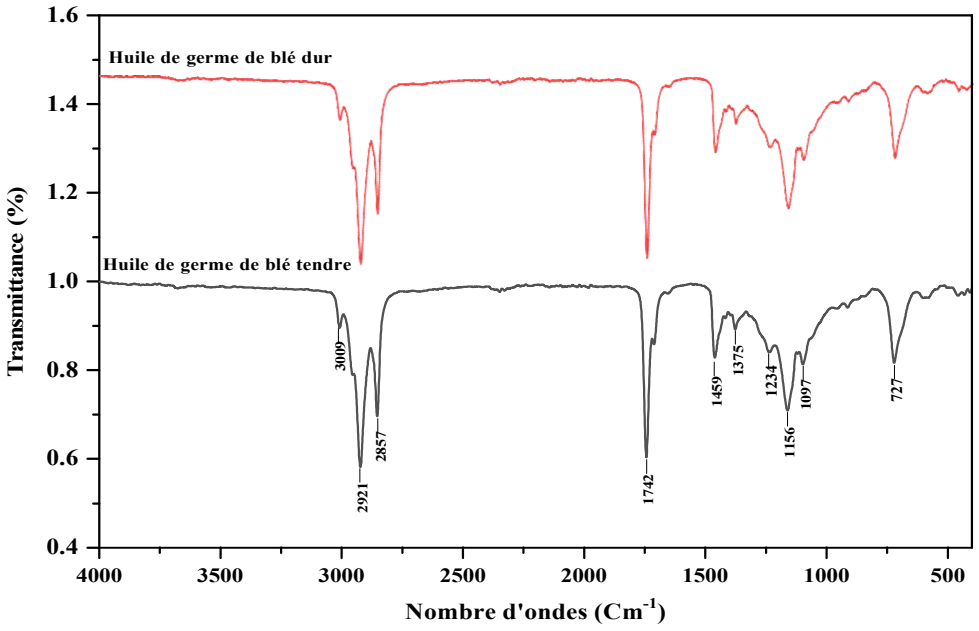


Figure 12: Spectres IRTF des huiles de germes de blés.

Les données ont montré que les triglycérides (TG) étaient le principal composant de l'huile de germe de blé. La forte bande d'absorption du groupe fonctionnel carbonyle ester de la TG (-C=O) se situait autour de 1742 Cm^{-1}. La vibration d'étirement des groupes fonctionnels -C-O est apparue à 1156 Cm^{-1} **(Vlachos *et al.,* 2006)**. Les vibrations d'étirement de $-CH_3$ et $-CH_2$ sont apparues à 3009-2921 et 2921-2857 Cm^{-1}, tandis que les vibrations de flexion ($-CH_2$) de ces groupes sont apparues à 1459-1375, 1375-1234 et 727 Cm^{-1}, respectivement **(Guillen and Cabo, 1997 ; Argyropoulou *et al.,* 2007 ; Tariq *et al.,* 2011)**. Une composition différente des huiles entraîne une absorbance différente dans le spectre FT-IR. Selon des rapports antérieurs, l'huile d'olive, qui contient une teneur plus élevée en acide oléique, présente une forte absorbance à 3006 Cm^{-1}, tandis que l'huile de tournesol et l'huile de soja, qui contiennent une teneur plus élevée en acide linoléique, présentent une forte absorbance à 3009 Cm^{-1}**(Yang *et al.,* 2005)**. L'huile de germe de blé a une teneur plus élevée en acide linoléique que l'huile de tournesol et l'huile de soja, de sorte que sa forte absorbance est apparue à 3009 Cm^{-1}. Le spectre FT-IR représente une empreinte digitale pour l'huile de germe de blé et peut être un outil analytique efficace pour déterminer l'adultération de l'huile de germe de blé avec des huiles végétales moins chères (comme l'huile de tournesol et l'huile de soja) **(Yang *et al.,* 2005)**.

V.4. Composition en acides gras des huiles de germe de blé

Les caractéristiques physiologiques et biologiques des huiles sont influencées par les types et les proportions des composants d'acides gras et leur position sur le radical glycérol, ainsi l'analyse stéréospécifique des acides gras dans le triacylglycérol a été considérée comme importante pour l'utilisation du lipide à des fins alimentaires et industrielles **(Yoon and Kim, 2003)**.

Tableau VIII : Profile en acides gras des huiles de germe de blé tendre et dur.

Acides gras	HGBT	HGBD
C14 Acide myristique	0,156	-
C15 Acide pentadecanoique	0,027	-
C16 Acide palmitique	0,662	9,490
C18:0 Acide stéarique	0,392	0,105
C18:1n-9t Acide trans-eliadique	0,066	0,045
C18:1 ω-9c Acide cis-oléique	26,516	17,904
C18:2 ω-6 Acide linoléique	49,504	67,245
C18:3 ω-3 Acide α-linolénique	22,719	4,909
C20 Acide arachidique	0,038	0,065
C20:1 ω-9 Acide gadoléique	0,029	0,069
C21 Acide heneicosylique	0,045	0,016
C22 Acide béhénique	0,026	0,070
C22:1 ω-9 Acide érucique	0,065	0,061
C24 Acide lignocérique	0,055	0,021
Total des acides gras saturés	1,401	9,767
Total des acides gras insaturés	98,901	90,233
Total des acides gras monoinsaturés	26,676	18,079
Total des acides gras polyinsaturés	72,223	72,154

Dans le profil des composants principaux, la détermination des compositions en acides gras de l'huile de germe de blé testée a été effectuée par GC-MS, Une caractéristique frappante des lipides du germe de blé était le niveau relativement élevé d'acides gras polyinsaturés (AGPI) en particulier l'acide gras linoléique qui a été estimé à des niveaux plus élevés (67,245 et 49,504%) respectivement pour l'huile de germe de blé dur et tendre (Tableau VIII), L'acide linoléique, l'acide gras essentiel, est l'un des acides gras polyinsaturés les plus importants dans l'alimentation humaine en raison de sa prévention des maladies cardiovasculaires, En ce qui concerne la question des acides gras, nos données sont en accord avec celles de **Ramadan *et al.*, (2008)**, qui montrent que la proportion d'acide linoléique suivie par l'acide oléique et l'acide palmitique sont les principaux acides gras, qui ensemble représentent plus de 94,639 g/100g du total identifié, Les compositions en acides gras de l'huile de germe de blé se comparent favorablement à celles rapportées pour certains oléagineux conventionnels comme le soja (C18:1, 25%, C18:2, 51%, C18:3, 9%) et le tournesol (C18:1, 17%, C18:2, 72%) **(Canvin, 1965)**, La teneur en acide oléique de l'huile de germe de blé est proche de la plupart des autres huiles végétales, comme l'huile de tournesol (23,6 %), l'huile de soja (24,9 %) ou l'huile de maïs (23,8 %), et peut donc servir de substitut à ces huiles, surtout en période de pénurie, L'analyse de la somme des AG montre que les acides gras monoinsaturés (AGMI) représentent18,23 et 27,93%

respectivement pour les deux huiles du total des acides gras présents dans l'échantillon, le C18:1 ω-9c étant responsable de la quasi-totalité de ce total, Ces résultats sont considérés comme très avantageux pour la santé car cette classe d'acides gras est responsable de la réduction du LDL et du cholestérol total, prévenant ainsi les crises cardiaques, la thrombose et active la teneur du sang en glucose soluble ; sa digestion est donc recommandée. Les acides gras linoléiques (appartenant aux oméga-6) et α-linoléniques (appartenant aux oméga-3) sont considérés comme essentiels, car ils ne peuvent pas être synthétisés par les mammifères et doivent être obtenus à partir de la nourriture, Les acides gras ω-6 et ω-3 sont nécessaires pour la croissance normale, la santé et le développement du corps **(Moreira and Mancini-Filho, 2004)**, Selon (**Ribarova *et al.*,2003)**, les acides gras polyinsaturés doivent représenter 10% de l'énergie totale ingérée pour une alimentation adéquate en ce qui concerne l'ingestion correcte de lipides, En outre, les acides gras de la famille oméga-3 peuvent avoir un effet positif dans le traitement de la dépression et de la schizophrénie **(Schram *et al.*, 2007)**, On pense généralement que la consommation de 18:2n-6 (acide linoléique) est capable de réduire le LDL et le cholestérol total, La présence de cet acide gras polyinsaturé dans l'huile de germe devrait conférer une propriété de semi-séchage et peut être utilisée dans les industries de revêtement de surface, Plusieurs études scientifiques ont montré que les acides gras ω3 ont des effets bénéfiques sur la réduction du risque de maladies coronariennes, Il a également été suggéré que le rapport ω3/ω6 de 10 ou moins entraîne une réduction du risque de maladies coronariennes mortelles **(Dunford and Zhang, 2003)**, L'huile de germe de blé a également une teneur très élevée en acides gras insaturés et polyinsaturés et un excellent rapport d'acides gras $\frac{\omega_3}{\omega_6}$ $(\frac{1}{17} ; \frac{1}{2,3})$ respectivement pour les deux huiles, Le acides gras saturés trouvés dans l'échantillon étaient 14:0, 15:0, 16:0, 18:0, 20:0 et 21:0, et leur somme était de 9,767 et 0,347% respectivement pour les deux huiles de germe de blé. Le rapport entre les acides gras saturés et les acides gras insaturés (S:U), un critère couramment utilisé pour décrire la valeur nutritionnelle des graisses était faible pour l'huile de germe de blé (0,24), ce qui indique son potentiel en tant que source alternative d'alimentation à base d'huile comestible, Étant donné que les huiles riches en AGPI et en composants mineurs sont nécessaires aux activités physiologiques normales, le mélange de l'huile de germe de blé avec d'autres huiles comestibles peut être utile, L'huile de germe de blé peut être mélangée à d'autres huiles comestibles dans les pays producteurs de blé afin de fournir des avantages pour la santé.

V.5. Analyses rhéologiques

V.5.1. Viscoélasticité

Les différents paramètres de la viscoélasticité des deux huiles sont représentés par les Figure 13 et 14.

D'après les résultats obtenus, le balayage en amplitude permet de déterminer les limites du domaine linéaire de viscoélasticité (DLVE), domaine qui ne provoque pas la perte des interactions responsables du caractère solide des échantillons, Dans ce domaine, les modules G' et G'' sont indépendants de la sollicitation (Figure 13 et 14), Pour ces mesures, une déformation (ou contrainte) sinusoïdale d'amplitude croissante est imposée à une fréquence (1rd/s) et à une température constantes (25°C), La fin du domaine linéaire peut être déterminée comme la contrainte pour laquelle le module élastique a perdu 10 % de sa valeur au plateau **(Seema *et al.*, 2017)**. Cette contrainte critique permet d'évaluer un seuil d'écoulement,

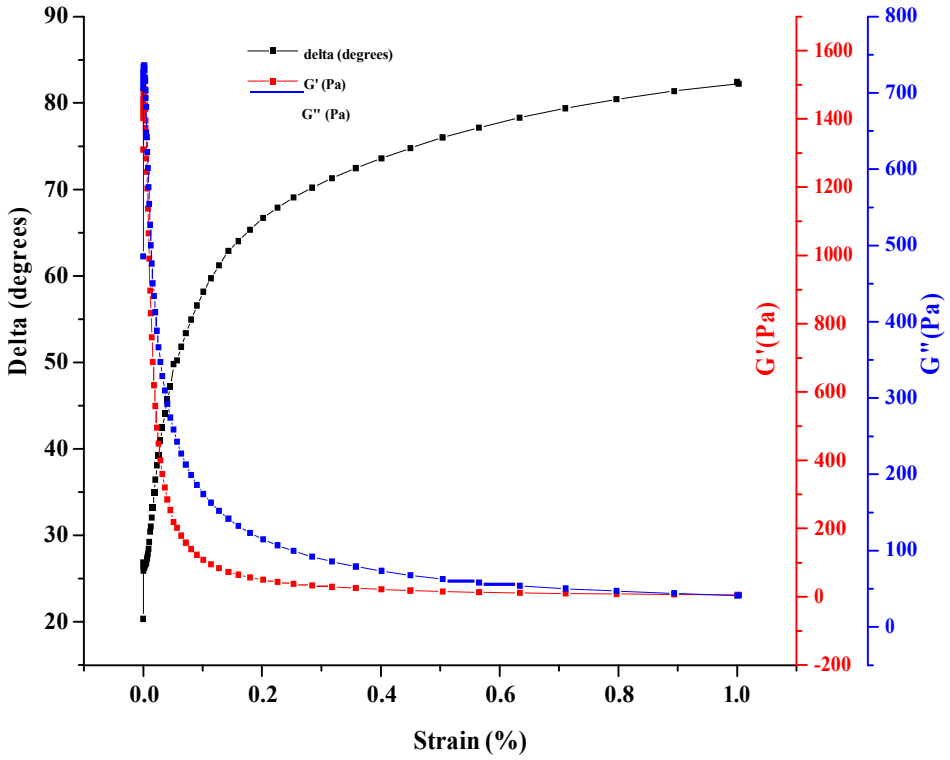


Figure 13: Evolution du module de conservation (élastique) G' et le module de perte (visqueux) G'' en fonction de la contrainte oscillante obtenus pour la crème à base de l'huile de germe de blé dur.

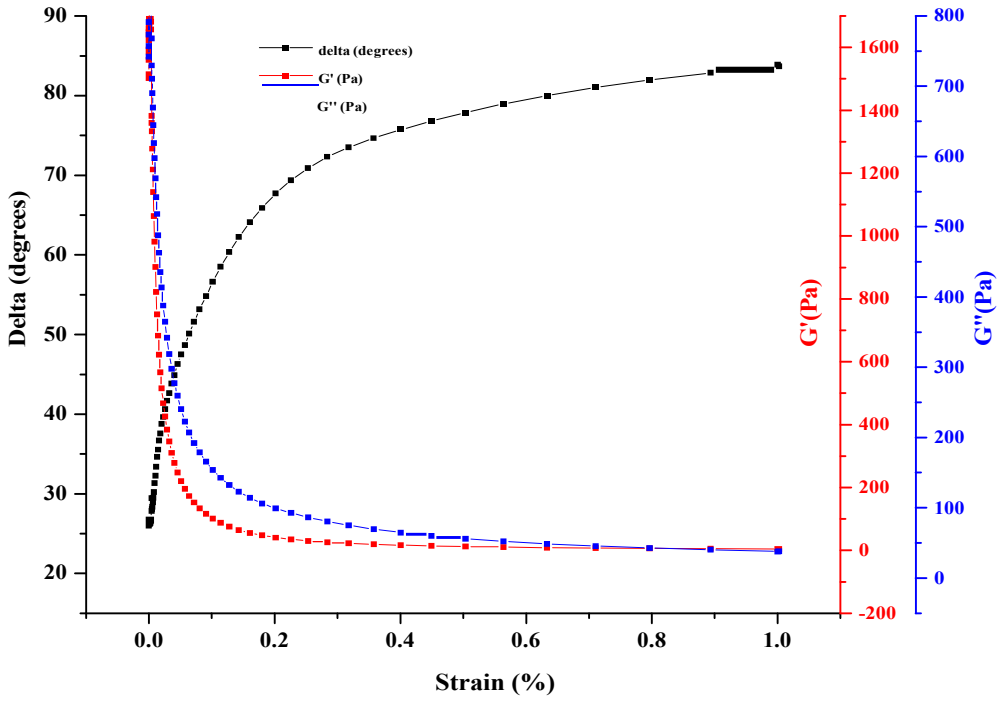


Figure 14: Evolution du module de conservation (élastique) G' et le module de perte (visqueux) G'' en fonction de la contrainte oscillante obtenus pour la crème à base de l'huile de germe de blé tendre.

Au cours du balayage en déformation, le module G' reste constant jusqu'à une certaine valeur de déformation (ou contrainte), Au-delà, le module devient dépendant de la déformation et commence à diminuer, Ce phénomène peut être interprété comme la conséquence de premières ruptures au sein des crèmes, On note l'absence des valeurs des modules élastique et visqueux, de la déformation et de la contrainte correspondant au croisement des courbes G' et G'', qui correspondent à une perte des propriétés viscoélastiques et à la transition vers le processus d'écoulement du produit,

L'analyse de ces courbes (spectres mécaniques) donne de nombreuses informations sur les caractéristiques physiques des crèmes, Des temps de relaxation (fréquences particulières pour laquelle la courbe G' atteint un maximum en même temps que la courbe G'' passe par un point d'inflexion) peuvent être déterminés, Ils correspondent aux temps que mettent les interactions à se régénérer après la perturbation oscillatoire, Plus les temps de relaxation sont courts, plus les interactions sont fortes, donc plus la crème est élastique.

V.5.2. Propriétés d'écoulement

Les propriétés d'écoulement des crèmes sont obtenues en régime permanent, lorsque la géométrie effectue des mouvements rotatoires dans une seule direction dans le milieu étudié, Les

propriétés d'écoulement des crèmes sont parmi les plus importantes, car elles permettent de caractériser le produit mais également d'anticiper le comportement physique des crèmes, que ce soit lors des différentes étapes de fabrication en usine, lors de la mise en packaging ou encore lors de leur utilisation **(Utane *et al.*, 2017)**.

Le comportement le plus fréquemment rencontré pour les émulsions de types crèmes est le comportement rhéofluidifiant ou viscoplastique, permettant notamment de faciliter leur application sur les peaux, Ces caractéristiques correspondent à une rhéologie particulière des crèmes, définies et optimisées lors de la formulation ; elles donnent ainsi des informations intéressantes sur les propriétés d'écoulement du produit, qui affectent par exemple la façon dont le technicien doit pomper le produit en usine ou encore l'impression sensorielle perçue par le consommateur lorsqu'il utilisera le produit **(Vijayalakshmi *et al.*, 2018)**.

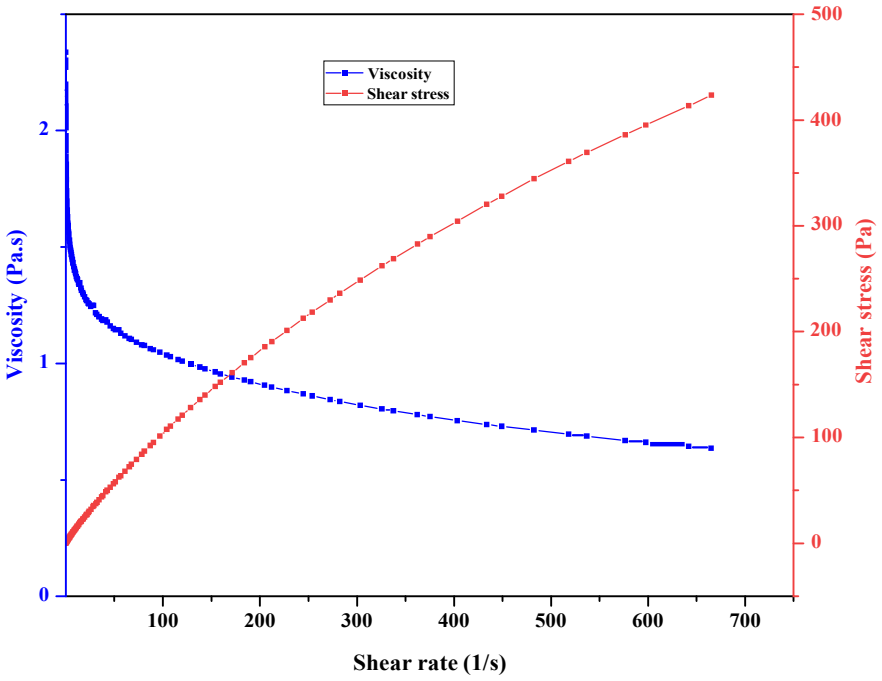


Figure 15: Mesure de la viscosité pour la crème à base de l'huile de germe de blé dur,

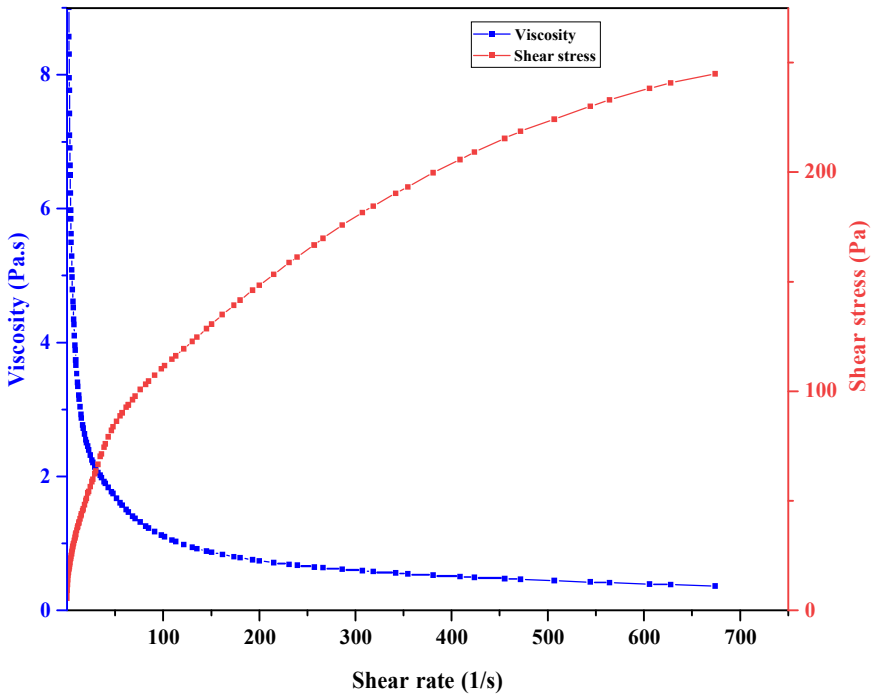


Figure 16: Mesure de la viscosité pour la crème
à base de l'huile de germe de blé tendre,

La viscosité et les propriétés rhéologiques jouent un rôle important pour les crèmes semi-solides, elles peuvent influencer de nombreux attributs du produit, tels que sa durée de conservation, sa beauté, sa transparence, sa facilité de retrait de l'emballage, son expansion et sa consistance **(Laura, 2012)**.

Les données montrent que la viscosité de la crème diminue avec l'augmentation du taux de cisaillement, les formulations de crèmes sont donc de nature pseudo-plastique, ce comportement est un attribut souhaitable dans les crèmes, Cette propriété favorable facilite l'étalement des crèmes sur les peaux.

Les propriétés rhéologiques de ces deux formulations ont montré une viscosité appropriée qui est réduite en fonction du taux de cisaillement, Cela signifie que les crèmes sortent facilement du récipient, Dans les deux rhéogrammes, la courbe descendante est située à gauche de la courbe ascendante, cela signifie que la propriété de thixotropie est dominante, car après l'arrêt de la contrainte, il faut un certain temps pour que les crèmes récupèrent leur viscosité, Plus la taille de la surface sous le graphique de thixotropie est grande, plus la propriété de thixotropie est importante, en d'autres termes, après l'arrêt de la contrainte, le système met plus de temps à récupérer sa viscosité.

V.6. Analyses sensorielles

Les résultats obtenus au cours des analyses sensorielles sont portés dans le tableau IX.

Tableau IX: Résultats des analyses sensorielles.

	Crème de visage avec de l'huile de germe de blé tendre				**Crème de visage avec de l'huile de germe de blé dur**			
	Ø	+	+ +	+ + +	**Ø**	+	+ +	+ + +
Facilité à étaler sur la peau	0	0	0	12	0	0	0	12
Douceur	0	0	3	9	0	0	2	10
Brilliance	0	1	11	0	0	0	7	5
Démangeaisons	12	0	0	0	12	0	0	0
Sécheresse du visage	7	0	5	0	12	0	0	0
Absence d'électricité statique	9	3	0	0	9	2	0	1
Facilité à incorporer dans la peau	0	1	4	7	0	0	4	8
Homogénéité	0	0	0	12	0	0	4	8
Viscosité	0	0	7	5	0	0	10	2
Odeur	1	5	5	1	0	2	7	3
Couleur	0	0	2	10	0	0	0	12
Parfum	3	6	3	0	0	7	4	1
Onctuosité	7	3	1	1	0	1	3	8

Ø: pas du tout, (+): un peu, (+ +): bien, (+ + +): très bien.

L'évaluation des propriétés sensorielles d'une crème cosmétique de visage n'est pas facile car elles dépendent de l'opinion du consommateur, qui dépend également des formulations utilisées précédemment, de ses attentes vis-à-vis du nouvelle crème et des nouveaux changements qu'il ressent dans leurs peau, Il faut noter que les peaux de visage doivent être douces, brillantes, lisses, glissantes et faciles à étaler la crème la dessus, qu'ils soient huileuses ou sèches, D'autres propriétés sont également la couleur, l'odeur et les propriétés physico-chimiques qui peuvent être utilisées pour la comparaison lorsque les consommateurs ont été interrogés sur les propriétés des peaux telles que la facilité d'étalement, la pénétration rapide, la sensibilité…,**(Trüeb *et al.,* 2005)**.

Dans notre étude, il a été démontré qu'à peu près 60% des candidates étaient satisfaites du confort et de la douceur de la crème étalée sur les visages et de l'absence d'électricité statique dans leurs peau, Dans cette étude, le conditionnement des peaux a été démontré, en raison de l'existence des huiles des germes et leur richesse en caroténoïdes et vitamine E, Elle a également montré que nos échantillons produisent une onctuosité satisfaisante et tous les consommateurs

l'ont montré dans leurs questionnaires et cela est également dû aux huile de germe de blé dans les ingrédients, Sur la base de cette étude et d'autres, il est apparu que l'utilisation d'une crème à base de l'huile de germe de blé est meilleure qu'une crème synthétique **(Cerchiaraa *et al.,* 2010)**, Certaines crèmes contiennent un volume élevé d'huiles et éliminent plus de 80 % de sécheresse des peaux, mais l'utilisation de crèmes à base des huiles alimentaires ne pose pas ce problème, Il est recommandé d'utiliser des huiles naturelles de plantes comme l'huile de germe de blé plutôt que des produits chimiques, car les crèmes à base des huiles des plantes sont plus sûrs et plus saines **(Mainkar *et al.,* 2001)**.

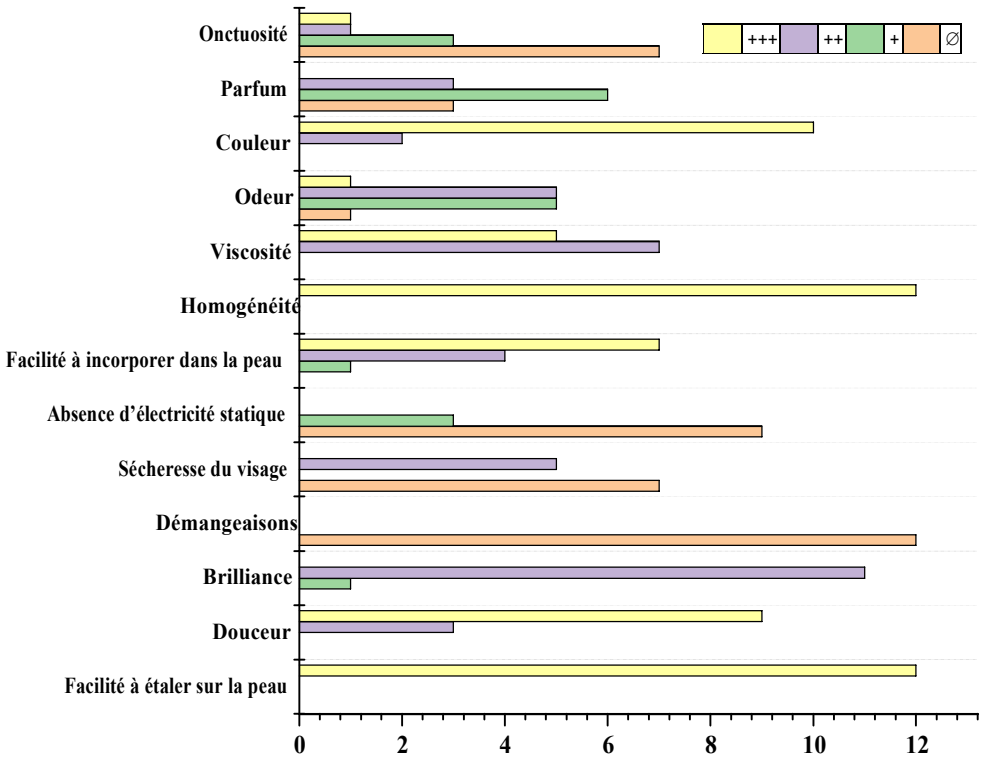


Figure 17: Histogramme présentant l'effet de la crème à base de l'huile de germe de blé tendre.

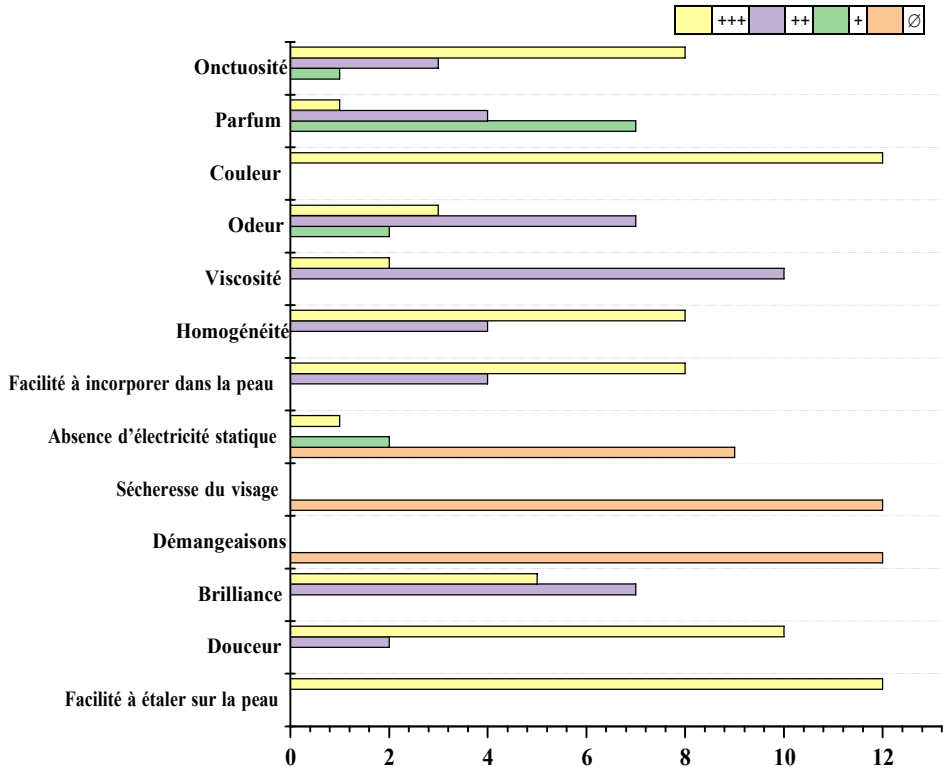


Figure 18: Histogramme présentant l'effet de la crème à base de l'huile de germe de blé dur.

Conclusion et perspectives

Le germe de blé est largement reconnu comme une matière première nutritive à incorporer comme ingrédient alimentaire et pour la production d'huile de germe de blé (10 à 15 %). C'est un sous-produit nutritif du processus de mouture et une source naturelle de nutriments hautement concentrés.

Les travaux de caractérisation physicochimiques effectués sur l'huile de germe de blé extraite par solvant ont permis de définir certaines de ses propriétés. Le rendement d'extraction qui peut aller jusqu'à 12,72%. Les indices chimiques trouvés dans cette étude sont conforme à la norme en général, Ainsi, l'huile de germe de blé est classée dans les huiles semi-siccatives et que peut être qualifiée d'huile légère puisqu'elle a une densité relative inférieure à celle de l'eau.

Les caractéristiques et la composition de l'huile de germe de blé ont été examinées dans ce travail. Elle contient des composants volatils qui peuvent être responsables de la saveur et donc de la préférence des consommateurs. Bien qu'elle contienne des acides gras insaturés, l'huile de germe de blé est stable grâce à sa teneur en caroténoïdes (12,63-13,46 mg/Kg d'huile) d'où elle tire sa couleur.

La composition des polyphénols totaux et des flavonoïdes dans les deux types de l'huile de germe de blé a donné que ces huiles contiennent des quantités considérables de polyphénols totaux. Le pouvoir antioxydant révèle que les huiles étudiées possèdent une activité antiradicalaire du piégeage DPPH très importante (très forte). Différents facteurs peuvent influencer la valeur des composés naturels présents dans l'huile, les méthodes de conservation et de stockage, le mode de culture du grain, l'environnement, l'exposition à la chaleur et à la lumière, les méthodes d'extraction et le solvant utilisé peuvent varier et affecter le rendement et la valeur des huiles extraites.

L'acide gras le plus abondant est l'acide linoléique qui compose 49,50-67,24% des triglycérides totaux, suivi par l'acide oléique (18:1) et l'acide linolénique (C18 :3). L'huile est utilisée en médecine, en cosmétique, en agriculture et dans l'industrie alimentaire.

Les essais de valorisation de l'huile de germe de blé en cosmétique ont porté sur l'élaboration d'une crème de visage. Son mise au point à été fait par émulsion. Cette dernière est effectuée sur la phase lipidique et phase aqueuse préalablement pesées. .Les analyses rhéologiques et sensorielles effectuées sur le produit fini sont satisfaisantes et traduisent une bonne conduite de l'émulsion des deux phases lipidique et aqueuse.

En perspective et vu l'importance de l'huile de germe de blé, cette dernière doit donc être incorporée dans l'alimentation humaine pour satisfaire les besoins vitaux. Même si nous ne produisons qu'une quantité insuffisante de blé d'autant plus que nous importons une quantité très importante, donc il faudrait mettre au point une machine capable d'extraire l'huile de germe de blé sans faire appel à des produits chimiques. De ce fait, on peut incorporer l'huile de germe de blé dans l'alimentation humaine et bénéficier par la suite de tous ces vertus thérapeutiques.

Il est intéressant aussi d'étendre nos recherches à d'autres variétés et d'autres espèces de céréales et d'effectuer d'autres études basées sur des techniques de recherche avancées afin d'améliorer la qualité phytochimique et de produire des biopesticides à base de l'huile de germe de blé pour la lutte biologique contre les insectes.

Il est utile aussi, de lancer des travaux de recherche supplémentaires qui sont nécessaires afin de tirer le meilleur parti de cet important sous-produit pour identifier et développer des nutraceutiques et des aliments fonctionnels potentiels. De telles études peuvent inclure l'isolation et la purification de bioactifs purs à partir de l'huile de germe de blé et des études biologiques systématiques in vitro et in vivo utilisant ces composés.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Adrain, J. (1996). Composition et valeur nutrionnelle du pain .In: Guinet R., Godon B., 1996. La panification française. paris, Lavoisier, p.p .481-489. (Collection sciences et technique agroalimentaires).

Afnor, (2009a). Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité. *dans*: NF EN ISO 660.

Ahmed, F. L., Rezq, A. A., & Attia, A. R. M. (2010). Additional effect of defatted wheat germ protein isolate on nutritional value and functional properties of yogurts and biscuits. *Australian journal of basic and applied sciences*, *4*(8), 3139-3147.

Akbar, E., Yakoob, Z., Kamarudin, S.K., Ismail, M. and Salimon, J. (2009). Characteristic and Composition of *Jatropha curcas* Oil Seed from Malaysia and Its Potential as Biodiesel Feedstock. *European Journal of Scientific Research*,**29**, 396-403.

Akoh, C.C., and Min, D.B. (2002). Food lipids: chemistry, nutrition, and biochemistry (New York: M. Dekker).

Akool, E. S. (2019). Molecular Mechanisms of the Protective Role of Wheat Germ Oil Against Oxidative Stress–Induced Liver Disease. In *Dietary Interventions in Liver Disease* (pp. 233-238). Academic Press.

Antoine C., Lullien-Pellerin V., Abecassis J. &Rouau X. (2002). Nutritional interest of the wheat seed aleurone layer. *Sciences Des Aliments* 22: 545-556.

Argyropoulou, C., Daferera, D., Tarantilis, P., Fasseas, C. and Polissiou, M. (2007). Chemical composition of the essential oil from leaves of Lippia citriodora HBK (Verbenaceae) at two developmental stages. *Biochemical Systematics and Ecology*, 35(12): 831–837.

Arnaud, P., & Gausthiers, R. (1985). Cours de chimie organique,© Bordas.

Arshad, M. U., Zakir, S., Anjum, F. M., Zahoor, T., & Nawaz, H. (2008). Nutritive value of cookies containing wheat germ oil. *Pak J Life Soc Sci*, *6*, 127-134.

Asenstrofer R E, Wang Y, Mares D J. (2006). Chemical structure of flavonoid compounds in wheat (Triticum aestivum L.) flour that contribute to the yellow colour of Asian alkaline noodles. J Cereal Sci 43:108–119.

Awad, M. I., & Ohsaka, T. (2015). Fractional determination of peracetic acid and hydrogen peroxide at deposited gold enriched in the Au(1 1 1) domain. Sensors and Actuators B: Chemical, 221, 1335–1341. doi:10.1016/j.snb.2015.07.094.

Baldy, C., (1974). Contributions à l'étude fréquentielle des conditions climatiques. Leurs influences sur la production des principales zones céréalières d'Algérie. Doc. Projet Céréale.152 p.

Barnes, P. J. (1982). Lipid composition of wheat germ and wheat germ oil. *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, *84*(7), 256-269.

Barnes, P. J. (1983). Lipids in cereal technology. Academic Press Inc. Ltd., London (UK).

Barrosoa, M.R., Barros, L., Dueñas, M., Carvalho, A.M., Santos, B.C., Fernandes, I.P., Barreiro, M.F. et Ferreira, I.C.F.R. (2014). Exploring the antioxidant potential of Helichrysum stoechas (L.) Moench phenolic compounds for cosmetic applications: Chemical characterization, microencapsulation and incorporation into a moisturizer. Ind Crops Prod 53, 330–336.

Başer K H C. (2002). Fonksiyonel gıdalar ve nutrasötikler. Proceedings of the 14. Bitkisel İlaç Hammaddeleri Toplantısı, 29-31 Mayıs 2002, Eskişehir, Türkiye.

Bebba S. (2011). Essai de comportement de deux variété de blé dur (*Tritucumdurum*L.var.Carioca et Vitron) conduite sous palmier dattier au niveau de la région de Ouargla. Mémoire d'Ingénieur d'État en Agronomie Saharienne, Université KasdiMerbah – Ouargla. 71p.

Belitz, H.D., Grosch, W. and Schieberle, P. (2009). Food Chemistry. 4th Edition, Springer-Verlag, Berlin, 1070 p.

Benderradji L. (2013).Sélection in vitro pour la tolérance aux stress salin et thermique chez blé tendre. Mémoire doctorat, université Constantine. 143p.

Bengriche T. &Tiliouine N. (2017). Analyses physico-chimiques et technologiques des farines issues du moulin de « Baghlia » Mémoire de master, *Univ M'Hamed BougaraBoumerdès,* 36p.

Benhania Z. (2013). Etude de la fabrication de la farine et contrôle de sa qualité. Mémoire de master*, UnivKasdiMerbah Ouargla*, 52p.

Benites C., Cardenas V., Reis S., Oliveira A. (2009). Physiochemical characterization of soybean oil deodorizer distillate, Chemical Engineering Transactions, 17, 903-908.

Benseddik S. (2017). Evaluation de la qualité technologique et physico - chimique des farines produites par les différentes minoteries de la wilaya de Tlemcen. Mémoire de master. *Univ Abou BekrBelkaid*, 65p.

Berger, M. (1982). Les lipides du ble tendre. I.-etat actuel de nos connaissances.

Bilgiçli, N., Elgün, A., Herken, E. N., Ertaş, N., &İbanogˇlu, Ş. (2006). Effect of wheat germ/bran addition on the chemical, nutritional and sensory quality of tarhana, a fermented wheat flour-yoghurt product. *Journal of Food Engineering*, *77*(3), 680-686.

Boussetta, N. (2010). Intensification de l'extraction des polyphénols par électro technologies pour la valorisation des marcs de Champagne. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, Compiègne, France, pp 255.

Bouzerzour H. & Benmahammed A. (1994). Environmental factors limiting barley grain yield in the high plateau of eastern Algeria. *Rachis* 7, 11-14.

Bouzerzour, H., &Oudina, M. (1989). Associations de certains caractères morphologiques au rendement grain chez le blé dur (Triticumdurum) Desf. en conditions semi arides.

Bowden F. P., Moore, T. (1933). Absorption spectrum of the vitamin E fraction of wheat-germ oil. Nature, 132, 204-205.

Brandolini, A., & Hidalgo, A. (2012). Wheat germ: not only a by-product. *International journal of food sciences and nutrition*, *63*(sup1), 71-74.

Canvin, D, T. (1965). The Effect of Temperature on the Oil Content and Fatty Acid Composition of the Oils from Several Oil-Seed Crops, *Canadian Journal of Botany*, **43**, 63-65.

Cerchiaraa T, Chidichimo G, Ragusa MI. (2010). Characterization and utilization of Spanish Broom (Spartium junceum L.) seed oil. Ind. Crops Prod., 31: 423-426.

Chellali B. (2007). Marché mondial des céréales : L'Algérie assure sa sécurité alimentaire. http://www.lemaghrebdz.com/admin/folder01/une.pdf

Chimi, H. (2005). Comparative preservation: Argan oil and olive oil. Cahiers Agriculture, 14, 467e471.

Clément J.M. (1981). Dictionnaire Larousse Agricole. Librairie Larousse. ISBN 2-03-514301-2: 1207p.

Cornell, H. (2003). Bread Making, Improving Quality. *Woodhead Publishing Series*

Daniels N. W. R., Frazier P. J. & Wood P. S. (1971). Flour lipids and dough development. *Bakers Digest* 45(4), 20.

Djermoun A. (2009). La production céréalière en Algérie : les principales caractéristiques. *Revue Nature et Technologie* 1, 45-53

Dunford, N. T., & Zhang, M. (2003). Pressurized solvent extraction of wheat germ oil. *Food Research International*, *36*(9-10), 905-909.

Dunforda, N. T., Goto, M., & Temelli, F. (1998). Modeling of oil extraction with supercritical CO_2 from Atlantic mackerel (Scomber scombrus) at different moisture contents. *The Journal of supercritical fluids*, *13*(1-3), 303-309.

Dykes L & Rooney L W. (2007). Phenolic compounds in cereal grains and their health benefits. *Cereal Foods World* **52**: 105-111.

Eisenmenger, M. et Dunford, N.T. (2008). Bioactive components of commercial and supercritical carbon dioxide processed wheat germ oil. *JAOCS*, 85, 55-61.

Eliard L.J. (1979). Manuel d'agriculture générale. Base de la production végétale 5éd .Paris

Evers A. D., Blakeney A. B. & O'Brien L. (1999). Cereal structure and composition. *Australian Journal of Agricultural Research* 50, 629-650.

Evers, T., & Millar, S. (2002). Cereal grain structure and development: some implications for quality. *Journal of cereal science*, *36*(3), 261-284.

FAO state., (2021). *www.FAOstate.com*.

Farooq, U., Akram, K., Akram, K., Hayat, Z., Shafi, A., Sarfarz, F.& Hakim, A. (2021). Fatty acid profile and bio-efficacy of wheat germ oil in hyperlipidemic rabbits. *Pakistan Journal of Agricultural Sciences*, *58*(2).

Favier, J.C., Ripert, J., Toque, C. et Feinberg, M. (1995). Répertoire général des aliments, table de composition. 2 éme édition. Ed ; *Tec et Doc. Lavoisier*. Paris.897 pages.

Feillet, P. (2000). *Le grain de blé: composition et utilisation*. Editions Quae.

Fellahi Z. (2017). Analyse génétique d'un croissement line x testeur, réponse à la sélection et tolérance des stress du blé tendre (*Triticumaestivum*L.) sous condition semi-aride, thèse de doctorat en science, *Univ. Ferhat Abbas Sétif* 1, 227p.

Gate P. (1995). Ecophysiologie du blé: de la plante à la culture. Lavoisier Editeur, Paris, France.

Gaufichon, L., Prioul, J. &Bacheliern, B. (2010) .Quelles sont les perspectives d'amélioration génétique de plantes cultivées tolérantes à la sécheresse, p. 48-51.

Gelmez N. (2008). Ultrasound assisted and superctitical carbon dioxide extraction of antioxidants from roasted wheat germ. Master of science thesis, The Graduate School of Middle East Technical University, Ankara, Turkey.

Ghafoor, K., Özcan, M. M., AL- Juhaımı, F., Babıker, E. E., Sarker, Z. I., Ahmed, I. A. M., & Ahmed, M. A. (2017). Nutritional composition, extraction, and utilization of wheat germ oil: a review. *European Journal of Lipid Science and Technology*, *119*(7), 1600160.

Godon B. (1995). Le pain. *Pour la science*. Dossier hors-série de mars (science et gastronomie), p.p.16-25.

Godon, B., &Willm, C. (1991). Les industries de première transformation des céréales.

Gök V & Serteser A. (2003). Doğal antioksidanların biyoyararlılığı. *Proceeding of the 3. Gıda Mühendisliği Kongresi*, 2-4 Ekim 2003, Ankara, Türkiye.

Guillen, M.D. and Cabo, N. (1997). Infrared spectroscopy in the study of edible oils and fats. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 75(1): 1–11.

Hassan, H. M. M., Afify, A. S., Basyiony, A. E., Ahmed, G. T., & Ghada, T. (2010). Nutritional and functional properties of defatted wheat protein isolates. *Aust J Basic Appl Sci*, *4*(2), 348-358.

Hemery, Y., Rouau, X., Lullien-Pellerin, V., Barron, C., & Abecassis, J. (2007). Dry processes to develop wheat fractions and products with enhanced nutritional quality. *Journal of Cereal Science*, *46*(3), 327-347.

Hoseney, R. C.(1986). Principles of Cereal Science and Technology, American Association of Cereal Chemists, St. Paul, MN (USA).

Hubert, J. (2006). *Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de soja: étude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines* (Doctoral dissertation).

Humna Liaqat; Kyeong Jin Kim; Soo-yeon Park; Sung Keun Jung;Sung Hee Park;Seokwon Lim;Ji Yeon Kim. (2021). *Antioxidant Effect of Wheat Germ Extracts and Their Antilipidemic Effect in Palmitic Acid-Induced Steatosis in HepG2 and 3T3-L1 Cells. Foods, (), –* . doi:10.3390/foods10051061.*in Food Science, Technology and Nutrition*. 608p.

Irmak, S., & Dunford, N. T. (2005). Policosanol contents and compositions of wheat varieties. *Journal of agricultural and food chemistry*, *53*(14), 5583-5586.

Jiang S & Niu L. (2011). Optimization and evaluation of wheat germ oil extracted by supercritical CO_2. *Grasas y Aceites 62*(2): 181-189.

Jiang S & Niu L. (2011). Optimization and evaluation of wheat germ oil extracted by supercritical CO_2. *Grasas y Aceites* **62**(2): 181-189.

Kara K. (2015). Interactions génotype-milieu de variétés de blé tendre (Triticumaestivum L.) sous stress hydrique. Thèse de doctorat en sciences, Univ Des Frères Mentouri Constantine,171p (page37).

Karleskind A. et Guthrnann J. (1992). Manuel des corps gras, Tome 1 & 2. Edition Technique et Documentation. Paris.

Kiger, J.L. et Kiger, J.G. (1967). Techniques modernes de biscuiterie, pâtisserie,boulangerie industrielle et artisanale et les produits de régime. Edition, DUNO. Paris.676 p.

King H G C . (1962). Phenolic compounds of commercial wheat germ. *Journal of Food Science* **27**(5): 446-454.

Kouidri Mohamed. (2008). Extraction et caractérisation physicochimique de l'huile d'argan provenant d'arbres cultivés dans deux régions de l'Algérie (Tindouf et Mostaganem), mémoire de magister, Université de Chlef. Algérie.

Kumar, P., Yadava, R. K., Gollen, B., Kumar, S., Verma, R. K., & Yadav, S. (2011). Nutritional contents and medicinal properties of wheat: a review. *Life Sciences and Medicine Research*, *22*(1), 1-10

Laura Gilbert. (2012) Caractérisation physico-chimique et sensorielle d'ingrédients cosmétiques: une approche méthodologique. Docteur de l'Université du Havre, Havre.

Lecoq R., (1965). Manuel d'analyse alimentaires et d'expertises usuelles. Doin, Paris.

Leenhardt, F., Fardet, A., Lyan, B., Gueux, E., Rock, E., Mazur, A., & Rémésy, C. (2008). Wheat germ supplementation of a low vitamin E diet in rats affords effective antioxidant protection in tissues. *Journal of the American College of Nutrition*, *27*(2), 222-228.

Lizette Auezova, Chawki Saliba, Elie Hajj-Moussa, Leina El Hosry, Said Yammine, Ramez Chahine. (2012). A Methodological Approach to Study Almond Oil Stability in Relation to α-Tocopherol Supplementation. Food and Nutrition Sciences, 3, 1710-1715.

Maamri. K.,(2010). Stabilité du critère de la discrimination du carbone isotopique en relation avec le poids spécifique de la feuille drapeau chez quelques variétés de blé dur cultivées en milieu semi aride. Thèse Magister, Université de Ferhat Abbas –Sétif p : 111.

MacKey, J. (1966). Species relationship in Triticum. In *Proceed. 2^< nd> Intern. Wheat Genet. Symp., 1963* (pp. 237-275).

Mahmoud, A.A., Mohdaly, A.A.A. et Elneairy, N.A.A. (2015). Wheat Germ: An Overview on Nutritional Value, Antioxidant Potential and Antibacterial Characteristics. Food and Nutrition Sciences, 6, 265-277.

Mainkar AR, Jolly CI. (2001). Formulation of natural shampoos. Int. J. Cosmet. Sci., 23: 59-69.

Megahad, O. A., & El Kinawy, O. S. (2002). Studies on the extraction of wheat germ oil by commercial hexane. *Grasas y Aceites*, *53*(4), 414-418.

Megahed M G, Nashy E S H A & Shaheen M S. (2011). Preparation and evaluation of acetylated wheat germ oil as antioxidant. *Agriculture and Biology Journal of North America 2*(4): 680-686.

Megahed, M. G. (2011). Study on stability of wheat germ oil and lipase activity of wheat germ during periodical storage. *AgricBiol JN Am*, *2*(1), 163-168.

Mínguez Mosquera, M.I., Rejano, L., Gandul, B., Sánchez, A.H., and Garrido, J., 1991. Colorpigment correlation in virgin olive oil. Journal of the Americ Oil Chemists 'Society,68(5),332-336. https://doi.org/10.1007/BF02657688.

Moreira, A.V.B. and Mancini-Filho, J. (2004). Influência dos compostos fenólicos de especiarias sobre a lipoperoxidação eo perfil lipídico de tecidos de ratos. *Revista de Nutrição*,**17**,411-424.

Nahed M. M. Atta and Enaam Sh. A. Mohamed. (2017). Determination of Fat – Soluble Vitamins and Natural Antioxidants in seventeen Vegetable Oils. J. Food and Dairy Sci., Mansoura Univ., Vol. 8 (8): 323 – 330.

Nara, J. M., & Burkholder, W. E. (1983). Influence of the molting cycle on the aggregation response of Trogoderma glabrum (Coleoptera: Dermestidae) larvae to wheat germ oil. *Environmental Entomology*, *12*(3), 703-706.

Nazck, M. et Shahidi, F. (2004). Extraction and analysis of phenolics in food. J Chromatogram A. 1054(1-2), 95-111.

Nurt, H., Good, B., & Willm, C. (1991). La mouture de blé tendre. *les industries de premières transformation des céréales. Ed Lavoisier Paris, Tec&Doc*, 333-361.

Nyström, L., Paasonen, A., Lampi, A. M., & Piironen, V. (2007). Total plant sterols, steryl ferulates and steryl glycosides in milling fractions of wheat and rye. *Journal of Cereal Science*, *45*(1), 106-115.

Özcan, M. M., Rosa, A., Dessi, M. A., Marongıu, B., Pıras, A., & Juhaimi, F. A. (2013). Quality of wheat germ oil obtained by cold pressing and supercritical carbon dioxide extraction. *Czech Journal of Food Sciences*, *31*(3), 236-240.

Özkaya, H., Özkaya, B. (2005). Öğütme Teknolojisi, Gıda Teknolojisi Derneği Yayınları,Ankara (Turkey).

Pınarlı, İ., İbanoğlu, Ş., & Öner, M. D. (2004). Effect of storage on the selected properties of macaroni enriched with wheat germ. *Journal of Food Engineering*, *64*(2), 249-256.

Piras A., **Rosa A., FALCONIERI D., PORCEDDA S**., **DESSI M.A**., **MARONGIUB. (2009)**. Extraction of Oil from Wheat Germ by Supercritical CO2. *Open Access Molecules ISSN* 1420-3049.

Pomeranz Y. (1988). Chemical composition of kernel structures. Wheat: chemistry and technology I,97-158.

Pomeranz, Y. (1987). *Modern cereal science and technology*. VCH.

Porra, R.J., Thompson, W.A., and Kriedemann, P.E., 1989. Determination of accurate extinction coefficients and simultaneous equations for assaying chlorophylls a and extracted with four different solvents: verification of the concentration of chlorophyll standards by atomic absorption spectroscopy. Biochem. Biophys. Acta 975, 384–394. Doi: 10.1016/S0005-2728(89)80347-0

Ramadan, M,F,, Showky, H,S, and Sulieman, A,M.(2008). Comparison between the Effect of *γ*-Irradiation and Roasting on the Profile and Antioxidant Activity of Wheat Germ Lipids, *Grasas y Aceites*, **59**, 166-173.

Ribarova, F., Zanev, R., Shishkov, S. and Rizov, N. (2003). Tocopherol, Fatty Acids and Their Correlations in Bulgarian Foodstuffs. *Journal of Food Composition and Analysis*,**16**,659-667.

Ribéreau-Gayon, P. (1968) Les composés phénoliques des végétaux. Eds, Dunod, E.s, Paris, France,

Roger, F. (1980). Les industries des corps gras: Biochimies -Extraction- Raffinage. Nuisance et réglementation. Industrie Production Environne (IPE) France Revue N° 8 : 2 - 37.

Schram, L.B., Nielsen, C.J., Porsgaard, T., Nielsen, N.S., Holm, R. and Mu, H. (2007). Food Matrices Affect the Bioavailability of (*n*-3) Polyunsaturated Fatty Acids in a Single Meal Study in Humans. *Food Research International*, **40**, 1062-1068.

Seema Yuvraj Mendhekar, Arti Shantaram Tajane, Pratiksha Balasaheb Shitole, Jadhav S. L. and Gaikwad D. D. (2017). Formulation and evaluation of polyherbal shampoo and compare with marketed shampoos. World journal of pharmacy and pharmaceutical sciences Volume 6, Issue 12, 1388-1397.

Shahidi, F. (2005). Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Six Vol. Set. Edited by Fereidoon Shahidi. Copyright.

Shalaby, E., & Azzam, G. M. (Eds.). (2018). *Antioxidants in Foods and Its Applications*. BoD–Books on Demand.

Shao, P., Sun, P., & Ying, Y. (2008). Response surface optimization of wheat germ oil yield by supercritical carbon dioxide extraction. *food and bioproducts processing*, *86*(3), 227-231.

Soltner D., (1990). Les grandes productions végétales : Céréales, plantes sarclées.

Souci, S.W., Fachman, W. et Kraut, H. (1995). La composition des aliments, tableau des valeurs nutritives. *3éme édition, Ed BORDAS.*, France.1091 pages.

Srivastava, A. K., Sudha, M. L., Baskaran, V., &Leelavathi, K. (2007). Studies on heat stabilized wheat germ and its influence on rheological characteristics of dough. *European Food Research and Technology*, *224*(3), 365-372.

Stahl, W., Sies, H. (2003). Antioxidant activity of carotenoids. Mol. Aspects Med. 24, 345–351.

Surget, A., & Barron, C. (2005). Histologie du grain de blé. *Industries des céréales*, (145), 3-7.

Tariq, M., Ali, S., Ahmad, F., Ahmad, M., Zafar, M., Khalid, N. and Khan, M.A.(2011). Iden tification, FT-IR, NMR (1H and 13C) and GC/MS studies of fatty acid methyl esters in biodiesel from rocket seed oil. *Fuel Processing Technology* 92 (3), 336–341.

Trüeb RM. (2005). Dermocosmetic Aspects of Hair and Scalp. J. Investig. Dermatol. Symp., Proc., 10: 289 -292.

Utane R., Deo S. and Itankar P. (2017). Preparation of herbal shampoo (hs) by green method and their characterization. International journal of researches in social sciences and information studies. Vol. V, March 2017: 254-258.

Vijayalakshmi A., Sangeetha S., Ranjith N. (2018). Formulation and evaluation of herbal shampoo. *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*, *11*. doi:10.22159/ajpcr.2018.v11s4.31713.

Vlachos, N., Skopelitis, Y., Psaroudaki, M., Konstantinidou, V., Chatzilazarou, A. and Tegu E. (2006). Applications of Fourier transform-infrared spectroscopy to edible oils. *Analytica Chimica Acta*, 573: 459–465.

Wolf J.P. (1982). Manuel d'analyse des corps gras. Ed. Azoulay, Paris. pp 255 - 254.

Yang, H., Irudayaraj, J. and Paradkar, M. (2005). Discriminant analysis of edible oils and fats by FTIR, FT-NIR and FT-Raman spectroscopy. *Food Chemistry*, 93(1): 25–32.

Yoon, S,H, and Kim, E.(2003). Recent Progress in Enzymatic Production of Structured Lipids, *Food Science and Biotechnology*, *12*, 721-726.

Youn, J. S., Kim, Y. J., Na, H. J., Jung, H. R., Song, C. K., Kang, S. Y., & Kim, J. Y. (2019). Antioxidant activity and contents of leaf extracts obtained from Dendropanax morbifera LEV are dependent on the collecting season and extraction conditions. *Food science and biotechnology*, *28*(1), 201-207.

Yuldasheva, N.K., Ulchenko, I. et Glushenkova, A.I. (2010). Wheat germ oil. *Journal Chemistry of Nautral Compounds*, 46, 97-98.

Zacchi, P., Daghero, J., Jaeger, P., & Eggers, R. (2006). Extraction/fractionation and deacidification of wheat germ oil using supercritical carbon dioxide. Brazilian Journal of Chemical Engineering, 23(1), 105-110.

Zhishen, J.; Mengcheng, T.; Jianming, W. (1999). the determination of flavonoid contents in mulberry and their scavenging effects on superoxide radicals. Food Chem, 64, 555–559.

Annexe 1 : Matériel et réactifs utilisés.

. Matériel de laboratoire

- Etuve
- Rota vapeur (IKA HB10 digital)
- Spectrophotométrie UV-Visible.
- Infrarouge.
- Autoclave.
- Balance analytique
- Agitateur
- Bicher.
- Fiole.
- Eprouvette.
- Pipettes de Pasteur
- Micropipettes
- Burette graduée.
- Centrifugeuse.
- Éprouvette graduée
- Capsule.
- Four (Nabertherm).
- Tube à essai.
- Tube à centrifuger.
- Dessiccateur.
- Bec Benzène
- Vortex
- Soxhlet.
- Ballon en verre.
- Chauffe ballon.
- Le rotavapor.

. Réactifs chimiques et solvants

- Eau distillée.

- Cyclohexane.
- Ether di éthylique/éthanol.
- Phénophtaléine.
- Hydroxyde de potassium (KOH).
- Ethanol.
- Ether de pétrole R3.
- Hydroxyde de sodium (NaOH).
- Acide acétique.
- Acide chlorhydrique.
- Chloroforme.
- Iodure de potassium (KI).
- Amidon saturé.
- Thiosulfate de sodium ($Na_2 S_2 O_3$)
- Tétrachlorure de carbone.
- Alcool.
- Chloroforme (tétrachlorure de carbone)
- Réactif de WIJS.
- Emplois d'amidon.
- Solution éthanolique d'hydroxyde de potassium
- Iode

Annexe 2 : Détermination de la teneur en eau et matière volatiles [Afnor nf v 03-707]

1. Appareillage

-balance analytique ;

-Capsule en verre avec couvercle ;

- Etuve isotherme réglée à 130°C ;

- Dessiccateur avec un déshydratant.

2. Mode opératoire

Peser dans la capsule avec son couvercle, préalablement séchée à l'étuve à 130-133°C

Après 4heures, placer la capsule dans un dessiccateur.

Dès que la capsule, couvercle enlevé à l'étuve, pendant 4h et opérer comme précédemment. Si la différence entre 2pesées consécutives est inférieure à 5mg pour une prise d'essai de 5g, considérer l'opération comme terminée.

Annexe 3 : Dosage des protéines.

- Dans un matras à minéralisation, introduisez 0,100 g de la poudre de germe de blé (m mg), ajoutez 5 g d'un mélange de 1 g de sulfate de cuivre pentahydraté R. 1 g de dioxyde de titane R et 33 g de sulfate dipotassique R, ainsi que 3 billes de verre.

-Entrainez les parcelles solides adhérant au col du matras par lavage avec un peu d'eau R. Ajoutez 7 mt d'acide sulfurique R en le faisant couler le long des parois du matras.

- Chauffez progressivement jusqu'à ce que la solution vire au vert-jaune limpide, et que la paroi interne de la fiole soit exempte de matière carbonisée, puis continuez à chauffer pendant 45 min

-Après refroidissement, ajoutez avec précaution 20 ml d'eau R Ma puis connectez la fiole à l'appareil de distillation préalablement nettoyé par un passage de vapeur.

- Dans la fiole d'absorption, ajoutez 30 ml d'une solution d'acide borique R à 40 g/L, 3 gouttes de solution de vert de bromocrésol-rouge de méthyle R et un volume d'eau R suffisant pour que la partie terminale du réfrigérant plonge dans le mélange

-A l'aide d'un entonnoir, ajoutez 30 ml de solution concentrée d'hydroxyde de sodium R, puis rincez soigneusement l'entonnoir avec 10 ml d'eau R.

-Fermez immédiatement la pince fixée au tube de caoutchouc, puis distillez en faisant passer un courant de vapeur dans le mélange.

-Recueillez 80-100 ml de distillat

-Retirez la fiole d'absorption de l'extrémité inférieure du tube réfrigérant et lavez l'extrémité du tube avec un peu d'eau R.

-Titrez le distillat par l'acide sulfurique 0,025 M jusqu'à ce que la couleur de la solution passe du vert au violet rouge-gris pâle en passant par le bleu-gris pâle.

Effectuez un essai à blanc.

1 ml d'acide sulfurique 0,025 M correspond à 0,700 mg de N.

Annexe 4-a: Détermination De La Teneur En huile par Soxhlet : (Nf En Iso 734-1)

1- Appareillage

-Ballon de récupération avec billes de verre ;

-Chauffe-ballon ;

-Soxhlet muni de réfrigérant à reflux ;

-Evaporateur rotatif ;

-Dessiccateur avec déshydratant ;

-Cartouche ;

-Etuve isotherme à circulation d'air ;

-Balance analytique.

2- Mode Opératoire :

-On pèse 50g de germe de blé à 0,01g près.

-On place l'échantillon dans le récipient de distillation après l'avoir mis dans une cartouche.

-On verse par l'embout supérieur de l'extracteur de l'hexane en quantité suffisante.

-On fait circuler l'eau dans le réfrigérant.

-On chauffe doucement (rhéostat) pour distiller l'hexane pendant 5h, en surveillant le ballon. Ce dernier doit toujours contenir un peu d'hexane, même quant le corps du Soxhlet est plein.

-Au bout de 5h, tous les lipides sont considérés comme extraits.

-On évapore l'hexane contenu dans le ballon de récupération.

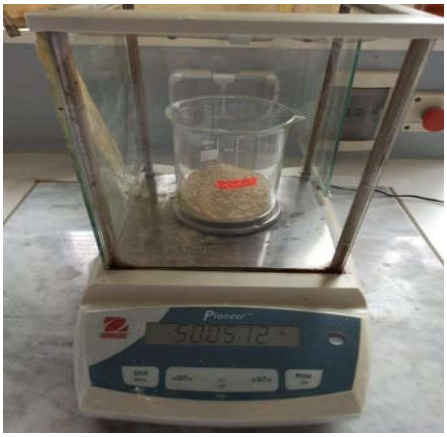
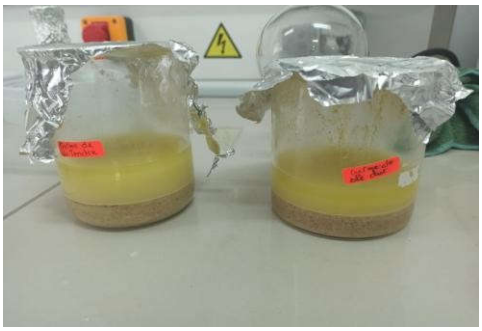
-On met à l'étuve ce dernier pendant 1h pour éliminé le solvant résiduel.

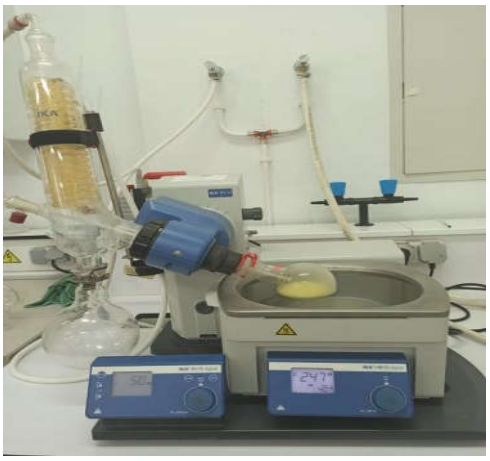
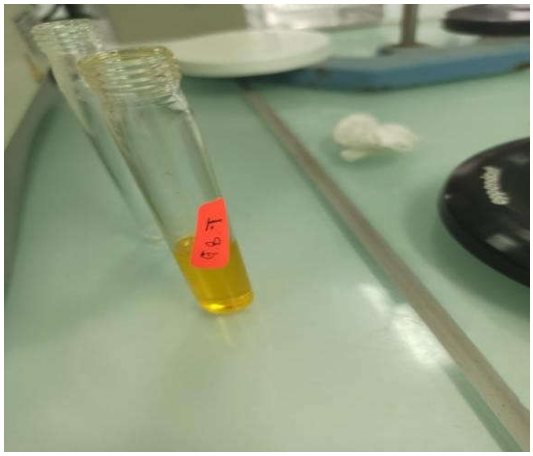
-A la sortie de l'étuve, on place immédiatement le ballon dans le dessiccateur pendant 3h pour équilibré la température.

-On pèse le ballon avec la balance analytique.

-On récupère l'huile en vue de l'analyser ultérieurement.

Annexe 4-b: Détermination de la teneur en huile par macération.

	• On a pesé 50g de germe de blé (tendre et dur) dans un bicher.
	• Puis on Ajouté 150ml d'hexane • Mise le mélange sous agitation pendant 4h30min
	• On récupère le surnagent (huile + hexane)

	• Pour séparé l'huile de l'hexane on fait passé le surnagent dans le rotavapor (50 tour a 40°C)
	• on remplir l'huile obtenu dans des enttrdove et on les met à une centrifugeuse pendant 10min (1000 tour)
	• En fin on récupère l'huile de germe de blé tendre et dur dans des tubes.

Annexe 5 : les indices chimiques.

Annexe 5-a : Détermination d'indice d'acide (selon la pharmacopée européenne)

L'indice d'acide I_A est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres présents dans 1 g de substance à examiner ou la quantité prescrite, (mg), dans 50 ml d'un mélange à volumes égaux d'éthanol à 96 pour cent R et d'éther de pétrole R3. Si nécessaire, chauffez à environ 90 °C pour dissoudre la substance à examiner. Sauf indication contraire, le solvant doit être neutralisé au préalable par l'hydroxyde de potassium 0,1 M ou l'hydroxyde de sodium 0,1 M en présence de 0,5 ml de solution de phénolphtaléine R1. Après dissolution, titrez par l'hydroxyde de potassium 0,1 M ou l'hydroxyde de sodium 0,1 M. Si la préparation a été chauffée pour dissoudre la substance à examiner, maintenez la température à environ 90 °C pendant le titrage. Le titrage est terminé lorsque la couleur rose persiste pendant au moins 15 s (n ml de réactif titrant).

Annexe 5-b : Détermination d'indice de peroxyde. (NF T60-220)

L'indice de peroxyde (InP) d'un corps gras est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif contenu dans un kilogramme de produit et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode et titration de celui-ci par le thiosulfate de sodium. .

Mode opératoire :

- Peser 0.2g de l'extrait organique dans une fiole.
- Ajouter 2.5 ml d'une solution d'acide acétique /chloroforme (2/3, v/v)
- Ajouter en suite 200 µL de KI
- Etape d'incubation pendant 15 minutes
- Ensuite ajoute 1ml d'eau distillé
- Ajouté 1ml d'amidon saturé
- Titrer cette solution avec le jusqu'à la disparition de la couleur

Annexe 5-c : Détermination d'indice de saponification :

Un mélange de prise d'essai de matière grasse (2g) et de 25ml de potasse éthanolique environ 0,5N est porté à ébullition pendant 60mn, puis titré avec une solution d'acide chlorhydrique 0,5N. en présence de phénolphtaléine. On réalise aussi un essai à blanc avec uniquement 25ml de la solution éthanolique de potasse.

Annexe 5-d : Détermination d'indice d'iode :

Pour cela on pèse une masse de 0.2 à 0.5g de l'huile dans une fiole de 500 ml est mis en solution dans 20 ml de tétrachlorure de carbone et 25 ml de réactif de Wijs sont ajoutés. Une fois bouchée, la fiole est agitée doucement et placée dans un endroit à l'abri de la lumière pendant 1 heure à 20°C. Après ce temps, 20 ml de KI à 10% et 150 ml d'H2O distillée sont additionnés. L'échantillon est titré avec le thiosulfate de sodium (0,1N) en utilisant comme indicateur une solution d'empois d'amidon à 0,5% (quelques gouttes). Le titrage est poursuivi jusqu'au moment où la couleur bleue disparaît, après agitation très vigoureusement. Un essai à blanc sans l'huile est réalisé en même temps dans les mêmes conditions.

Résumé

Cette étude s'est basée sur la valorisation du germe de blé tendre et dur issus des sous produits de la (minoterie de Corso) et (minoterie de Beghlia) respectivement. Pour ce f aire, des travaux de caractérisation physiques et chimiques effectuées sur l'huile de germe de blé extraite par le solvant hexane ont permis de définir certaines des ses propriétés. D'abord, son taux d'humidité est de (0,087-0,098%). Puis, le rendement d'extraction est légèrement élevé environ (8,19-12,72%). L'analyse physicochimique de l'huile de germe de blé extraite montre que son indice d'acide est (3,34-3,36); son indice de saponification est de (162,84-175,65) et son indice d'iode est de (117-119). Le résultat de GC-MS obtenu après l'analyse des esters méthyliques de l'huile de germe a montré l'existence des acides gras à forte teneur à savoir : l'acide linoléique à (49,50-67,24%), l'acidepalmitique à 18,82%, l'acide oléique à (17,90-26,52%); et l'acide linolénique à (4,91-22,72%). L'huile contient également une teneur considérable de métabolites secondaires, qui lui confère une fonction antioxydante puissante. Les essais de valorisation de l'huile de germe de blé en cosmétique ont porté sur la fabrication d'une crème, qui a été faite par émulsion. Les Résultats des analyses rhéologiques et sensorielles du produit finis sont satisfaisants selon les critères appliqués aux produits cosmétiques.

Mots clés : Huile de germe de blé, Métabolites secondaires, GC-MS, IRTF, Crème cosmétique.

Abstract

This study was based on the valorization of the soft and hard wheat germ resulting from the by-products of the (Corso flour mill) and (Beghlia flour mill) respectively. For this purpose, physical and chemical characterization works carried out on the wheat germ oil extracted by the solvent hexane have defined some of its properties. First, its moisture content is (0.087-0.098%). Then, the extraction yield is slightly high about (8.19-12.72%). The physicochemical analysis of the extracted wheat germ oil shows that its acid value is (3.34-3.36); its saponification value is(162.84-175.65) and its iodine value is (117-119). The GC-MS result obtained after the analysis of the methyl esters of the germ oil showed the existence of high content fatty acids namely: linoleic acid at (49.50-67.24%), palmitic acid at 18.82%, oleic acid at (17.90-26.52%); and linolenic acid at (4.91-22.72%). The oil also contains a considerable content of secondary metabolites, which gives it a powerful antioxidant function. The tests of valorization of the wheat germ oil in cosmetics were focused on the manufacture of a cream, which was made by emulsion. The results of the rheological and sensory analyses of the finished product are satisfactory according to the criteria applied to cosmetic products.

Key words: Wheat germ oil, secondary metabolites, GC-MS, FTIR, cosmetic cream.

ملخص

اعتمدت هذه الدراسة على تثمين جنين القمح اللين والقاسي من مشتقات (مطحنة كورسو) و(مطحنة بغلية) على التوالي. للقيام بذلك، عمل التوصيف الفيزيائي والكيميائي الذي تم إجراؤه على زيت جنين القمح المستخرج بواسطة المذيب الهكسان، مما جعل من الممكن تحديد بعض خصائصه. أولا: محتوى الرطوبة فيه (0.087-0.098٪). بعد ذلك، يكون إنتاج الاستخراج مرتفعا قليلا (8.19-12.72٪). أظهر التحليل الفيزيائي الكيميائي لزيت جنين القمح المستخلص أن قيمته الحمضية هي (3.34-3.36؛ رقم التصبن (162.84-175.65) ورقم اليود (117-119). أظهرت نتيجة GC-MS التي تم الحصول عليها بعد تحليل استرات الميثيل لزيت الجرثومة وجود أحماض دهنية عالية المحتوى وهي: حمض اللينولييك بنسبة (49.50-67.24٪) وحمض البالميتيك بنسبة (17.90-26.52٪) وحمض الألوليك عند (4.91-22.72٪)؛ وحمض اللينولينيك بنسبة (11.01-30.13٪). يحتوي الزيت أيضا على نسبة كبيرة من المستقلبات الثانوية، مما يمنحه وظيفة قوية كمضاد للأكسدة. ركزت اختبارات تثمين زيت جنين القمح في مستحضرات التجميل على صناعة القشدة التي يتم تصنيعها بواسطة المستحلب. تعتبر نتائج التحليلات الفيزيائية والحسية للمنتج النهائي مرضية وتفي بالمعايير المطبقة على مستحضرات التجميل.

الكلمات المفتاحية: زيت جنين القمح، المستقلبات الثانوية، GC-MS، IRTF، كريم التجميل.