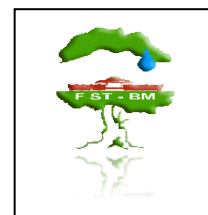




UNIVERSITE SULTAN MOULAY SLIMANE
Faculté des Sciences et Techniques
Béni-Mellal



Centre d'Etudes Doctorales « Sciences et Techniques »
Formation doctorale « Ressources Naturelles, Environnement et Santé »

THESE

Présentée par

Hajar RIZKI

Pour l'obtention du diplôme de

Doctorat

Spécialité : Procédés Agro-alimentaires

Option : Biochimie et Sciences Agronomiques

Caractérisation du sésame Marocain (*Sésamum Indicum* L.) et optimisation des procédés de sa conservation

Soutenue le 25 Mars 2017 devant la commission d'examen :

Pr Hassan LATRACHE	Faculté des Sciences et Techniques, USMS, Béni Mellal	Président
Pr Mostafa MAHROUZ	Faculté des Sciences Semlalia, UCAM, Marrakech	Rapporteur
Pr Aziz HASIB	Faculté des Sciences et Techniques, USMS, Béni Mellal	Rapporteur
Pr Mostafa ELLOUALI	Faculté des Sciences et Techniques, USMS, Béni Mellal	Rapporteur
Pr Ali IDLIMAM	Ecole Normale Supérieure, UCAM, Marrakech	Examineur
Pr Abdelkhalek OUSSAMA	Ecole Supérieure de Technologie, USMS, Béni Mellal	Examineur
Pr Hafida HANINE	Faculté des Sciences et Techniques, USMS, Béni Mellal	Directeur de thèse
Pr Fouzia KZAIBER	Ecole Supérieure de Technologie, USMS, Béni Mellal	Co-directeur de thèse
Dr Abdelghani NABLOUSSI	Institut National de la Recherche Agronomique, Meknès	Co-directeur de thèse

Dédicaces

Je dédie ce mémoire à :

Mes parents

Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite, par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçoit à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.

Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit.

Mes frères Mohamed El Mehdi et Sabre Ayoub

Qui n'ont cessé d'être pour moi un exemple de persévérance, de courage et de générosité. Je me permets aujourd'hui de vous présenter ma grande reconnaissance.

Toute Ma famille

Mes Amis

Mes Encadrants

Tous ceux ou celles qui me sont chers

Tous mes enseignants tout au long de mes études

Tous ceux qui ont participé à la réalisation de ce travail

Remerciements

Mes plus vifs remerciements vont d'abord à Monsieur le Président de l'Université Sultan Moulay Slimane et Monsieur le Doyen de la Faculté des Sciences et Techniques de Béni-Mellal. Qu'ils trouvent ici mes vifs remerciements et mes profonds respects.

J'adresse mes sincères remerciements à Madame **Hafida HANINE**, qui m'a permis de relever le défi du Doctorat en achevant ce travail dans de bonnes conditions, fut ma Directrice de thèse qui a fort aimablement accepté de diriger mon travail. Ses conseils, sa gentillesse et ses grandes connaissances scientifiques m'ont aidé à réaliser ce travail.

Ce travail de recherche a été effectué au sein des Laboratoires « bioprocédés et bio-interfaces » et « Laboratoire de Spectro-Chimimétrie Appliquée et Environnement » de la Faculté des Sciences et Techniques (F.S.T.) de Béni Mellal (Maroc). A cet effet, je remercie Monsieur **Hassan LATRACHE**, Directeur du Laboratoire des Bioprocédés et Bio-interfaces et Monsieur **Abdelkhalek OUSSAMA** de la F.S.T. de Béni Mellal de m'avoir accueilli dans leurs Laboratoires et pour la confiance qu'ils m'ont accordé.

J'adresse mes sincères remerciements à mes co-directeurs de thèse Madame **Fouzia KZAIBER**, Professeur à la F.S.T. de Béni Mellal et Monsieur **Abdelghani NABLOUSI**, Docteur à l'INRA de Meknès qui m'ont accueilli dans leurs équipes. Leurs expériences et leurs profondes connaissances, les conseils qu'ils m'ont prodigué tout au long de ce travail, m'ont permis de mener à bien cette étude.

Un merci particulier également aux membres du Laboratoire Bioprocédés et Bio interfaces, Monsieur **Hassan LATRACHE**, Monsieur **Mostafa ELLOUALI** et Madame **Hafida ZAHIR** pour leurs précieux aides et conseils.

Mes chaleureux remerciements vont au Professeur **Ali IDLIMAM** qui m'a fait profiter de sa longue expérience en matière d'énergie renouvelable. Qu'il trouve ici toute ma reconnaissance pour les services déployés. Mes remerciements aussi vont en particulier à Monsieur **Mohamed KOUHILA** directeur du laboratoire EESPAM et Monsieur **Abdelkader LAMHARAR**.

Je tiens à remercier aussi le Docteur **Mohamed MOUHIB** de l'INRA de Tanger, de m'avoir accueilli au laboratoire de la dosimétrie et radioprotection pour une partie de recherche.

J'adresse aussi mes remerciements aux rapporteurs : **Mostafa MAHROUZ**, **Aziz HASIB** et **Mostafa ELLOUALI** d'avoir accepté de juger le travail.

Je tiens également à remercier Monsieur **Ali IDLIMAM** et **Abdelkhalek OUSSAMA** d'avoir bien accepté d'examiner ce travail.

Mes remerciements vont à Mr. **Abdelmajid ZYAD**, responsable de cette formation Doctorale, Mr. **Khalid HABBARI**, Vice Doyen Chargé de la Recherche Scientifique et Mr. **Said MELLIANI**, Directeur du CED, à qui nous devons beaucoup, pour l'intérêt qu'ils portent au déroulement des activités de recherche au sein de la Faculté.

Une mention particulière pour **Najat RIHANI**, pour ses encouragements et son soutien moral.

A **Wafa TEROUZI** ; Merci pour votre aide si précieux et encouragements continus à mon égard.

Un remerciement particulier à mes collègues du laboratoire « bioprocédés et bio-interfaces » témoignage de ma gratitude et ma reconnaissance pour votre soutien constant.

A mes amis ; que Dieu vous protège et vous procure joie et bonheur et notre amitié reste à jamais.

Une pensée particulière va à ma mère « **Tijane SALMAOUI** » et Mon père « **Mohamed RIZKI** ». Je serai toujours reconnaissante pour votre soutien, amour et encouragements tout au long de mon cursus ainsi que lors la réalisation de cette thèse.

Mes pensées aussi vont à mes frères **Sabre Ayoub** et **Mohamed ElMehdi**, pour leurs amour et soutien.

Je tiens à remercier chaque personne de ma famille qui m'a aidée de prêt ou de loin à la réalisation de ce travail.

Enfin, mes remerciements vont aussi à tous les Enseignants et les Administrateurs de la FST de Béni Mellal qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

Fiche présentative de thèse

Nom et prénom de l'auteur : RIZKI Hajar

- ✓ **Intitulé de la thèse :** Caractérisation du sésame Marocain (*Sésamum Indicum.L*) et optimisation des procédés de sa conservation
- ✓ **Directeur de la thèse :** HANINE Hafida, Professeur de l'Enseignement Supérieur.
- ✓ **Co-encadrants :** KZAIBER Fouzia, NABLOUSSI Abdelghani
- ✓ **Formation doctorale :** Ressources naturelles, santé et Environnement.
- ✓ **Directeur du CED :** Pr. MELLIANI Said
- ✓ **Responsable de Formation :** Pr. ZYAD Abdelmajid
- ✓ **Institution :** Université Sultan Moulay Slimane - Faculté des Sciences et Technique Beni Mellal
- ✓ **Laboratoire :** Laboratoire des bioprocédés et bio-interfaces & Laboratoire de Spectro-Chimimétrie Appliquée et Environnement
- ✓ **Période de réalisation des travaux :** 2013-2016

Les travaux de thèse ont été réalisés dans :

- Le laboratoire des bioprocédés et bio-interfaces de la Faculté des Sciences et Techniques Béni-Mellal.
- Le laboratoire de Spectro-Chimimétrie Appliquée et Environnement de la Faculté des Sciences et Techniques Béni-Mellal.
- Unité d'Amélioration des plantes et Conservation des ressources phytogénétiques, Centre Régional de la Recherche Agronomique de Meknès.
- Le Laboratoire de l'Énergie Solaire et Plantes Aromatiques et Médicinales (LESPAM), École Nationale Supérieure Marrakech.
- Unité de Recherche sur les Techniques Nucléaires l'Environnement et la Qualité (URTNEQ), Centre Régional de la Recherche Agronomique de Tanger.

Principales publications et communications

Publications

✓ Articles publiés

1. **H. Rizki**, F. Kzaiber, M. Elharfi, H. Latrache, H Zahir, H. Hanine. 2014. Physicochemical Characterization and in Vitro Antioxidant Capacity of 35 Accessions of Sesame (*Sesamum indicum*.L) from Different Areas in Morocco. International Journal of Science and Research. Vol 3. 2306-2311.
2. **H. Rizki**, F. Kzaiber, M. Elharfi, A. Nabloussi, H. Hanine. 2015. Chemical Composition and Morphological Markers of 35 Accessions of Sesame (*Sesamum Indicum*. L) From Different Areas in Morocco. International journal of technology enhancements and emerging engineering research. Vol 3. 50-55.
3. **H. Rizki**, F. Kzaiber, M. Elharfi, S. Ennahli, and H. Hanine. 2015. Effects of roasting temperature and time on the physicochemical properties of sesame (*Sesamum indicum*. L) seeds. International Journal of Innovation and Applied Studies. Vol 11.148-155.
4. **H. Rizki**, F. Kzaiber, A. Nabloussi, M. Elharfi, S. Ennahli, H. Hanine. 2015. Effect of microwave roasting on the oxidative stability and physicochemical properties of sesame seeds (*Sesamum indicum*.L). International Journal of Advanced Research in Science, Engineering and Technology. Vol 2. 392-297.
5. **H. Rizki**, F. Kzaiber, M. Elharfi, A. Nabloussi, S. Ennahli, and H. Hanine. 2015. Assessment of Antioxidant Capacity of 16 Accessions of Sesame (*Sesamum indicum*. L) from Different Areas. International Journal of Innovation and Scientific Research. Vol 18. 379-385.
6. **Rizki H.** Nabloussi A, Kzaiber F, Elharfi M, Ennahli S, A Haddioui, Hanine H. 2016. Evaluation of The Effects of Processing Parameters of Roasting on The Antioxidant Activity And Bioactive Molecules of Seeds Oil of Sesame (*Sesamum Indicum*. L). Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology. Vol 10. 84-92.
7. **H. Rizki**, W. Terouzi, F. Kzaiber, H. Hanine, A. Oussama. 2016. Quantification of Adulterations in Sesame Oil with Inferior Edible Oils by using ATR-FTIR Coupled to Chemometrics. Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology. Vol 10. 138-145.
8. **H. RIZKI**, W. TEROUZI, F. KZAIBER, H. HANINE, A. OUSSAMA. 2016. Study of the Effect of the Roasting Time of Sesame Seeds on its Oil Quality Parameters. International Journal of Engineering Research and Allied Sciences. Vol 1. 82-87.

✓ Publications soumissionnés

1. **RIZKI Hajar**, IDLIMAM Ali, LAMHARRAR Abdelkader, KOUHILA Mohamed, KZAIBER Fouzia, NABLOUSSI abdelghani, LATRACHE Hassan, HANINE Hafida. Experimental study and modeling by solar convective drying of sesame pods of tadla-azilal region.

2. RIZKI Hajar, KZAIBER Fouzia, NABLOUSSI abdelghani, LATRACHE Hassan, HANINE Hafida. Effect of gamma radiation on seeds germination of *sesamum indicum*. L under in vitro conditions.

3. H. Rizki, A. Nabloussi, F. Kzaiber, H. Latrache, H. Hanine. Comparative assessment of bioactive components, antioxidant effects from 15 accessions of sesame (*Sesamum indicum*. L) for different crop years.

✓ **Communications**

1. Rizki.H, Hanine.H, Kzaiber.F, Oussama.A, Latrache.H, El Harfi.M. Effects of seed roasting temperature and time on the oxidative stability and quality index of sesame oil. 1^{ère} rencontre internationale de chimie moléculaire, chimie analytique & applications. Faculté des sciences et technique, Béni-mellal, 29-30 Mai 2014. Maroc.

2. Hajar Rizki, Kzaiber Fouzia, Oussama abdelkhalek, Latrache Hassan, Zanane Chorok, El harfi meriem, Hanine Hafida. «Effect of conventional roasting conditions on the oxidative stability of sesame (*Sesamum indicum* L.) seeds ». La première Edition des Journées Doctorales- FST Béni Mellal, 10 et le 11 Juin 2014 Maroc.

3. Hajar Rizki, Kzaiber Fouzia, Oussama abdelkhalek, Latrache Hassan, Zanane Chorok, El harfi meriem, Hanine Hafida. «Effect of roasting temperature and time on the quality of sesame (*Sesamum indicum* L.) oil». La première Edition des Journées Doctorales- FST Béni Mellal, 10 et le 11 Juin 2014 Maroc.

4. Rizki Hajar, El harfi Meriem, Latrache Hassan, Nabloussi Abdelghani, Hanine Hafida. «Polyphenolic content and evaluation of antioxidant activity of Moroccan sesame (*Sesamum indicum* L.) seeds oil ». Le congrès international sur l'Agriculture à Edirne Turquie, 08 au 11 Septembre 2014.

5. Rizki Hajar, Hanine Hafida, Latrache Hassane, Oussama abdelkhalek, El harfi Meriem, Kzaiber Fouzia. « Preliminary study of the physicochemical and morphological characteristics of 35 accessions of sesame (*Sesamum indicum*) from different areas in Morocco ». Le congrès international sur l'Agriculture à Edirne Turquie, 08 au 11 Septembre 2014.

6. Rizki H, Kzaiber F, El Harfi M, Hanine H. Effects of roasting temperature and time on the antioxidant activity and bioactive molecules of sesame (*Sesamum indicum*. L) seed oil. La deuxième Edition des Journées Doctorales- FST Béni Mellal 2015. Maroc.

7. H. Rizki, W. Terouzzi, H. Hanine, A. Oussama, F. Kzaiber. Contrôle de qualité d'huile de sesame par Mir-Atr et outils chimiométriques. La deuxième Edition des Journées Doctorales- FST Béni Mellal 2015 Maroc.

8. Rizki.H, Kzaiber.F, W. Terouzzi, El Harfi.M, Oussama.A, Hanine.H, A novel chemometric strategy for the estimation of sesame oil adulteration with edible oils. International plant breeding congress Turquie. 1-5 Novembre 2015. Maroc.

9. Rizki.H, El Harfi.M, Latrache.H, Nabloussi.A, Hanine.H. Polyphenolic content and evaluation of antioxidant activity of Moroccan sesame. Séminaire national scientifique d'agriculture. 2015. Maroc.

- 10. Rizki.H,** Nabloussi. A, Latrache. El Harfi.M, A, Hanine.H. L'effet de la germination sur les molécules bioactives du sesame. Séminaire national scientifique d'agriculture. 2015.Maroc.
- 11. Rizki Hajar,** Hanine Hafida, Latrache Hassane, Oussama abdelkhalek, El harfi Meriem, Kzaiber Fouzia. « Assesment of antioxydant activity of 35 accessions of sesame (*Sesamum indicum* L.) from different areas in Morocco». Le 1er congrès International- Substance Naturelles & Modélisation : Application Thérapeutiques-Applications Environnementales & Développement Durable, 15& 16 Décembre 2014, FP Taza, Maroc.
- 12. Rizki Hajar,** Latrache Hassan, Mallouki Bouchra, El Harfi Meriem, Hanine hafida. « Etude de l'activité antibactérienne des huiles de sésame (*Sesamum indicum* L.) sur Escherichia Coli ». 5ème édition du colloque Bioadh 2015, 05 au 07 Mai, Béni Mellal, Maroc.
- 13. Rizki Hajar,** Latrache Hassan, Elfazazi Kawtar, El Harfi Meriem, lekchiri souad, Hanine Hafida. Etude de l'effet de l'huile de sésame sue l'adhésion microbienne d'Escherichia Coli ATTC et Escherichia Coli d'origine alimentaire ».5ème édition du colloque Bioadh 2015, 05 au 07 Mai, Béni Mellal, Maroc.
- 14. Rizki.H,** Kzaiber.F, El Harfi.M, Nabloussi. A, Hanine.H Effect of germination time on bioactive compounds, total antioxidant capacity and chemical composition of sesame seeds (*Sesamum indicum* L.).6eme journée scientifique du CeDoc SVS.2015.Maroc.
- 15. Rizki H.,** Latrache H., Nabloussi. A., Kzaiber.F, Lekchiri.S, El Harfi. M, Zanane.C, Elfazazi.K, Hanine.H. Etude de l'activité antibactérienne et antifongique du sesame. Première édition du congrès international des sciences pharmaceutiques. 2016.Maroc.
- 16. Rizki.H.** Etude in vitro des composés phénoliques et lignanes extraites du sésame pour la lutte contre certaines bactéries et pathogènes. 2^{ème} Edition du congrès international substances naturelles et développement durable.2016. Maroc.
- 17. H. Rizki,** F. Kzaiber, W. Terouzi, A. Oussama, H. Hanine. Adulteration of Sunflower Oil seeds with sesame Oil and other edibles oils (colza, soy). Food Factor I Barcelona Conference. Spain 2016.
- 18. H. Rizki,** A. Nabloussi, F. Kzaiber, H. Latrache, H. Hanine.Effects of different environmental conditions on the antioxidant activity and bioactive components of sesame seeds. Forum international sur les changements climatiques "ATLASCOP".2016. Maroc
- 19. El Harfi Meriem,** Mallouki Bouchra, Hanine Hafida, Nabloussi abdelghani, Meftah Hassna, **Rizki hajar,** Zidouh Maryam, Latrache Hassan. « L'énergie de la surface du verre recouvert par l'huile de sésame et la prévision théorique de l'adhésion de Staphylococcus aureus. Symposium franco-marocain « BIOADHESION-BIOFILMS : Des méthodes d'analyse aux nouvelles stratégies de maîtrises » Fès 28 Mai 2013. Maroc.
- 20. El Harfi Meriem,** **Rizki Hajar,** Latrache Hassan, Nabloussi abdelghani, Hanine Hafida. « Production du sésame au périmètre de Tadla : diagnostique de la situation, potentialités et contraintes. La première Edition des Journées Doctorales- FST Béni Mellal le 10 et le 11 Juin 2014 Maroc.
- 21. El Harfi Meriem,** **Rizki Hajar,** Latrache Hassan, Nabloussi Abdelghani, Hanine Hafida «Physicochemical propriety of oil extracts from *Sesamum indicum* L. seeds from the moroccan region of Tadla». Le congrès international sur l'Agriculture à Edirne Turquie du 08 au 11 Septembre 2014.

22. El Harfi Meriem, **Rizki Hajar**, Latrache Hassan, Nabloussi Abdelghani, Hanine Hafida. «Effect of salinity and drought stress on germination and early seedling growth of sesame accessions (*Sesamum indicum* L.) from Morocco». La Conférence AMAS II, 20-22 Octobre 2014, Marrakech, Morocco.

23. El Harfi Meriem, Nabloussi Abdelghani, Mallouki Bouchra, **Rizki Hajar**, Hamadi Fatima, Latrache Hassan, Hanine hafida. « Etude de la variabilité de l'huile de sésame de différentes accessions de la région Tadla Azilal en utilisant la technique de la mesure de l'angle de contact ». 5ème édition du colloque Bioadh 2015, du 05 au 07 Mai, Béni Mellal, Maroc.

Résumé

Les orientations de la politique agricole marocaine, notamment le Plan Maroc vert, encouragent la valorisation des produits de terroirs et surtout ceux qui s'adaptent aux conditions de culture sévères dont le sésame (*Sesamum indicum* L.), qui présente de nombreuses potentialités socio-économiques et industrielles, mais reste toujours peu exploité au Maroc. C'est dans ce cadre que s'inscrit notre étude avec quatre objectifs principaux dont le premier consiste en une caractérisation biochimique et biologique de 33 accessions de la région Béni-Mellal-Khénifra collectées pour obtenir les informations d'authentification du sésame de la région, en comparaison avec des semences d'autres pays producteurs du sésame. Pour évaluer la pérennisation de l'expression du terroir de cette filière, la culture de celle-ci a été suivie dans 3 environnements différents (Afourer 2013, Afourer 2014 et Meknès 2014). En comparaison avec les autres semences d'autres pays, le sésame de la région s'est montré de qualité en ce qui concerne l'activité antioxydante et les molécules bioactives. Ainsi l'environnement Afourer 2014 était le plus convenable pour la culture des graines de sésame. Le 2^{ème} objectif a visé l'optimisation d'une méthode de séchage et a élaboré par la suite l'énergie solaire convective comme étant la méthode la plus favorable pour améliorer quantitativement et qualitativement le sésame. Ainsi, le modèle Middili-kucuk a été trouvé le meilleur modèle ajusté aux données expérimentales du sésame, pour mieux décrire la cinétique de séchage.

Le 3^{ème} objectif était d'explorer différentes méthodes de conservation afin d'améliorer le contrôle et la maîtrise de la sécurité des graines de sésame. Les analyses microbiologiques, biochimiques et nutritionnelles ont révélé que le traitement athermique par irradiation et le séchage solaire convectif à 70°C sont les méthodes choisies pour la préservation de la qualité du sésame pour un stockage adéquat.

Le dernier volet de cette étude est axé sur l'étude des procédés thermiques de torréfaction par technique conventionnelle et par micro-onde ; et les impacts de ces derniers sur la qualité et la typicité des produits de sésame transformé. Enfin, la FT-MIR en combinaison avec la chimométrie ont été utilisées pour détecter et quantifier l'adultération de l'huile de sésame avec des huiles de table. Le niveau d'adultérant a été déterminé avec succès.

Mots clés : Sésame, *Sesamum indicum* L, Caractérisation biochimique, Séchage, Energie solaire, Conservation, Irradiation, Torréfaction, Chimométrie, Adultération.

Abstract

The orientations of the Moroccan agricultural policy, the Green Morocco Plan, encourage the valorization of terroirs products and especially those that adapt to the severe crop conditions including sesame (*Sésamum indicum* L.), which has many socio-Economic and industrial potentialities, but still little exploited in Morocco. Our study is based on four main objectives, the first of which consists of a biochemical and biological characterization of 33 accessions from the Beni-Mellal-Khénifra region collected to obtain the necessary information on the sesame of the region, other seeds Countries were included in our study. The cultivation of this seed was monitored in three different environments (Afourer 2013, Afourer 2014 and Meknès 2014). The sesame of the region has been of high quality in regards of antioxidant activity and bioactive molecules by comparing it with the seeds of other countries, so the Afourer 2014 environment has been distinguished as being the most suitable for the cultivation of Sesame seeds. The second objective was the optimization of a drying method (free air, steaming and convective solar energy). The optimization of drying has elaborated the convective solar energy being the most favorable method to improve the quality and the yield of the sesame. Thus, Midilli-Kucuk was found to be the best model adjusted to the experimental data of sesame.

The third objective was to explore different conservation methods to improve the control of the safety of sesame seeds. The microbiological, biochemical and nutritional analyzes revealed the irradiation as a choice method for the preservation of the quality of the sesame during the storage.

The last part of this study was interested in identifying the critical stages of the sesame processing process to be able to propose and optimize the ideal time and temperature for conventional and microwave roasting while improving the quality of the seeds without compromising the solubility and the organoleptic qualities of the finished product. Finally, FT-MIR in combination with chemometry can be used to detect and quantify adulteration of sesame oil with edible oils. The level of adulterants was successfully determined using the PLS, LDA and PCR calibration models.

Keywords: Sesame, *Sesamum indicum* L, Biochemical characterization, Drying, Solar energy, Storage, Irradiation, Torrefaction, Chimimétrie, Adulteration, FT-MIR, PLS, LDA, PCR.

ملخص

تشجع توجهات السياسة الزراعية المغربية بما في ذلك خطة المغرب الأخضر، وتطوير المنتجات المحلية، وخصوصا تلك التي تتكيف مع ظروف النمو القاسية بما في ذلك السمسم الذي يحتوي على العديد من الإمكانيات الاجتماعية والاقتصادية والصناعية، لكنها لا تزال غير مستغلة في المغرب. وفي هذا السياق تهتم دراستنا بأربعة أهداف رئيسية، الأول هو والبيولوجي الحيوي الكيمياءئي التوصيف حيث جمعت 33 عينة من منطقة بني ملال خنيفة للحصول على معلومات تحفيظ السمسم في المنطقة، مقارنة مع الدول الأخرى المنتجة لبذور السمسم لذلك قمنا بالدراسة على مستوى ثلاث بينات مختلفة افورار 2013' افورار 2014 مكناس 2014. وبالمقارنة مع بذور البلدان الأخرى، أظهر سمسم المنطقة جودة من حيث النشاط المضاد للأكسدة والجزينات النشطة بيولوجيا. وهكذا بينة أثبتت افورار 2014 انها الاكثر ملائمة لزراعة السمسم.

تستهدف المرحلة الثانية زيادة الاستفادة من طريقة تجفيف (الهواء، وتبخير والحمل الحراري للطاقة الشمسية) اوضحت النتائج ان الحمل الحراري للطاقة الشمسية هو الاسلوب الأكثر ملاءمة لتحسين كمي (العائد) ونوعية السمسم.

الهدف الثالث يتمحور حول اكتشاف أساليب مختلفة و التحكم في سلامة بدور السمسم. كشفت تحاليل الكيمياء الحيوية الميكروبيولوجية والتغذية أن الاشعاع و التجفيف بالطاقة الشمسية هي الطريق المفضلة للحفاظ على نوعية السمسم للتخزين السليم.

الجزء الأخير من هذه الدراسة ركز على دراسة عمليات التحميص الحرارية بواسطة تقنية التقليدية والميكروويف وأثار هذه العمليات على طبيعة و نمطية منتجات السمسم المتحول .

وأخيرا، تم الأشعة المتوسطة تحت الحمراء و الكيمومتری لكشف وتحديد كمية غش زيت السمسم مع الزيوت الصالحة للأكل.

كلمات البحث. السمسم، الكيمياء الحيوية، تجفيف، الطاقة الشمسية، حفظ، الاشعاع، التحميص، الكيمومتری

Liste des abréviations

AA	Activité antioxydante
ABTS	2,2-azinobis (acide 3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)
ACP	Analyse en composantes principales
AG	Acides gras
a_w	Activité de l'eau
C0 et B0	Constantes du modèle de GAB
C_{pa}	Capacité calorifique massique de l'air
Deff	Coefficient effectif de diffusion
DPPH	2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl
DV	Débit volumique d'air asséchant
Ea	Energie d'activation
ESH	Erreur type d'estimation
EMR	Erreur relative moyenne
ESM	Erreur systématique moyenne
FT-IR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
HCA	Classification hiérarchique
HC	Huile de colza
HR	Humidité relative de l'air en équilibre avec le produit
HS	Huile de sésame
HSO	Huile de soja
HT	Huile de tournesol
IR	Infrarouge
Ma	Masse d'air dans la tranche supérieure
Mh	Masse humide du produit
MIR	Spectroscopie moyen infrarouge
MIR-TF	Spectroscopie moyen infrarouge a transformé de Fourier
MLR	Régression Linière Multiple
MSC	Correction Multiplicative de diffusion
Ms	Masse sèche du produit
M_{pr}	Masse du produit
PC1	Composante principale 1
PC2	Composante principale 2
PCR	Régression sur Composantes Principales

PLS	Régression des moindres carrés partiels (partial least square)
PLS-DA	Partial least square discriminante
Predi	Valeurs prédites
Pv	Pression partielle de vapeur d'eau dans l'air
Qst	Chaleur isostérique
r	Coefficient de corrélation
R	Constante des gaz parfaits
R²	Coefficient de détermination
Ref	Valeurs de référence
RMSEC	Erreur quadratique de d'étalonnage
RMSEP	Erreur standard de prédiction
RMSECV	Erreur quadratique de validation croisée
SMIR	Spectroscopie moyen infrarouge
Rpm	rotation par minute
SPIR	Spectroscopie proche infrarouge
t	Temps
T	Température
Tβ	Température isocinétique
Thm	Température harmonique moyenne
Tr	Tour
UFC	Unité Formant Colonies
UV	Ultraviolet
X	Teneur en eau du produit
X_{eq}	Teneur en eau d'équilibre
X_{fin}	Teneur en eau finale
X_{cri}	Teneur en eau critique
X*	Teneur en eau réduite
X^{*i,exp}	ième teneur en eau réduite expérimentale
X^{*i,pre}	ième teneur en eau réduite prédite par le modèle
X_{eqi,exp}	ième teneur en eau expérimentale d'équilibre
X_{eqi,pre}	ième teneur en eau prédite d'équilibre
ΔS	Entropie différentielle de sorption
$\Delta G\beta$	Energie libre de Gibbs

Liste des figures

Figure 1 : Différentes parties de la plante du sésame.....	6
Figure 2 : Appareil végétatif du sésame.....	7
Figure 3 : Appareil reproducteur du sésame	8
Figure 4 : Producteurs du sésame au monde en 2013 (FAOSTAT, 2015).....	9
Figure 5 : Evolution de la superficie cultivée en sésame dans la région Béni-Mellal-khénifra entre 2003 et 2014 (ORMVA Tadla, 2014)	9
Figure 6 : Structure de base des flavonoïdes.....	17
Figure 7 : Structure chimique des flavonols.....	18
Figure 8 : Structures chimiques de quelques acides hydroxybenzoïques	19
Figure 9 : Structure chimique de quelques acides hydroxycinnamiques (C6-C3).....	19
Figure 10 : Tocophérol ou Vitamine E.....	21
Figure 11 : Exemple de carotène et de xanthophylle.	21
Figure 12 : Différents types d'eau dans le produit.....	24
Figure 13 : Différentes zones des isothermes de sorption.....	30
Figure 14 : Spectre électromagnétique (Bertrand et Dufour., 2006).....	43
Figure 15 : Types d'irrigation dans la région de Tadla (Ormvat 2014).....	51
Figure 16 : Présentation du séchoir solaire	65
Figure 17 : Dispositif expérimental de séchage solaire (3 claies expérimentales).....	66
Figure 18 : Emplacement de la sonde de la température.....	66
Figure 19: Hygromètre pour la mesure d'humidité.....	67
Figure 20 : Matériel pour la détermination des isothermes de sorption des graines de sésame	70
Figure 21 : Pouvoir antioxydant sur la BHA, la BHT et les extraits de sésame	90
Figure 22 : Activité antifongique in vitro de l'extrait aqueux et les extraits huileux du sésame après 7 jours d'incubation sur milieu PDA sur F.Oxysporum	102
Figure 23 : Evolution de la teneur en eau des gousses de sésame en fonction du temps de séchage pour différentes températures à un débit de 150 m ³ /h.....	118
Figure 24: Evolution de la teneur en eau des gousses de sésame en fonction du temps de séchage pour différentes températures à un débit de 300 m ³ /h.....	118
Figure 25: Evolution de la vitesse de séchage des gousses de sésame en fonction du temps de séchage pour différentes températures à un débit de 150 m ³ /h.....	119

Figure 26 : Evolution de la vitesse de séchage des gousses de sésame en fonction du temps de séchage pour différentes températures à un débit de 300 m ³ /h	119
Figure 27: Différents échantillons obtenus à la fin du séchage pour différentes températures	121
Figure 28 : Courbe caractéristique de séchage (CCS) des gousses de sésame	122
Figure 29 : Evolution de la teneur en eau réduite au cours du séchage à différentes températures et à différents débits d'air. (Températures : 50,55,60,65,70,75,80°C)	124
Figure 30 : Isothermes de désorption et d'adsorption pour les graines de sésame	127
Figure 31 : Phénomène d'hystérésis observable sur les isothermes de sorption des graines de sésame à trois températures (30, 40, 50°C).	128
Figure 32 : Ensemble des quatre modèles pour chaque température (30, 40 et 50°C) lors de la désorption	132
Figure 33: Ensemble des quatre modèles pour chaque température (30, 40 et 50°C) lors de l'adsorption.....	134
Figure 34 : Analyse des courbes de sorption selon un modèle de polynôme au 3 ^{ème} degré .	136
Figure 35 : Chaleur isosthérique de sorption en fonction de la teneur en eau d'équilibre pour les gousses de sésame.....	137
Figure 36 : Entropie différentielle de sorption en fonction de la teneur en eau d'équilibre pour les gousses de sésame.....	138
Figure 37 : Théorie de compensation enthalpie/entropie.....	139
Figure 38 : Evolution de la teneur en eau des graines de sésame en fonction du temps de torréfaction	153
Figure 39 : Impact de la torréfaction à 150 °C sur l'activité antioxydante (T= Témoin)	154
Figure 40 : Impact de la torréfaction sur les polyphénols à 150 °C	155
Figure 41 : Impact de la torréfaction à 150°C sur les flavonoïdes	155
Figure 42 : Photo de l'évolution de la couleur en fonction du temps de torréfaction à 150°C (t=0 min à gauche et 360 min à droite)	162
Figure 43 : Spectres ATR-FTMIR des trois mélanges binaires	173
Figure 44 : (a) PC1/PC2 graphe avec l'analyse d'ACP sur le plateau	175
Figure 45 : Graphique de valeur discriminante pour les classes A et B.....	176
Figure 46 : Spectres MIR des HS et d'adultérants dans région MIR de 4000-600 cm ⁻¹	180
Figure 47: Graphique des scores par analyse ACP (PC1 / PC2) sur l'ensemble des échantillons de mélanges binaires	181
Figure 48 : Relation entre les concentrations réelles et estimées d'adultérants dans l'huile de Sésame, obtenu à partir du modèle PLS final développé à partir des spectres FT-MIR ...	183

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition biochimique moyenne de sésame	14
Tableau 2 : Composition minérale de la graine de sésame	15
Tableau 3 : Composition en acides gras de l'huile de sésame	16
Tableau 4 : Types de sols dans les zones bour et irriguée.....	51
Tableau 5 : Caractéristiques géographiques des zones d'échantillonnages	52
Tableau 6 : Souches bactériennes utilisées	59
Tableau 7 : Modèles utilisés pour l'étude de la cinétique du séchage	68
Tableau 8 : Humidité relative d'équilibre des sels utilisés (%).....	70
Tableau 9 : Modèles de description des isothermes de sorption sélectionnés.	71
Tableau 10: Conditions de traitement des échantillons de sésame par ionisation.....	73
Tableau 11 : Analyses physico-chimiques de base des accessions de graines de sésame	86
Tableau 12 : Analyses biochimiques des 35 accessions des graines de sésame	87
Tableau 13 : Valeur nutritionnelle des graines de sésame des différentes régions	92
Tableau 14 : Teneur en minéraux des graines de sésame des 35 échantillons.....	93
Tableau 15 : Caractérisation biochimique des graines de sésame marocain et des accessions étrangères	95
Tableau 16 : Composition en acides gras des huiles de sésame.....	97
Tableau 17 : Résultat du test antibactérien des différents extraits	98
Tableau 18 : Résultat du test antibactérien des antibiotiques.....	99
Tableau 19 : CMI de l'extrait aqueux face aux bactéries.....	100
Tableau 20 : Résultat du test antifongique des différents extraits par la méthode de disques	103
Tableau 21 : Valeurs moyennes des caractères étudiés pour les trois environnements.	106
Tableau 22 : Composition moyenne des acides gras dans les 3 environnements	109
Tableau 23: Matrice de corrélation entre les caractéristiques biochimiques des 35 accessions.	111
Tableau 24 : Activité antioxydante et molécules bioactives des gousses de sésame séchées à l'air libre	114
Tableau 25 : Cinétique du séchage par étuvage et par solaire convectif.....	114
Tableau 26 : Activité antioxydante et molécules bioactives des gousses de sésame séchées par étuvage	115
Tableau 27 : Caractérisation biochimiques des graines de sésame issues des gousses du séchage solaire convectif à 150m ³ /h	115

Tableau 28 : Caractérisation biochimiques des graines de sésame issues des gousses du séchage solaire convectif à 300m ³ /h	116
Tableau 29 : Conditions expérimentales du séchage dans un séchoir solaire convectif	117
Tableau 30 : Détermination des constantes du modèle Midilli-Kucuk en fonction de la température, et les deux débits	125
Tableau 31 : Coefficients des différents modèles issus des isothermes de sorption (ESH : Erreur systématique moyenne)	130
Tableau 32 : Coefficients des différents modèles pour les 3 températures étudiées pour les isothermes de désorption	133
Tableau 33 : Coefficients des différents modèles pour les 3 trois températures étudiées pour les isothermes d'adsorption	135
Tableau 34 : Effet des traitements de conservation des graines de sésame sur l'activité antioxydante (DPPH)	142
Tableau 35 : Effet des différentes méthodes de conservation sur les polyphénols des graines de sésame.....	142
Tableau 36: Effet des différentes techniques de conservation sur les flavonoïdes des graines de sésame.....	143
Tableau 37 : Effet des différentes techniques de conservation sur le taux protéique des graines de sésame.....	143
Tableau 38 : Effet des techniques de conservation sur les huiles de sésame	145
Tableau 39 : Effet des techniques de conservation sur l'indice d'acidité	145
Tableau 40 : Effet des différentes techniques sur l'indice de peroxyde.....	146
Tableau 41 : Essais microbiologiques sur la flore microbienne totale des graines de sésame conservées par différentes méthodes	147
Tableau 42: Essais microbiologiques sur les coliformes totaux des graines de sésame conservées avec différentes méthodes.....	147
Tableau 43:Essais microbiologiques sur les coliformes fécaux des graines de sésame conservées avec différentes méthodes.....	148
Tableau 44 : Essais microbiologiques sur les coliformes fécaux des graines de sésame conservées avec différentes méthodes.....	148
Tableau 45 :Essais microbiologiques sur les salmonelles des graines de sésame conservées avec différentes méthodes	150
Tableau 46 : Mesure de radioactivité du sésame.....	151
Tableau 47 : Effet du temps de torrification sur l'évolution de la masse des graines de sésame	152
Tableau 48 : Qualité nutritionnelle du sésame après la torrification	157

Tableau 49: Evolution de l'activité antioxydante et les molécules bioactives durant la torréfaction	160
Tableau 50 : Evolution des antioxydants des huiles de sésame durant la torréfaction	163
Tableau 51 : Conditions expérimentales de la torréfaction par micro-onde	165
Tableau 52 : Qualité biochimique et nutritionnelle du sésame pendant la torréfaction	166
Tableau 53 : Evolution de l'activité antioxydante et des molécules bioactives durant le traitement par micro-onde	169
Tableau 54 : Evolution des antioxydants du sésame durant le traitement par micro-onde	171
Tableau 55 : Matrice de confusion de la calibration par la méthode ACP-ALD	177
Tableau 56 : Matrice de prédiction de l'application du modèle de classification PCA-LDA sur l'ensemble du test (SA, SB, SC, SD présentent les échantillons des différents groupes)	177
Tableau 57 : Variance expliquée (%) de PCs utilisé dans les modèles de PLSR.....	184
Tableau 58 : Résultats de la prédiction de l'étendue de l'altération des huiles dans l'huile de sésame par spectroscopie FT-MIR couplée à la régression PLS.	187
Tableau 59 : Valeur nutritionnelle des produits dérivés du sésame	187

Sommaire

-Introduction générale	1
1^{ère} Partie -Revue bibliographique	4
1. Présentation du sésame et ses propriétés antioxydantes.....	5
1.1 Généralités sur le sésame	5
1.2 Historique : origine et distribution	5
1.3 Taxonomie :.....	5
1.4 Distribution géographique et la production du sésame	8
1.5 Culture du sésame :	10
1.6 Avantages de la culture	10
1.7 Techniques culturales	10
1.8 Récolte du sésame	11
2. Valeur nutritionnelle des graines de sésame	13
2.1 Protéines	14
2.2 Fibres	14
2.3 Minéraux	14
2.4 Vitamines	15
3. Valeur nutritionnelle des huiles de sésame :	16
4. Composition phénolique du sésame	16
4.1 Structure et classification	17
4.2 Flavonoïdes	17
4.3 Flavonols	17
4.4 Acides phénoliques	18
4.5 Lignanes	19
4.6 Vitamine E.....	20
4.7 Caroténoïdes.....	21
5. Méthodes de séchage des plantes	21
5.1 Définition du séchage.....	22
5.2 Différents modes de séchage.....	22
5.3 Terminologie du séchage	23

5.4 Mécanisme de séchage	25
5.5 Qualités des produits séchés.....	27
5.6 Isothermes de sorption	28
6. Méthodes de conservation des graines	30
7. Procédés de transformation du sésame.....	36
7.1 Torréfaction conventionnelle des graines	36
7.2 Traitement des graines par micro-ondes	40
8. Application de l'infrarouge et des méthodes chimiométriques pour la détection de l'adultération des huiles de sésame	42
8.1 Spectroscopie infra rouge.....	43
8.2 Méthodes chimiométriques	45
2^{ème} Partie-Matériel et méthodes.....	49
Chapitre I : Caractérisation biochimique des graines de sésame et étude des activités biologiques.....	50
I.1. Présentation de la zone d'étude.....	50
I.2. Conditions climatiques.....	50
I.3. Types de sols.....	51
I.4. Types d'irrigation.....	51
I.5. Echantillonnage.....	52
I.6. Caractérisation physico-chimique, biochimique et nutritionnelle	52
I.6.1. Analyses physico-chimiques de base.....	52
I.6.2. Analyses biochimiques	52
I.6.3. Analyses nutritionnelles.....	55
I.7. Activité antibactérienne et antifongique	57
Chapitre II : Etude de l'effet d'environnement sur la qualité des graines de sésame	62
Chapitre III : Optimisation d'une méthode de séchage et modélisation.....	63
Chapitre IV : Détermination des isothermes de sorption.....	69
IV.1. Dispositif expérimental d'isothermes	69
IV.2. Préparations des échantillons	70
IV.3. Protocole expérimental	70
IV.4. Précision sur les mesures effectuées	70
IV.5. Modélisation des isothermes de sorption	71
Chapitre V : Suivi de la conservation des graines de sésame par différentes méthodes .	72
V.1. Pasteurisation.....	72

V.2. Stérilisation.....	72
V.3. Lyophilisation.....	72
V.4. Traitement par rayonnement gamma.....	73
V.5. Réfrigération.....	75
V.6. Congélation	75
V.7. Rayons infra-rouge et U-violet.....	75
V.8. Suivi de conservation	75
Chapitre VI : Procédés de transformation du sésame	79
VI.1. Optimisation d'une méthode de torréfaction du sésame	79
VI.1.1 Méthode de torréfaction traditionnelle.....	79
VI.1.2 Méthode de torréfaction par micro-onde	79
VI.1.3 Analyses biochimiques des graines de sésame	79
VI.1.4 Analyses biochimiques des huiles de sésame	79
VI.2. Proposition d'une méthode pour la détection de l'adultération des huiles de sésame à l'aide des outils chimiométriques.....	81
VI.2.1 Echantillonnage.....	81
VI.2.2 Spectroscopie Infrarouge	82
VI.2.3 Paramètres de la méthode	82
VI.2.4 Méthodes chimiométriques appliquées	82
3^{ème} Partie-Résultats et discussions.....	84
Chapitre I : Caractérisation biochimique des graines de sésame et étude de leurs activités biologiques.....	85
I. Caractérisation biochimique et physico-chimique des graines de sésame.....	85
I.1. Analyses physico-chimiques de base.....	85
I.2. Analyses biochimiques	86
I.3. Analyses nutritionnelles des graines de sésame.....	91
II. Comparaison entre les accessions marocaines et les accessions d'autres pays.....	93
III. Activité antibactérienne et antifongique du sésame	97
III.1. Caractérisation chimique des huiles	97
III.2. Activité antibactérienne et antifongique.....	98
III.2.1 Détermination de l'activité antibactérienne.....	98
III.2.2 Détermination de la concentration minimale inhibitrice (CMI)	100
Chapitre II : Effet de l'environnement sur la qualité des graines de sésame	105

Chapitre III : Optimisation d'une méthode de séchage des gousses de sésame et modélisation	112
III.1. Analyses physico-chimiques et biochimiques des graines de sésame après séchage par différentes méthodes	113
III.2. Cinétique du séchage et modélisation	116
III.3. Courbe caractéristique de séchage des gousses de sésame (CCS)	121
III.4. Modélisation des courbes expérimentales de séchage des gousses de sésame	122
Chapitre IV : Isothermes de sorption et modélisation.....	128
IV.1. Etude hygroscopique.....	128
IV.2. Modélisation des isothermes de sorption	130
IV.2.1 Modèles de description des isothermes de sorption.....	130
IV.2.2 Conditions optimales de stockage.....	135
IV.2.3 Propriétés thermodynamiques	136
Chapitre V : Le suivi de la conservation des graines de sésame par différentes méthodes	141
V.1. Effets des différentes méthodes de conservation sur la qualité biochimique des graines et des huiles du sésame.....	141
V.1.1 Effets de la conservation sur les graines de sésame	141
V.1.2 Effets de conservation sur les huiles de sésame	144
V.2. Effets des différentes méthodes de conservation sur la qualité microbiologique des graines du sésame.....	146
Chapitre VI : Les procédés de transformation du sésame	152
VI.1. Optimisation de la torréfaction conventionnelle du sésame	152
VI.2. Etude de l'effet de la torréfaction traditionnelle sur les huiles de sésame	159
VI.3. Etude de l'effet de la micro-onde sur les graines de sésame.....	165
VI.4 Etude de l'effet de la micro-onde sur les huiles de sésame.....	168
VI.5. Détection de l'adultération des huiles de sésame.....	172
VI.6. Valorisation du sésame et ses produits dérivés	185
-Conclusions et perspectives	188
-Références bibliographiques	192
-Annexes	216

Introduction générale

Depuis l'indépendance, le secteur agricole a connu de nombreux programmes de développement et de réformes structurelles pour permettre au pays d'assurer sa sécurité alimentaire et de contribuer à sa croissance économique.

A vocation quasi exclusivement agricole, la région Béni Mellal-khénifra est caractérisée par un contraste très marqué en termes d'indice de développement entre la zone de montagne (province d'Azilal) et la plaine de Tadla. De même, à l'instar de l'agriculture au niveau national, cette région est caractérisée par une agriculture duale opposant un secteur moderne performant à un secteur traditionnel marginal. Le plan agricole régional de Béni Mellal-khénifra inclut parmi ses axes de développement, une promotion des produits de terroir comme alternative prometteuse pour le développement local durable de ses zones en s'articulant sur la richesse et la diversité de l'espace géographique sur lequel s'étend cette région en termes de caractéristiques naturelles, sociologiques et socio-économiques. Parmi ces produits de terroir on trouve le sésame (*Sesamum indicum*. L).

Le sésame, *Sesamum indicum* L. est une plante annuelle qui appartient à la famille des Pedaliaceae, c'est l'une des plantes oléagineuses les plus anciennes, les plus connues et les plus utilisées par l'Homme. Il est cultivé pour ses graines comestibles, ainsi il est réputé par sa haute teneur en huile qui peut arriver à 60%.

Les graines de sésame constituent une source concentrée d'acides gras insaturés essentiels, de fibres et d'un certain nombre d'autres nutriments souvent négligés dans les régimes alimentaires modernes. Ainsi, le sésame est doté d'une valeur nutritionnelle élevée et il est riche en antioxydants endogènes tels que le tocophérol, la sésamine, la sésamoline et le sésaminol (Abou Gharbia et al., 1996). En plus, il contient la plupart des acides aminés essentiels et certains minéraux indispensables (Sawaya et al., 1985 ; Dagher, 1991). La graine de sésame est aussi l'un des aliments qui contient le plus de lignanes (Milder et al., 2005), des composés végétaux jouant un rôle semblable à celui de l'oestrogène, offrant un large éventail d'effets bénéfiques pour la santé.

En revanche, et malgré cette richesse nutritionnelle, la culture de sésame dans la zone de Béni Mellal-Khénifra souffre de plusieurs contraintes retardant sa productivité et sa valorisation, ce qui influence le rendement annuel. Parmi les problèmes rencontrés, la faible utilisation des techniques modernes de production, la non organisation du circuit de commercialisation, la

faible maîtrise des techniques post-récolte (séchage, battage) affectent directement la qualité du sésame offert sur le marché avec des pertes de production, la non disponibilité d'équipements adaptés pour la transformation du sésame (torréfaction/ pressurage) en produits dérivés tels que les biscuits et l'huile de bonne qualité et la difficulté de conservation des produits de base (graines de sésame) et de certains produits dérivés de transformation.

Le séchage conventionnel utilisé dans certains pays est l'un des principaux problèmes rencontrés au cours de la récolte résultant une perte importante de production de sésame affectant également la qualité nutritionnelle et organoleptique du produit. Cette situation oblige les agriculteurs de chercher une alternative afin d'améliorer la qualité et le rendement après la récolte.

En effet, depuis quelques années, l'assurance d'une bonne qualité et d'une sécurité totale des produits alimentaires apparaît comme une nouvelle exigence. Aujourd'hui, le consommateur est relativement bien informé sur les qualités nutritionnelle et microbiologique des aliments.

En revanche, il connaît moins bien l'influence des procédés employés ainsi que les méthodes de conservation pour l'élaboration des produits alimentaires.

Depuis plus de 60 ans, notre alimentation a fortement évolué. Nous sommes passés d'une alimentation traditionnelle élaborée à partir de produits de base issus directement des campagnes à une alimentation très riche en produits transformés. Cette évolution de l'offre alimentaire a été précédée par un profond changement des modes de production agroalimentaire. Or, l'impact de ces transformations sur la qualité nutritionnelle et la sécurité sanitaire des aliments se révèle être important. Parmi ces procédés, le traitement thermique semble jouer un rôle majeur dans la qualité globale des denrées alimentaires. En effet, il peut dégrader des composés d'intérêt nutritionnel comme les vitamines mais aussi générer des composés nouveaux, peuvent être des antioxydants (Addis, 1986). Et pour faire face à ces problèmes, il faut chercher la méthode la plus adaptée pour une meilleure conservation ainsi d'optimiser l'utilisation des procédés thermiques.

Ainsi, à cause des fluctuations du prix de sésame aussi bien sur le marché international et national, les produits dérivés du sésame sont fort exposés à l'adultération par des huiles de tables à bas prix.

Dans ce contexte, la présente étude porte sur les différents procédés de transformation du sésame et leurs impacts sur la qualité du sésame. Ce travail de thèse est axé sur plusieurs objectifs ayant été retenus dans notre démarche scientifique :

- 1) La caractérisation physico-chimique et biochimique du sésame collecté de la région et la comparaison de sa qualité avec celle des semences de différents pays.

- 2) La caractérisation biochimique des graines de sésame de différents accessions collectées et celles issues du semis de ces mêmes accessions dans trois environnements différents.
- 3) L'optimisation et la modélisation d'une méthode de séchage afin d'augmenter et préserver la qualité des graines de sésame, ainsi que l'élaboration de leurs courbes isothermiques de sorption.
- 4) L'étude de l'effet des différentes méthodes de conservation sur la qualité nutritionnelle, microbiologique et biochimique de sésame.
- 5) L'étude de l'effet de la torréfaction sur la préservation de la qualité des graines et de l'huile de sésame ainsi que la détection de l'adultération du sésame avec des huiles de tables à faible prix.

1^{ère} Partie-Revue bibliographique

1. Présentation du sésame et ses propriétés antioxydantes

1.1 Généralités sur le sésame

Le sésame (*Sésamum Indicum*. L) est une plante annuelle de la famille des *Pedaliaceae*, considérée l'une des plus anciennes cultures oléagineuses cultivée dans les zones chaudes et moyennement humides du monde. La culture du sésame a commencé il y a environ 4000 ans en Mésopotamie (Iraq actuel) (Ashri,1998).

1.2 Historique : origine et distribution

Le nom du sésame tient son origine du terme arabe Simsim, la racine du mot signifie probablement gras ou huile (Oplinger et al. 1997). Certains auteurs ont mentionné que la culture a été domestiquée pour la première fois en Afrique, et plus précisément au Soudan actuel (Oplinger et al. 1997), alors que Weiss (1971), a rapporté que la culture a été dans un premier temps introduite en Egypte, puis en Inde, Chine et Japon. L'Inde est généralement admise comme le sous-continent où le sésame a été domestiqué et ensuite propagé à d'autres endroits dans le monde à travers les longues routes commerciales (Pham ,2011).

1.3 Taxonomie :

1.3.1 Systématique et Botanique :

D'après Rangarajan (2012), la classification botanique du sésame est la suivante :

Règne	Végétale
Embranchement	<i>Angiospermes (Magnoliophyta)</i>
Ordre	<i>Lamiales (Scrophulariales)</i>
Famille	<i>Pedaliaceae</i>
Genre	<i>Sesamum</i>
Espèce	<i>Sésamum.indicum</i>
Nom binomial	<i>Sesamum indicum</i> . L

Le genre *Sesamum* comprend de nombreuses espèces dont la plus cultivée est *Sesamum indicum* L. (Ashri, 1998). Selon Kobayashi et al. (1990), 36 espèces ont été identifiées dont 22 ont été trouvées en Afrique, cinq en Asie, sept en Afrique et en Asie, une en Crète et une au Brésil. Il existe trois groupes cytogénétiques :

- $2n = 26$: *S. indicum*, *S. alatum*, *S. capense*, *S. schenckii*, *S. malabaricum*
- $2n = 32$: *S. prostratum*, *S. laciniatum*, *S. angolense*, *S. angustifolium*
- $2n = 64$: *S. radiatum*, *S. occidentale*, *S. schinzianum*

1.3.2 Classification et description de la plante du sésame (*Sesamum indicum*. L) :

Le sésame (*Sesamum indicum* L.) est une plante annuelle, herbacée et tropicale pouvant atteindre une hauteur de 60 à 200 cm selon les variétés (Skiredj et *al.*, 2013).



Figure 1 : Différentes parties de la plante du sésame

➤ **Les graines de sésame**

Les graines de sésame ont une petite taille avec une longueur de 3 à 5 mm. Leur couleur varie du blanc jaunâtre au marron, brun ou noir. Elles ont un goût de noisette et quand elles sont décortiquées, elles ont une couleur blanche beige. Les graines noires sont moins utilisées et ont un parfum plus concentré que les blancs. Les graines de sésame contiennent des acides gras insaturés bénéfiques pour la santé, et surtout l'acide linoléique qui permet la diminution de cholestérol et des risques cardio-vasculaires. La graine se compose de 3 parties principales :

- Le péricarpe ou enveloppe.
- L'endosperme.
- Le germe ou l'embryon (FAO, 2011).

➤ **L'appareil végétatif**

Les racines de la plante du sésame sont généralement pivotantes, et peu développées (Skiredj et *al.*, 2013). Elles peuvent atteindre 90 cm de long, avec un réseau dense des racines secondaires pouvant aller jusqu'à 1 mètre dans le sol (Schilling & Cattan 1991).

Les feuilles ont une morphologie variable selon la variété et l'âge de la plante. En général, elles sont crénelées, plus ou moins lobées ou entières. Elles sont pétiolées, palmées ou lobées, décurrentes sur les bords et grossièrement trilobées avec un lobe médian plus allongé. Leur

taille varie de 18 à 26 cm de long (pétiole compris) et de 8 à 10 de large (Schilling & Cattan 1991).

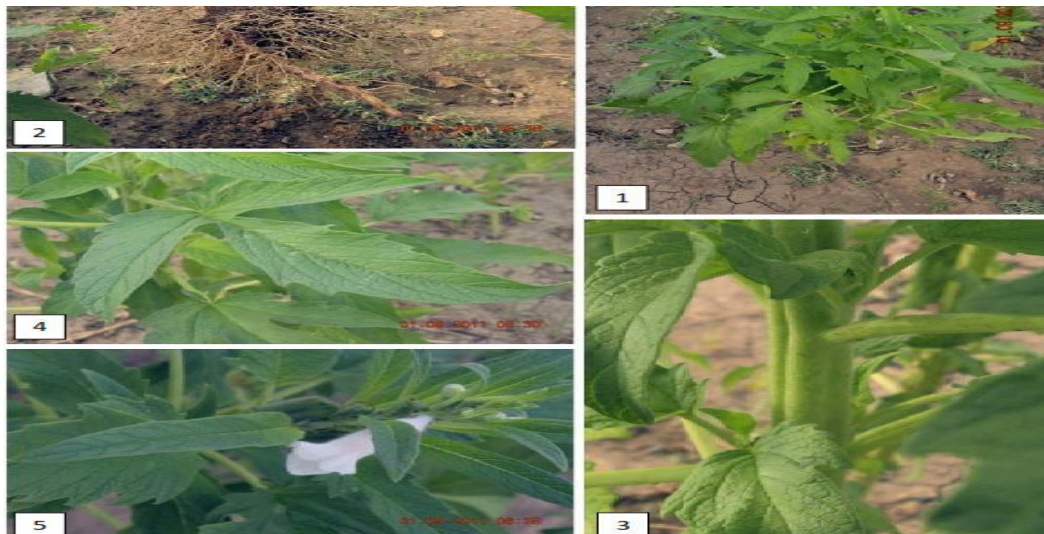


Figure 2 : Appareil végétatif du sésame

1 : Port érigé de la plante entière ; 2 : Partie racinaire avec racine principale pivotante et un réseau dense de racines secondaires ; 3 : Tige principale cannelée, plus ou moins velue à section quadrangulaire ; 4 et 5 : Aspects des feuilles à différents niveaux de la tige (El Mokni et El Aouni 2013).

➤ **L'appareil reproducteur**

Les fleurs apparaissent, à l'aisselle des feuilles, fixée sur un court pédoncule, à la partie supérieure de la tige principale. Elles sont solitaires, occasionnellement groupées en inflorescence de 2 à 3 fleurs par axile (Sikka et Gupta 1957). Chaque fleur comporte un calice à cinq sépales libres dont un est plus court, un tube floral (corolle gamopétale zygomorphe) généralement pileux sur toute la partie externe, quatre étamines dont deux plus courtes donnant du pollen rapidement libéré après l'ouverture de la fleur, et la cinquième est stérile (Weiss 1971). L'ovaire supère est composé de 2 à 4 carpelles soudés divisées en 4 loges (Schilling et Cattan 1991).

Le fruit du sésame est une capsule oblongue et profondément cannelée déhiscente à maturité. Sa longueur varie de 2,5 à 3,5 cm avec un diamètre de 0,5 à 1 cm. La maturité se manifeste plus tard par une défoliation importante et un jaunissement des capsules. Les capsules de la base sont celles qui mûrissent les premières. Chacune contient de nombreuses petites graines ovales à pyriformes (avec un nombre moyen de 17 graines par loge et de 70 graines par capsule), lisses, blanches, jaunes ou brunâtres (Figure 3) (Schilling et Cattan 1991).

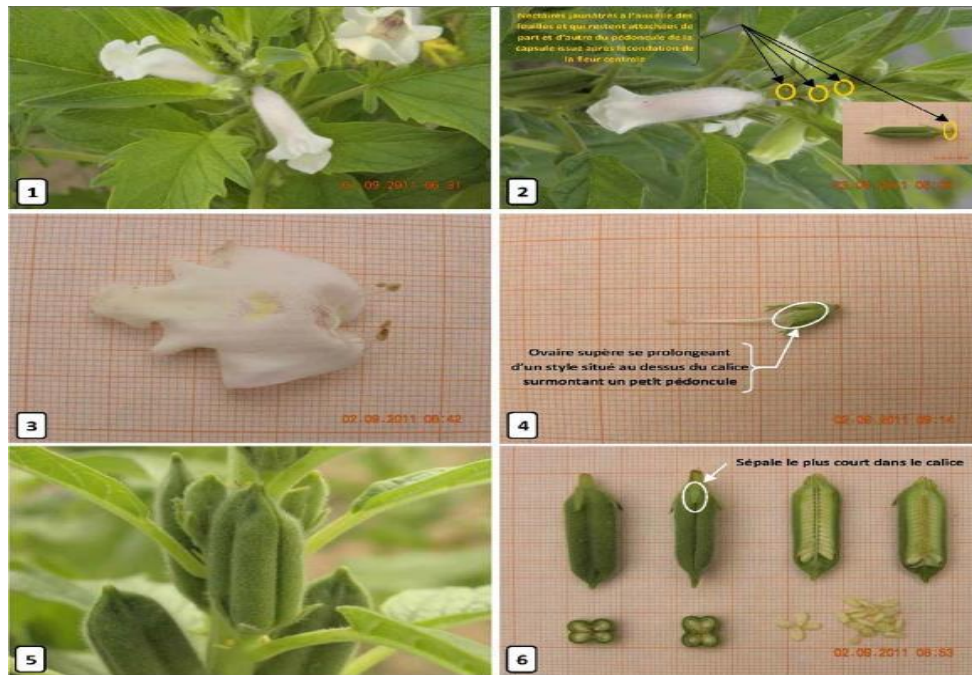


Figure 3 : Appareil reproducteur du sésame

1 : Fleurs axillaires, courtement pédonculées à corolles gamopétales zygomorphes densément poilues ; **2 :** Nectaires extra-floraux de part et d'autre de chaque fleur centrale ; **3 :** Etamines didynames ; **4 :** Ovaire supérieur ; **5 :** Capsule oblongue et profondément cannelée ; **6 :** Détail de la capsule (en coupe transversale et en coupe longitudinale) et des graines (nombre, taille et mode d'agencement dans les loges et la capsule. (EL Mokni et EL Aouni (2013)).

1.4 Distribution géographique et la production du sésame

1.4.1 Production mondiale du sésame

Aujourd'hui, le Myanmar, l'Inde et la Chine sont considérés les plus grands producteurs mondiaux, suivis par l'Ethiopie, le Nigeria, l'Uganda, la Tanzanie, le Niger et le Burkina.

En 2013, une superficie globale de l'ordre de 9,4 millions d'hectares a été emblavée par cette culture et la production mondiale en graines a avoisiné 4,8 millions de tonnes (Figure 4), correspondant à un rendement moyen aux alentours de 5,1 q/ha (FAOSTAT, 2015). Le Myanmar étant le premier producteur du sésame au monde avec une production de l'ordre de 890.000 t, suivie de l'Inde, ayant une production de 663.000 t. En Afrique, le premier producteur est le Soudan, avec 562.000 t (FAOSTAT, 2015).

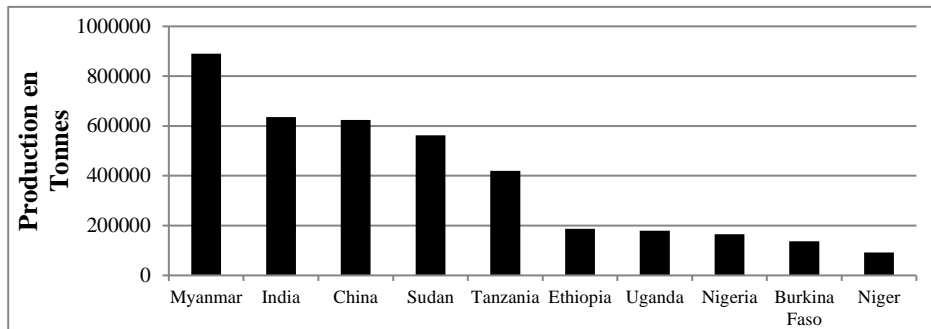


Figure 4 : Producteurs du sésame au monde en 2013 (FAOSTAT, 2015).

1.4.2 Production du sésame au Maroc

La superficie moyenne occupée par le sésame au Maroc est de l'ordre de 2.500 ha, avec un rendement moyen de l'ordre de 0,9t/ha (5 dernières années) (Skiredj et *al.*,2013), répartie entre le périmètre de Tadla avec 90% et Meknès, Safi, Marrakech avec 10% de la production. La superficie moyenne au cours des dix dernières années était de l'ordre de 1583 ha. Pour 2014, elle a pu atteindre 1110 ha (ORMVAT, 2014) (figure 5).

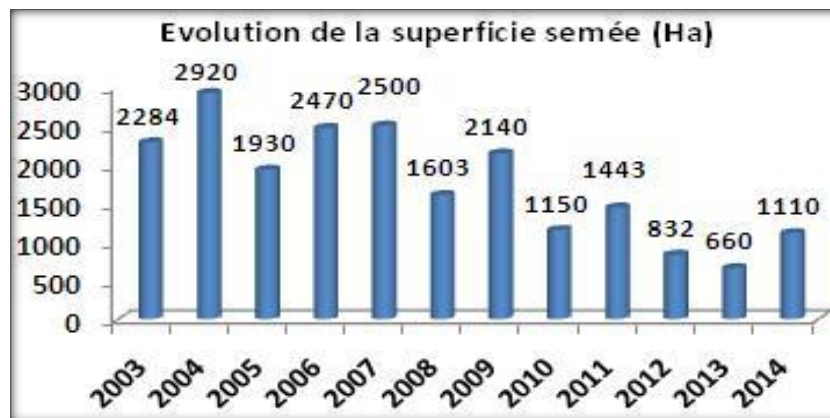


Figure 5 : Evolution de la superficie cultivée en sésame dans la région Béni-Mellal-khénifra entre 2003 et 2014 (ORMVA Tadla, 2014)

La culture du sésame est considérée comme produit de terroir de la région du Béni-Mellal-khénifra avec une production annuelle moyenne de 2400 t, constituant donc une filière prioritaire dans son Plan Agricole Régional (PAR), dans le cadre du pilier I du Plan Maroc Vert. Ce dernier prévoit une augmentation de la superficie réservée à cette culture de 60% pour atteindre 4000 ha à l'horizon 2020 et une augmentation de la production de 225% pour passer de 1800 t actuellement à 6400 t à l'horizon 2020. Malgré les potentialités de cette région productrice du sésame au Maroc, cette filière reste peu développée à cause de plusieurs contraintes, dont notamment la non utilisation de variétés améliorées, le faible recours aux techniques modernes de production, la faible valorisation de la production et la non organisation du circuit de commercialisation (Skiredj et *al.* , 2013).

1.5 Culture du sésame :

Le sésame est une plante annuelle caractérisée par l'autopollinisation, bien que la pollinisation croisée puisse se produire avec un taux allant de 5 à plus de 50% (Rheenen, 1980; Pathirana, 1994). C'est une plante herbacée annuelle dressée avec deux types : type à croissance indéterminée et type à croissance déterminée, et elle peut atteindre jusqu'à deux mètres de hauteur. La plupart des variétés montrent une croissance indéterminée, qui est présentée comme une production continue de nouvelles feuilles, des fleurs et des capsules aussi longtemps que l'environnement reste propice à la croissance (Carlsson et al., 2008). La période de croissance est de 70 à 150 jours, selon la variété et les conditions de culture (Ashri, 1998), avec la première fleur produite dans les 4-5 semaines qui suivent la plantation.

1.6 Avantages de la culture

En plus de sa tolérance à la sécheresse et son adaptation à une gamme de différents types de sols, le sésame stimule une flore de microbes bénéfiques au sol et réduit les populations de nématodes, en particulier les Meloidogyne (*Meloidogyne arenaria*, *Meloidogyne incognita*) qui attaquent les arachides et le coton.

La culture du coton suivant le sésame dans un système de rotation des cultures montre une réduction de la pourriture des racines causée par *Phymatotrichopsis omnivora* (Langham et al., 2008). Le sésame est également un excellent constructeur du sol en raison des grandes quantités de biomasse racinaire qui sont laissés à pourrir sous terre après la récolte. Le sol est très doux après la culture du sésame et nécessite donc moins de travail pour préparer la prochaine culture en rotation (Langham et al., 2008).

1.7 Techniques culturales

Le sésame pousse bien dans les sols riches, légers, profonds et peu sableux. Les terres trop argileuses ne sont pas recommandées. La variation brutale de l'humidité du sol est très nuisible pour les jeunes plants et il faut surtout un bon drainage, car une inondation de quelques heures suffit pour tuer le sésame pendant les premières semaines de croissance. Dans les régions à pluviosité moyenne, la culture se fait à plat sur un terrain préparé. La culture en billons est pratiquée dans les zones à forte pluviosité. La faible taille des graines de sésame et la fragilité de la plantule rendent nécessaire la réalisation d'un lit de semence fin ainsi que la mise en place d'une protection du champ contre les inondations temporaires. Les semences doivent être traitées contre les insectes et les moisissures, à cause de la petite taille des graines et de la présence d'une cuticule très lisse. Ainsi, Le mélange graine-poudre nécessite un brassage prolongé pour obtenir un enrobage correct des graines. L'adhérence peut

être améliorée en humectant légèrement la semence. La date de semis doit être choisie de manière à réduire les poches de sécheresse qui coïncident avec la période de floraison et d'apparition de capsules car le retard dans les semis affecte fortement le potentiel de rendement. Traditionnellement le sésame est semé dans les conditions de culture pluviales (Ouattara, 1985).

1.8 Récolte du sésame

1.8.1 Période de la récolte

La récolte du sésame est une opération technique très importante de la production de sésame. La récolte tardive peut causer des pertes considérables des graines. Un rapport positif et linéaire a été trouvé entre la maturité et le rendement en graines du sésame. Il a été montré, qu'un retard d'un jour dans les opérations de récolte, après avoir atteint le stade de maturité approprié, cause une perte de graines d'environ 30 kg/ha. La période de récolte varie avec les types de variétés, mais elle doit avoir lieu quand la floraison cesse, et que les feuilles deviennent jaunes et commencent à tomber. Les capsules sont alors encore un peu vertes. Les plantes sont la plupart du temps coupées à la main, mises en gerbes, puis en meubles dans les champs où elles sèchent avant d'être battues (Hugues, 2000).

La récolte débute en mis septembre, octobre/ novembre dès l'apparition des signes précurseurs de la maturité du sésame (jaunissement des feuilles et le brunissement des capsules de la base). Les plants n'ayant pas le même degré de maturité, la récolte peut se faire en plusieurs périodes (Weiss, 1971).

1.8.2 Séchage : avantages et inconvénients

Le séchage doit se faire dans des conditions convenables car c'est l'étape primordiale pour un produit sain. Il faut aussi, pour bien conduire l'opération de séchage, prendre en compte les caractéristiques du produit frais, ainsi optimiser les conditions pour avoir un produit final avec la texture, la couleur et le goût désiré sans oublier la qualité nutritionnelle. Bien maîtriser un processus de séchage, c'est aussi contrôler la qualité des produits frais et secs, à l'amont et à l'aval du séchage lui-même (approvisionnement en produits frais, tri de ces produits, parage, prétraitements, contrôle du produit sec, éventuelle incorporation d'agents de saveur et de conservation, conditionnement, stockage amont, éventuellement chaîne de distribution...).

Généralement, le séchage des gousses de sésame se fait à l'air libre. La forte implantation du séchage traditionnel à l'air libre repose essentiellement sur la bonne maîtrise locale de cette technique, l'absence d'outillages, d'équipements onéreux et le faible coût. Mais le séchage traditionnel à l'air libre présente des inconvénients tels que la forte dépendance vis-à-vis des

conditions climatiques parce que la saison idéale pour ce type de séchage c'est la saison sèche (air sec et chaud, fort rayonnement solaire) qui assure de bons résultats concernant le produit. Mais dès l'arrivée de la saison des pluies, ou lors d'une dégradation momentanée des conditions climatiques, le séchage à l'air libre s'avère inopérant et les pertes sont importantes. Le séchage à l'air libre peut aussi résulter une faible qualité nutritionnelle et microbiologique du produit séché, ainsi que ses caractéristiques parfois médiocres de goût, d'aspect, voire d'odeur. En effet, les effets cumulés d'une exposition directe au soleil conduisant à une perte en vitamines, un brunissement, (déstructuration du produit) et un développement microbien (risque de présence d'éléments pathogènes), donnent un produit de piètre qualité (Hugues, 2000). Le plus souvent, le produit n'est pas suffisamment valorisé pour pouvoir atteindre de nouveaux marchés (milieu urbain, export) et sa durée de conservation ne permet pas la constitution de stocks assurant une sécurité alimentaire en période creuse. Le séchage à l'air libre sans système de protection efficace expose le produit à toutes sortes d'attaques extérieures produisant une mauvaise protection face aux êtres vivants nuisibles (prélèvements par les rongeurs, infestation par les insectes, etc.), sans oublier la perte du temps consommé en préparation, manipulation, protection contre ces êtres nuisibles (FAO,1983).

1.8.3 Stockage et conservation

Après le séchage et le battage, le nettoyage des graines est très important par tamisage avec des tamis traditionnels ou mécaniques pour débarrasser les cailloux, grains de sable et autres matières inutiles. La propreté de la graine à la récolte définit le type de matériel à choisir. Avec des récoltes très sales, il peut être nécessaire de prévoir un pré-nettoyeur. En général, le nettoyeur-séparateur est la machine de base (Hugues, 2000). La qualité du travail est directement liée d'une part à l'importance du jeu de tamis disponible pour s'adapter avec précision à la dimension des graines travaillées, et d'autre part à la précision des réglages (des aspirations en particulier). Souvent, lorsque les semis sont manuels et qu'il n'y a pas de risque de mélange d'espèces de dimensions comparables, le nettoyeur-séparateur est suffisant pour le conditionnement des semences. Ensuite, vient le triage qui a pour objectif, soit d'éliminer les graines légères, mal venues, les graines étrangères, les impuretés de dimensions proches de la semence, soit de classer la semence par dimension. Il permet d'obtenir une semence homogène et de bonne valeur germinative (FAO,1983)

Plusieurs agriculteurs ont tendance à traiter les semences dont l'objectif est de les protéger contre les parasites (cryptogames, insectes) et d'éviter qu'elles ne les transmettent. Le traitement chimique est le plus économique actuellement, les produits doivent satisfaire à une

série de critères : efficacité, large spectre d'activité, faible toxicité pour l'homme et les animaux, innocuité pour les semences, bonne adhérence sur les graines, bonne stabilité chimique, etc. Le produit de traitement devra être choisi en fonction du mode de contamination lequel peut être externe ou interne. En moyenne, le gain de rendement obtenu par traitement des grains est estimé entre 100 à 300 kg/ha (FAO,1983).

La conservation des graines de sésame influe positivement ou négativement sur la qualité des graines et par conséquent sur la compétitivité du produit sur les marchés national, régional et international. L'ensachage est une étape importante pour garantir une bonne préservation ; c'est un élément important de la bonne conservation des graines de sésame.

L'huile de sésame composée d'acides gras insaturés doit être conservée sous certaines conditions pour rester stable. Elle doit être maintenue à l'abri de la lumière, dans des récipients étanches et à des températures assez basses, de l'ordre de 7 à 10°C. Cette huile est en effet remarquablement stable grâce à la présence des antioxydants naturels spécifiques : sésamol, sésamine et tocophérols ce qui lui confère la stabilité dans différentes conditions (Elleuch et *al.*, 2006). Les huiles de sésame, d'olive, de macadamia, de tournesol, de carthame, d'argan et de coco sont de meilleure conservation, que d'autres huiles végétales et il n'est donc pas nécessaire de les mettre au frigo, où elles figent d'ailleurs le plus souvent (FAO,1983).

2. Valeur nutritionnelle des graines de sésame

Le sésame est une plante oléagineuse dont on consomme la graine. Fort appréciée au Moyen-Orient où on la réduit en purée pour préparer le traditionnel *tahini*, on la déguste aussi entière, déshydratée, rôtie ou en huile. Les constituants majeurs des graines de sésame sont l'huile, les protéines et les polyphénols et les constituants mineurs sont les vitamines et les minéraux.

Les graines intactes de sésame contiennent une forte teneur en huile et en protéines respectivement, 52,24%, 25,77 % (Tableau 1). La graine contient 19,33% de fibres totaux, 4,68 % de cendres, (Elleuch et *al.*, 2007) et 2,48 % de polyphénols (Vishwanath et *al.*, 2011) Ainsi, 2,62 µg/g de carotènes et 0,04 µg/g de chlorophylles (Borchani et *al.*, 2010). Le profil d'acides gras du sésame a montré une richesse en acide oléique (41,68%) et en acide linoléique (38,29%) (Borchani et *al.*, 2010).

Tableau 1 : Composition biochimique moyenne de sésame (Elleuch et *al.*, 2006^a ; Borchani et al., 2010^b ; Vishwanath et al., 2011^c).

Elément	Pourcentage (%)
Huile (g/100g) ^a	52,24 ±0,34
Protéines (g/100g) ^a	25,77 ±1,02
Fibres totaux (g/100g) ^a	19,33± 1,97
Matière minérale (g/100g) ^a	4,68 ±0,20
Sucres solubles (g/100g) ^a	2,48 ±0,09
Polyphénols (mg/g) ^c	2.88 ±0,15
Carotènes (µg/g) ^b	2,62 ± 0,10
Chlorophylles (µg/g) ^b	0,04 ± 0,03
Acide Oléique (g/100g d'huile) ^b	41,68 ±0,61
Acide Linoléique (g/100g d'huile) ^b	38,29 ±0,24

2.1 Protéines

Les graines de sésame sont également une source très précieuse de protéines alimentaires avec des acides aminés de qualité qui sont essentiels pour la croissance. On y trouve des acides aminés comme l'arginine, acide aspartique, alanine, acide glutamique, isoleucine, leucine, méthionine, Lysine, tryptophane, tyrosine et de la valine. La teneur en protéines du sésame est d'environ 18 à 25% (Kamal-Eldin et Appelqvist, 1994a, Kamal-Eldin et al., 1994b, Elleuch et al., 2006).

2.2 Fibres

Le sésame est considéré comme étant une grande source de fibres. Avec 4,3 g de fibres par 60 ml de graines déshydratées entières et 5,3 g par 60 ml de graines rôties, le sésame est considéré comme une source élevée de fibres alimentaires (Marlett et *al.*, 2002). Il existe deux grands types de fibres (solubles et insolubles) qui ont des effets bénéfiques différents dans l'organisme dont le sésame renferme les deux, mais avec une proportion plus importante de fibres insolubles (60 %) (Namiki, 1988).

2.3 Minéraux

Les graines de sésame sont une bonne source de minéraux (Tableau 2), en particulier le calcium, le potassium, le phosphore, le magnésium, le sodium et le fer (Loumouamou et *al.*, 2010). La graine de sésame entière (non décortiquée) est une excellente source de calcium. Ce dernier est de loin le minéral le plus abondant dans le corps. Ainsi, il joue un rôle essentiel dans la coagulation du sang, le maintien de la pression sanguine et la contraction des muscles (dont le cœur) (Brito et Numez, 1982). Le phosphore et le magnésium constituent aussi des éléments importants dans la graine de sésame, participant au développement osseux, à la construction des protéines, aux actions enzymatiques et au fonctionnement du système immunitaire. Comme ces minéraux, le fer est essentiel au transport de l'oxygène et à la

formation des globules rouges dans le sang. Il joue aussi un rôle dans la fabrication de nouvelles cellules, d'hormones et de neurotransmetteurs (messagers dans l'influx nerveux) (Johnson et al., 1979).

Tableau 2 : Composition minérale de la graine de sésame (Elleuch et al., 2007)

Elément	Pourcentage % en matière fraîche
Matière minérale g/100g	4,68 ±0.20
Calcium g/100g	1,03 ±0.04
Potassium mg/100g	525,91 ±7.90
Magnesium mg/100g	349,93 ± 9.32
Phosphore mg/100g	516,2 ±6.89
Fer mg/100g	11,39 ±0.27
Cuivre mg/100g	2,15 ±0.06
Zinc mg/100g	8,87 ±0.26
Manganèse mg/100g	3,46 ±0.43
Sélénium µg/100g	51,9 ±0,12

2.4 Vitamines

Le sésame présente une source importante de vitamines, en particulier les vitamines du groupe B (B1, B6, B2 et B3), la vitamine A, la vitamine D, la vitamine C et la vitamine E (Kanu, 2011). La vitamine B1 fait partie d'un coenzyme nécessaire à la production d'énergie principalement à partir des glucides que nous ingérons. Tandis que la vitamine B6 et la folate B9 collaborent à la fabrication des globules rouges et leur permettent de transporter d'avantage l'oxygène (Kanu, 2011). Les vitamines C, E et β -carotène sont des antioxydants naturels importants qui inhibent la peroxydation lipidique, et la consommation élevée de ces vitamines, notamment la vitamine E, est liée par la suite à la réduction de l'incidence de la cardiopathie ischémique. La vitamine A, est considéré comme un nutriment essentiel pour toutes les espèces animales pour une vision normale, pour la croissance et pour la différenciation cellulaire. La supplémentation alimentaire en vitamine E et en vitamine A augmente le glutathion, un réservoir pour les composés aldéhydes de liaison cystéine.

3. Valeur nutritionnelle de l'huile de sésame :

Parmi les cultures oléagineuses, le sésame est une des cultures avec les teneurs les plus élevées en huile. En général, la teneur en huile dans le sésame est entre 34-63% (Yermanos et al, 1972 ; Ashri, 1998 ; Baydar et al, 1999 ; Uzun et al., 2002). Les facteurs génétiques et environnementaux influent sur la teneur en huile et la composition en acides gras dans le sésame (Carlsson et al., 2008). Les accessions à maturation tardive sont signalées à avoir une teneur en huile plus élevée que les accessions précoces (Yermanos et al., 1972). L'huile de sésame se compose principalement de quatre acides gras (acide palmitique C16 :0, acide stéarique C18:0, oléique C18:1 et l'acide linoléique C18:2), tandis que d'autres acides gras apparaissent avec de très petites quantités (Ashri, 1998). Il a été rapporté que les principaux acides gras sont les acides oléique et linoléique (Kamaleldin et al., 1992). Yermanos et al. (1972) ont rapporté que la valeur d'acide oléique varie entre 32,7 et 58,2% et celle d'acide linoléique varie entre 27,3 et 59,0% (Tableau 3). Ils ont également rapporté des variations allant de 7,2 à 9,6% et de 3,7 à 5,6% pour l'acide palmitique et l'acide stéarique respectivement. La variation se trouve aussi entre les capsules à différentes positions sur la même plante. En effet, les graines des capsules situées à base de la tige principale contiennent plus d'huile que celles situées sur la partie supérieure et sur les branches secondaires (Mosjidis et Yermanos, 1984,).

La position des gousses affecte les quantités relatives d'acides gras palmitique, stéarique et oléique, qui ont tendance à augmenter tout au long de la tige alors que l'acide linoléique diminue. Il a été rapporté que l'acide linoléique augmente en condition de culture froide (Uzun et al., 2002) et qu'une variation des quantités d'acide palmitique, stéarique, oléique et linoléique a été observée (Were et al., 2006 b).

Tableau 3 : Composition en acides gras de l'huile de sésame (Were et al., 2006 b)

Composant	Teneur (%)
Acide palmitique C16 :0	7,2 à 9,6%
Acide stéarique C18 :0	3,7 à 5,6%
Acide oléique C18 :1	31,6 à 41,9%
Acide linoléique C18 :2	42,9 à 53,9%.
Acide linoléique C18 :3	0,5%

4. Composition phénolique du sésame

Les polyphénols sont des composés naturels, exclusivement synthétisés dans le règne végétal. Leur répartition qualitative et quantitative est inégale selon les espèces, les organes, les tissus et les stades physiologiques des plantes (Bhooshan Pandey et al., 2009).

Dans les aliments, les polyphénols peuvent contribuer à la stabilité de l'amertume, l'astringence, la couleur, la saveur, l'odeur et l'oxydation. Vers la fin du 20ème siècle, les études épidémiologiques et les méta-analyses associées ont fortement suggéré que la consommation à long terme de régimes alimentaires riches en polyphénols végétaux offrait une certaine protection contre le développement des cancers, des maladies cardiovasculaires, du diabète, de l'ostéoporose et des maladies neurodégénératives. Les polyphénols et phénols alimentaires font l'objet d'un intérêt scientifique croissant en raison de leurs effets bénéfiques sur la santé humaine (Bhooshan Pandey et al., 2009).

Par ailleurs, leurs implications dans les phénomènes de brunissement enzymatique en fait un paramètre incontournable à maîtriser au cours du processus technologique lors de la transformation des produits d'origine végétale.

4.1 Structure et classification

Les polyphénols sont classés en 4 familles : les flavonoïdes, les acides phénoliques, les stilbènes et les lignines et subérines (Collin et al., 2011). Les composés phénoliques sont des substances chimiques possédant dans leurs structures un noyau aromatique, portant un ou plusieurs groupements hydroxyles (Bloor, 2001).

4.2 Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont formés d'un squelette à 15 atomes de carbone (C₆-C₃-C₆), correspondant à la structure du diphenylpropane (figure 6). Au sein des flavonoïdes, on retrouve les flavonols, les flavones, les flavonoïdes et les tanins condensés, les (phényl) chalcones et les dihydrochalcones ainsi que les anthocyanines et anthocyanidines (Collin et al., 2011).

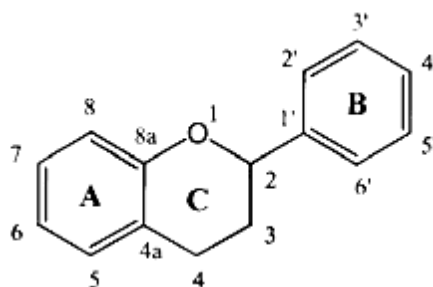


Figure 6 : Structure de base des flavonoïdes

4.3 Flavonols

Ils se caractérisent par un hétérocycle oxygéné relativement oxydé (figure 7). Ils existent principalement sous des formes glycosylées (glucose, xylose, arabinose, galactose, rhamnose) (Collin et al., 2011). Les flavonols sont les flavonoïdes les plus abondants dans

l'alimentation. Les composés les plus représentatifs de cette famille sont le kaempférol et la quercétine. Cette dernière est connue pour posséder un très fort pouvoir antioxydant en raison de sa structure chimique favorable au piégeage des radicaux libres. A des concentrations de l'ordre de 15 à 30 mg/kg de matière fraîche, on les rencontre dans l'oignon, les brocolis, les poireaux et les myrtilles. La glycosylation avec un glucose ou un rhamnose est très fréquente (Manach et *al.*, 2004).

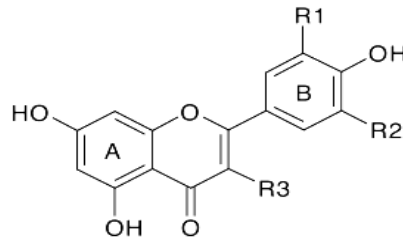


Figure 7 : Structure chimique des flavonols

4.4 Acides phénoliques

On distingue parmi les acides phénoliques, les dérivés de l'acide benzoïque, les dérivés de l'acide cinnamique et les coumarines tous possédant une structure du type (C6-C3) (Hollman, 2001).

4.4.1 Acides hydroxybenzoïques

Les structures varient selon les hydroxylations et les méthyloxylation sur le cycle phénolique aromatique (figure 8) (Clifford, 2000). On les retrouve dans les mangues et les fruits rouges comme les fraises, les framboises ou encore les mûres (Manach et *al.*, 2004).

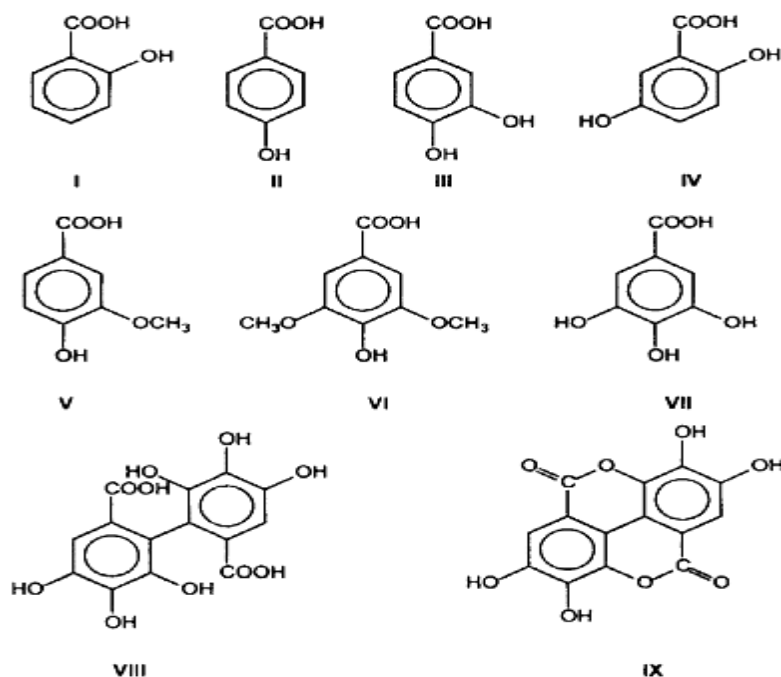


Figure 8 : Structures chimiques de quelques acides hydroxybenzoïques : I : acide salicyclique ; II : acide 4-hydroxybenzoïque ; III : acide protocatéchique ; IV : acide gentisique ; V : acide vanillique ; VI : acide syringique ; VII : acide gallique ; VII : acide hexahydroxydiphénique ; IX : acide ellagique.

4.4.2 Acides hydroxycinnamiques

Ils sont plus abondants que les acides hydroxybenzoïques. Ils sont principalement composés de l'acide p-coumarique, caféique, férulique et sinapique (figure 9).

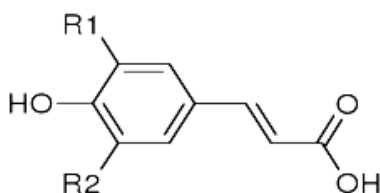


Figure 9 : Structure chimique de quelques acides hydroxycinnamiques (C6-C3).

4.5 Lignanes

Les lignanes constituent une classe importante de métabolites secondaire dans le règne végétal. La distribution botanique des lignanes est large, plusieurs centaines des composés ont été isolés dans environ soixante-dix familles. Chez les gymnospermes, Ils sont surtout rencontrés dans les bois alors que chez les Angiospermes, ils ont été identifiés dans tous les tissus. Ils ont été découvert dans toutes les parties des plantes : les racines, les feuilles, les fruits est les graines.

La graine de sésame est l'un des aliments qui contient le plus de lignanes (Milder et *al.*, 2005), des composés végétaux jouant un rôle semblable à celui de l'oestrogène, c'est

pourquoi on les appelle aussi phytoestrogènes. Les lignanes offrent un large éventail d'effets bénéfiques pour la santé. La sésamine, le sesamol et le sesamol constituent les principaux lignanes du sésame.

Le sésame et ses lignanes stimulent les niveaux d'antioxydants, diminuent l'inflammation, normalisent la pression sanguine et améliorent le profil lipidique. Ils agissent de façon synergique avec d'autres nutriments, comme le gamma-tocophérol, les huiles de poisson ou l'acide linoléique conjugué, augmentant leur biodisponibilité et leur efficacité. Les lignanes du sésame pourraient avoir d'autres bienfaits. Chez des personnes hypercholestérolémiques, la consommation de sésamine semble diminuer le cholestérol total et LDL (Hirata et al., 1996). D'autres études cliniques, menées chez des personnes souffrant d'hypertension consommant de l'huile de sésame et chez des femmes ménopausées consommant des graines de sésame en poudre, ont rapporté une diminution de la tension artérielle et des lipides sanguins (Sankar et al., 2005).

La sésamine et le sesamol sont les premiers et les principaux lignanes du sésame identifiés, ayant une activité antioxydante et ne se trouvant pas dans d'autres huiles comestibles (Budowski, 1964). Plus tard, un autre principal lignane, sésaminol, a été identifié (Osawa et al., 1985). Les graines de sésame contiennent une large proportion de sésamine (0,4% dans l'huile de sésame). Une corrélation positive a été observée entre la teneur en huile des graines de sésame et la teneur en sésamine dans l'huile, alors qu'aucune corrélation n'est observée entre la teneur en huile et la teneur en sesamol. Ces deux types de lignanes ont été rapportés d'avoir de nombreuses propriétés pharmacologiques, à savoir l'activité antioxydante, l'activité anti-proliférative (Yokota et al., 2007), l'amélioration de l'activité antioxydante de la vitamine E dans les systèmes de peroxydation des lipides en abaissant le taux de cholestérol (Visavadiya et Narasimhacharya., 2008).

4.6 Vitamine E

La vitamine E (Le tocophérol) (figure 10) est une vitamine liposoluble recouvrant un ensemble de huit molécules organiques, quatre tocophérols et quatre tocotriénols.

Le sésame renferme des tocophérols, des composés antioxydants pouvant former la vitamine E. Le principal tocophérol du sésame est le gamma-tocophérol (381 µg/gramme) tandis qu'il contient peu d'alpha-tocophérol (7 µg/gramme).

Des études chez l'humain ont démontré qu'en ajoutant du sésame à l'alimentation quotidienne sous forme de graines (11 g par jour), d'huile (au moins 22,5 g) ou en poudre (50 g), la concentration sanguine de gamma-tocophérol augmente.

La vitamine E protège les cellules contre les dommages associés aux radicaux libres et par conséquent, prolonge la vie cellulaire tout en ralentissant le processus de vieillissement et la diminution de l'athérosclérose. La vitamine E joue un rôle important dans l'agrégation de la β -amyloïde (A β), d'ailleurs, les données cliniques ont prouvé que les patients d'Alzheimer obtiennent des avantages remarquables au traitement par la vitamine E.

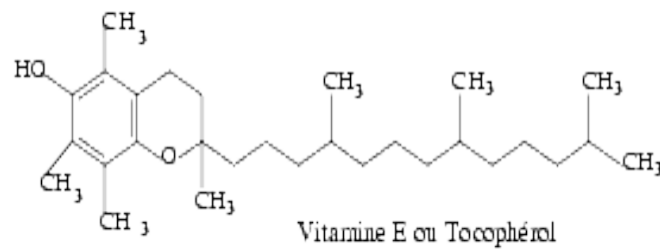


Figure 10 : Tocophérol ou Vitamine E

4.7 Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments issus des plantes et microorganismes, et sont regroupés en deux grandes familles : les carotènes et les xanthophylles (figure 11). On en dénombre environ 600 présents dans la nature.

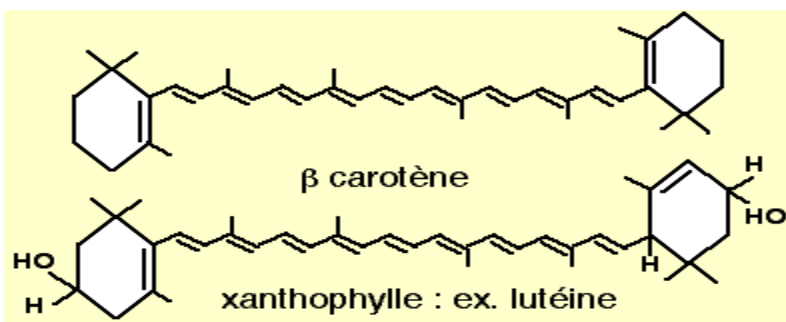


Figure 11 : Exemple de carotène et de xanthophylle.

5. Méthodes de séchage des plantes

L'opération de séchage joue un rôle très important dans les industries alimentaires. C'est l'une des principales techniques de préservation des produits agricoles et alimentaires. Elle représente souvent la dernière opération du procédé de fabrication d'un produit.

Pour la filière du sésame, le séchage constitue l'étape primordiale la plus importante qui peut influencer toute la chaîne de production allant du battage jusqu'à la commercialisation, car une non maîtrise de cette technique agit directement sur le rendement et la qualité organoleptique et nutritionnelle. La filière du sésame dans notre région souffre de plusieurs contraintes qui réduisent son potentiel de croissance ; à noter l'augmentation de la pression

parasitaire avec le risque d'appliquer des traitements non adaptés. Ces problèmes sont dus essentiellement au faible recours aux techniques modernes de production, dont le séchage est l'un des facteurs concernés. La maîtrise de ce processus peut contrôler la valorisation du sésame. Les problèmes rencontrés au cours du séchage traditionnel tels que l'altération des graines, l'attaque des substances indésirables peuvent engendrer une perte considérable de quantité et de qualité. Dans ce cadre, il faut passer à la modernisation des techniques et équipements de production, de séchage, de transformation, de stockage et de transport ; à travers le développement et la création de séchage avec la dotation des producteurs en batteuses, l'appui à la création et au renforcement d'unité de sacherie de petite taille au niveau des zones de production afin de faciliter la promotion et la mise en place des produits sur les marchés nationaux et internationaux.

5.1 Définition du séchage

Le séchage est l'opération ayant pour but d'extraire toute ou une partie de l'eau d'un matériau, par évaporation (Nadeau et Puiggali, 1995). L'objectif étant non seulement la conservation des produits, mais également la diminution du poids afin de réduire les coûts de transport et de stockage, ou de donner une présentation particulière au produit. Pendant le séchage, deux mécanismes peuvent être mis en œuvre pour extraire l'eau d'un produit ; il s'agit de l'évaporation et/ ou de l'entraînement (convection). Dans tous les cas, lorsqu'un produit est placé dans un environnement gazeux, un phénomène de transfert d'eau s'établit lorsqu'il existe une différence de pression partielle d'eau entre le produit et son environnement.

5.2 Différents modes de séchage

5.2.1 Séchage à l'air libre

Il s'agit d'une méthode ancestrale utilisée jusqu'aujourd'hui, consistant à étaler en plein air les produits à sécher. C'est une technique facile et non coûteuse.

Le séchage au soleil s'est largement développé dans les zones arides ou semi-arides qui présentent des conditions climatiques optimales : une saison sèche avec un fort ensoleillement, une faible pluviométrie, une hygrométrie peu élevée.

Le séchage s'effectue sur le sol, sur des nattes, sur des rochers plats, ou bien sur les toits des maisons. Ce système présente deux principaux avantages pour les communautés : peu de travail et pas d'investissement. Mais, très souvent, les résultats obtenus sont médiocres car les produits sont souillés de sable et de poussière. Ils subissent les attaques des animaux, des insectes et des micro-organismes. Les pertes sont ainsi importantes. De plus, les produits

s'abîment, sèchent trop ou pas assez, ce qui dégrade fortement leur qualité (Dudez *et al.*,1996).

5.2.2 Séchage par étuvage

Les séchoirs généralement utilisés pour le séchage des fruits, des légumes et des graines sont l'étuve, le four à air chaud (Jayaraman et Das Gupta, 2006). L'étuvage présente une technique qui permette de préserver la qualité organoleptique du produit en contrôlant la température et le débit d'air ainsi la propreté des produits séchés.

Parmi les avantages de cette technique ; la simplicité alors que l'équipement est généralement simple et à coût peu élevé. Mais l'élongation du temps d'étuvage pourrait facilement aboutir à un retrait considérable du produit (principalement au début de l'opération) et à une perte notable de la qualité nutritionnelle (en fin de l'opération en raison du temps de séchage généralement important) (Ratti, 2009).

5.2.3 Séchage par convection

Le caractère spécifique de ce mode de séchage réside dans le fait que l'air de séchage remplit l'apport de chaleur vers la surface du produit, selon la loi de Newton ($\phi_{conv} = \alpha S_p T_a - T_s$) (1) Ainsi, la récupération de la vapeur d'eau dégagée du produit. Il est à noter que la circulation du fluide caloporteur peut être une convection naturelle ou forcée.

Avec :

Q : La quantité de chaleur transférée par unité du temps (W)

a : La surface d'échange (m^2)

α : Le coefficient d'échange par convection ($W/m^2.K$)

5.2.4 Séchage par conduction

Le produit se trouve en contact avec une paroi conductrice de chaleur qui est chauffée par un fluide caloporteur (air, eau, gaz, vapeur d'eau). Sous l'action de la chaleur ainsi transmise par conduction, le liquide s'évapore où se vaporise (Ratti, 2009). La vapeur formée étant entraînée par action d'un léger courant de gaz auxiliaire ou par dépression. Le transfert de chaleur par conduction assure le passage de l'énergie vers les couches internes du produit selon la loi de Fourier.

($\phi_{cond} = -\lambda S_p dT_p/dx$) (2).

Λ : Le tenseur conductivité thermique.

S_p : La masse volumique du matériau en $kg \cdot m^{-3}$,

5.3 Terminologie du séchage

La mesure de l'activité d'eau constitue l'étape la plus importante qui peut déterminer les propriétés physiques, chimiques, microbiologiques d'un produit. Ce dernier est dite

hygroscopique lorsque la pression de vapeur de l'humidité qu'il contient est inférieure à celle de cette humidité considérée pure et à la même température que celle du produit, en d'autres termes à celle de la vapeur saturante. Quand la pression de vapeur émise par le produit (P_{vp}) est inférieure à la pression de vapeur saturante (P_{vs}), le produit est entré dans le domaine de l'hygroscopicité et une partie de son eau, "l'eau liée", est fixée par la matière.

Plus la teneur en eau du produit est faible, plus la tension de vapeur qu'il émet est réduite et plus l'activité de l'eau (a_w) est basse.

On définit l'activité de l'eau dans le corps humide a_w par la relation :

$$a_w = P_{vs} / P_{vp} \quad (3)$$

Pour qu'il y ait séchage, quels que soient le niveau de teneur en eau du produit et l'activité de l'eau, il faut donc que l'humidité relative (Φ) de l'air soit constamment inférieure à l'activité de l'eau ($\Phi < a_w$) de façon à ce que $P_{vp} > P_v$ (pression de vapeur de l'air dans l'enceinte) (Daguenet, 1985).

➤ L'eau dans un produit

L'eau représente le constituant le plus abondant dans la plupart des plantes. Elle possède une influence déterminante dans la stabilité des produits (Jayaraman et Das Gupta, 2006). Le développement des micro-organismes, la diffusion et la réactivité des espèces chimiques, qui affectent la stabilité des aliments sont directement liés à la disponibilité de l'eau. Dans les corps capillaires poreux, l'eau se présente sous trois formes (figure 12) selon la nature des liaisons entre les molécules et les constituants de la matière :

-**l'eau libre** retenue par des liaisons mécaniques (traction, compression, capillarité), elle n'est pas adsorbée,

-**l'eau liée** adsorbée sur et dans les parois des structures du produit,

-**la vapeur d'eau mélangée à l'air sec** occupant les espaces vides non saturés d'eau liquide.

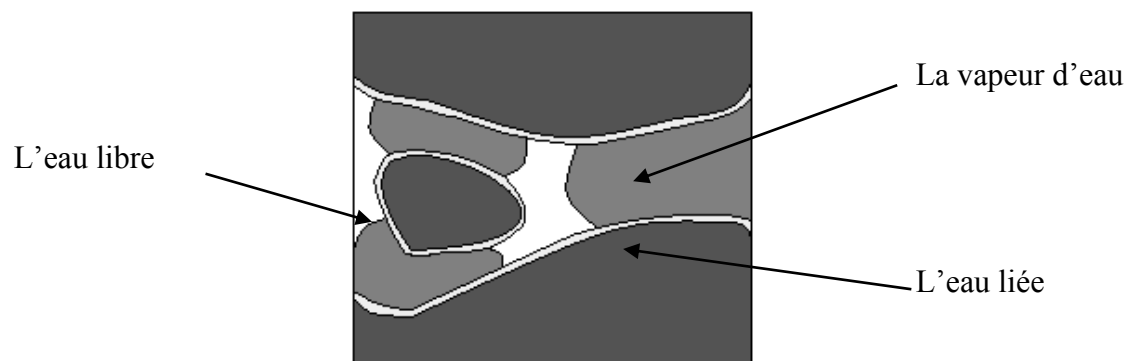


Figure 12 : Différents types d'eau dans le produit

Lorsque les parois des structures cellulaires du produit sont saturées en eau sans présence d'eau libre dans les pores, nous avons atteint le point de saturation. En dessous de ce point, nous pouvons dire que le produit a un comportement hygroscopique. Il existe alors une relation entre la quantité d'eau et la pression partielle de vapeur d'eau. Au-dessus de ce point, le produit n'a pas de comportement hygroscopique (Ratti, 2009).

Les caractéristiques liées à l'eau dans le produit sont la teneur en eau et l'activité de l'eau dans ce dernier.

La teneur en eau du produit (X) est le rapport de la masse d'eau dans le produit par la masse sèche :

$$X = \frac{M_h - M_s}{M_s} \quad (4)$$

M_h : masse du produit humide
 M_s : masse sèche

Il est à noter que nous travaillons en % de masse sèche car ce dernier est la valeur invariante du produit. L'eau contenue dans un produit est plus ou moins disponible, cette disponibilité est quantifiée par l'activité de l'eau du produit, définie pour une température donnée par :

$$a_w = \left(\frac{P_v}{P_w^{sat}} \right) \quad (5)$$

a_w : activité de l'eau (-)
 P_v : pression partielle de vapeur d'eau dans l'air (Pa)
 P_w^{sat} : pression partielle de vapeur saturante (Pa)

Lorsque l'équilibre hygroscopique est atteint, on a :

$$a_w = \frac{HR}{100} \quad (6)$$

HR : humidité relative de l'air en équilibre avec le produit (%)

Lorsque l'on souhaite conserver un produit séché, il est nécessaire de connaître la teneur en eau du produit liée à sa stabilité. Dans le domaine hygroscopique, il existe une relation macroscopique entre la teneur en eau d'équilibre du produit et l'humidité relative de l'environnement. Ainsi, lorsque nous aurons déterminé la teneur en eau du produit adéquate pour la conservation, nous connaissons alors, pour une certaine température, l'humidité relative de l'air ambiant à respecter pour assurer une bonne conservation du produit.

La relation qui lie la teneur en eau à l'humidité relative de l'environnement à une température donnée est appelée isotherme de sorption.

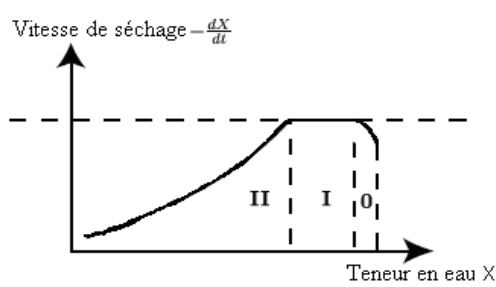
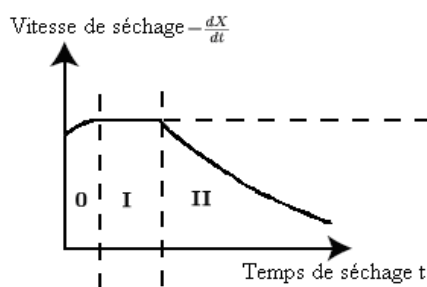
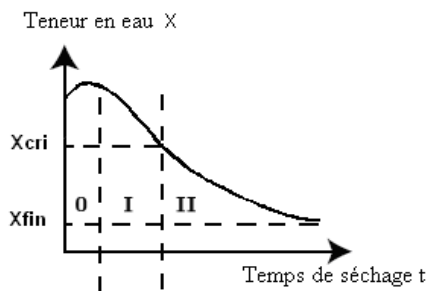
5.4 Mécanisme de séchage

Le séchage d'un produit par entraînement met en jeu un processus qui fait appel à deux phénomènes :

- ✓ Transfert de chaleur de l'air vers le produit, dû à la différence de température entre les deux entités,
- ✓ Transfert de l'eau du produit vers l'air (transfert de masse).

On suit le déroulement d'un mode de séchage grâce aux courbes de séchage qui présentent soit :

- ✓ Evolution de la teneur en eau du produit en fonction du temps de séchage,
- ✓ Variation de la vitesse de séchage en fonction du temps,
- ✓ Variation de la vitesse de séchage en fonction de la teneur en eau.



Phase 0 : Cette phase de mise en température aussi appelée phase de séchage à vitesse constante est courte, éventuellement inexistante. En début de séchage, le produit est relativement froid par rapport à l'air asséchant. La phase 0 dure le temps d'équilibrer le transfert de vapeur d'eau hors du produit avec le transfert de chaleur vers celui-ci.

Phase I : C'est la phase de séchage à vitesse constante. De l'eau libre est présente en surface du produit. En conséquence, la pression de vapeur à la surface du produit est égale à la pression de vapeur saturante et n'est donc fonction que de la température. Cette phase est souvent absente dans le cas des produits agroalimentaires.

Phase II : C'est la phase de séchage à vitesse décroissante. La pression de vapeur devient inférieure à la pression de vapeur saturante. En conséquence, le flux de vapeur externe est réduit et la quantité de chaleur fournie au produit est temporairement supérieure aux besoins nécessaires au changement de phase. L'énergie en excès chauffe le solide, d'abord en surface puis, grâce à la conduction thermique, au cœur du produit. Un équilibre dynamique s'établit

en transfert de chaleur et de masse. La pression de vapeur en surface dépend à la fois de la température et de la teneur en eau en surface. Ainsi, la température de surface augmente à mesure que la teneur en eau en surface diminue, de façon à satisfaire le bilan d'enthalpie. Cette évolution explique pourquoi la vitesse de séchage décroît durant cette période.

5.5 Qualités des produits séchés

5.5.1 Modifications biochimiques

L'exposition pendant une certaine durée d'un produit biologique à une température de séchage élevée peut provoquer des modifications dans sa composition chimique.

Ces modifications, généralement considérées comme indésirables sont nombreuses. Mais les plus importantes sont les suivantes :

- Réaction de MAILLARD : brunissement non enzymatique résultant de combinaisons entre protéines et glucides,
- Rancissement : oxydations des matières grasses,
- Destruction de vitamines : notamment destruction de l' α et du β - carotènes
- Dénaturation des protéines, diminuant leur aptitude à se réhydrater lors de l'utilisation du produit et altérant leur pouvoir liant ou moussant,
- Réaction enzymatique au cas où les enzymes n'ont pas été désactivées par un traitement préalable : oxydation des polyphénols qui entraîne par exemple un brunissement des produits séchés.

5.5.2 Pertes d'aromes

Le séchage est un procédé de séparation basé sur la volatilité. Par conséquent, l'eau contenue dans le produit à sécher ne sera pas éliminée toute seule, mais avec tout autre produit volatil existant également dans le produit. Dans la plupart des cas, il s'agit des arômes contenus dans les produits biologiques destinés à l'alimentation. Par exemple pour un produit comme la menthe. Bouverat-Bernier, *&al.*, 1990 ont montré que lors du séchage à température constante inférieure ou égale à 55°C, les pertes en essences (aromes) sont de l'ordre de 5%.

5.5.3 Pertes de la couleur des produits

L'étude de noircissement des feuilles de certaines plantes pendant le séchage a révélé que la couleur verte de ces feuilles est maintenue à condition que le séchage s'effectue à une température inférieure ou égale à 55°C (Odile, 1991).

5.5.4 Modifications physiques et mécaniques des produits séchés

Le séchage provoque chez la plupart des plantes des altérations physiques et mécaniques caractérisées par :

- La migration des solutés vers la surface conduisant à une accumulation des sucres et d'autres solutés au niveau de la surface du produit. Cette accumulation est pernicieuse à la qualité du produit qui doit en général consommé réhydraté.
- La fusion et migration des matières grasses.
- La modification de la forme : en règle générale, le départ de l'eau du produit entraîne un effondrement du produit sur lui-même. Toutefois, dans certaines situations, un départ d'eau très rapide et l'existence d'une matrice solide permet d'obtenir un produit de même volume mais d'une structure poreuse.

5.5.5 Qualité sensorielle

C'est une combinaison de différents sens de conception obtenu dans le choix et la consommation du produit. C'est un aspect important dans l'évaluation de la qualité du produit. Le sens du goût est limité à : doux, aigre, salé et amer. La saveur implique les sens du goût, de l'arôme et de la sensation. La perte de saveur en produit sec est souvent due aux pertes volatiles, par la même occasion de la migration de la vapeur d'eau du produit vers l'extérieur. De même les réactions chimiques d'oxydation contribuent à la détérioration de la saveur.

5.5.6 Qualité nutritive

La qualité nutritive inclue des paramètres chimiques tels que le contenu de sucre, l'acide ou la vitamine C ascorbique, le contenu de bêta-carotène et le contenu d'acidité avant et après le séchage. La vitamine C est affectée par les températures élevées ; la qualité nutritive inférieure indique la perte nutritive due aux températures plus élevées et aux longues périodes de séchage ; une acidité plus élevée indique la détérioration de la qualité due à la fermentation.

5.6 Isothermes de sorption

La stabilité des produits alimentaires est étroitement liée à leur activité de l'eau. L'activité de l'eau est définie comme l'indicateur de la disponibilité de l'eau dans un produit. Elle se mesure sur une échelle qui varie de 0 à 1. Plus elle est basse, mieux l'aliment se conserve. En général, on considère qu'une activité d'eau inférieure à 0,6 protège les produits contre les réactions de dégradation. En effet, la croissance des microorganismes est alors inhibée et les enzymes sont inactivées.

L'activité d'eau a_w d'un produit dépend principalement de sa teneur en eau et de sa température. Lorsque l'eau présente dans le matériau est en équilibre avec la vapeur d'eau contenue dans l'air qui l'entoure, la température du produit est égale à la température de l'air (pas de transfert de chaleur) et la pression de vapeur d'eau du produit est égale à la pression de vapeur d'eau de l'air (pas de transfert de masse). L'activité de l'eau dans le produit est

donc égale à l'humidité relative de l'air. A l'équilibre, la relation entre l'activité d'eau et l'humidité relative du milieu environnant est donnée par la relation :

$$a_w = \left(\frac{P_v}{P_w^{sat}} \right)_T = \frac{HR}{100} \quad (7)$$

Où P_v désigne la pression de vapeur contenue dans le produit, P_w^{sat} la pression de vapeur saturante de l'eau pure à la même température.

Les isothermes de sorption sont des courbes qui représentent l'évolution de la teneur en eau d'équilibre X_{eq} d'un produit en fonction de son activité d'eau a_w . Ces courbes sont généralement de forme sigmoïdale (Chirife, 1983) et sont utilisées dans les sciences et technologies alimentaires dans de nombreux objectifs. Les principaux domaines d'applications sont le séchage, le stockage, l'emballage et le mélange. Les isothermes de désorption sont obtenues lorsque l'expérience part d'échantillons humides qui rentrent en équilibre avec l'air environnant en lui cédant de l'humidité et les isothermes d'adsorption représentent un processus d'équilibre qui part d'un échantillon sec.

Une bonne connaissance de la relation qui existe entre la teneur en eau d'équilibre d'un produit et son activité d'eau est essentielle pour une bonne maîtrise des opérations de séchage et de stockage de ce produit. La teneur en eau d'équilibre d'un produit avec son environnement est un indicateur du niveau de stabilité que le produit peut atteindre dans les conditions de température et d'humidité relatives données. Dans les procédés de séchage, les isothermes de désorption permettent de déterminer la teneur en eau d'équilibre du produit avec son environnement, qui est la limite de teneur en eau en fin de séchage. La valeur de la teneur en eau d'équilibre est d'autre part un paramètre important apparaissant dans les modèles qui permettent de prédire l'évolution de la teneur en eau du produit au cours de son séchage, puis lors de son stockage. Les isothermes de désorption sont aussi utilisées pour calculer la quantité de chaleur nécessaire pour évaporer les molécules d'eau jusqu'à la teneur en eau d'équilibre (Talla *et al.*, 2005). Cette chaleur est égale à la somme de la chaleur latente de changement de phase de cette eau, en l'état « libre », et de la chaleur isostérique nette de désorption de cette eau, liée, obtenue à partir des isothermes de désorption. La connaissance de cette quantité de chaleur totale est importante pour le dimensionnement des équipements de séchage et de stockage dans une moindre mesure.

Les isothermes de sorption présentent en général 3 zones, chacune correspondant à un niveau de fixation de l'eau sur le produit :

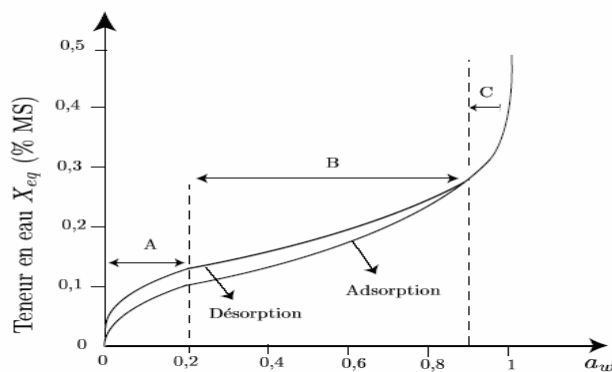


Figure 13 : Différentes zones des isothermes de sorption

-Zone A : c'est la zone de la monocouche moléculaire à la surface du produit. Les molécules d'eau dans cette zone sont fortement liées aux groupements hydrophiles par les forces de Van der Waals.

-Zone B : c'est la zone où d'autres couches sont superposées à la monocouche. Les molécules d'eau sont faiblement liées et se trouvent dans un état intermédiaire entre solide et liquide.

-Zone C : dans cette zone, l'épaisseur de la pellicule est suffisante pour que l'eau soit à l'état liquide dans les pores du matériau : C'est la zone de l'eau liquide.

6. Méthodes de conservation des graines

La nécessité d'accroître la sécurité alimentaire tout en maintenant une qualité élevée pendant le stockage et la conservation, à longue durée des produits alimentaires, a accru l'intérêt pour les méthodes de traitement qui éliminent efficacement les micro-organismes dangereux et indésirables, sans affecter négativement la qualité globale nutritionnelle et organoleptique du produit.

Pour répondre aux exigences des consommateurs, telles que l'absence d'agents pathogènes comme Salmonella, l'inhibition de l'oxydation et la préservation de la qualité, les agriculteurs et l'industrie de transformation des graines et des aliments sont forcés d'effectuer des traitements d'assainissement. La plupart des techniques de conservation ont été conçues pour les aliments contenant une activité d'eau importante (Tsubouchi et coll., 1988).

Le sésame, malgré ces grandes potentialités, n'est pas suffisamment exploité et les productions prioritaires sont faiblement valorisées, souffrant de plusieurs contraintes au niveau de la production, la valorisation et la commercialisation telles que la faible valorisation sur les marchés, la non disponibilité des équipements adaptés pour la transformation (biscuits et l'huile de bonne qualité), et surtout la difficulté de conservation de ces produits initiaux (graines et huiles) et de transformation (biscuits et tahini...) (Frank, 1992).

La conservation présente une étape très importante pour l'industrie agro-alimentaire, les traitements de conservation appliqués aux aliments visent à préserver leur comestibilité et

leurs propriétés gustatives et nutritives en empêchant le développement des bactéries, des champignons et des microorganismes qu'ils renferment et qui peuvent dans certains cas entraîner une intoxication alimentaire (Krogh, 1992).

La conservation des aliments comprend un ensemble de procédés de traitement dont le but est de conserver le goût de l'aliment et les propriétés nutritionnelles de celui-ci ainsi que la texture et la couleur du produit, la comestibilité afin éviter éventuelles intoxications alimentaires (Tsubouchi et *coll.*, 1988). À l'origine de ces techniques, il y a quelques siècles, l'objectif était de pouvoir stocker des aliments en période d'abondance des cultures, afin d'éviter de faire face à la famine durant des périodes moins fastes (fin d'hiver, année à faible production...).

De tout temps, l'homme a cherché à lutter contre l'altération des denrées alimentaires de base, pour des raisons vitales telles que la nécessité de conserver le plus longtemps possible les denrées périssables, mais aussi sociologiques, dues au regroupement des populations dans les cités (Hadidane, 1985). Plus tard se sont ajoutées des raisons psychologiques ; à savoir le désir de consommer des aliments de plus en plus variés, pendant des périodes de plus en plus étendues de l'année (Huff et Doerr, 1981).

Différentes causes peuvent être à l'origine d'une altération des graines au cours de leur conservation (Huff et Doerr, 1981) ;

- Altérations mécaniques dues aux manutentions qui peuvent détériorer les enveloppes des graines ou les briser, les rendant ainsi particulièrement sensibles aux autres facteurs d'altération.

- Attaques des prédateurs extérieurs (insectes, rongeurs...).

- Altérations biochimiques et chimiques.

- Altérations microbiologiques. Les micro-organismes (moisissures, bactéries) forment avec les grains un complexe indissociable Grain-Micro-organismes. Dans certaines conditions de température et d'humidité, les micro-organismes peuvent connaître un développement rapide. Leur action modifie les qualités du grain (perte de pouvoir germinatif, altération des qualités organoleptiques et alimentaires...), et peuvent entraîner des risques sanitaires (bactéries pathogènes, mycotoxines) (Frank, 1992).

- Altérations enzymatiques qui se produisent surtout entre +15 et +50°C. Il s'agit en général de réactions d'hydrolyse et d'oxydation par les enzymes propres au produit ou exogènes, apportées par les micro-organismes (Krogh, 1992).

6.1 Techniques de conservation par le froid

Le froid est apparu de tout temps comme un moyen de conservation des denrées périssables. Les constructions anciennes montrent les emplacements où était entassée la glace recueillie sur les rivières ou les lacs gelés. Il est considéré comme une technique de conservation des aliments qui arrête ou ralentit l'activité cellulaire, les réactions enzymatiques et le développement des micro-organismes. Il prolonge ainsi la durée de vie des produits frais, végétaux et animaux en limitant leur altération (Marc et *al.*, 2004). On distingue deux procédés qui utilisent cette technique, la réfrigération et la congélation (Hatano et *al.*, 2002).

6.2 Techniques de conservation par la chaleur

Le traitement des aliments par la chaleur est aujourd'hui considéré comme l'une des techniques de conservation de longue durée. Il a pour objectif de détruire ou d'inhiber totalement les enzymes et les microorganismes et leurs toxines, dont la présence ou la prolifération pourrait altérer la denrée considérée ou la rendre impropre à l'alimentation humaine. On distingue la pasteurisation (T° inférieure à 100°C) et la stérilisation (T° supérieur à 100°C).

Malgré l'efficacité de ces méthodes de conservation de froid et de chaleur, elles présentent toujours des contraintes pour la préservation de la qualité des graines oléagineuses telles que les graines de sésame. D'autres méthodes doivent avoir lieu.

6.3 Lyophilisation

La lyophilisation (cryodessiccation) est un procédé de conservation par dessiccation sous vide de produits congelés. La perte en eau est principalement obtenue en sublimant la glace sous pression réduite ; il y a alors passage direct de l'état solide à l'état gazeux. Elle consiste à ôter l'eau d'un produit liquide, pâteux ou solide, à l'aide de l'action combinée du froid et du vide.

Le principe de base est que lorsqu'on réchauffe de l'eau à l'état solide à très basse pression, l'eau se sublime, c'est à dire qu'elle passe directement de l'état solide à l'état gazeux. La vapeur d'eau (ou de tout autre solvant) quitte le produit et on la capture par congélation à l'aide d'un condensateur ou piège (Barros et *al.*, 2001).

La lyophilisation comporte généralement trois étapes : la congélation, la sublimation et la dessiccation secondaire.

6.4 Le traitement athermique : ionisation

Le traitement ionisant est un traitement physique qui consiste à soumettre un produit à l'action de rayonnement hautement énergétique de type photons gamma ou X ou de faisceaux d'électrons (Desmots, 2001).

L'irradiation industrielle des aliments a été proposée vers 1950. Dans l'ignorance de l'effet des photons et électrons sur les aliments, de nombreux organismes nationaux et internationaux ont très judicieusement entrepris une étude approfondie de ce procédé nouveau et original. Il est certain qu'aucune autre technologie alimentaire n'a fait l'objet de recherches aussi poussées et de tests aussi nombreux (Foos, 1991). En 1980, après plus de 30 ans d'examen, les experts internationaux ont officiellement proclamé que l'irradiation de tout aliment à une énergie inférieure à 10 MeV, et une dose inférieure à 10 kGy ne présentait aucun danger pour la santé. Pour être encore plus prudent, les divers pays soumettent l'irradiation à des autorisations, accordées cas par cas après un nouvel examen spécifique du produit et des conditions de son traitement (Saint-Lèbe, 1991).

Le traitement consiste à exposer le produit à traiter à un flux de rayonnements ionisants qui peut être généré par un accélérateur de particules (le flux d'électrons peut alors être arrêté quand l'appareil est débranché) ou par une source radioactive, le plus souvent du cobalt 60, parfois du césium 137 (Saint-Lèbe, 1991). Les rayonnements sont alors émis en continu et aussi longtemps que la source reste active.

6.4.1 Le rayonnement gamma

Les rayons gamma sont émis par les noyaux radioactifs lorsque ceux-ci reviennent à un état plus stable, plus fondamental à la suite d'une excitation (Kirsch, 1991)

Une source de rayons gamma est une quantité appropriée d'un élément simple émettant en permanence et de façon égale dans toutes les directions une quantité bien définie de rayons gamma (Brewer, 2009).

Pour le traitement par rayonnement gamma, la dose est généralement exprimée en Gray. Cette dose représente l'énergie de radiation totale absorbée par le produit traité. L'unité de mesure est le gray, qui est équivalent à 1 J/kg. Dans le domaine qui nous concerne, les doses sont exprimées généralement en kilo grays. La dose de rayonnement doit être adaptée à chaque cas :

- La dose minimale de rayonnement est la quantité nécessaire à l'obtention de l'effet désiré au niveau du produit alimentaire.
- La dose maximale est donnée par la réglementation en vigueur et dépend de l'aliment.

Le paramètre clé de l'irradiation est la dose absorbée, qui détermine la désinfection (<1kGy), la pasteurisation (1-10kGy) ou la stérilisation (> 10 kGy) (Farkas, 1990). Ces types de radiations ont été choisis car ils produisent les effets désirés sur l'aliment, sans induire de radioactivité au sein du produit ou de l'emballage et permettent une utilisation industrielle en matière de quantité et de coût de fonctionnement (Farkas, 2006).

La directive 1999/3 / CE (Directive 1999/3/EC, 1999) a déclaré une liste des aliments et ingrédients alimentaires qui peuvent être traités par rayonnements gamma. La dose moyenne globale maximale qui peut être absorbée est de 10 kGy pour les herbes aromatiques séchées, les épices et condiments végétaux. La 'Food and Drug Administration' (FDA) a limité la dose à 30 kGy pour les herbes culinaires, graines, épices, condiments végétaux, et les mélanges de ces substances végétales aromatiques (FDA, 2015).

6.4.2 Les effets du traitement ionisant

✓ Les effets du traitement ionisant sur les constituants majeurs des aliments

- Les protéines

La radiolyse des protéines est essentiellement une radiolyse indirecte impliquant comme réactifs les électrons solvatés et les radicaux OH produits par la radiolyse d'eau.

Une grande variété de réactions chimiques a pu être mise en évidence lors de la radiolyse des protéines : désamination et décarboxylation, oxydation des groupements SH et modification des résidus acides aminés, réduction des ponts désulfures, rupture ou agrégation des chaînes polypeptidiques (Strasser, 2001 ; Hasselmann, 2001).

- Les glucides

En présence d'eau, les glucides sont essentiellement attaqués par les radicaux OH. Les électrons solvatés et les radicaux H ne jouent en l'occurrence qu'un rôle mineur. La radiolyse des glucides peut schématiquement se résumer à une radiolyse des oses constitutifs et à une rupture de liaisons osidiques.

De nombreux composés chimiques de faible masse moléculaire (donc volatiles) peuvent ainsi être formés par radiolyse des polyosides : acides organiques, aldéhydes, cétones, peroxydes d'hydrogène, etc. Il peut également se produire des ruptures de liaisons osidiques, avec formation de monomères et d'oligomères, et réduction du degré de polymérisation du polyoside. Cette réduction va se traduire par une diminution de la viscosité du substrat ionisé et par une augmentation, dans le cas de l'amidon, de la solubilité dans l'eau (Hasselmann, 2001).

- Les lipides

La radiolyse des lipides est obtenue par effet direct ou indirect du rayonnement ionisant.

Qualitativement, l'effet indirect présente une importance notable lors de la radiolyse des lipides membranaires ; ceux-ci en effet en contact avec des milieux aqueux (cytoplasmes et liquide extracellulaire) peuvent donc subir l'attaque des espèces transitoires réactives radio induite dans l'eau. L'effet d'un traitement ionisant sur une molécule de triglycéride se traduit tout d'abord par la formation d'un radical cation au niveau de la fonction acide carboxylique

d'un acide gras. Il se produit ensuite des ruptures radicalaires des liaisons préférentiellement situées au voisinage de cette fonction (Hasselmann, 2001).

✓ **Les effets du traitement ionisant sur les micro-organismes présents dans les aliments**

Une radiation ionisante est absorbée par l'ADN, elle peut interagir avec cette macromolécule et provoquer son excitation ou son ionisation (effet direct). Elle peut aussi exciter et ioniser d'autres molécules présentes dans la cellule, tout particulièrement les molécules d'eau et produire ainsi des espèces transitoires réactives capables de diffuser dans la cellule et d'interagir avec la molécule d'ADN (effet indirect) (Cheftel et al., 1992).

Diverses modifications peuvent être induites dans la structure de l'ADN par un rayonnement ionisant :

- ✓ Oxydation du désoxyribose et libération d'une base par hydrolyse.
- ✓ Pontage entre bases d'un même brin où entre bases appartenant à deux brins différents.
- ✓ Hydroxylation des bases, en particulier de la thymine, avec formation de peroxydes en présence d'oxygène.

L'absence d'eau libre dans l'environnement de l'ADN, et donc la seule mise en oeuvre d'une radiolyse directe, peut expliquer la radiorésistance de certains microorganismes. C'est ainsi que les spores bactériennes, qui n'ont pas ou très peu d'eau libre dans leur cytoplasme, sont beaucoup moins sensibles aux rayonnements ionisants que les cellules végétatives des bactéries dont le cytoplasme contient de 70% à 80% d'eau (Desmonts et Hasselmann, 2001).

6.5 Rayons infrarouges (IR)

Le rayonnement infrarouge est un rayonnement électromagnétique dont le spectre se situe en dessous de 1000 μ m. Les applications industrielles utilisent un spectre de 0,76 à 10 μ m.

Le rendement de l'énergie est de 90% pour les IR longs de 4 à 10 μ m et 70% pour les IR courts de 0,76 à 2 μ m, assurant plus de pénétrations et convenant mieux aux produits épais (Rouquérol et al., 2001). Quand l'aliment absorbe le rayonnement IR, il subit une agitation moléculaire et s'échauffe : lorsque l'onde électromagnétique frappe une molécule, il y a augmentation des vibrations moléculaires puis l'énergie mécanique est restituée sous forme de chaleur lorsque la molécule tend à revenir à son état vibratoire initial (Gherbawy, 1998). Les molécules d'eau et les groupes fonctionnels des molécules organiques des aliments présentent des vibrations moléculaires très importantes.

7. Procédés de transformation du sésame

7.1 Torrification conventionnelle des graines

La torrification est une opération essentielle et l'un des procédés de transformation les plus fréquents pour les graines (Shimoda et *al.*, 1997). Elle vise à augmenter l'appréciabilité du produit. Ainsi, elle favorise significativement le développement de la couleur, flaveur, texture et apparence des graines. Le produit résultant est raffiné et très apprécié par le consommateur en comparaison avec les graines crues (Saklar 1999). La torrification détruit également les microorganismes indésirables et inactive les enzymes qui favorisent la détérioration du produit au cours du stockage. De plus, la torrification peut donner naissance à des composés antioxydants, de type mélanoïdines formées au cours de la réaction de Maillard. Mais les propriétés antioxydantes de ces produits peuvent être dues à la formation de structures de type quinone. Ces dernières peuvent avoir des propriétés anti cancérigènes associées à leurs propriétés antioxydantes (Ames, 1988).

7.1.1 Réactions chimiques de la torrification conventionnelle

Les températures utilisées lors de la torrification sont en général élevées (entre 140 et 180 °C) ou plus, et les produits traités sont peu hydratés, ou se dessèchent rapidement en surface (Baltes et Bochmann, 1987), si bien que les réactions de Maillard sont favorisées.

Il faut noter que deux réactions chimiques interviennent :

- La réaction de Maillard ou caramélisation qui est déterminante dans la constitution des arômes.
- La réaction de Strecker intervenant dans le changement de pigmentation.

La réaction de Maillard est, aujourd'hui, connue comme étant un ensemble complexe de réactions mettant en œuvre, dans des substrats biologiques ou agroalimentaires, des composés présentant des groupements réducteurs (aldéhydiques ou cétoniques), et des composés aminés qui réagissent entre eux pour produire des substances aromatiques et colorées (Koehler et al., 1970).

Les composés à groupement carbonyle (C=O) peuvent être des carbohydrates (sucres) ou des produits d'oxydation des lipides. La fonction amine peut provenir d'acides aminés proprement dits, des protéines ou d'amines naturelles ou exogènes. Cette réaction est aussi dénommée « brunissement non-enzymatique ».

Le temps et la température sont les principaux facteurs contrôlés lors de la torrification industrielle. Ce couple temps/température joue un rôle important dans le développement de la qualité sensorielle de l'aliment, notamment dans les noix et graines, où la qualité

organoleptique est le facteur clé du choix des consommateurs. Mais la teneur initiale en eau et la vitesse de l'air du chauffage affectent aussi le taux de transfert de chaleur, et par conséquent conditionnent la déshydratation et les changements physico-chimiques, en particulier des protéines (Saklar, 1999). Ces changements rhéologiques et physico-chimiques sont à l'origine du développement des saveurs, arômes, couleur, texture, mais aussi de l'oxydation des lipides. Ils mettent en jeu les glucides, les lipides, les protéines et les micronutriments tels que les vitamines (Koehler et al., 1970). Les protéines peuvent se décomposer ou entrer en réactions croisées au niveau d'acides aminés souvent essentiels (lysine, cystéine, arginine), ce qui entraîne une baisse de la qualité nutritionnelle de celles-ci. Les lipides s'oxydent ou s'isomérisent, alors que les vitamines subissent des dégradations oxydatives, formant des composés réactifs qui réagissent à nouveau avec les protéines dans la réaction de Maillard. Les oligosaccharides peuvent s'hydrolyser et évoluer selon la réaction de caramélisation ou la réaction de Maillard (Muller et Bauer, 1990).

7.1.1.1 Effet de la torréfaction sur le développement de la couleur

La couleur constitue un paramètre très important de l'acceptation des noix et graines par les consommateurs. Les changements de couleur sont particulièrement favorisés au cours de la torréfaction, et sont essentiellement dus aux réactions de brunissement non enzymatique. Le développement de la couleur est donc le résultat de nombreuses réactions complexes du type : réaction de Maillard ou caramélisation et interaction lipides-protéines.

Des auteurs ont distingués deux étapes lors du développement du brunissement non enzymatique (Cheftel et al. 1977). La première étape consiste en la formation de composés réactifs (aldéhydes, cétones, composés dicarbonylés, etc...) issus soit de la dégradation des sucres par caramélisation, soit de la réaction intermédiaire de Maillard. Ces composés peuvent être considérés comme des précurseurs de la couleur. Ils polymérisent dans un deuxième temps sous l'effet de la chaleur et de la perte en eau (Cheftel et al. 1977 ; Moss et Otten, 1989).

Parmi les sucres, le glucose et le fructose sont très réactifs dans les réactions de brunissement, et ont été rapportés comme les sucres réducteurs majeurs réagissant avec les acides aminés lors de la torréfaction des noix et des graines. Le saccharose et l'amidon peuvent jouer un rôle dans les réactions de rôtissage après leur hydrolyse (Koehler et al., 1970). La conversion du saccharose en fructose et glucose a été même proposée comme une voie majeure de l'implication des sucres dans ces réactions affectant les graines, vu que le contenu en glucose et fructose est faible (Lingnert, 1990).

7.1.1.2 Effet de la torréfaction sur le développement de la flaveur

La torréfaction favorise considérablement le développement de la flaveur, augmentant ainsi la palatabilité des graines. Les monosaccharides et les acides aminés libres, libérés par hydrolyse des polypeptides et des glucides complexes lors du processus de torréfaction, constituent des précurseurs essentiels dans les réactions de Maillard, responsables de la formation des pyrazines. Ces dernières sont bien caractérisées en tant que composés volatiles responsables de l'arôme caractéristique des aliments rôtis. Bien que très volatiles dans les systèmes aqueux, les pyrazines sont adsorbées et retenues par les lipides des noix et des graines. Les composés volatiles sont responsables de l'arôme des cacahuètes grillées avec plus de 300 composés en mélange (Ahmed et Young, 1982).

7.1.1.3 Effet de la torréfaction sur l'oxydation des lipides

Durant la torréfaction des graines, la température atteint des valeurs élevées, supérieures à 100°C accélérant les réactions d'auto-oxydation. La torréfaction change aussi l'indice de réfraction et le temps d'écoulement de l'huile de cacahuètes indiquant la présence de polymères (Mostafa, 1987). Une augmentation de la viscosité de l'huile extraite des graines de sésame, a également été notée qui suppose la formation de polymères lipidiques (Elleuch et *al.*, 2007).

La torréfaction détruit la microstructure des cellules des graines du fait de l'application de températures élevées (Saklar et *al.*, 2003). En effet, dans les graines intactes, les cellules de stockage des lipides présentent un réseau endoplasmique en structure de nid d'abeille. Les lipides sont stockés alors au niveau des cavités subcellulaires dans des structures spécialisées appelées oléosomes (1 à 2 µm de diamètre) entourés d'une monocouche de phospholipides. Cette compartimentation et organisation subcellulaire réduit fortement l'accessibilité de l'oxygène à travers les pores extracellulaires, et limite par conséquent l'oxydation lipidique. Lors de la torréfaction, l'intégrité cellulaire est atteinte : le réseau endoplasmique est rompu et les oléosomes désintégrés (Perren et *al.*, 1996).

Les facteurs affectant la stabilité des lipides des graines incluent la transformation industrielle et les facteurs environnementaux pendant la distribution. Ils comprennent le contact de la lumière avec la graine, le niveau d'oxygène présent pendant le stockage, la présence de métaux catalyseurs d'oxydation, d'humidité entourant la graine (O'keefe et *al.*, 1993). L'hydrolyse et l'oxydation sont les principales voies d'altération des lipides au cours de la production, du stockage et de la transformation des fruits oléagineux. Ces modifications affectent la durée de vie, la qualité organoleptique, nutritionnelle et la sécurité alimentaire de ces produits.

- La lipolyse

L'hydrolyse des lipides repose principalement sur la réaction d'enzymes lipolytiques. Chez les noix et graines, il s'agit de lipases, de phospholipases et d'estérases. Les lipases et les estérases hydrolysent les liaisons esters des glycérides et libèrent à partir des triglycérides des acides gras, des diglycérides et des monoglycérides. Les acides gras libres formés peuvent ensuite servir de substrats pour les réactions d'oxydation (Riedl et Mohr, 1979).

Ces activités d'enzymes sont indépendantes de l'oxygène. Celle des lipases dépend en premier lieu de la teneur en eau. Le degré de maturité de la graine détermine le niveau d'activité des lipases. La torréfaction réduit significativement cette activité. Cependant, les estérases sont stables à la chaleur et peuvent rester actives même après la torréfaction (Keme et al., 1983).

- L'oxydation des lipides

L'oxydation des lipides peut résulter de plusieurs voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs :

- ✓ L'oxydation enzymatique initiée par la lipoxygénase a surtout lieu dans les fruits crus, avant la transformation industrielle (récolte, transport, séchage, blanchiment, entreposage) (St Angelo, 1996).
- ✓ L'auto-oxydation catalysée par la température, les ions métalliques, les radicaux libres : a surtout lieu pendant et après la transformation industrielle des graines (St Angelo, 1996).

7.1.2 Apport des antioxydants dans la préservation de la qualité

✓ Antioxydants phénoliques

De nombreux phénols font partie des antioxydants primaires, réagissant avec des radicaux lipidiques, en les convertissant en des produits thermodynamiquement plus stables. Les antioxydants les plus efficaces sont ceux qui ont les énergies de liaisons les plus faibles au niveau du groupe donneur d'hydrogène (Milbury et al., 2006).

L'efficacité des antioxydants phénoliques est due en particulier à la stabilisation des radicaux phénoxyliques par la délocalisation des électrons autour du cycle aromatique. L'efficacité d'un composé phénolique dépend également du nombre de fonction OH à hydrogène labile.

Les graines oléagineuses sont riches en polyphénols (Kumazawa et al., 2003). Dans les graines de sésame, plusieurs composés phénoliques associés aux lignanes tels que le sésamol, le pinorésinol, le sésaminol et le sésamol se sont révélés comme antioxydants (Kumazawa et al., 2003).

Mohamed et Awatif (1998) ont montré que l'addition de la matière insaponifiable extraite des graines de sésame augmente la stabilité de l'huile de tournesol. Cette stabilité est encore plus

prononcée dans le cas où la matière insaponifiable est obtenue à partir de graines de sésame grillées. Cet effet est probablement dû à l'action synergique du sésamol, formé lors de la décomposition de la sésamoline au cours de la torréfaction (Mohamed et Awatif, 1998). Chang et al. (2002) ont aussi rapporté que l'extrait méthanolique des enveloppes des graines de sésame possède une activité antioxydante similaire au tocophérol dans un système modèle formé d'acide linoléique (C18 :2 n-6) (Kumazawa et al., 2003).

✓ **Tocophérols**

Les tocophérols permettent de piéger les radicaux libres. Ils sont présents dans les fruits oléagineux en quantité non négligeable, sous leurs différentes formes γ , α , δ , β . Les tocophérols sont des dérivés du 8- méthylchroman-6-ol, possédant une chaîne latérale de 3 unités terpènes saturées. Lorsque ces chaînes sont insaturées, on parle de tocotriénols. Les tocophérols et certains dérivés possèdent des propriétés antioxydantes, c'est à dire la capacité de pomper des atomes d'hydrogène à des radicaux libres afin de les stabiliser. A forte concentration (> à 4%), les tocophérols deviennent oxydants (Ledl et Schleicher, 1990).

En revanche, à des concentrations plus basses, ils contribuent à augmenter la stabilité vis-à-vis de l'oxydation, particulièrement pour des lipides à haute teneur en acide oléique (C18 :1 n-9) (Léger, 1992).

7.2 Traitement des graines par micro-ondes

Avec la demande croissante des consommateurs pour des produits plus naturels et ressemblant le plus possible aux produits frais, les efforts vont dans le sens d'une amélioration des propriétés organoleptiques du produit tout en assurant une bonne « salubrité » de celui-ci. Les technologies développées depuis quelques années se sont donc axées sur des procédés thermiques induisant une montée rapide en température ou sur des traitements non thermiques (haute pression...). Les procédés basés sur un rayonnement électromagnétique (micro-ondes, hautes fréquences, infrarouge...) apparaissent aussi être de bonnes alternatives aux traitements conventionnels thermiques et chimiques (Delmotte *et al.*, 1998).

7.2.1 Action des micro-ondes sur le produit

✓ **Propriétés diélectriques**

Les propriétés diélectriques tels que la constante diélectrique (ϵ') et le coefficient d'absorption (ϵ'') jouent un rôle important dans le chauffage micro-ondes. La chaleur est générée dans le produit par absorption des micro-ondes (Mudgett, 1986) et les propriétés diélectriques dépendent des facteurs suivants :

- La fréquence des micro-ondes ; ainsi les hautes fréquences sont plus pénétrantes que les micro-ondes.

- La composition du produit,
- Sa température,
- L'état physique de l'eau contenue dans le produit,
- La densité du produit.

L'aptitude à absorber les micro-ondes est influencée significativement par ces facteurs. Ainsi, l'ajout du sel au produit, par exemple, augmente la capacité d'absorption des micro-ondes et par conséquent un chauffage plus rapide (Anantheswaran *et al.*, 1993). D'autre part, la présence d'eau libre (les végétaux) et des lipides dans l'aliment provoquent aussi un chauffage rapide (Flores, 1994).

En pénétrant dans l'aliment à traiter, l'onde électromagnétique a l'avantage, par rapport, aux traitements thermiques classiques, de créer une élévation de chaleur directement dans la masse. Cependant il peut exister, en particulier avec les microondes, une hétérogénéité de traitement, due soit au produit lui-même, soit à une mauvaise répartition du champ dans l'enceinte (Schiffman, 1993).

7.2.2 Effets des micro-ondes sur la qualité des produits

L'état physique de la matière dépend de sa température et des réactions chimiques qui sont accélérées par la chaleur. On peut citer les réactions de Maillard et de caramélisation qui pourraient se produire à la suite de la libération de jus par les tissus animaux ou végétaux soumis à la chaleur (Cheftel *et al.*, 1997).

Le traitement micro-ondes ne modifie pas la valeur nutritionnelle plus que les autres modes de cuisson. En ce qui concerne les protéines, on observe la même dénaturation que lors de tout autre traitement à la chaleur ; il n'y a pas d'anomalie sur les processus de digestion « in vitro » ou « in vivo ». Les compositions en graisses ou en acides gras ne sont pas particulièrement modifiées et les phénomènes d'oxydation se développeraient moins que dans le cas d'autres traitements conventionnels.

La perte en vitamines (A, E) ne semble pas accentuée par le chauffage par microondes et dans le cas de vitamines hydrosolubles, il y aurait même globalement un effet favorable sur la préservation de celles-ci car le traitement thermique est moins sévère (Finot, 1996).

7.2.3 Micro-ondes : sécurité et réglementation

Du point de vue chimique, les micro-ondes ne permettent pas d'affecter le matériel biologique, elles n'ont pas d'effet ionisant. Cependant, de nombreuses études ont rapporté qu'une exposition directe et prolongée aux micro-ondes pouvait induire des effets thermiques et athermiques, provoquant chez l'Homme une altération diffuse des systèmes neurovégétatifs,

cardio-vasculaires, lésions du cristallin... Pour pallier à ces effets sur l'Homme, la C.E.I. (Commission Electrotechnique Internationale) et l'O.M.S. (Organisation Mondiale de la Santé) testent et font évoluer régulièrement des normes de sécurité concernant l'emploi des fours micro-ondes industriels et domestiques. Le niveau de fuite maximal toléré par les normes est de 5 mW/cm² mesuré à 5 cm du four micro-onde. De nouvelles contraintes de sécurité sont de ce fait fréquemment publiées, obligeant les constructeurs à être rigoureux. On relèvera, par exemple, les obligations de blindage des portes du four, les règles de sécurité concernant le verrouillage des portes, les réglementations sur les fréquences disponibles, les plaques signalétiques, les contrôles de fuites, etc.

8. Application de l'infrarouge et des méthodes chimiométriques pour la détection de l'adultération des huiles de sésame

La falsification des produits alimentaires implique le remplacement d'ingrédients d'un coût élevé par des substituants moins chers et de qualité inférieure (Tay et al., 2002), il s'agit d'un type de fraude économique qui peut constituer une menace majeure pour la santé des consommateurs.

L'huile de sésame présente d'excellentes propriétés sensorielles et nutritionnelles qui ont fait l'objet d'une falsification par différents types d'huiles végétales depuis longtemps.

L'adultération de l'huile a reçu beaucoup d'attention dans les années 1980 après une consommation grave de l'huile toxique provoquant plus de 400 morts et 20.000 malades (Jimeno, 1982 ; Posada et al., 1987).

L'importance de trouver un moyen facile et rapide pour détecter la falsification des huiles et de garantir sa qualité est une des préoccupations majeures pour l'industrie agroalimentaire.

Plusieurs techniques d'analyse ont été mises au point pour la détection et la quantification de la falsification et l'authentification des huiles de haute qualité, telles que la spectrométrie de masse en utilisant un nouveau type de source d'ions, l'analyse directe en temps réel, la résonance magnétique nucléaire (RMN) (Jafari et al., 2009), la spectroscopie Raman, la fluorescence, la chromatographie en phase gazeuse, la chromatographie liquide haute performance et l'analyse calorimétrique différentielle (Chiavaro et al., 2009). Certaines de ces méthodes demandent plus de temps sont coûteuses, généralement destructrice de l'échantillon, et exigent un degré élevé de connaissances techniques pour interpréter les données. Par conséquent, des méthodes analytiques rapides et précises doivent être développées afin de détecter et de quantifier les adultérants d'huile.

Parmi les différentes techniques analytiques, les méthodes spectroscopiques. Par conséquent, afin de tirer le meilleur parti de ce grand nombre de données, l'utilisation de méthodes

sophistiquées avec des calculs mathématiques et statistiques est nécessaire, et c'est là que l'on fait appel aux outils chimiométriques.

8.1 Spectroscopie infra rouge

8.1.1 Instrumentation

Lorsqu'elles sont soumises à un rayonnement infrarouge, la plupart des substances chimiques absorbent de manière sélective certaines longueurs d'onde du spectre. L'absorption est caractéristique des liaisons chimiques qui constituent le composé. Cette méthode d'analyse structurale révèle la nature des liaisons entre atomes dans une molécule et correspond à des changements énergétiques affectant essentiellement les états de vibration des liaisons entre atomes (Brame et Grasselli.,1977).

8.1.2 Principes fondamentaux de la spectroscopie infra-rouge

Le rayonnement infrarouge (IR) fut découvert en 1800 par Frédéric Wilhelm Hershel.

Ces radiations localisées au-delà des longueurs d'onde dans le rouge, sont situées entre la région du spectre visible (400 à 900 nm) et des ondes hertziennes (1010 à 1011 nm). Le domaine infrarouge s'étend de 0,7 à 50 μm . Il est classé en 3 grandes catégories, le proche infrarouge (0,7 à 2,5 μm), le moyen infrarouge (2,5 à 25 μm) et le lointain infrarouge (25 à 50 μm). La figure 14 représente le spectre électromagnétique qui s'étend des ondes radio aux rayons cosmiques.

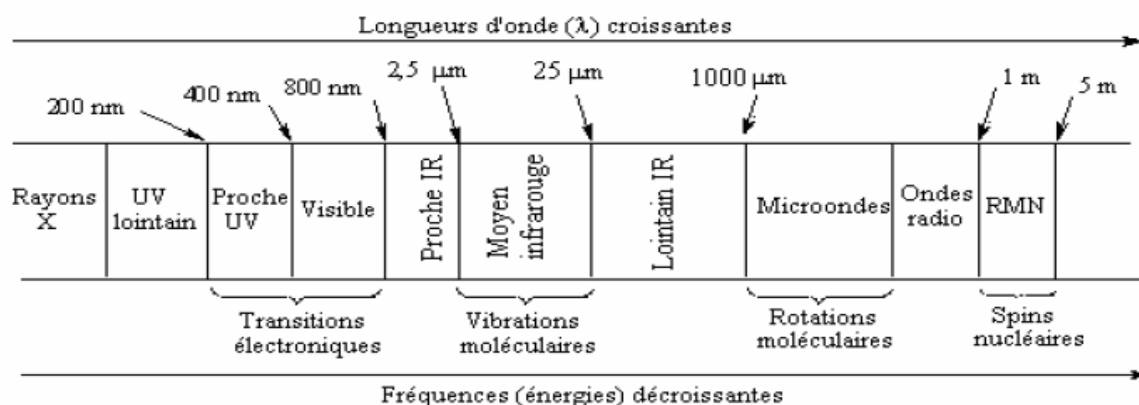


Figure 14 : Spectre électromagnétique (Bertrand et Dufour., 2006)

Le principe de la spectroscopie infrarouge a été souvent détaillé notamment par Bertrand et par Rouessac (Bertrand et Dufour., 2006 ; Rouessac., 1998)

De nombreuses propriétés du rayonnement électromagnétique peuvent être décrites par la théorie des ondes classiques qui utilise des paramètres tels que la longueur d'onde, la fréquence, la vitesse et l'amplitude. Toute onde électromagnétique est caractérisée par deux paramètres, sa fréquence et sa longueur d'onde, qui sont proportionnelles à l'énergie E.

L'énergie d'une radiation est liée à une longueur d'onde ou à une fréquence par la relation :

$$E = h\nu = hc / \lambda$$

Avec **h** : constante de Planck ($h=6,626 \cdot 10^{-34}$ J·s)

c : vitesse de la lumière ($3 \cdot 10^8$ m·s⁻¹)

v : la fréquence

λ : la longueur d'onde exprimée en mètres.

Lorsqu'une radiation monochromatique éclaire un échantillon, elle peut être absorbée, transmise ou réfléchi. La loi de conservation de l'énergie permet d'écrire :

$$I_0 = I_A + I_T + I_R$$

Avec I_0 : l'intensité du rayonnement incident

I_T : l'intensité transmise

I_R : l'intensité réfléchi

I_A : l'intensité absorbée

L'expérimentation est réalisée pour que I_T (ou I_R) soit nulle ainsi, I_A peut être déduite de la mesure de I_T (ou de I_R). Ainsi la mesure s'effectue en transmission ou en réflexion.

La spectroscopie IR est basée sur l'interaction de la lumière IR avec le nuage électronique des liaisons chimiques. Généralement dans la majorité des spectroscopies optiques comme la spectroscopie de fluorescence, l'absorption d'énergie permet à un électron d'une liaison chimique de passer d'un état fondamental à un état excité. Dans le cas de la spectroscopie d'absorption IR, le rayonnement émis par la source polychromatique n'est généralement pas assez énergétique pour provoquer des transitions électroniques, mais il induit des transitions entre les niveaux d'énergie vibrationnelle.

8.1.3 Applications de la spectroscopie infrarouge à l'étude des huiles

Les problèmes d'authenticité dans la filière agroalimentaire ne sont pas récents et remontent même aux civilisations grecque et romaine.

La grande différence de prix entre les huiles vierges et les huiles végétales peut entraîner des tentations de falsification consistant à introduire tout ou partie d'huile de moindre coût dans une huile d'un prix supérieur. Ce type de fraude peut constituer une menace importante de la santé des consommateurs (plus de 400 décès et 20.000 maladies en Espagne en 1990 sont les syndromes d'huile toxique) (Jimeno, 1982).

Cette opération frauduleuse a été étudiée en combinant la spectroscopie IR à des outils chimiométriques. L'huile d'olive pure a pu être distinguée d'huile d'olive adultérée par ajout d'autres huiles végétales : tournesol ou noisette (Abadi et al., 2011; Oussama et Abadi, 2012; Bassbasi et al., 2013). Ainsi cette problématique peut toucher différents types d'huiles

telles que l'huile de sésame qui peut être considérée comme une huile de qualité par rapport aux huiles de table.

8.2 Méthodes chimiométriques

8.2.1 Définition

La chimiométrie est définie comme étant le développement et l'application de méthodes mathématiques et statistiques pour extraire un maximum d'informations de mesures chimiques. La première société de chimiométrie fut fondée à Seattle en 1974. Les premières approches de chimiométrie s'appuyaient sur des modèles de reconnaissance non supervisés pour résoudre des problèmes multi variés et ce bien avant l'invention de l'ordinateur et des modèles de prédiction (Kowalski, 1977). Notons d'ailleurs que le besoin de faire appel à des méthodes statistiques et mathématiques pour l'extraction des données utiles n'est pas réservé au domaine de la chimie mais au contraire, on le retrouve aussi dans les domaines de la biologie (biométrie), de l'économie (économétrie) ou encore de la psychologie.

La chimiométrie est devenue aujourd'hui une branche à part entière de la chimie. Appliquée surtout à la spectroscopie, elle permet d'établir une relation entre la concentration de l'analyte d'une part et les valeurs d'intensité de quelques raies spectrales préalablement sélectionnées (Wold, 1995). Elle est aujourd'hui appliquée à de nombreux domaines de la chimie analytique, notamment aux méthodes séparatives telles que la chromatographie (Wang et al., 2013) et l'électrophorèse et aux méthodes spectroscopiques telles que Raman, FT-IR, NIR, VIS-NIR, térahertz (THz) ou la spectroscopie de plasma induit par laser (LIBS) (Gottfried et al., 2013). Plusieurs domaines d'application bénéficient déjà des avantages apportés par la chimiométrie comme l'agroalimentaire (Downey, 1998), l'environnement et les géosciences, la pharmacologie, le contrôle réactionnel industriel en temps réel, la criminologie (Ceto et al., 2012).

8.2.2 Prétraitement des données spectrales

Les prétraitements ont deux objectifs principaux : l'amélioration du signal et la condensation des données. Les prétraitements visant à améliorer le signal sont évidemment en relation avec le mode ultérieur d'exploitation des données spectrales et incluent :

- 1- La réduction du bruit dans les spectres,
- 2- L'élimination de l'effet des déformations de la ligne de base,
- 3- L'affinage de la position des bandes d'absorption,
- 4- L'élimination des variations d'intensité globale sans intérêt.

La condensation des données spectrales peut se faire par des méthodes reposant sur une décomposition spectrale en variables latentes, ou par des méthodes basées sur le choix des variables ou des observations jugées pertinentes pour le problème considéré.

8.2.3 Méthodes chimiométriques appliquées

L'analyse qualitative concerne la discrimination des échantillons par une frontière et la classification, c'est-à-dire l'attribution des échantillons dans différents groupes en fonction de la valeur d'une propriété d'intérêt. L'application des méthodes de classification est importante en chimie, en biologie et en agroalimentaire... On distingue les méthodes dites supervisées et les méthodes non supervisées (dites méthodes exploratoires). Par définition, pour les méthodes non supervisées (clustering), les échantillons sont regroupés sans connaissance à priori de leur appartenance à une classe, c'est-à-dire que seule la matrice X intervient.

Dans le cas de méthodes de classification supervisées, l'attribution des classes pour les échantillons du lot de données nécessite la connaissance de la propriété de référence.

8.2.3.1. Méthodes exploratoires (méthodes non supervisées)

Les méthodes exploratoires ont comme objectif de décrire les données, sans utilisation de connaissances à priori (méthodes non supervisées). Ces méthodes comprennent des techniques telles que :

✓ Analyse en Composantes Principales : ACP

L'analyse en composantes principales est la technique d'analyse multivariée la plus utilisée car elle est souvent un point de départ dans un processus d'exploration des données (Leardi, 2002). L'analyse en composantes principales (ACP) consiste à rechercher les directions qui représentent le mieux la dispersion des individus dans l'espace multidimensionnelle des variables de départ, et donc à transformer l'espace de représentation des n individus (Joliffe, 1986). Par ailleurs, cette technique permet de repérer des éléments présentant des valeurs aberrantes et/ou une structure sous-jacente aux données sans injecter l'information.

Cette technique est utilisée en particulier dans le domaine alimentaire où elle est généralement utilisée conjointement avec l'analyse discriminante.

✓ Classification hiérarchique ascendante (HCA) : Analyse de regroupement

L'analyse en clusters (la classification hiérarchique ascendante) consiste à regrouper les individus en groupes selon un critère de similitude :

$$S_{ij} = 100 * (1 - d_{ij}/d_{max})$$

Ou, d_{ij} désigne la distance entre deux points et d_{max} la distance maximale constatée séparant deux points (Miller et Miller., 2000).

C'est une méthode qui divise un ensemble d'objets en classes de façon à ce que les objets similaires appartiennent à une même classe (Massart et al., 1997). Il s'agit donc d'un outil utilisé pour la reconnaissance de forme qui détecte les similitudes entre les objets en fonction de la distance qui les sépare. La distance choisie est usuellement de type euclidien. Comme dans le cas de l'ACP, il est possible d'effectuer l'analyse sur un jeu de données transformées (prétraitées) préalablement.

8.2.3.2 Méthodes prédictives discriminantes (supervisées)

Les méthodes de régression ont pour objectif de construire un modèle d'étalonnage qui permet de prédire au mieux des valeurs d'une ou plusieurs variables quantitatives y représentant les concentrations en analytes à partir de spectres mesurés sur de nouveaux échantillons X , à l'aide des techniques statistiques multidimensionnelles comme la régression en composantes principales PCR et la régression au sens des moindres carrés partiels, PLS (Partial Least Squares régression).

✓ Régression en composantes principales (PCR)

La régression en composantes principales (PCR) est constituée de deux étapes (Roggo, 2003). Tout d'abord les données spectrales sont traitées par ACP. Ensuite, une régression MLR est appliquée aux données issues de l'ACP, avec les coordonnées factorielles comme variables prédictives.

✓ Régression des moindres carrés partiels (Partial Least Squares : PLS)

C'est le domaine des études socio-économiques qui connaît les premiers développements de la méthode des moindres carrés partiels (PLS). L'algorithme NIPALS proposé par H. Wold (Wold, 1966) est à l'origine du développement de la régression PLS. La méthode PLS est depuis largement utilisée, principalement dans le domaine des industries chimiques, pétrolières et agroalimentaires (Martens et Jensen., 1983).

✓ Analyse des moindres carrés partielles discriminantes (PLS-DA)

En général, les méthodes de discrimination ont comme objectif de mettre en relation une variable qualitative indiquant l'appartenance des objets à des classes et un ensemble de variables quantitatives. Elles sont appelées aussi méthodes d'apprentissage supervisé. La méthode de régression au sens des moindres carrés partiels discriminants (PLS-DA) est une méthode de classification supervisée, qui utilise la régression PLS pour classer des échantillons selon leurs propriétés mesurées. On prédit l'appartenance d'un échantillon à différentes classes.

✓ **Analyse discriminante linéaire (LDA)**

C'est une méthode linéaire de discrimination, paramétrique (Massart et al., 1988), qui a été proposée par Fisher et Mahalanobis (Fisher, 1963). Son principal objectif est de classer les échantillons en établissant une fonction linéaire qui sépare les classes présentes dans le lot d'entraînement (de construction du modèle). Alors, la LDA, comme l'analyse en composante principale (ACP), est une méthode qui factorise les données. Cependant, l'ACP sélectionne les directions selon lesquelles la variance est la plus importante, la LDA sectionne les directions qui permettent la meilleure séparation entre les classes (Sharaf et al., 1986). Ainsi, la LDA recherche les frontières optimales entre les classes.

En principe, l'ACP permet de réduire les redondances, tandis que la LDA permet de bien séparer les classes. Lorsque l'ensemble d'apprentissage est petit, l'ACP donne de meilleurs résultats que la LDA, et est moins sensible aux données d'apprentissage (Martinez et Kak., 2001). Lorsque le nombre de dimensions est très grand, la LDA nécessite de longs calculs (Yang et Yang., 2003). Pour éviter ce problème, une technique appelée « ACP plus LDA » (Swets et Weng., 1996) propose de combiner les deux opérations en utilisant certaines de leurs caractéristiques. Elle est très couramment utilisée dans le domaine de l'agroalimentaire (Indahl et al., 2007). Dans le cas de PLS-DA, les variables Y ne sont plus quantitatives, mais qualitatives (variables binaires 0/1).

2^{ème} Partie-Matériel et méthodes

Chapitre I : Caractérisation biochimique des graines de sésame et étude des activités biologiques

La culture du sésame est considérée comme l'une des cultures les plus importantes de la région Béni-Mellal-khénifra, c'est l'une des cultures de terroirs. Elle est pratiquée fréquemment par les agriculteurs pour assurer un bon revenu. Mais, les caractéristiques de la semence utilisée sont toujours méconnues.

L'objectif de cette partie de ce travail est tout d'abord de faire une caractérisation biochimique des graines de sésame de la région en se basant sur une collecte de semences de la région Tadla. Ensuite d'étudier les activités biologiques de ces semences afin de les caractériser et les valoriser.

I.1. Présentation de la zone d'étude

La plaine de Tadla est considérée comme la caractéristique principale de la région. Cette plaine s'étale, du côté du Nord au plateau des phosphates. Elle est située au centre du Maroc (32° 20' nord 6° 21' Ouest).

A l'opposé, et au sud, la plaine de Tadla se confond sans limites géographiques claires avec les plaines des Sraghna. Dans sa longueur, la plaine est traversée par la rivière d'Oum Er-rabiaa. On peut distinguer deux plaines :

- La plaine basse :

Elle va de l'extrême aval, à côté des plaines de Marrakech, jusqu'à Béni Mellal. Cette portion de la plaine porte la majeure partie du périmètre irrigué, les terres y sont profondes et riches sur la rive gauche de l'Oum Errabiaa. Elle est un peu moins bonne sur la rive droite et écaillée sur la ceinture périphérique de la province qui va de Bzou jusqu'à Kasbat Tadla.

- La plaine moyenne :

Elle constitue une nouvelle étendue de terres profondes. Elle est sur la rive gauche d'Oum Er-rabiaa. Elle commence de Béni Mellal et s'élimine petit à petit en direction de la limite nord de la région à Kasbat Tadla. Mais on y trouve de bons plateaux propices à l'agriculture.

I.2. Conditions climatiques

Le climat de la zone de Tadla est un climat semi-aride dans les plaines. La température moyenne est de 18°C avec un minimum de -3.5°C dans certaines zones de la région et un maximum qui peut aller jusqu'à plus de 40°C.

Les précipitations interviennent essentiellement pendant les premiers mois de la campagne agricole et se prolongent jusqu'au mois de mai, et enregistrent une moyenne de 100 mm dans les zones arides et 600 mm dans les zones humides. La quantité de précipitations varie entre 300 et 750 mm selon les années. Les gelées ne sont pas rares en hiver. L'été est très chaud à

cause des vents brûlants du sud-ouest « chergui » qui font augmenter le mercure au-dessus des 40° C, ces vagues de chaleur se terminent parfois par de violents orages qui rafraîchissent le sol.

I.3. Types de sols

Les sols dominants sur la région Tadla-Azilal sont : les sols calcimagnésiques, fersialitiques et isohumiques, avec des proportions différentes soit qu'il s'agit de zone bour ou de zone irriguée.

L'occupation des sols dans la région est dominée par la céréaliculture, la betterave à sucre, les agrumes, l'olivier et les cultures fourragères qui se caractérisent par des performances relativement hautes.

Tableau 4 : Types de sols dans les zones bour et irriguée (ORMVAT, 2014)

	Bour	Irriguée
Zones calcimagnésiques	31%	43%
Zones fersialitiques	30%	32%
Isohumiques	27%	18%
Autres	12%	2%

I.4. Types d'irrigation

La plaine de Tadla est traversée sur toute sa longueur par l'oued Oum Errabiaa créant ainsi deux périmètres indépendants :

- Les Béni Moussa en rive gauche, d'une superficie de 69500 hectares irrigués par les eaux régularisés du barrage Bine El-Ouidane.
- Les Béni Amir en rive droite, d'une superficie de 35600 hectares irrigués par un ouvrage de déviation au fil de l'oued érigé sur l'Oum Errabiaa à Kasbat Tadla. Le mode d'irrigation dans la zone de Tadla est exclusivement gravitaire et localisé. Cependant, d'autres systèmes ont été introduits dans le périmètre : irrigation par centre pivot et micro irrigation.

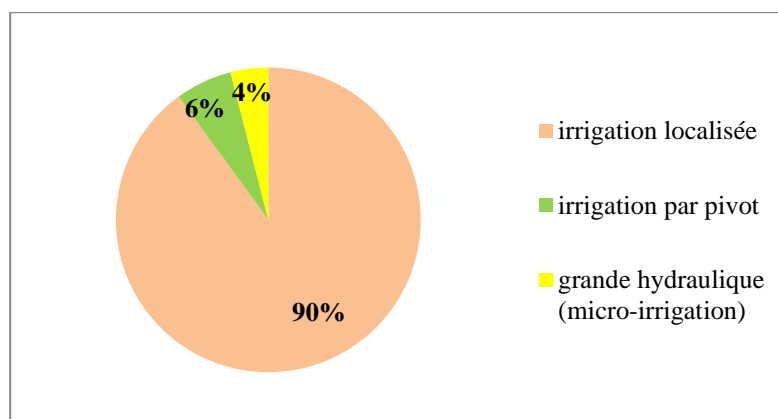


Figure 15 : Types d'irrigation dans la région de Tadla (Ormvat 2014)

I.5. Echantillonnage

35 échantillons de semences de sésame ont été collectés dans différents sites de la zone du Tadla et ont été semés durant l'année 2012 (ANNEXE 1). Les caractéristiques géographiques de ces sites sont résumées dans le tableau 5. D'autres échantillons issus de différents pays (Arabie Saoudite, Egypte, Etats Unis, France, Inde et Turquie) ont aussi fait l'objet de cette étude afin d'avoir une base de comparaison avec les échantillons marocains.

Tableau 5 : Caractéristiques géographiques des zones d'échantillonnages

Régions	Latitude	Longitude
Bni ayat	32° 12' 14" N	6° 36' 9" W
Krakeb	32° 26' 47" N	6° 21' 30" W
Ouled zian	32° 29' 29" N	6° 31' 18" W
Ouled yaich	32° 25' 55" N	6° 19' 30" W
Charika d'ouled youssef	32° 28' 58" N	6° 21' 38" W
Had boumoussa	32° 14' 22" N	6° 57' 14" W
Souk el had	32° 18' 30" N	6° 54' 16" W
Taghzirt	32° 26' 31" N	6° 12' 5" W
Lbazazal	32° 26' 50" N	6° 22' 32" W
Ouled barkat	32° 12' 39" N	6° 53' 33" W
Krifat	32° 29' 21" N	6° 39' 41" W
Sidi jaber	32° 23' 44" N	6° 28' 32" W
Ouled ayad	32° 11' 45" N	6° 47' 53" W
Ouled mbark	32° 16' 54" N	6° 27' 22" W
Ouled Slimane	32° 18' 13" N	6° 45' 37" W

I.6. Caractérisation physico-chimique, biochimique et nutritionnelle

I.6.1. Analyses physico-chimiques de base

I.6.1.1 Matière sèche

La matière sèche a été déterminée par dessiccation des échantillons (2g) dans une étuve ventilée à une température de 105°C jusqu'à obtention d'un poids constant (AFNOR NF V03-40).

I.6.1.2 Teneur en cendre

La teneur en cendre a été déterminée par minéralisation de la matière sèche à 550°C pendant 3 heures (AFNOR NF V03-40).

I.6.2 Analyses biochimiques

Les analyses physico-chimiques ont été réalisées au laboratoire des bioprocédés et bio interfaces à Beni Mellal, Faculté des sciences et Techniques, Béni-Mellal, Université Sultan Moulay Slimane.

I.6.2.1 Préparation des extraits des graines de sésame

Les graines de sésame ont été broyées séparément. 1g de chaque échantillon a été suspendu dans 10 ml d'éthanol (90%) et agité pendant 2 heures. Après filtration, les échantillons ont été concentrés au rota-vapeur. Les extraits ont été suspendus dans l'éthanol (90%) pour les essais de l'activité antioxydante et les molécules bioactives (Vishwanath and *al.*,2011). Pour tous les paramètres étudiés, les analyses ont été répétées trois fois.

I.6.2.2 Polyphénols totaux

Les polyphénols totaux ont été dosés par la méthode de Folin-Ciocalteu (Singleton et Rossi, 1965).

Cette méthode est basée sur la réduction du réactif phospho-tungstique-phospho-molybdate (solution de Folin) en milieu légèrement alcalin par les ions phénolates. Une coloration bleue se forme lors de l'oxydation des phénols indépendamment de la nature du noyau phénolique. Cette méthode reste une des méthodes de dosage global des phénols la plus utilisée. Le Folin est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{23}). La coloration produite est proportionnelle à la quantité de polyphénols présentes dans l'extrait.

Dans un tube à essai, 10µl d'extrait a été introduit, avec 2 ml de carbonate de sodium (2%), et mélangé correctement pendant 2 min, 100 µl de solution de Folin (1 :1) a été ajouté et le mélange est agité au vortex et conservé à température ambiante à l'abri de la lumière pendant 30min. L'absorbance a été mesurée à 750 nm. Le blanc est préparé de la même façon mais exempt d'extrait. La concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard.

I.6.2.3 Flavonoïdes

Cette méthode est basée sur la formation d'un complexe d'aluminium-flavonoïde, ayant une absorption maximale à 430 nm. La teneur en flavonoïdes a été déterminée selon la méthode d'Ordon et *al* (2006) ; 1ml d'extrait a été ajouté à 1 ml de trichlorure d'aluminium (2%). Après 15 min d'incubation, l'absorbance a été lu à 430 nm (Spectrophysique Jasco double faisceau) et les résultats ont été exprimés en mg de quercétine ou en rutine équivalent par g d'extrait.

I.6.2.4 Flavonols

La teneur en flavonols a été déterminée selon la méthode de Kumaran et *al.*, (2007) ; 1ml d'extrait est ajouté à 1 ml trichlorure d'aluminium (2%) et 1,5 ml d'acétate de sodium (50g/l). Après 2h30min d'incubation, l'absorbance a été lu à 440 nm. Les résultats ont été exprimés en mg quercétine équivalent par g d'extrait.

I.6.2.5 Activité antioxydante

I.6.2.5.1 Piégeage des radicaux libres par le test DPPH

La mesure de l'activité anti radicalaire par le radical libre DPPH• a été réalisée selon la méthode de Sun et Ho., (2005).

La capacité antioxydante (capacité à fixer des radicaux libres, donc à arrêter la propagation de la réaction en chaîne) ne peut être mesurée directement, mais par un contrôle de l'effet de la réactivité. Plusieurs facteurs influent sur le potentiel antioxydant et la cinétique de réduction, notamment les conditions de la réaction (temps, rapport antioxydant / DPPH•, type de solvants et pH) et en particulier le profil phénolique (Molyneux, 2004).

Le pourcentage restant de DPPH• (DPPH_{REST}) est proportionnel à la concentration en antioxydant, et la concentration qui provoque une diminution de la concentration initiale DPPH• de 50% est définie comme étant la EC50.

Le test DPPH est considéré comme étant fondé principalement sur des réactions de transfert d'électrons, par contre les réactions de transfert d'atomes d'hydrogène sont marginales (Ou et *al.*, 2005).

Le protocole consiste à diluer 0,5 ml de DPPH dans 4,5ml de méthanol, et 20µl d'échantillon ont été ajoutés. Après mélange, la solution a été incubée pendant 45 min dans l'obscurité et l'absorbance a été mesurée à 515 nm.

Pour exprimer les résultats obtenus, le pourcentage d'inhibition correspond au pourcentage de DPPH inhibé par les antioxydants présents dans les échantillons testés.

% DPPH inhibé = ((Absorbance Témoin – Absorbance échantillon) / Absorbance témoin) X 100.

Où : Absorbance Témoin est l'absorbance du blanc et Absorbance échantillon est l'absorbance de l'échantillon ou du Trolox.

A partir des pourcentages d'inhibition à différentes concentrations du Trolox, nous pouvons tracer la droite de régression linéaire (coefficient de régression proche de 1). On en déduit l'équation de la droite qui exprime la concentration molaire en fonction du pourcentage d'inhibition. Les pourcentages d'inhibitions des extraits sont ensuite remplacés dans l'équation de la droite de régression et nous pouvons ainsi obtenir notre activité antioxydante en µmol ET (Equivalent Trolox) / ml.

I.6.2.5.2 Piégeage des radicaux libres par le test ABTS

La méthode de Re et *al* (1999) a été utilisée. Elle est basée sur la décoloration d'un cation radicalaire stable, ABTS•+(2,2'-azynobis- [3-ethylbenzothiazoline-6 sulfonicacid]) en ABTS en présence de composés antiradicalaires à 734nm car le cation radicalaire

chromophore ABTS•+ de couleur bleu-vert est directement produit par réaction entre l'ABTS et le persulfate de potassium à une absorption maximale à cette grandeur.

Préparation de la solution d'ABTS•+ :

Une solution de persulfate de potassium à 2,45 mM est ajoutée à une solution de 7 Mm d'ABTS. Le mélange est agité et incubé pendant 16h à l'obscurité et à température ambiante pour former le radical cation ABTS. Le mélange a été ensuite dilué dans le méthanol jusqu'à obtention d'une absorbance de 0,70 à 734 nm. 2ml de la solution ABTS•+ (immédiatement utilisé après préparation) ont été ajoutés à 1ml de l'extrait. Le mélange est ainsi conservé à l'obscurité pendant 30 minutes et l'absorbance est lue à 734 nm au spectrophotomètre.

Pour exprimer les résultats obtenus, on utilise le pourcentage d'inhibition qui correspond à la réduction de l'ABTS•+ par les antioxydants présents dans les échantillons testés.

% ABTS inhibé = ((Absorbance Témoin – Absorbance échantillon / Absorbance témoin) X 100.

Où : Absorbance blanc est l'absorbance du témoin et Absorbance échantillon est l'absorbance de l'échantillon ou du Trolox.

A partir des pourcentages d'inhibition à différentes concentrations du Trolox, nous avons tracé la droite de régression linéaire (coefficient de régression proche de 1). On en déduit l'équation de la droite qui exprime la concentration molaire en fonction du pourcentage d'inhibition. Les pourcentages d'inhibitions des jus sont remplacés dans l'équation de la droite de régression et nous pouvons ainsi obtenir notre activité antioxydante en $\mu\text{mol ET}$ (Equivalent Trolox) /ml.

I.6.3 Analyses nutritionnelles

I.6.3.1 Sucres

I.6.3.1.1 Extraction des sucres

Les sucres solubles sont extraits en accord avec la méthode modifiée de Babu et *al.* (2002). Pour cette extraction, 0,2 gramme de graines ont été broyées en présence de 1 ml d'éthanol à 80%, introduite par la suite dans des tubes adéquats à la centrifugation. La centrifugation est faite à 2000 tr/min pendant 40 min.

Après écoulement des 40 min, le surnageant de la centrifugation recueillie, qui constitue l'extrait alcoolique brut, est mis dans des tubes éppendorfs que l'on conserve par la suite à froid (à 4°C).

I.6.3.1.2 Dosage des sucres totaux solubles

Le dosage des sucres a été déterminé selon la méthode de Dubois (1965). Cette méthode permet de doser les oses en utilisant le phénol et l'acide sulfurique concentré. En présence de

ces deux réactifs, les oses donnent une couleur jaune-orange dont l'intensité est proportionnelle à la concentration des glucides, la densité optique est déterminée entre 450 à 550 nm.

Pour le dosage, 50 µl d'extrait sont additionnés à 0,5 ml de phénol et à 1,5 ml de solution d'acide sulfurique (H₂SO₄). Le mélange est chauffé au bain marie à 100 °C pendant 5 min. Après refroidissement dans la glace fondante, la densité optique est mesurée à 485 nm contre un blanc dans lequel 50 µl d'éthanol (80 %) remplacent l'extrait brut. Un étalon est construit grâce à une gamme (0 à 1mg/ml) de concentration d'une solution mère de glucose 1 mg/ml. Les teneurs sont exprimées en mg/g de matière sèche. La formule est la suivante :

$$\text{Quantité} = (\text{DOx} * \text{VEthanol}) / \text{a} * \text{V extrait} * \text{PF}$$

a: coefficient directeur de la droite d'étalonnage ;

V Ethanol : Volume d'éthanol en ml ;

V extrait : Volume d'extrait en µl ;

PF : poids frais du matériel végétal utilisé en g

DOx : variation de la densité optique

I.6.3.2 Protéines

I.6.3.2.1 Extraction des protéines

Pour l'extraction des protéines, le tampon utilisé est le tampon dissodique. 0,2 g de matériel biologique ont été broyés avec 1 ml du tampon. Le broyat a été introduit par la suite dans les tubes de centrifugation. Cette dernière est faite à 2000 tr/min pendant 40 mn. Après, le surnageant est recueilli, introduit dans des tubes éppendorfs et conservé à 4°C.

I.6.3.2.2 Dosage des protéines

Le dosage des protéines totales se fait selon la méthode de Bradford (1976). Dans chaque tube ; 1 ml de tampon d'extraction est ajouté à 0,50 ml d'extrait protéique et 2 ml de réactif de Bradford. Les tubes sont incubés pendant 2 minutes à l'air libre puis, la lecture de l'absorbance est faite à 595 nm contre un blanc dans lequel l'extrait est remplacé par le tampon d'extraction (Minyaka, 2009).

Pour chaque extrait. Les DO obtenues sont converties en µg de BSA issue de la réalisation d'une courbe d'étalonnage.

I.6.3.3 Minéraux

Les minéraux quantifiés dans les graines de sésame durant les trois saisons pour les différents environnements sont les suivants : calcium (Ca), potassium (K), magnésium (Mg), fer (Fe), phosphore (P), sélénium (Se) et le sodium (Na) par spectrométrie d'émission atomique ICP (AES Ultima 2-Jobin Yvon).

I.6.3.4 Amidon

Le dosage d'amidon est fait selon la méthode de McCready et *al.*, 1950.

Après élimination des sucres avec l'éthanol (80%), l'amidon a été isolé par extraction avec le réactif d'acide perchlorique (52%). L'extraction est faite deux fois. Le dosage d'amidon dans les extraits est réalisé par le réactif d'anthrone à une absorbance de 630 nm.

I.6.3.5 Fibres

Les fibres solubles et insolubles sont déterminées selon la méthode gravimétrique enzymatique de l'AOAC (Prosky et *al.*, 1988), les échantillons ont été stabilisés avec α -amylase à 100°C (pH 6) pendant 15 min, puis digérés par voie enzymatique avec une protéase (60 ° C, pH 7,5, 30 min), suivie d'une incubation avec de l'amylo-glucosidase (60 ° C, pH 4,5, 30 min) pour éliminer les protéines et l'amidon. Ensuite, les échantillons ont été filtrés, lavés (eau, 95% d'éthanol et d'acétone), séchés et pesés pour déterminer les fibres insolubles. Quatre volumes d'éthanol à 95% (préalablement chauffé à 60 ° C) ont été ajoutés au filtrat. Ensuite, les précipités ont été filtrés et lavés avec 78% d'éthanol, 95% d'éthanol et d'acétone. Après cela, les résidus (fibres solubles) ont été séchés et pondérés. Les valeurs obtenues sont corrigées en tenant compte des cendres et des protéines. Les fibres alimentaires totales étaient déterminées en additionnant les fibres alimentaires insolubles et les fibres alimentaires solubles.

I.6.3.6 Chlorophylles et caroténoïdes

Les deux chlorophylles (A et B) et les caroténoïdes ont été déterminées dans les graines de sésame selon la méthode de Wettstein (1959) comme suit : Cinq grammes de chaque échantillon ont été mélangés avec 30 ml d'acétone (85%) dans une bouteille foncée et laissés à une température ambiante pendant 15 h, puis filtrée sur laine de verre dans une fiole jaugée de 100 ml et complétée au volume par une solution d'acétone à 85%. L'absorbance de la solution a ensuite été mesurée à 440, 644 et 662 nm en utilisant un spectrophotomètre. Un essai à blanc avec de l'acétone (85%) a été réalisé. Les teneurs en caroténoïdes totaux et chlorophylles ont été calculées en utilisant les équations suivantes :

$$\text{Chlorophylle A (mg / L)} = (9,784 \times E_{662}) - (0,99 \times E_{644})$$

$$\text{Chlorophylle B (mg / L)} = (21,426 \times E_{644}) - (4,65 \times E_{662})$$

$$\text{Total des caroténoïdes (mg / L)} = (4,695 \times E_{440}) - 0,369 (\text{chl A} + \text{chl. B})$$

I.7. Activité antibactérienne et antifongique

I.7.1 Activité antibactérienne

I.7.1.1 Matériel végétal

Il existe diverses méthodes pour déterminer l'activité antibactérienne des extraits et des huiles. Le matériel végétal est constitué de l'extrait aqueux des graines de sésame, des huiles de sésame issues de différentes méthodes d'extraction à savoir l'hydro distillation, l'extraction à froid et l'extraction par soxhlet.

I.7.1.2 Caractérisation chimique des huiles utilisées

L'analyse chimique des huiles de sésame a été déterminée à l'Institut National de Recherche Agronomique de Meknès en utilisant un chromatographe à phase gazeuse (Trace GC ULTRA) couplé à un spectromètre de masse (Polaris Q MS à trappe ionique). Le type de la colonne utilisée est VB-5 (Méthyl-polysiloxane à 5% phényl) d'une longueur de 30 m, une largeur de 0.25 mm et la porosité est de 0.25 μm . Le type d'ionisation est électronique (IE) de 70 eV. Le type de solvant utilisé est l'hexane.

Les conditions de séparation sont les suivantes :

- ✓ Volume d'injection : 1 μl .
- ✓ Température d'injection : 220°C.
- ✓ Température d'interface : 300°C.
- ✓ Mode d'injection : Split.
- ✓ Gaz vecteur : Hélium.
- ✓ Débit : 1.4 ml/min.
- ✓ Température de la source d'ionisation : 200°C.

I.7.1.3 Souches testées

Les souches utilisées sont des souches de référence de l'Institut National de Recherche Agronomique de Meknès. Les souches bactériennes choisies pour cette étude sont des bactéries pathogènes et impliquées fréquemment dans la contamination et l'altération des denrées alimentaires.

Tableau 6 : Souches bactériennes utilisées

Souches bactériennes	Référence
<i>Escherichia coli</i> : <i>EC</i>	CCMMB4
<i>Pseudomonas</i>	ATCC 7951
<i>Klebsiella pneumonia</i> : <i>KP</i>	ATCC13883
<i>Bacillus subtilis</i> : <i>BS</i>	ATCC 315
<i>Staphylococcus aureus</i> : <i>TS</i>	ATCC25923
<i>EN.EP</i>	ATCC 475
<i>Salmonella SP</i>	CCMMB 17
<i>Vibrio cholerae</i>	ATCC 760

I.7.1.4 Conservation des souches

Nous avons fait un repiquage à partir des souches identifiées dans leurs milieux sélectifs. Elles ont été inoculées sous forme de strie sur une gélose nutritive inclinée dans des tubes à essais stériles.

Ensuite, nous avons laissé incuber à 37°C pendant 24 heures. Les tubes sont ensuite conservés dans le réfrigérateur à $6 \pm 1^\circ\text{C}$. Les repiquages sur gélose nutritive ont été réalisés tous les 15 jours.

I.7.1.5 Choix des milieux de culture

Suivant les méthodes utilisées dans l'activité antibactérienne et selon les souches, nous avons employé les milieux de culture suivants :

- La gélose nutritive pour conserver les souches et pour obtenir une culture jeune des bactéries.
- Milieu MH (Mueller Hinton) pour mettre en évidence l'activité Antibactérienne de nos extrais.

I.7.1.6 Préparation des suspensions bactériennes

Après avoir réalisé les tests de confirmation des souches. Nous avons réactivé les bactéries par un repiquage dans une gélose nutritive sur tube que nous avons incubé à 37°C de 18 à 24 heures.

Les tests antibactériens sont réalisés à partir de cultures jeunes en phase de croissance exponentielle.

Nous avons prélevé une colonie en phase exponentielle, introduite par la suite dans 2,5 ml d'eau physiologique. Ensuite, la dilution a été réalisée pour avoir 10^8 UFC/ml. La standardisation de la solution se fait soit par ajout de l'eau physiologique ou de la souche bactérienne.

I.7.1.7 Préparation des dilutions des extraits aqueux et huileux

La gamme de concentration des extraits a été préparée dans sept tubes à essais numérotés de 1 à 7 par la méthode de la double dilution selon une progression géométrique de raison 1/2.

Les extraits aqueux ont été dilués dans l'eau distillée. Tandis que, les huiles ont été diluées dans le DMSO.

I.7.1.8 Test d'activité antibactérienne

I.7.1.8.1 Méthode de diffusion en puits

C'est une méthode proposée par Mayachiew et Devahastin (2008). Elle assure une diffusion radiale de l'extrait à partir d'un puits en donnant une zone d'inhibition claire et facilement mesurable. Une solution de Muller-Hinton 3.8 % a été préparée, et 9 ml du milieu ont été coulés aseptiquement dans une boîte de Pétri stérile qui a été laissée refroidir sur paillasse. Ensuite, le milieu a étéensemencé avec 0.2 ml de suspension bactérienne à 10^8 UFC/ml. Après, les boîtes ont été maintenues pendant 1h à température ambiante et des puits de 5 mm de diamètre ont été creusés dans la gélose à l'aide d'une pipette pasteur stérile, puis remplis par 80µl de l'extrait. Les boîtes de pétri sont ainsi incubées à une température de 37°C pendant 24h et par la suite, les zones d'inhibition de croissance forment un diamètre qui est mesuré en millimètres. Tous les tests ont été effectués en double exemplaire.

I.7.1.8.2 Méthode de diffusion sur disque

La méthode de diffusion des disques appliquée est celle décrite par (Mayachiew & Devahastin., 2008). Cette méthode repose sur le pouvoir migratoire des extraits sur un milieu solide à l'intérieur d'une boîte de Pétri. Elle nous permet de mettre en évidence l'effet antibactérien des extraits à tester, ainsi que la détermination de la résistance ou la sensibilité de ces bactéries vis-à-vis des extraits.

-Préparation des disques

Les disques ont été obtenus à partir du papier Wattman, avec un diamètre de 6mm par l'emporte-pièce. Ils ont été stérilisés à l'autoclave, puis conservés à une température ambiante.

-Ensemencement

Un volume de 15 ml de l'agar de Muller Hinton est coulé dans des boîtes de Pétri. Après solidification du milieu de culture, 0.2ml de la suspension bactérienne à tester (10^8 CFU.ml⁻¹) sont étalés en surface, puis l'excès est éliminé.

-Dépôt des disques

Dans des conditions aseptiques et à l'aide d'une pince stérile, les disques de papier Wattman sont déposés sur le milieu de culture, puis imbibés par 10µL de chaque extrait à étudier.

Précédemment inoculées avec le micro-organisme choisi, les boîtes sont maintenues à 4°C pendant 1h pour que l'extrait puisse diffuser et par la suite incubées à l'étuve à 37°C pendant 24 h.

I.7.1.8.3 Expression des résultats

La lecture se fait par la mesure du diamètre de la zone d'inhibition autour du disque à l'aide d'un pied à coulisse ou une règle graduée en millimètres (mm). Les résultats sont exprimés par le diamètre de la zone d'inhibition qui peut être symbolisé par des signes d'après la sensibilité des souches vis-à-vis des huiles essentielles (Ponce et *al.*, 2003).

- Non sensible (-) : diamètre < 8 mm.
- Sensible (+) : diamètre compris entre 9 et 14 mm.
- Très sensible (++) : diamètre compris entre 15 et 19 mm.
- Extrêmement sensible (+++) : diamètre > 20mm.

I.7.1.9 Détermination de la concentration minimale inhibitrice

Une solution de LB liquide à 3 % a été préparée. Différentes concentrations en huiles et en extraits aqueux ont été réalisées par macrodilution. Le premier tube a été rempli avec 2ml de la solution préparée et les 9 autres tubes avec 1ml. Puis, 20 µl d'extrait pure ont été ajoutés dans le premier tube, un enchainement de dilution a été réalisé pour obtenir une gamme de concentration allant de 1% à 0,0039%. Après, chaque tube est inoculé avec 10 µl de la suspension bactérienne (concentration finale : 10⁶ UFC/ml). L'incubation est faite pendant 18h à 37°C. Les tests ont été effectués en double (Bouhdid et *al.*, 2008).

La concentration minimale inhibitrice (CMI) a été déterminée comme étant la plus faible concentration des tubes qui ne présentent aucun trouble à l'œil nu (Bouhdid et *al.*, 2008).

I.7.2 Activité antifongique

I.7.2.1 Préparation des suspensions et pré-culture des souches fongiques

-Les souches utilisées

Les champignons utilisés sont :

- ✓ *Fusarium Oxysporum* et *Verticilium* issus de l'institut national de recherche agronomique de Meknès.
- ✓ *Aspergillus Niger* issu du laboratoire des bioprocédés et bio-interfaces de la Faculté des Sciences et Techniques de Béni-Mellal.

-Préparations des dilutions des extraits

La gamme de concentration des extraits a été préparée dans sept tubes à essais numérotés de 1 à 7 par la méthode de la double dilution selon une progression géométrique de raison 1/2.

Les extraits aqueux ont été dilués dans l'eau distillée. Tandis que, les huiles ont été diluées dans le DMSO.

-Préparations des suspensions

Le milieu de culture utilisé est le milieu PDA (potatoes dextrose d'agar) pour mettre en évidence l'activité antifongique des différents extraits. Les champignons sont cultivés pendant 7 jours dans des boîtes de Pétrie à une température de 25°C avant le test, Pour étudier la sensibilité des champignons vis-à-vis les extraits, nous avons utilisé une autre méthode dite ; la méthode de cylindres.

I.7.2.2 Méthode de cylindres

La méthode de contact direct a été appliquée pour tester la sensibilité des moisissures vis-à-vis des différents extraits de sésame. La technique consiste à additionner les extraits à différentes concentrations au milieu de culture encore liquide. Après solidification du milieu de culture, pour chaque moisissure, un disque mycélien de 6mm de diamètre est déposé aseptiquement à la surface du milieu gélosé au centre de la boîte de pétri de 9 cm de diamètre en verre. Le volume du milieu utilisé est de 15 à 20 ml/ boîte de pétri. En parallèle des témoins composés de PDA sans extrait servent de contrôle. L'incubation a été effectuée dans une étuve à la température de $25\pm 2^\circ\text{C}$ pendant 7 jours (Mohammedi. Z et *al.*,2006). L'absence de la croissance mycélienne se traduit par l'inhibition ou l'absence de croissance autour du disque dont le diamètre est mesuré. Les résultats sont exprimés en mm.

Chapitre II : Etude de l'effet d'environnement sur la qualité des graines de sésame

II.1. Environnements de l'étude

L'étude a été faite sur 33 accessions issus en premier temps d'enquête dans la zone Tadla-Azilal en 2012. Ensuite, ces échantillons ont été étudiés dans 3 environnements :

- Environnement 1 : à la station expérimentale Afourer de l'INRA de Béni Mellal en 2013 (17 juin 2013).
- Environnement 2 : à la station expérimentale Afourer de l'INRA de Béni Mellal en 2014 (fin de mai 2014).
- Environnement 3 : à la station expérimentale Ain Taoujdate de l'INRA de Meknès en 2014 (fin d'avril 2014).

Le sol de la zone d'Afourer appartient à la classe luvisol chromique. La température moyenne annuelle est de 18°C avec un maximum de 45°C en août et minimum de -3°C en janvier.

Le sol d'Ain Taoujdate-Meknès est de type argileux, brun calcaire et alluvial, cette station est située à 30 km de Meknès dans le territoire de la Province d'El Hajeb, à une altitude de 550 m. Elle est caractérisée par une pluviométrie moyenne de 470 mm et des températures moyennes avec un maximum en Juillet de 37 °C et un minimum en Janvier de 2,8 °C. Les quantités moyennes de froid disponibles sont de 540 heures de température inférieure à 7 °C. Les mêmes conditions ont été entretenues dans les trois environnements et pendant les deux années. L'irrigation utilisée est de type gravitaire dont la première a été appliquée au semis, la deuxième a été apportée 15 à 30 jours après semis selon les conditions climatiques (température). De même, les autres irrigations ont été appliquées à des intervalles de 10 à 15 jours.

Les paramètres étudiés sont l'activité antioxydante, les polyphénols, les flavonoïdes, les acides gras et les lignanes. Les protocoles de l'activité antioxydante, les polyphénols, les flavonoïdes et les acides gras sont décrits dans le chapitre I.

II.2. Détermination des sésamines et sésamolines

Les lignanes ont été déterminé selon la méthode de Bhatnagar et *al.*, 2013; en dissolvant 0,01 g des huiles dans 10 ml d'un mélange d'hexane et de chloroforme de l'ordre de (7 :3 v/v). L'absorbance a été lue à 288nm. La teneur des lignanes a été calculée avec la formule suivante :

$$\text{Pourcentage de sésamoline} = [(A/P) * (100/230.1)]$$

$$\text{Pourcentage de sésamine} = [(A/P) * (100/231.1)]$$

A : absorbance d'échantillon

P : Poids d'échantillon/100ml

230.1 E^{1%} 1cm pour la sésamoline

231.1 E^{1%} 1cm pour la sésamine.

Chapitre III : Optimisation d'une méthode de séchage et modélisation

L'objectif de cette partie est la comparaison entre trois méthodes de séchage afin de choisir une qui serait l'alternative au séchage à l'air libre pour un produit final sain de bonne qualité, et cela en étudiant le comportement des gousses du sésame à fin d'effectuer :

➤ Une étude hygroscopique des graines de sésame : association du meilleur modèle pour décrire les isothermes de sorption, visualisation du phénomène d'hystérésis, détermination des conditions optimales de séchage et de stockage des graines de sésame, détermination de propriétés thermodynamiques,

- Une étude cinétique des graines de sésame : modélisation des courbes de séchage, élaboration de l'équation caractéristique de séchage, observation des évolutions des températures dans le séchoir solaire et de la teneur en eau du produit durant une opération de séchage.
- Une étude de la composition biochimique et nutritionnelle des graines de sésame avant et après séchage permettrait de compléter l'étude et ainsi d'optimiser l'opération de séchage.

III.1. Traitements de séchage

Le séchage est considéré comme un moyen de conservation des aliments. Le séchage des fruits, légumes et graines est l'un des processus les plus consommateurs d'énergie dans l'industrie de transformation alimentaire et constitue la meilleure méthode de réduction des pertes après la récolte.

III.1.1 Séchage à l'air libre

Ce type de séchage a consisté à étaler sur les toits de maison en plein air les bottes de sésame à sécher. La durée de ce type de séchage peut se prolonger de 10 à 15 jours dépendant de la température et de l'humidité. Le battage s'est fait à plusieurs reprises (3 fois).

III.1.2 Séchage par étuvage

L'étuvage est une méthode de séchage et de déshydratation rapide. La méthode a consisté à déposer les gousses de sésame à l'intérieur de l'étuve. La masse du produit à sécher est de 25 grammes pour tous les essais expérimentaux envisagés. Les températures de séchage utilisées étant de $T=50, 55, 60, 65, 70, 75, 80^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$. Le séchage est terminé dès l'obtention d'une masse d'échantillon constante. Les essais ont été faits en triple.

III.1.3 Séchage par énergie solaire à convection forcée

Cette technique, comme les autres procédés de séchage consiste à diminuer l'activité de l'eau des produits séchés jusqu'à une valeur assurant leur conservation.

III.1.3.1 Description et fonctionnement du système de séchage

Le système étudié est un séchoir convectif indirect couplé à un capteur solaire fonctionnant en convection forcée (figure 16). Il s'agit d'un système sans stockage avec un recyclage total ou partiel d'air (M. Kouhila, 2001b), dont les éléments constitutifs sont :

-Un capteur solaire à simple circulation et à simple vitrage, de $2,5 \text{ m}^2$ de surface, incliné de 31° par rapport au plan horizontal et orienté en plein sud. Le capteur présente une surface de $2,5 \text{ m}^2$ (2,5 m de longueur et 1 m de largeur). La couverture est en verre ordinaire. L'absorbeur du capteur solaire est en tôle de fer galvanisé noirci de 0,5 mm d'épaisseur à surface non sélective. L'isolant thermique arrière est en mousse de polyuréthane d'épaisseur

0,05 m prise en sandwich entre deux tôles d'acier. La distance absorbeur isolant est de 0,025 m et la distance absorbeur vitre est de 0,02 m.

-Une conduite d'aspiration aéraulique constituée d'un tunnel de section parallélépipédique. Un double T (constitué de deux T emboîtes) permet la recirculation totale ou partielle de l'air sortant de la chambre de séchage après la traversée de toutes les claies. Le double T comporte un registre (vanne) papillon pour régler le débit d'air.

- Une chambre de séchage ayant pour dimensions 1,40 m de hauteur, 0,90 m de profondeur et 0,50 m de largeur. Elle est constituée de dix claies.

- Un ventilateur centrifugé ($0,0889 \text{ m}^3/\text{s}$; 80 mm CE, 220V), autorise une vitesse théorique de 1,7 m/s, avec en amont, un étranglement qui permet de varier le débit d'air de $0,0296$ à $0,0889 \text{ m}^3/\text{s}$. Ce ventilateur a une puissance de 0,1 kW.

- Un thermorégulateur de gamme 0-99 °C et de précision 0,1 °C relié à une sonde de platine PT100 agissant sur le chauffage d'appoint électrique permet de fixer la température de consigne à l'entrée de la chambre de séchage.

- Des résistances électriques de puissance 4 kW jouant le rôle de source auxiliaire d'énergie.

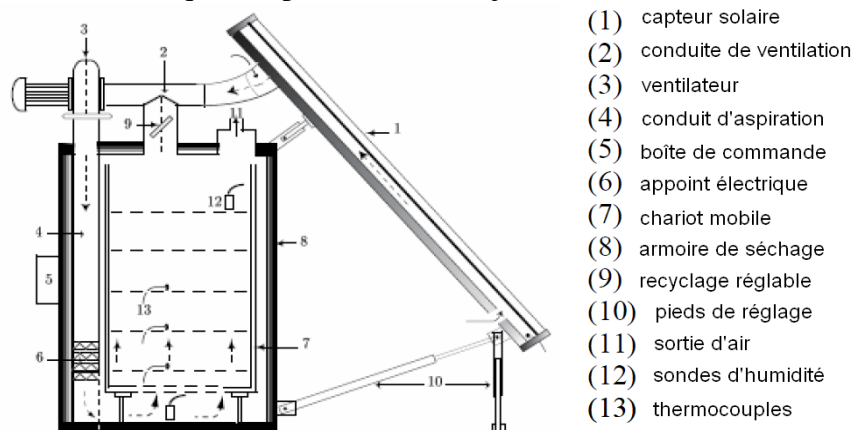


Figure 16 : Présentation du séchoir solaire

III.1.3.2 Méthode du travail

Les gousses de sésame sont préparées et déposées sur les claies de l'armoire de séchage. La masse du produit à sécher est de 25 grammes pour tous les essais expérimentaux envisagés.

✓ Nous avons utilisé l'appoint électrique pour réguler la température à l'entrée du séchoir.

✓ Pour suivre la perte de masse du produit au cours du séchage, nous avons effectué les mesures de poids chaque 5,10 minutes puis 20 et 30 minutes à l'aide d'une balance de précision 0,01g.

✓ Nous avons mesuré l'humidité relative de l'air à l'extérieur du séchoir pour chaque essai à l'aide d'un hygromètre de sensibilité $\pm 2\%$.

✓ Les expériences de séchage sont réalisées pour sept températures de l'air asséchant ($T=50, 55, 60, 65, 70, 75, 80^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$) et pour deux débits d'air $0,028$ et $0,056 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$. L'ensemble de l'appareillage doit fonctionner au moins une demi-heure avant l'introduction du produit pour assurer une meilleure stabilité des conditions de séchage. Il faut savoir que l'expérience de séchage est terminée lorsque nous avons atteint la teneur en eau finale X_{fin} du produit déterminée grâce aux isothermes de sorption. Il s'agit d'une valeur pour laquelle le produit garde ses huiles essentielles et les réactions de dégradation de la couleur et des arômes sont ralenties. La durée de séchage est donc le temps nécessaire pour sécher le produit jusqu'à atteindre la teneur en eau finale souhaitée. Nous avons réalisé 14 expériences à 7 températures et 2 débits sur une durée de 17 jours, du 30 Novembre au 16 Décembre 2015. Nous avons relevé durant ces expériences la température (variant de 22 à 32°C) et l'humidité relative extérieures (de 15 à 50%) (Figure 17).



Figure 17 : Dispositif expérimental de séchage solaire (3 claies expérimentales)

III.1.3.2.1 Grandeurs mesurées

✓ Mesure des températures

La mesure de la température à l'entrée de l'enceinte de séchage est effectuée à l'aide d'un thermorégulateur de précision $\pm 1,5^{\circ}\text{C}$ relié à une sonde de platine.



Figure 18 : Emplacement de la sonde de la température

✓ **Mesure de l'humidité de l'air**

L'humidité relative de l'air à l'entrée de la chambre de séchage est mesurée à l'aide d'une sonde à affichage numérique de marque Humicolor de précision $\pm 2\%$.



Figure 19: Hygromètre pour la mesure d'humidité

✓ **Mesure de la vitesse de l'air asséchant**

La vitesse de l'écoulement de l'air est mesurée au moyen d'une vélocimétrie liée à un tube de Pitot de 2 mm de diamètre placé à la sortie du conduit d'aspiration aéraulique juste au-dessous de la première claie du séchoir. La précision des mesures est de l'ordre de $\pm 0,2$ m/s.

✓ **Mesure des masses humides et sèches du produit**

Les masses humides du produit, sont effectuées au moyen d'une balance électronique à affichage numérique, de précision de $\pm 0,001$ g. Cette méthode de mesure permet de suivre la diminution du poids du produit au cours du séchage.

Afin de déterminer la masse sèche du produit (M_s), les échantillons séchés en soufflerie sont ensuite placés dans une étuve réglée à $105\text{ }^\circ\text{C}$ durant 6 à 7 heures. Le produit est pesé toutes les heures jusqu'à ce qu'il atteigne sa déshydratation maximale.

III. 1.3.3 Modélisation des cinétiques du séchage

Une fois que nous avons réalisé chaque expérience de séchage sur les gousses de sésame, il nous faut trouver le modèle qui décrit le mieux la cinétique de séchage du produit étudié. Pour se faire, on trace l'évolution de la teneur en eau réduite X^* (%MS) en fonction du temps de séchage (s). Dans ce travail, on a étudié en détail 4 modèles mathématiques souvent utilisés dans la littérature (tableau 7).

Tableau 7 : Modèles utilisés pour l'étude de la cinétique du séchage

Modèle	Expression du modèle	Référence
Henderson et Pabis	$X^* = a \exp(-kt)$	Chinnan, 1984
Logarithmique	$X^* = a \exp(-kt) + c$	Doymaz, 2004
Newton	$X^* = \exp(-kt)$	W. K. Lewis, 1921
Midilli-Kucuk	$X^* = a \exp(-kt^n) + bt$	Midilli et al., 2001

Pour comparer chaque modèle aux points expérimentaux, on définit des paramètres statistiques :

- r coefficient de corrélation

$$r = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^N (X_{i,pre}^* - \overline{X_{i,exp}^*})}}{\sqrt{\sum_{i=1}^N (X_{i,exp}^* - \overline{X_{i,exp}^*})}} \quad (8)$$

- EST erreur systématique moyenne

$$EST = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (X_{i,exp}^* - X_{i,pre}^*) \quad (9)$$

- khi carré

$$\chi^2 = \frac{1}{N-n} \sum_{i=1}^N (X_{i,exp}^* - X_{i,pre}^*)^2 \quad (10)$$

Nous avons réalisé quatorze expériences de séchage : deux débits et sept températures. Pour chaque expérience, on rassemble sur un même graphique les points expérimentaux et les valeurs prédites par chaque modèle.

III.1.3.4 La courbe caractéristique du séchage

Le principe de cette méthode consiste à rassembler les résultats expérimentaux, pour diverses conditions de l'air asséchant sur une seule courbe dite CCS pouvant être utilisable par l'ensemble des scientifiques (Ait Mohamed and al., 2004). La méthode consiste à représenter le rapport de la vitesse de séchage à l'instant t et à la vitesse de première phase, dans les mêmes conditions de l'air asséchant en fonction de la teneur réduite X^* d'où :

$$X^* = \frac{X(t) - X_{eq}}{X_{Cri} - X_{eq}} \quad (11) \quad f = \frac{\left(-\frac{dX}{dt}\right)_t}{\left(-\frac{dX}{dt}\right)_I} \quad (12)$$

Avec $\left(-\frac{dX}{dt}\right)_I$ qui correspond à la vitesse de séchage durant la phase I, c'est la vitesse maximale de séchage, et X_{Cri} qui correspond à la teneur en eau en début de phase II.

Chapitre IV : Détermination des isothermes de sorption

L'isotherme de sorption indique la teneur en eau en fonction de l'humidité à une température constante donnée. Toute modification de la qualité ou de la composition du matériau entraîne une modification de ses isothermes de sorption. De par la complexité des phénomènes de sorption, les isothermes de sorption ne peuvent pas être prédites par la théorie mais doivent être établies expérimentalement pour chaque produit.

Les courbes d'isothermes de sorption donnent des informations sur la répartition et l'intensité des liaisons des molécules d'eau ainsi que leur disponibilité fonctionnelle dans les substances biochimiques et biologiques.

La connaissance de ces courbes est indispensable pour étudier le séchage des produits.

L'objectif de ce chapitre est la détermination expérimentale des isothermes de sorption des graines de sésame pour différentes températures. Les courbes de sorption expérimentales obtenues sont comparées à quatre modèles différents en vue de dégager l'équation la plus adéquate.

IV.1. Dispositif expérimental d'isothermes

La détermination des isothermes d'adsorption-désorption des graines de sésame a été effectuée avec la méthode gravimétrique statique. Cette méthode assure la régularisation de l'humidité par contact avec des solutions salines aqueuses au-dessus desquelles la pression de vapeur d'eau, à température donnée, est parfaitement connue.

Une expérience simple et peu coûteuse pour tracer les courbes de sorption consiste à placer un échantillon de graines de sésame dans une atmosphère à humidité et température connues. Ainsi, il nous est possible de calculer la teneur en eau d'équilibre de la plante pour chaque condition de stockage. Ce principe est utilisé par la méthode gravimétrique statique développée à l'Equipe des Plantes Médicinales Aromatiques. Nos expériences sont réalisées à 30, 40 et 50°C car ce sont les températures habituelles rencontrées lors de la conservation

(entrepôts...). Chaque humidité est générée par une solution saturée en sels. Nous utilisons six sels pour couvrir un large domaine d'humidité : KOH, MgCl₂, K₂CO₃, NaNO₃, KCl, BaCl₂.

Tableau 8 : Humidité relative d'équilibre des sels utilisés (%)

	KOH	MgCl ₂	K ₂ CO ₃	NaNO ₃	KCl	BaCl ₂
30°C	7,38	32,38	43,17	72,75	83,62	89,80
40°C	6,26	31,59	42,30	71,00	82,32	89,10
50°C	5,72	30,54	40,91	69,04	81,20	88,23

Nous avons à notre disposition 3 bains thermo statés (30, 40 et 50°C) qui contiennent 6 bocaux d'un litre remplis au quart par une solution de sel saturé comportant un porte échantillon sur lequel est placé 0,5 ± 0,005 g de graines de sésame.

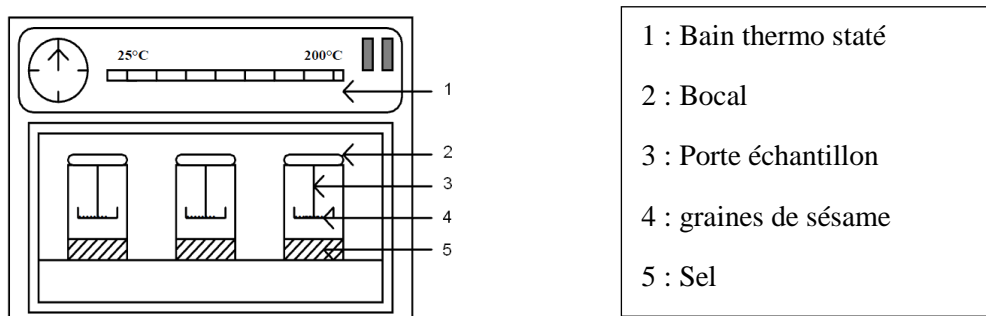


Figure 20 : Matériel pour la détermination des isothermes de sorption des graines de sésame

IV.2. Préparations des échantillons

On réalise deux expériences qui dépendent de la nature de l'échantillon initial :

- la désorption : l'échantillon initial n'a subi aucun traitement préalable, le produit va perdre de l'eau,
- l'adsorption : l'échantillon initial est placé à l'étuvage pendant 6h à 105°C pour perdre la totalité de l'eau libre, le produit va gagner de l'eau pendant l'expérience.

On lance deux expériences qui vont durer 10 jours pour la désorption et 12 jours pour l'adsorption (On effectue les mesures chaque 48 heures jusqu'à l'équilibre hygroscopique).

IV.3. Protocol expérimental

Nous pesons tous les 48 heures les échantillons contenus dans les bocaux jusqu'à l'obtention de l'équilibre thermodynamique. Nous calculons ainsi la teneur en eau à l'équilibre pour chaque humidité relative. Il est à noter que la moisissure se forme sur les échantillons présents dans des humidités fortes : KCl et BaCl₂. La mesure à l'équilibre ne doit pas prendre en compte ces corps étrangers.

IV.4. Précision sur les mesures effectuées

La détermination des isothermes de sorption nécessite la connaissance de trois grandeurs : la température, l'humidité relative et la teneur en eau. La température est mesurée à l'aide d'un thermomètre de précision $\pm 0,1^\circ\text{C}$. Pour les sels utilisés, l'incertitude sur l'humidité relative est comprise entre 0,5 et 1,5%. Enfin la balance, qui permet de peser chaque échantillon, a une précision de $\pm 0,001\text{g}$.

IV.5. Modélisation des isothermes de sorption

Plusieurs modèles mathématiques, relations empiriques reposant sur des bases plus ou moins physiques, décrivent la relation entre la teneur en eau d'équilibre, l'humidité relative d'équilibre et la température. Nous avons étudié quatre modèles différents trouvés dans la littérature : GAB, ENDERBAY, PELEG, LESPAM. Le but est de déterminer le ou les modèles les plus adéquats pour la description des isothermes de sorption de notre produit.

Tableau 9 : Modèles de description des isothermes de sorption sélectionnés.

Modèle	Equation	Référence
LESPAM	$X_{\text{eq}} = A \cdot \exp(B \cdot a_w / 50) + C$	Idlimam et al. (2008)
ENDERBY	$X_{\text{eq}} = \left[\frac{A}{1 - B a_w} + \frac{C}{1 - D a_w} \right] a_w$	Popovski and al. (2004)
GAB	$X_{\text{eq}} = \frac{A B C a_w}{(1 - B a_w)(1 - B a_w + B C a_w)}$	Van den Berg, (1984)
PELEG	$X_{\text{eq}} = A(a_w)^C + B(a_w)^D$	Peleg M. (1993)

IV.5.1 Propriétés thermodynamiques

L'exploitation des isothermes de sorption nous a permis de déterminer certaines propriétés thermodynamiques du produit à savoir, la chaleur iso stérique ou enthalpie différentielle de sorption, l'entropie différentielle de sorption, la température iso cinétique.

➤ Chaleur isostérique :

C'est l'énergie nécessaire pour libérer les molécules d'eau liées au produit. Elle est également appelée enthalpie différentielle de sorption et apparaît dans l'équation de Clausius-Clapeyron :

$$\frac{\partial \ln(a_w)}{\partial \left(\frac{1}{T}\right)} = -\frac{q_{st}}{R} \quad (13)$$

Cette relation nécessite de connaître les isothermes à différentes températures afin de calculer la variation logarithmique de l'humidité en fonction de l'inverse de la température pour une teneur en eau d'équilibre fixée (Cette approche affirme l'indépendance entre chaleur isostérique et température).

➤ **Entropie différentielle de sorption :**

Cette grandeur mesure le degré de désordre du produit au niveau microscopique. En effet, plus l'entropie est élevée, plus les éléments sont désordonnés. Cette valeur est calculée en intégrant la relation de Clausius-Clapeyron :

$$\ln(a_w) = \frac{-q_{st}}{RT} + \frac{\Delta S}{R} \quad (14)$$

➤ **Théorie de compensation :**

Il existe une relation qui lie la chaleur isostérique à l'entropie différentielle de sorption, celle-ci est appelée théorie de compensation enthalpie-entropie. Elle permet de mieux comprendre la structure de l'eau dans le produit étudié :

$$q_{st} = T_{\beta} \cdot \Delta S + \Delta G_{\beta} \quad (15)$$

Chapitre V : Suivi de la conservation des graines de sésame par différentes méthodes

La conservation joue un rôle primordial dans la sécurité et la qualité des aliments. Pour se faire, l'application des technologies de haut niveau est exigée dans un environnement maîtrisé.

V.1. Pasteurisation

La méthode est consistée à chauffer les graines de sésame mise dans un bocal à une température inférieure à 85°C pendant 5 min. Après refroidissement, les graines ont été conservées à température ambiante (Ramaswamy et Abbatermarco, 1996).

V.2. Stérilisation

La stérilisation consiste à chauffer les graines mises dans un bocal à une température de 120°C pendant 5 min. Après refroidissement, les graines ont été conservées à température ambiante (Simpson, 2009).

V.3. Lyophilisation

La méthode en consiste dans un premier temps à congeler les graines de sésame à une température de -20°C. Ensuite, les échantillons ont été mis dans un lyophilisateur afin de subir

des dessiccations (primaire et secondaire) (Jayaraman et Das Gupta, 2006). Les échantillons lyophilisés sont conservés par la suite à une température ambiante.

V.4. Traitement par rayonnement gamma

L'irradiation a été réalisée par des rayonnements gamma avec une source du cobalt (^{60}Co) dans la station d'ionisation BOUKHALEF (INRA) de Tanger. La cellule d'ionisation ainsi que le protocole sont décrits en Annexe 2. Après dosimétrie, le débit était de 1.452 kGy/min.

Nous avons traité à différentes doses les échantillons. Pour chaque dose, nous avons placé un lot composé de 15 échantillons dans l'irradiateur. Les doses choisies pour le traitement sont 3, 6, 9 et 12 kGy. Les conditions sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau 10 : Conditions de traitement des échantillons de sésame par ionisation

Débit (kGy /min)	Dose (kGy)	Durée (min)
1,452	3	207 = 3h 44min
	6	413 = 6h 88min
	9	620 = 10h 32min
	12	826 = 13h 77min

Les échantillons de sésame irradiés ont été mis séparément dans une capsule en plastique cylindrique bien fermée en contact direct avec les deux détecteurs solides de traces nucléaires utilisés.

Puisque la cellule d'irradiation est bien fermée, il n'y a pas d'échappement des gaz radon et thoron. Un équilibre radioactif séculaire est établi entre l'uranium-238, le thorium-232 et chacun de leurs descendants respectifs. Les densités de traces globales (traces.cm⁻².s⁻¹) dues aux particules alpha émises par les séries de l'uranium-238 et du thorium-232 enregistrées sur les détecteurs CR-39 et LR-115 type II sont données respectivement par les expressions suivantes :

$$\rho_G^{\text{CR}} = \frac{\pi q^2}{2 S_d} C(\text{U}) d_s \left[A_U \sum_{j=1}^8 k_j \varepsilon_j^{\text{CR}} R_j + \frac{C(\text{Th})}{C(\text{U})} A_{\text{Th}} \sum_{j=1}^7 k'_j \varepsilon_j^{\text{CR}} R'_j \right] \quad (16)$$

et

$$\rho_G^{\text{LR}} = \frac{\pi q^2}{2 S_d} C(\text{U}) d_s \left[A_U \sum_{j=1}^8 k_j \varepsilon_j^{\text{LR}} R_j + \frac{C(\text{Th})}{C(\text{U})} A_{\text{Th}} \sum_{j=1}^7 k'_j \varepsilon_j^{\text{LR}} R'_j \right] \quad (17)$$

où

- A_U ($Bq.g^{-1}$) et A_{Th} ($Bq.g^{-1}$) sont les activités spécifiques de l'échantillon pour 1ppm d'uranium-238 et 1ppm de thorium-232 respectivement.
- d_s est la densité d'échantillon de sésame étudié ($g.cm^{-3}$).
- S_d et la S'_d sont les surfaces balayées des détecteurs CR-39 et LR-115 type II respectivement.
- R_j et R'_j sont les parcours des particules alpha à l'intérieur d'échantillon de sésame étudié émises par les familles de l' ^{238}U et du ^{232}Th .
- q est le rayon de la capsule dont laquelle s'effectue l'irradiation des films.
- k_j et k'_j sont respectivement, les rapports d'embranchement correspondant respectivement à la désintégration des radionucléides des séries de l' ^{238}U et du ^{232}Th .
- ϵ_j^{CR} , $\epsilon'_j{}^{CR}$, ϵ_j^{LR} et $\epsilon'_j{}^{LR}$ sont les efficacités de détection des films CR-39 et LR-115 type

II pour les particules alpha émises par les deux familles de l' ^{238}U et du ^{232}Th , respectivement.

En combinant les équations (1) et (2), nous obtenons une relation entre les densités de traces globales et le rapport de teneurs en thorium sur celles en uranium, pour un échantillon de sésame. Ainsi, on a:

$$\frac{C(Th)}{C(U)} = \frac{A_U \left(\frac{S'_d}{S_d} \right) \sum_{j=1}^8 k_j \epsilon_j^{CR} R_j - \left(\frac{\rho_G^{CR}}{\rho_G^{LR}} \right) \sum_{j=1}^8 k_j \epsilon_j^{LR} R'_j}{A_{Th} \left(\frac{\rho_G^{CR}}{\rho_G^{LR}} \right) \sum_{j=1}^7 k_j \epsilon_j^{CR} R_j - \left(\frac{S'_d}{S_d} \right) \sum_{j=1}^7 k_j \epsilon_j^{LR} R'_j} \quad (18)$$

et

$$C(U) = \frac{2 S'_d \rho_G^{LR}}{d_s \pi q^2 \left[A_U \sum_{j=1}^8 k_j \epsilon_j^{LR} R'_j + \left(\frac{C(Th)}{C(U)} \right) A_{Th} \sum_{j=1}^7 k_j \epsilon_j^{LR} R'_j \right]} \quad (19)$$

En calculant les efficacités de détection des détecteurs solides de traces nucléaires CR-39 (ϵ_j^{CR} , $\epsilon'_j{}^{CR}$) et LR-115 type II (ϵ_j^{LR} , $\epsilon'_j{}^{LR}$) au moyen du code « SSNTDE α M », et en comptant les densités de traces enregistrées sur les films (ρ_G^{CR} , ρ_G^{LR}), nous pouvons

déterminer le rapport $C(Th)/C(U)$ et ensuite les teneurs en uranium et en thorium contenues dans les échantillons de sésame étudiés.

V.5. Réfrigération

La réfrigération est une méthode de conservation qui repose sur la réduction des phénomènes d'oxydation et de préservation de l'aliment contre l'action des enzymes. La réfrigération des graines de sésame a été faite à 4°C.

V.6. Congélation

Cette technique nécessite un abaissement de la température plus lente, entre -18°C et -20°C selon les produits. Les graines de sésame ont été mises dans des sacs de polyéthylène et conservées à une température de -18°C.

V.7. Rayons infra-rouge et U-violet

La technique consiste à soumettre les graines aux rayons IR pendant 5 minutes, et par la suite les conserver à température ambiante. Le prolongement du traitement par cette technique est utilisé pour la torréfaction des graines ainsi que pour un séchage préliminaire de certains produits céréaliers.

V.8. Suivi de conservation

Les échantillons des différentes méthodes de conservation ont été conservés pendant 10 mois. Par la suite, des analyses physico-chimiques, biochimiques et microbiologiques ont été faites chaque mois à fin de suivre l'évolution de la qualité des graines de sésame en fonction du temps de conservation.

V.8.1 Analyses biochimiques

V.8.1.1 Analyses biochimiques des graines conservées

Les analyses biochimiques des graines sont décrites dans le chapitre I

V.8.1.2 Détermination des indices de qualité des huiles

V.8.1.2.1 Indice de peroxydes

L'indice de peroxydes est déterminé conformément à la norme AFNOR de décembre 1968. Le mode opératoire est le suivant : 2g d'huile ont été pesés dans un erlenmeyer de 250 ml auquel 25 ml de mélange d'acide acétique / chloroforme (3/2, v/v) ont été ajouté avec 1 ml d'une solution aqueuse saturée d'iodure de potassium. Après agitation pendant 1 min, la solution est mise à l'obscurité pendant 5 minutes. 75ml d'eau distillée sont ajoutés en agitant rigoureusement avec quelques gouttes d'empois d'amidon. Le dosage a été fait avec une solution de thiosulfate de sodium 0,01N. Un essai à blanc a été réalisé dans les mêmes conditions. L'indice de peroxydes, exprimé en méq d'O₂/ kg, est donnée par la formule suivante :

$$IP \text{ (mécq d'O}_2\text{/kg)} = (V - V_0) \times N \times 1000 / P$$

- V_0 : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml ;
- V : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai en ml ;
- N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium ;
- P : Masse de la prise d'essai en gramme.

V.8.1.2.2 Indice d'acidité

La détermination de l'acidité des huiles a été effectuée par la méthode décrite dans la norme AFNOR de Décembre 1985 dont le principe est le suivant : 5g d'huile de sésame sont ajoutés à 25ml de mélange éthanol / éther diéthylique (50/50, v/v) chaud et préalablement neutralisé. Après agitation, le tout est titré par une solution d'hydroxyde de sodium de normalité connue en présence de la phénolphaléine. L'acidité, exprimée en acide oléique, est donnée par la formule suivante : Acidité (% d'acide oléique) = $(N \times V \times 282,5) / m \times 10$

- m : Masse de la prise d'essai en gramme ;
- N : Normalité de la solution d'hydroxyde de sodium en éq.g/l;
- V : Volume de titrage en ml ;
- 282.5g/mol : Masse molaire de l'acide oléique.

V.8.2 Analyses microbiologiques

Les analyses microbiologiques ont été réalisées sur les graines de sésame obtenues par différentes méthodes de conservation. Les micro-organismes ciblés sont les levures, la flore totale, les coliformes totaux, les coliformes fécaux et les salmonelles.

V.8.2.1 Flore totale

□ **Milieu de culture** : La gélose glucosée à l'extrait de levure, appelée par les Anglo-Saxons "Plate Count Agar" ou PCA (Bio-Rad 64475), est utilisée en bactériologie alimentaire pour le dénombrement des bactéries aérobies psychotropes, mésophiles présentes dans le lait, les viandes, les produits à base de viande, les autres produits alimentaires, ainsi que pour l'analyse des produits pharmaceutiques, des produits cosmétiques et de leurs matières premières.

□ **Principe** : Les substances nutritives apportées par la Tryptone, les facteurs vitaminiques de l'extrait de levure et le glucose (source énergétique) favorisent la croissance de la plupart des bactéries à dénombrer.

□ **Préparation** : Mettre en suspension 20,5 g du milieu déshydraté dans 1 litre d'eau distillée ou déminéralisée. Puis porter lentement le milieu à ébullition sous agitation constante et le

maintenir durant le temps nécessaire à sa dissolution. Ensuite, stériliser à l'autoclave à 121°C pendant 15 minutes.

□ **Ensemencement** : Le milieu est refroidi après stérilisation et maintenu à une température de 44 à 47°C. Ensuite, on transfère 1 ml de l'extrait aqueux à analyser et ses dilutions décimales successives dans des boîtes de Pétri stériles. On coule 10 à 15 ml du milieu avec une homogénéisation parfaite. On laisse solidifier sur une surface froide et on coule éventuellement 4 ml de notre gélose comme deuxième couche qu'on laisse solidifier à nouveau. Ensuite, on incube à 30°C pendant 72h pour la recherche de bactéries mésophiles.

□ **Lecture** : On procède au comptage des colonies pour chaque boîte contenant entre 10 au minimum et 300 colonies au maximum.

V.8.2.2 Coliformes totaux et fécaux

□ **Milieu de culture** : La gélose lactosée au désoxycholate (Biokar 062HA) est un milieu sélectif utilisé pour le dénombrement des bactéries coliformes dans les eaux, le lait, les produits laitiers et les autres produits alimentaires. Ce milieu est également employé pour la différenciation et l'isolement des entérobactéries à partir des prélèvements d'origine animale.

□ **Principe** : L'inhibition des microorganismes à Gram positif est essentiellement due à l'action du désoxycholate de sodium, bien que le citrate de sodium soit également un inhibiteur efficace. La différenciation des entérobactéries est fondée sur la capacité de ces germes à fermenter le lactose.

□ **Préparation** : Mettre en suspension 42,5 g de milieu déshydraté dans 1 litre d'eau distillée ou déminéralisée. Ensuite, porter lentement le milieu à ébullition sous agitation constante et le maintenir durant le temps nécessaire à sa dissolution. Ce milieu ne s'autoclave pas.

□ **Ensemencement** : Le milieu est refroidi et maintenu à une température de 44 à 47°C. Ensuite, on transfère 1 ml de l'extrait aqueux des graines à analyser et ses dilutions décimales successives dans des boîtes de Pétri stériles ou on coule 10 à 15 ml du milieu. On laisse solidifier sur une surface froide et on coule éventuellement 4 ml de notre gélose comme deuxième couche qu'on laisse solidifier à nouveau. Ensuite, on incube à 37°C pour les coliformes totaux et à 44°C pour les coliformes fécaux pendant 24h.

□ **Lecture** : Les colonies caractéristiques sont rouges de diamètre égal ou supérieur à 0,5 mm et on procède au comptage des colonies pour chaque boîte contenant entre 10 au minimum et 300 colonies au maximum.

V.8.2.3 Levures et moisissures

□ **Milieu de culture** : La gélose de Sabouraud au chloramphénicol (Bio-Rad 64644) est recommandée pour l'isolement des levures et des moisissures.

□ **Principe** : La peptone pepsique de viande constitue la source azotée de croissance et le glucose comme source énergétique. Le chloramphénicol est un antibiotique thermostable à large spectre antibactérien qui inhibe le développement de la microflore contaminante.

□ **Préparation** : Mettre en suspension 45,5 g de milieu déshydraté dans 1 litre d'eau distillée ou déminéralisée. Ensuite, porter lentement le milieu à ébullition sous agitation constante et le maintenir durant le temps nécessaire à sa dissolution et le stériliser à l'autoclave à 121°C pendant 15 minutes.

□ **Ensemencement** : Le milieu est refroidi et maintenu à une température de 44 à 47°C. On transfère 1 ml de l'extrait aqueux des graines à analyser et de ses dilutions décimales successives dans des boîtes de Pétri stériles. Ensuite, on coule 10 à 15 ml du milieu en homogénéisant parfaitement et on le laisse solidifier sur une surface froide. Après, on incube à 30°C pendant 3 et 5 jours.

□ **Lecture** : On procède au comptage des colonies pour chaque boîte contenant entre 10 au minimum et 300 colonies au maximum.

V.8.2.4 Salmonelles

□ **Milieu de culture** : La gélose Hektoen est un milieu sélectif permettant l'isolement et la différenciation des entérobactéries pathogènes (salmonelles) à partir des prélèvements biologiques d'origine animale, des eaux, des produits laitiers et des autres produits alimentaires.

□ **Principe** : L'inhibition de la flore à Gram positif est due à la présence des sels biliaires qui peuvent également inhiber légèrement la croissance de quelques souches de microorganismes à Gram négatif. Le milieu contient trois glucides : lactose, saccharose et salicine. La forte concentration en lactose favorise la visualisation des entérobactéries en évitant le problème des fermentations tardives. Les autres glucides ont été introduits afin d'assurer une différenciation plus performante et de réduire la toxicité engendrée par les indicateurs colorés, de manière à obtenir une excellente récupération des Shigella. En présence de thiosulfate de sodium, les microorganismes producteurs de sulfure d'hydrogène réduisent le citrate ferrique ammoniacal et se manifestent par un noircissement dû à l'apparition de sulfure de fer au centre des colonies. Le système d'indicateurs colorés, composé de bleu de bromothymol et de fuchsine acide permet de colorer en jaune orangé les entérobactéries lactose-positif et en bleu vert les lactose-négatif.

□ **Préparation** : Mettre en suspension 75,1 g de milieu déshydraté dans 1 litre d'eau distillée ou déminéralisée. Ensuite, porter lentement le milieu à ébullition sous agitation constante et le maintenir durant le temps nécessaire à sa dissolution. Ce milieu ne s'autoclave pas. On laisse

refroidir et on maintient le milieu à une température de 44 à 47°C. Ensuite, on coule en boîtes de Pétri stériles et on laisse solidifier sur une surface froide.

□ **Ensemencement** : A la surface des boîtes ainsi préparées ramenées préalablement à température ambiante, on ensemence en stries l'inoculum à partir de notre extrait de sésame et on incube à 37°C pendant 24 heures.

□ **Lecture** : Le principe de lecture est fondé sur la fermentation éventuelle des 3 glucides présents dans le milieu (lactose, saccharose, salicine). Les salmonelles forment des colonies vertes avec un centre noir.

Chapitre VI : Procédés de transformation du sésame

VI.1. Optimisation d'une méthode de torréfaction du sésame

VI.1.1 Méthode de torréfaction traditionnelle

La torréfaction est une opération essentielle et l'un des procédés de transformation les plus fréquents pour les graines, surtout pour la consommation du sésame. Le procédé de la torréfaction a été réalisé comme suit : Les graines de sésame sont nettoyées puis séchées et rôties à une température de 150°C pendant 6 heures. Un échantillon a été prélevé chaque 30 min, pour avoir des prélèvements de différents temps (30, 60, 90, 120, 150, 180, 210, 240, 270, 300, 330 et 360 min). Les échantillons ont été équilibrés et refroidis à fin d'éviter une sur torréfaction. 13 expériences ont été réalisées en fonction du temps. Les graines grillées (de couleur brun-jaunâtre) sont par la suite conditionnées dans des conteneurs en polyéthylène.

VI.1.2 Méthode de torréfaction par micro-onde

Le but de ce travail étant d'évaluer l'incidence des micro-ondes sur la qualité des graines de sésame, les échantillons ont été grillés par micro-onde à différents temps (1,3,5,7,9,11,13,15,17,19,21,23 et 25 min). Après refroidissement, les graines ont été conditionnées dans des conteneurs en polyéthylène.

VI.1.3 Analyses biochimiques des graines de sésame

Les analyses biochimiques sont décrites dans le chapitre I

VI.1.4 Analyses biochimiques des huiles de sésame

VI.1.4.1 Extraction des huiles

L'extraction des huiles a été réalisée avec un extracteur des produits agroalimentaire à l'Institut National de la recherche Agronomique de Meknès.

VI.1.4.2 Dosage des molécules bioactives

VI.1.4.2.1 Préparation des extraits des huiles de sésame

Dans un tube, environ 1g des huiles a été mixé avec 1 ml de méthanol et agité avec un vortex pendant une minute (Durmaz and *al.*, 2011), les échantillons ont été mis pendant une heure dans des ampoules à décanter et la phase méthanolique a été récupérée. L'extraction a été répétée 3 fois, les phases organiques ont été mélangées et utilisées pour la détermination de l'activité antioxydante, les polyphénols totaux et les flavonoïdes.

Le pouvoir antioxydant des extraits huileux du sésame torréfié est mesuré avec la méthode du DPPH (Leitao et al., 2002). 1,5 ml du DPPH a été ajouté à 10µl de l'extrait huileux. Un contrôle sans échantillon a été utilisé. La solution a été mélangée et incubée à l'obscurité pendant 45 min. L'absorbance est lue à 515 nm, le pouvoir antioxydant a été calculé selon la formule :

Pouvoir antioxydant (%) = ((Absorbance d'échantillon - Absorbance du contrôle) / absorbance du contrôle) * 100.

VI.1.4.2.2 Polyphénols totaux

Les polyphénols totaux sont dosés par la méthode de Folin-Ciocalteu (Singleton et Rossi, 1965).

La teneur en polyphénols totaux est déterminée selon la méthode de Folin Ciocalteu (Ibanes et al, 1983). Dans un tube à essai, on introduit 0,5 ml de l'extrait huileux, 2,5 ml du Folin dilué 10 fois et 2 ml de carbonate de sodium (75g/l). Le mélange est agité au vortex et préchauffé à une température de 50°C pendant 5 min. L'absorbance est mesurée à 760 nm. Le blanc est préparé de la même façon mais exempt d'échantillon. La concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard. L'analyse est répétée 3 fois.

VI.1.4.2.3 Flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes a été déterminée selon la méthode d'Ordon et *al.*, 2006. 1ml d'extrait a été ajouté à 1 ml de trichlorure d'aluminium (2%). Après 15 min d'incubation, l'absorbance a été lue à 430 nm (Spectrophysique Jasco double faisceau) et les résultats ont été exprimés en mg de quercétine équivalent par mg d'extrait.

VI.1.4.3 Détermination des sésamines et sésamolines

Le protocole a été décrit dans le chapitre II.

VI.1.4.4 Détermination des chlorophylles et caroténoïdes

Les teneurs en pigments chlorophylliens et caroténoïdes des huiles ont été calculées selon la méthode de Mosquera et *al.*, 1991 ; 0,75g des huiles ont été dilués dans 2,5 ml de cyclohexane. Après agitation, les fractions de caroténoïdes et chlorophylles ont été déterminées à 670 et 470 nm.

Les caroténoïdes ont été calculés selon la formule :

$$\text{Caroténoïdes (mg/kg)} = (A_{470} \times 25 \times 10000) / (E_0 \times 7.5)$$

$$\text{Chlorophylles (mg/kg)} = (A_{670} \times 106) / (613 \times 100 \times E_0)$$

A₄₇₀ : Absorbance à 470 nm.

E₀ : extinction spécifique (2000).

VI.1.4.5 Détermination de la couleur

Le développement de la couleur durant la torréfaction a été déterminé selon la méthode de Yochida *et al.*, 1997, en diluant 0,5g d'huile dans 10 ml de chloroforme. Après un mélange avec vortex, l'absorbance est lue à 240 nm. La couleur est considérée prononcée avec l'augmentation de l'absorbance lue.

VI.1.4.6 Détermination des tocophérols

L'analyse HPLC des tocophérols en dissolvant 100 mg des huiles de sésame dans 5 ml d'éthanol absolu. Après mélange, les échantillons ont été filtrés avec une membrane de 0,45µm et injectés dans la colonne C 18. La phase mobile est constituée de 50% d'hexane et 50% méthanol, le flux est de 1 ml/min. Le compartiment de la colonne a été contrôlé à 25° C et le volume d'injection était de 20 µl. L'éluant a été détectée en utilisant un détecteur de fluorescence fixé à une longueur d'onde d'émission de 325 nm avec une longueur d'onde d'excitation à 295 nm (Gliszczyn´ska-S´wigło and *al.*, 2004).

VI.2. Proposition d'une méthode pour la détection de l'adultération des huiles de sésame à l'aide des outils chimiométriques

La détection de l'adultération repose sur deux parties :

- La caractérisation et la détection rapide de la falsification dans l'huile de sésame à l'aide de FT-MIR et ACP-LDA qui a pour objectif de caractériser et classer l'huile de sésame pure et celles falsifiées en utilisant une technique rapide et appropriée. Dans ce cas, nous avons essayé de développer une nouvelle application de l'ATR-FTIR couplée à des méthodes multi variées d'analyse statistique, telles que l'ACP et la technique de classification typique ; LDA, pour la détection et l'identification de l'adultération des huiles de sésame avec des huiles de table de qualité inférieure.
- La quantification de l'adultération des huiles de sésame avec les huiles de tables comestibles à l'aide d'ATR-FTIR couplée à la chimiométrie qui a pour objectif de développer une nouvelle application de la technique de FTIR-PLS rapide, non coûteuse et non destructive utilisée pour déterminer l'adultération du sésame avec les huiles comestibles ainsi que d'identifier et de quantifier le pourcentage d'adultérant dans les huiles.

VI.2.1 Echantillonnage

Quarante échantillons de sésame ont été collectés de différentes zones de la région Tadla-Azilal pendant la campagne 2014/2015. Les huiles ont été extraites ensuite par la méthode de soxhlet. Les huiles du Soja, colza et tournesol ont été achetées auprès des super marchés locaux. Les échantillons ont été préparés par le mélange des huiles de sésame (HS) avec l'huile de tournesol (HT), l'huile de soja (HSO) et l'huile de colza (HC) séparément avec des proportions de falsification qui varient entre 0 et 40%. En fait, 40 échantillons ont été créés pour chacune des quatre classes des huiles : l'huile de sésame pure, et des mélanges binaires HS-HT, HS-HSO, HS-HC, avec 160 échantillons au total dont 104 ont été utilisés pour établir l'analyse en composantes principales et les modèles d'analyse discriminante linéaire. Les échantillons restants ont été utilisés pour tester les modèles.

VI.2.2 Spectroscopie Infrarouge

Le spectromètre IR à Transformée de Fourier utilisé pour cette étude est le Bruker (Vector 22) permettant l'acquisition de spectres dans le moyen infrarouge en fonction de la combinaison source/séparatrice/détecteur utilisée.

Le Vector 22 est piloté par un logiciel d'acquisition et de traitement de données "OPUS version 5.0".

VI.2.3 Paramètres de la méthode

✓ Paramètres optiques

Le spectromètre IR est équipé d'une source de Globar (MIR) avec une séparatrice de KBr Germanium et un détecteur de type DTGS.

✓ Paramètres d'acquisition

Les mesures ont été effectuées directement en plaçant les échantillons des huiles sur la surface d'ATR, munie d'un cristal de diamant, à température ambiante (25 ° C) avec une limite supérieure d'acquisition de 3000 cm^{-1} et une limite inférieure d'acquisition de 600 cm^{-1} , avec des accumulations de 90 (nombre de "scans") et une résolution de 4 cm^{-1} . Les données ont été traitées avec OPUS. Le logiciel (Opus 4.0 MSD) est monté avec le spectromètre infrarouge transformé utilisé dans cette étude permettant l'acquisition automatique des spectres sans aucune forme de manipulation de l'ordinateur qui peut nuire à la qualité des résultats.

L'air a été pris comme référence pour le spectre de référence avant chaque échantillon. Entre les spectres, la plaque ATR a été nettoyée par lavage avec une solution d'éthanol, permettant son séchage facilement.

VI.2.4 Méthodes chimiométriques appliquées

L'étude chimiométrique a été performée par différentes techniques ; l'analyse en composantes principales (ACP) et l'analyse linéaire discriminante (LDA). Ces deux méthodes ont été utilisées pour la détection de l'adultération des huiles de sésame d'après l'analyse d'ATR-FTMIR. Tous les spectres acquis ont été élaborés par le logiciel Unscrambler (version 10.2, CAMO, Norvège) pour l'application de l'ACP et LDA.

L'ACP considérée une méthode de projection linéaire qui est basée sur la variance, et permettant de déterminer les caractéristiques principales des spectres, de les comparer entre elles et de mettre en évidence des liens entre les variables descriptives (les absorbances aux différentes longueurs d'onde).

La méthode d'analyse discriminante linéaire (LDA) a pour objectif de réduire le nombre de dimensions tout en préservant au maximum les classes. Pour cela, elle cherche les axes tels que la projection des données dans l'espace engendré par ces axes permettant une plus grande séparation des classes. Elle fait partie des techniques d'analyse discriminante prédictive. Il s'agit d'expliquer et de prédire l'appartenance d'un individu à une classe ou groupe prédéfinie à partir de ses caractéristiques mesurées avec des variables prédictives.

Pour la méthode de Régression Partielle des Moindres Carrés (PLSR), elle est populaire et considérée la méthode d'étalonnage à plusieurs variables la plus utilisée pour la chimiométrie. Elle est capable de résoudre les réponses spectrales qui se chevauchent. Elle assume une relation linéaire entre les paramètres de l'échantillon mesuré (par exemple, concentration) et les spectres obtenus expérimentalement.

La PLSR tente de maximiser la covariance entre X et Y de données car elle recherche le facteur le plus conforme à deux blocs de données. Une nouvelle matrice de poids (correspondant à la structure de covariance entre X et Y) est calculée et par la suite fournie des informations d'interprétation.

Dans cette étude, les spectres MIR recueillis seront utilisés comme matrice X, et les concentrations d'adultérant des différents échantillons sont utilisées pour le vecteur Y.

Une étape de prétraitements mathématiques des spectres est donc indispensable pour améliorer la qualité du signal et réduire les effets indésirables.

3^{ème} Partie-Résultats et discussion

Chapitre I : Caractérisation biochimique des graines de sésame et étude de leurs activités biologiques

I. Caractérisation biochimique et physico-chimique des graines de sésame

I.1. Analyses physico-chimiques de base

La composition des graines peut varier en fonction des facteurs édaphiques, du site de culture, de la saison, des conditions météorologiques de la région ainsi que les méthodes de récolte. Par conséquent, les valeurs varient à la fois entre les espèces et les variétés et ne doivent pas être considérées comme des valeurs absolues et standards. Les analyses physico-chimiques de base sur les graines de sésame des 35 accessions sont : l'humidité, la matière sèche et les cendres (Tableau 11). L'humidité des graines de sésame des 35 accessions est dite faible avec des valeurs qui sont comprises entre 3.89% et 4.71%, Had Benmoussa pour la valeur la plus faible et Taghzirt pour la valeur la plus élevée. Ces résultats rejoignent ceux de Dashak et Fali, 1993, avec une valeur de 4.73% montrant que les graines de sésame ont une durée de vie plus longue que les céréales (Rudrapatnam et Dharmaraj, 1975 ; Temple et Bassam, 1991) qui sont caractérisés par une humidité plus élevée pouvant provoquer une détérioration due aux attaques des insectes et des fongiques.

Les teneurs en matière sèche des graines de sésame des différentes régions sont plus ou moins voisines les unes des autres. Les valeurs moyennes sont comprises entre 95.23 et 96.12%. Les échantillons qui proviennent de Taghzirt présentent une teneur relativement plus élevée égale à 96.12%. Celle de 95.23% qui vient en dernière position est issue aussi de Taghzirt. Ces valeurs rejoignent celles de Elleuch et al., 2007 avec 95.48%. La différence de la teneur en matière sèche dans la même région de Taghzirt qui a automatiquement les mêmes conditions environnementales ainsi que probablement le même sol est peut-être dû à l'irrigation (Temps-Intervalle entre chaque irrigation et méthode), peut être due aussi à la technique du battage et de séchage qui peuvent être diversifiés d'un agriculteur à un autre.

Les teneurs en cendres des 35 échantillons des graines de sésame sont présentées dans le Tableau 11. D'une façon générale, la teneur en cendres dans tous les échantillons étudiés varie entre 3.85 et 4.75%. La teneur en cendres ne diffère pas significativement entre les échantillons, les valeurs trouvées sont tout à fait en conformité avec la gamme trouvée par d'autres auteurs avec une valeur de 4.68% (Elleuch et al.,2007). Il a été rapporté que les graines de sésame et leurs dérivés contiennent plus de composés minéraux comparés aux

fibres de riz, l'avoine et le blé avec 2.6% (Abdul-Hamid et Luan,2000), c'est pour cette raison que les produits dérivés du sésame tels que les feuilles etc... peuvent constituer une source d'alimentation importante pour les animaux.

Tableau 11 : Analyses physico-chimiques de base des accessions de graines de sésame

Paramètres	Moyenne	Minimum	Maximum
Humidité%	4,3±0,21	3,89±0,06	4,71±0,04
Cendre%	4,4±0,1	3,85±0,12	4,75±0,02
Matière sèche%	95,67±0,9	95,23±0,02	96,12±0,01

I.2. Analyses biochimiques

Les polyphénols sont des métabolites secondaires distribués dans la plante. Ils sont considérés comme des antioxydants très importants, ceci est dû à leur capacité à donner un atome d'hydrogène ou un électron pour former un radical stable intermédiaire et par conséquent, ils préviennent l'oxydation de différentes molécules biologiques. Pour cette raison, différentes graines oléagineuses ont fait l'objet de plusieurs études pour être utilisées comme source d'antioxydants naturels.

Les teneurs en polyphénols ont été déterminés par la méthode du Folin ciocalteu. Elles sont exprimées en équivalent d'acide gallique (Tableau12). Ces teneurs varient entre 3.75±0.05 et 3.92±0.03 mg équivalent d'acide gallique/g, avec la région Had Benmoussa (K) pour la teneur la plus faible, et les régions Souk El Had, Taghzirt, Lbazaza, Ouled barkat, Krifat et Souk Sebt avec la teneur la plus élevée. Aucune différence significative n'a été observée ($P < 0.05$) dans tous les échantillons de cette étude. Les résultats que nous avons obtenus sont élevés par rapport à ceux rapportés par Vishwanath et al., 2011 qui sont de l'ordre de 2.88 mg équivalent en acide gallique/g. On peut dire que l'origine des graines et la zone de culture influent considérablement sur la teneur en polyphénols ce qui peut expliquer nos résultats. Ainsi, les polyphénols des graines de sésame sont plus importants que ceux des bananes avec 2.32 mg eq AG/g et des carottes avec 1.52mg eq AG/g (Nagendran et al.,2006)

Les flavonoïdes étant aussi des métabolites secondaires qui jouent un rôle important dans le système de défense des plantes et qui fonctionnent comme des capteurs de radicaux hydroxyles, et peroxydes (Emerenciano et al., 2007). La teneur en flavonoïdes varie entre 0.13±0.003 et 0.14±0.006 mg équivalent en rutine/g. Pour tous les échantillons, aucune différence significative n'a été observée ($p < 0.05$).

Les valeurs des flavonols sont situées entre 0.40 et 0.41mg équivalent en rutine /g. Aucune différence marquée n'a été trouvée ce qui montre une conformité entre les échantillons (Tableau12). Dans toutes les molécules bioactives étudiées (polyphénols, flavonoïdes et

flavonols), les valeurs sont supérieures à celles rapportées dans d'autres études ce qui est peut être due à la qualité des graines utilisées dans la région ou au climat adapté pour la culture de sésame. Les résultats obtenus suggèrent que ces composés bioactifs sont très importants pour la stabilité de cette plante.

Tableau 12 : Analyses biochimiques des 35 accessions des graines de sésame

	Moyenne	Minimum	Maximum
Polyphénols (mg eq AG/g)	3,86±0,09	3.75±0.05	3.92±0.03
Flavonoïdes (mg eq quercétine/g)	0,135±0,009	0.13±0.003	0.14±0.006
Flavonols (mg eq quercétine/g)	0,40±0,4	0.40±0,05	0,41±0,02
Activité antioxydante% (DPPH)	61,95±0,52	60,16±0.12	63,33±0.38
Activité antioxydante% (ABTS)	80,25±0,45	57.3±0,23	93.5±0,003
EC 50 µg/mg (DPPH)	57,1±0,56	49±1,2	65±2,07
EC 50 µg/mg (ABTS)	58,5±1,57	52±0,99	65±1,54

L'activité antioxydante a été mesurée in vitro en utilisant 2 méthodes : DPPH et ABTS sur les extraits éthanoliques. La capacité anti-radicalaire en général, ne peut pas être mesurée directement par le contrôle de l'effet de la réactivité. Plusieurs facteurs influent sur le potentiel antioxydant et la cinétique de réduction notamment les conditions de la réaction (temps, rapport antioxydant/DPPH ou ABTS, type de solvant...) et surtout le profil phénolique car le mécanisme principal d'action des composés phénoliques est le piégeage des radicaux libres par le transfert de l'atome H sur le DPPH transformé par la suite en une molécule stable DPPHH (Popovici., 2010).

Pour la méthode du DPPH ; ce radical organique est stable, il donne une couleur violette profonde dont des absorbances maximales varient entre 515nm et 528nm. Quand il reçoit un proton d'un donneur d'hydrogène surtout les polyphénols comme cité auparavant, il perd son chromophore et devient jaune, ce qui signifie que les antioxydants réagissent avec ce radical en réduisant un certain nombre de ces molécules égal au nombre de leurs groupes hydroxyles disponibles. L'activité antioxydante par la méthode de DPPH des 35 échantillons est comprise entre 60,16%±0.12 pour l'échantillon de la région Had Benmoussa (J') et 63,33%±0.38 pour les régions Ouled Barkat (R), Krifat (S) et Souk sebt (M'). les résultats rejoignent ceux de vishwanath et al., 2011.

Cette différence entre les accessions peut être due à la nature du sol et des graines, ou au taux des composants qui peuvent agir comme antioxydants. Cette activité est considérée comme étant due principalement aux propriétés redox qui jouent un grand rôle pour adsorber et neutraliser les radicaux libres (Zheng et Wang, 2001). Il a été rapporté que lorsque la concentration des composés phénoliques ou le degré de l'hydroxylation des polyphénols

augmente, leur capacité à piéger les radicaux de DPPH augmente, expliquant ainsi leur activité antioxydante (Zhou et Yu, 2004). Les résultats de l'activité de piégeage des radicaux libres par DPPH suggèrent que les différents extraits appartenant à différents accessions et régions sont capables de piéger les radicaux libres par le mécanisme de donation d'hydrogène empêchant le déclenchement des réactions des radicaux libres dans les matrices sensibles. Ces extraits de la plante du sésame peuvent être utilisés comme agents thérapeutiques utiles pour le traitement des pathologies dues aux radicaux libres et à l'oxydation.

Bien que le radical libre DPPH est ubiquitaire et utilisé pour estimer l'activité des radicaux libres de balayage potentiel des produits naturels, le radical ABTS libre est couramment utilisé lorsque des problèmes de solubilité ou des interférences surviennent et l'utilisation de DPPH à base des essais devient inappropriée. Ayant examiné la solubilité de l'échantillon d'essai et les avantages et les inconvénients de l'utilisation du radical libre DPPH, il a été jugé nécessaire d'évaluer d'avantage l'activité des extraits contre le radical libre ABTS.

L'activité antioxydante avec l'ABTS a variée entre 93.5% et 57.3%. Il est a noté que l'essai d'activité antioxydante par la méthode d'ABTS est plus important que celui de DPPH, car les mécanismes de réaction avec le DPPH reposent généralement sur un transfert d'électron, mais l'essai de l'ABTS implique à la fois le transfert de protons et d'électrons (Prior et *al.*, 2005). Cela confirme les résultats obtenus, avec une différence significative entre les 2 méthodes. Il existe une forte corrélation entre les valeurs obtenues avec DPPH et ABTS avec un coefficient de corrélation égal à 0,96. Donc, il est a noté que dans le cas des composés phénoliques, le mécanisme principal d'action est le piégeage des radicaux libres par le transfert de l'atome d'H sur le DPPH (Molyneux, 2004). Avec le test DPPH, nous avons eu un résultat bien inférieur à celui du test de l'ABTS. Sachant que le test ABTS a pour avantage le transfert des protons H^+ , donc les polyphénols présents dans les graines de sésame ont été désavantagés avec le test DPPH qui implique seulement le transfert d'électrons et leurs effets a bien été quantifiés avec le test ABTS (Tableau 12). Par conséquent, les résultats du test ABTS nous indiquent que les polyphénols présents dans les graines de sésame jouent un rôle important dans l'activité antioxydante et participent ainsi à une augmentation de presque 93% de cette activité par transfert de protons H^+ .

Les antioxydants peuvent désactiver le DPPH• principalement par un transfert d'électrons. La difficulté majeure de ces réactions est que la réaction prend beaucoup de temps pour s'arrêter et cela peut être dû à l'accessibilité stérique. Ainsi, les petites molécules qui ont un meilleur accès au site radical ont une activité antioxydante apparente plus élevée avec ce test. Le DPPH• est un radical azoté stable qui n'a pas de similitude avec les radicaux peroxydes

hautement réactifs et transitoires impliqués dans la peroxydation des lipides. En raison de l'inaccessibilité stérique, de nombreux antioxydants qui réagissent rapidement avec les radicaux peroxydes peuvent réagir lentement ou peuvent même être inertes pour le DPPH•. Ainsi, l'activité antioxydante ne peut pas être assez évaluée par la capacité des antioxydants à réagir avec le DPPH• (Prior *et al.*, 2005).

Il a été rapporté que l'activité antioxydante par les méthodes DPPH et ABTS des plantes médicinales, des fruits et des graines est due à des composants actifs qui sont majoritairement des polyphénols (Moon and Shibamoto, 2009).

L'activité antioxydante des acides phénoliques et leurs esters dépend du nombre de groupes hydroxyles dans la molécule qui serait renforcée par encombrement stérique. Les propriétés chimiques des polyphénols en terme de disponibilité des hydrogènes phénoliques comme donneurs d'hydrogènes et piègeurs de radicaux prédisent leur activité antioxydante (Renaud *et al.*, 1992). Les composés phénoliques des plantes réagissent avec les protéines et les enzymes et forment des liaisons covalentes (Kroll *et al.*, 2003). Ces liaisons diminuent l'activité antioxydante des composés phénoliques. Néanmoins, une fixation covalente aux protéines signifie généralement une perte de l'activité antioxydante des polyphénols comme la quercétine (Rohn *et al.*, 2004). Ces interactions entre les protéines et les phénols peuvent également avoir lieu *in vivo*. A cet égard, les protéines du plasma peuvent masquer l'activité antiradicalaire (essai ABTS) des composés phénoliques (quercétine, rutine et catéchine) (Arts *et al.*, 2001).

Pour qu'un polyphénol soit défini comme un antioxydant, il doit satisfaire deux conditions fondamentales, d'une part, lorsqu'il est présent en faible concentration par rapport au substrat à oxyder, il peut retarder ou prévenir l'auto-oxydation ou l'oxydation du radical libre, d'autre part, le radical résultant formé après oxydation doit être stable par liaison hydrogène intramoléculaire (Halliwell, 1990). Une étude a défini l'ordre de classement des constituants polyphénoliques suivant leur activité antioxydante par le test ABTS en équivalent de Trolox qui se présente comme suit : épicatechine gallat (4,9 mM) > quercétine (4,7 mM) > épigallocatechine (3,8 mM) > acide gallique (3,01 mM) > ideain (2,9 mM) > épicatechine (2,5 mM) > catéchine (2,4 mM) > rutine (2,35 mM) (Rice-Evans *et al.*, 1995).

Les flavonoïdes qui sont considérés comme des antioxydants puissants, présents dans le sésame piègeurs de radicaux libres, grâce à leurs capacités de donneurs d'hydrogènes par leurs groupes hydroxyles. Les groupes hydroxyles constituent une source d'atomes "H" disponibles, de sorte qu'ils peuvent être délocalisés sur la structure des flavonoïdes (Di Majo *et al.*, 2005).

La teneur des métabolites primaires et secondaires est fortement influencée par le stress de la plante quand elle est exposée aux conditions de sécheresse sévères. Il a été prouvé que les polyphénols de sésame et les molécules bioactifs telles que le sésamine et le sésamoline augmentent en augmentant la température du milieu ou sont exposés les graines (Rizki et al.,2015) et cela va jusqu'à la qualité nutritionnelle du sésame sur laquelle l'exposition à la température n'a pas d'effet négatif sur la qualité des graines.

Ces résultats ont été aussi prouvés par les IC50 trouvés pour les deux méthodes dans tous les échantillons. Cette technique repose sur la capacité à piéger 50% des radicaux libres. Nous sommes arrivés à détecter l'IC50 pour les deux méthodes, prouvant que les antioxydants et les polyphénols du sésame réagissent 45 min, ce temps est considéré long par rapport à d'autres antioxydants qui réagissent entre 4 et 6 min. Ainsi pour d'autres, l'absorption augmente lentement pour les polyphénols tels que l'acide caféique, l'acide tannique, l'acide férulique et ascorbique allant jusqu'à plusieurs heures de temps de réaction.

Il a été prouvé que l'ABTS réagit rapidement avec les antioxydants. Les valeurs de l'IC50 par ABTS varient de 49µg/mg pour l'échantillon O à 65µg/mg pour L et I. Tandis que, l'IC50 par DPPH varie entre 52 et 65µg/mg, ce qui appuie les résultats trouvés auparavant ; une petite concentration d'extrait peut inhiber 50% des radicaux par méthode d'ABTS tandis que la méthode DPPH nécessite une concentration plus élevée.

Pour mieux connaître et valoriser l'activité antioxydante des graines de sésame, nous avons étudié cette activité et celle des antioxydants synthétiques BHA et BHT. L'activité des extraits augmente avec l'augmentation des concentrations, ces dernières étaient plus élevées significativement ($p < 0,05$) que celles de l'hydroxytoluène butylé et l'hydroxyanisole butylé avec les valeurs 48 et 57% respectivement (Figure 21). Il a été prouvé donc que l'activité antioxydante des extraits des plantes et surtout du sésame est peut être liée à la concentration des composés phénoliques présents dans les plantes (Heim et al.,2002).

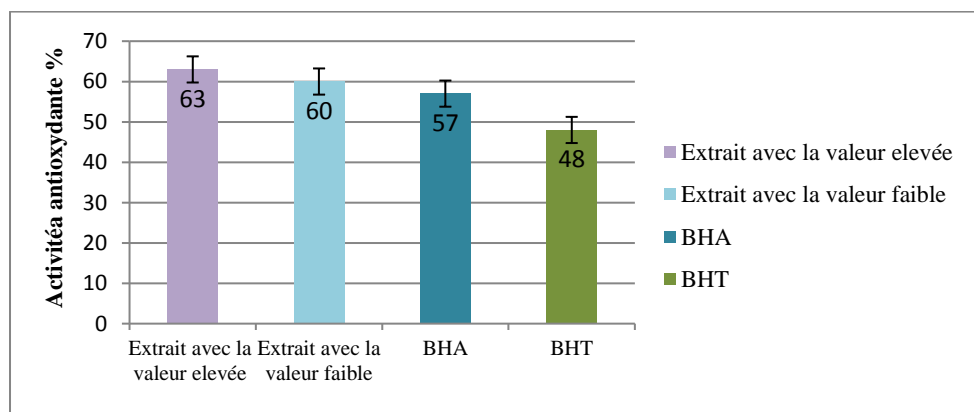


Figure 21 : Pouvoir antioxydant sur la BHA, la BHT et les extraits de sésame

Dans cette étude, des corrélations significatives existent entre les composés phénoliques et l'activité antioxydante dans tous les extraits étudiés à deux niveaux ($p < 0,05$) et ($p < 0,01$). Le coefficient de corrélation entre la teneur en composés phénoliques totaux, les flavonoïdes et le pouvoir antioxydant est de 0,8832 et 0,8504 respectivement. Nos résultats sont semblables aux études antérieures. En effet, il a été rapporté que des corrélations importantes entre les composés phénoliques et l'activité antioxydante (Alvarez-jubete et al., 2010).

Cette partie a étudié les teneurs en composés bioactifs et les activités anti-oxydantes de 35 accessions des différentes régions du Maroc. Une grande variabilité de ces contenus a été observée chez les accessions ce qui nous a permis de distinguer plusieurs groupes. Les extraits de sésame ont une stabilité oxydative très importante comparés aux antioxydants synthétiques BHT et BHA couramment utilisés. Ils peuvent donc être recommandé d'être utilisés comme une source puissante d'antioxydants pour la stabilisation des systèmes alimentaires. Les graines de sésame pourraient faire partie de la nutrition humaine. Ils peuvent être utilisés avec succès comme un ingrédient clé dans Halva, Tahini (des produits dérivés), et dans d'autres plats de riz et de nouilles colorés pour leurs arômes et saveurs.

I.3. Analyses nutritionnelles des graines de sésame

Les protéines tiennent une place importante dans notre alimentation. En effet, pour l'Homme et l'animal, le besoin en protéines est d'environ 12 à 15% de la matière sèche du régime alimentaire, suivant l'espèce et l'état physiologique. Elles sont fournies essentiellement par les graines de céréales et des légumineuses.

La teneur en protéines brutes est l'un des critères utilisés pour évaluer la valeur nutritive d'un aliment. La teneur en protéines dépend sans aucun doute des conditions pédo-climatiques ainsi que du stade de développement de la plante. La teneur en protéines des 35 échantillons de différentes zones d'échantillonnage varie entre 26.77 ± 0.67 et $27.93 \text{g}/100\text{g}$. Ces valeurs sont plus élevées par rapport à celles trouvées par Elleuch et al., 2007 ; Moazzami et al., 2007 qui ont une valeur de $24.55 \text{g}/100\text{g}$. Nous avons observé aucune différence significative ($p < 0.05$) entre la teneur en protéines des échantillons de différentes zones d'échantillonnage. L'évaluation du taux des protéines dans les graines de sésame révèle des quantités appréciables dans toutes les régions qui leurs assure une source énergétique très importante (Tableau 13).

Pour les sucres, les échantillons présentent une différence entre eux avec des valeurs qui varient entre 2.03 et $3.38 \text{g}/100\text{g}$. Mais malgré cette différence, les graines de sésame sont pauvres en sucres par rapport à d'autres graines. De même pour l'amidon, les échantillons

présentent des quantités faibles ou les valeurs varient entre 0.8 et 0.9g/100g. Ces résultats sont comparables à ceux trouvés par Elleuch et *al.*,2007.

Les fibres alimentaires sont des polymères glucidiques d'origine végétale, associées ou non dans la plante à la lignine ou à d'autres constituants non glucidiques (polyphénols, cires, saponosides, phytostérols...) (AFSSA, 2002).

Tableau 13 : Valeur nutritionnelle des graines de sésame des différentes régions

	Moyenne	Minimum	Maximum
Protéines g/100g	27,4±0,54	26,77±0,67	27,93±0,06
Sucres g/100g	2,75±0,09	2,03±0,06	3,38±0,03
Fibres insolubles %	14,19±0,4	12,46±0,5	15,78±0,2
Fibres solubles %	5,21±0,2	4,5±0,09	5,87±0,3
Fibres totaux %	19,2±0,21	17,55±0,1	20,84±0,15
Amidon %	0,86±0,05	0,8±0,07	0,9±0,07
Chlorophylles A mg/g	0,101±0,006	0,09±0,001	0,112±0,004
Chlorophylles B mg/g	0,123±0,01	0,11±0,009	0,13±0,01
Caroténoïdes mg/g	0,085±0,008	0,07±0,009	0,09±0,01

Les graines de sésame constituent une source importante de fibres alimentaires. Elles contiennent des quantités élevées de fibres alimentaires allant de 17.55 à 20. 84% de matière sèche. Donc, on peut dire que les graines de sésame peuvent être considérées comme une source de fibres qui pourrait être utilisé dans des formulations alimentaires. La quantité des fibres alimentaires insolubles variait entre 12. 46 et 15. 78% tandis que les fibres alimentaires solubles sont aussi relativement élevées variant entre 4. 5 et 5.87% par rapport aux céréales et aux dérivés tels que le maïs, son de blé, son d'avoine, son de riz, qui ont une teneur de fibres comprise entre 0,4 et 4,1% (Abdul-Hamid et al., 2000). Les extraits des graines de sésame des 35 accessions ont également été analysés pour leur teneur en chlorophylles (A, B) et en caroténoïdes. Il a été constaté que les graines montrent un très faible pourcentage de ces éléments par rapport à d'autres plantes que l'on peut expliquer par la couleur des graines de sésame. Les valeurs de la chlorophylle A et B sont comprises entre 0,090-0,112mg / g et 0,11-0,129mg / g respectivement (Tableau 13). Par contre, le pourcentage des caroténoïdes se situe entre 0,070- 0,09mg /g. Cependant, la présence de chlorophylles et caroténoïdes est très appréciée en tant que composants fonctionnels pour leurs propriétés colorantes et leurs bienfaits pour la santé et pour la consommation humaine. Il a été rapporté que l'huile de sésame comporte une concentration élevée de caroténoïdes, qui pourrait être responsable de l'activité antioxydante, car ils sont considérés comme des composés bioactifs, et ont la même

fonction que la provitamine A, mais ils pourraient prévenir la dégénérescence maculaire et la formation de la cataracte liée à l'âge (Seddon et al., 1994).

Le sésame est considéré aussi comme une source riche en minéraux tels que ; le calcium, le magnésium qui joue un rôle important pour le support du système respiratoire, le fer, le potassium et le sélénium qui est détecté dans le sésame à des doses bénéfiques pour la santé (Ensminger et Ensminger, 1986).

Le tableau 14 regroupe les résultats de dosage des macros et microéléments dans la graine de sésame : Calcium, Phosphore, Potassium, Magnésium, Sélénium, Fer et Zinc. Les teneurs moyennes obtenues sont de l'ordre de 928-997 mg/100g pour le calcium, 404-598mg/100g pour le phosphore, 467-532mg/100g pour le potassium, 317-389mg/100g pour le magnésium, 14.8-15.9mg/100g pour le fer, 5.55-5.97mg/100g pour le zinc et 51.08-68 µg/100g pour le sélénium. Nous avons également observé des différences significatives ($p < 0.05$) entre les différentes compositions minérales des échantillons de sésame étudiés. Ces résultats sont très similaires à ceux rapportés dans d'autres régions (Özcan et al., 2013) (Elleuch et al., 2011).

Les résultats de l'analyse nutritionnelle en minéraux de sésame de différents échantillons issus de plusieurs zones de la région Tadla-Azilal, ont montré que le sésame est une source très importante de minéraux surtout le Calcium, phosphore et le Sélénium qui ont un rôle pharmaceutique bénéfique pour la santé. Ainsi, les résultats nous ont montré une variation notable au niveau des différentes zones.

Tableau 14 : Teneur en minéraux des graines de sésame des 35 échantillons

	Teneur maximum	Teneur Minimum	Moyenne
Calcium mg/100g	997 (A) (U)	928 (I')	971,142
Phosphore mg/100g	598 (B)	404 (A)	545,828
Potassium mg/100g	532 (B') (F') (L')	467 (Q)	493,571
Magnésium mg/100g	389 (C') (I')	324 (B)	347,4
Fer mg/100g	15,9 (A)	14,88 (J)	15,328
Zinc mg/100g	5,97 (L)	5,64 (L')	5,787
Sélénium µg/100g	61,19 (R, M')	51,08 (B')	55,986

II. Comparaison entre les accessions marocaines et les accessions d'autres pays

Afin de caractériser les accessions de notre région, leurs qualités nutritionnelles et biochimiques ont été déterminés. Nous avons évalué leurs teneurs en composés phénoliques et déterminé leurs activités antioxydantes par rapport aux accessions des autres pays.

Pour cela, 16 accessions issues de différents pays ont été utilisé à savoir : l'inde, la Turquie, l'Arabie Saoudite, l'Egypte, le Maroc et 11 accessions des Etats Unis de différentes couleurs.

Les accessions des Etats-Unis ont été importées et cultivées au Maroc dans les mêmes pratiques culturelles pendant la saison des pluies de 2013 à 2014 à l'INRA.

L'activité antioxydante totale des accessions testées a exprimé une différence très importante avec une valeur élevée pour l'accession américain 47 qui est de l'ordre de 64,17%, suivie des accessions américain 45 et 50 avec la valeur de 63,17%. Le Maroc, l'Inde et l'accession américain 43 viennent après avec la valeur de 62,83%. Les accessions américains 46 et 48 ont la valeur de 62,33%, l'accession américain 44 à 61,83%, l'accession 49 à 61,50%, l'accession 42 à 61,17%. L'Egypte, les accessions 40 et 41 ont la valeur de 60,33%, la Turquie a 60,17% et en dernier l'accession issue de l'Arabie Saoudite avec la valeur de 59,67% (Tableau 15). L'activité de piégeage des radicaux avec le DPPH peut être principalement liée à leur capacité de donner l'hydrogène. Les extraits de sésame en général peuvent posséder une activité antimutagène solide qui est attribuée à la capacité des molécules mises en jeu à piéger les radicaux libres (Hochstein et Atallah, 1998). Dans cette étude on peut remarquer que les graines du sésame marocaines sont bien classées selon leur activité antioxydante par rapport à d'autres accessions des autres pays.

Les résultats trouvés par la méthode de DPPH suggèrent que les différents extraits de différentes accessions et la zone de production sont capables de différencier la capacité de piéger les radicaux libres par l'intermédiaire d'électrons ou par des mécanismes donneurs d'hydrogène. L'activité antioxydante la plus élevée a été trouvée dans les variétés américaines ainsi que marocaines. La faible activité a été trouvée avec l'échantillon de l'Arabie Saoudite, mais les graines de sésame ont encore une grande activité antioxydante par rapport à d'autres graines et devraient donc être en mesure d'empêcher le déclenchement des réactions de radicaux libres délétères de la chaîne dans les matrices sensibles.

Le piégeage du radical ABTS par les extraits de sésame a été jugée plus élevée que le radical DPPH. L'activité antioxydante par la méthode ABTS varie entre 66,7 pour l'échantillon américain 47 pour la valeur la plus élevée, et 62,4 pour la plus faible valeur pour l'accession américain 49 (Tableau 15). L'activité antioxydante de l'échantillon du Maroc est de 64,9 qui est plus importante que la plupart des échantillons étudiés.

Tableau 15 : Caractérisation biochimique des graines de sésame marocain et des accessions étrangères (C.A : Cultivar américain)

Populations	Activité antioxydante DPPH (%)	Activité antioxydante ABTS (%)	Polyphénols mg Eq AG/g	Flavonoïdes mg Eq Ru/g
Turquie	60,17±0,18	63,21±0,45	3,78±0,04	0,133±0,04
Egypte	60,33±0,13	63,57±0,22	3,79±0,04	0,133±0,02
Inde	62,83±0,11	65,75±0,21	3,91±0,01	0,133±0,01
A. Saoudite	59,67±0,08	63,89±0,47	3,75±0,01	0,127±0,01
C.A 40	60,33±0,11	63,9±0,36	3,77±0,03	0,142±0,03
C.A 41	60,33±0,12	63,52±0,55	3,76±0,03	0,137±0,03
C.A 42	61,17±0,15	64±0,09	3,8±0,04	0,137±0,04
C.A 43	62,83±0,12	65,12±0,19	3,92±0,03	0,133±0,03
C.A 44	61,83±0,13	64,5±0,41	3,85±0,03	0,137±0,03
C.A 45	63,17±0,1	66,65±0,07	3,93±0,02	0,137±0,02
C.A 46	62,33±0,14	65,22±0,23	3,91±0,04	0,137±0,04
C.A 47	64,17±0,08	66,7±0,11	3,97±0,03	0,147±0,03
C.A 48	62,33±0,12	65,65±0,2	3,89±0,04	0,138±0,04
C.A 49	61,5±0,15	62,4±0,17	3,82±0,03	0,137±0,03
C.A 50	63,17±0,16	62,41±0,56	3,94±0,04	0,144±0,04
Maroc	62,83±0,2	64,9±0,32	3,92±0,02	0,144±0,02

Des facteurs tels que la sélectivité des radicaux ou la solubilité de l'extrait dans différents systèmes essayés ainsi que l'environnement et les conditions culturales ont été rapportés pour affecter la capacité des extraits à réagir face aux radicaux (Kim and al., 2006). Avec ces résultats, les graines de sésame de différentes accessions peuvent être considérées comme un capteur de radicaux puissant et une bonne source naturelle d'antioxydants dans l'alimentation. Dans cette étude, la plupart des extraits de sésame des accessions testés exerce une activité antioxydante comparable et aussi importante que les antioxydants synthétiques BHA et BHT (Rizki et al., 2014).

Les polyphénols totaux ont été déterminés en utilisant le réactif du Folin-Ciocalteu qui réagit d'une façon non spécifique avec les composés phénoliques. Il peut être réduit par un certain nombre de composés non phénoliques tels que la vitamine C, Cu (II), etc. Bien que la réaction exacte du réactif avec les espèces réductrices ne soit pas encore connue, mais il est considéré qu'un complexe est formé entre le tungstate phospho-molybdique et les espèces réductrices comme l'ion phénolate, en changeant la couleur du jaune au bleu où l'absorbance est mesurée (Ou et al., 2005). Les valeurs ont varié entre 3,73±0,05mg/g et 3,97±0,05mg/g équivalent acide gallique pour les polyphénols, 0,147± 0,08mg/g et 0,127± 0,08mg/g équivalent quercétine respectivement (Tableau 15). Les valeurs les plus élevées sont obtenues pour l'accession américaine 47. Malgré cette différence, tous les accessions ont des concentrations plus élevées en composés phénoliques, qui pourraient avoir un rôle dans la prévention des

maladies dégénératives telles que le cancer et les maladies cardio-vasculaires. Les résultats de cette étude ont montré que la différence du contenu des différents polyphénols et flavonoïdes peut être due à l'influence des pratiques agricoles et des procédés industriels de séchage et du stockage. Les résultats suggèrent également que les composés phénoliques sont importants pour le sésame et pour d'autres plantes. L'activité antioxydante la plus importante avec les deux méthodes étudiées, ce qui renforce l'hypothèse que les molécules bioactives sont responsables du pouvoir antioxydant.

Dans cette étude, une forte corrélation existe entre les teneurs phénoliques et l'activité antioxydante pour chaque échantillon dans tous les extraits étudiés avec $p < 0,05$. Le coefficient de corrélation est de 0,8983. Ceci est peut-être lié à la composition chimique, à l'environnement ou les techniques agricoles dans les pays.

La récolte, la floraison et le traitement lors du séchage et du stockage peuvent influencer les concentrations en flavonoïdes dans les aliments, qui sont produits en réponse directe à des conditions environnementales telles que les niveaux de dioxyde de carbone et la lumière ultraviolette (Rababah et al., 2004). Cela signifie qu'il y a des différences des concentrations des flavonoïdes dans les mêmes aliments en fonction de la région, du temps, de l'année de culture.

Cette partie a été consacrée aux teneurs en composés bioactifs et les activités antioxydants de 16 accessions de différents pays du monde.

La différence aux niveaux des résultats de l'activité antioxydante, des molécules bioactives est en grande partie due aux caractéristiques agronomiques différentes et partiellement incompatibles associées à l'adaptation aux environnements climatiques sous continentaux et méditerranéens (Vagi et al., 2005). En particulier, les matériaux à floraison tardive (comme les accessions de la Turquie) ont tendance à échapper aux gelées tardives et sont ainsi plus adaptés à l'environnement froid. Cependant, la maturité tardive de ces accessions par rapport aux types de floraison précoce les rend plus sensibles au stress de sécheresse terminal qui est aussi une caractéristique des environnements méditerranéens. Cette différence peut être due aussi aux techniques d'extraction, aux solvants utilisés, aux conditions environnementales et écologiques de la zone de la culture (Elleuch et al., 2007).

On peut remarquer que l'accession marocaine est riche en molécules bioactives et doté d'une activité antioxydante très importante par rapport à la plupart des accessions des autres pays, ainsi il est donc doté d'une valeur nutritionnelle très importante, ce qui peut faire de lui un produit cible sur les marchés nationaux et internationaux. L'amélioration de sa conduite

culturale et des méthodes post-récoltes telles que le séchage et le battage peuvent rendre la qualité du sésame de la région beaucoup plus appréciable.

III. Activité antibactérienne et antifongique du sésame

III.1. Caractérisation chimique des huiles

Notre étude a porté 3 types d'huile à savoir : l'huile de sésame extraite à Froid, l'huile extraite par soxhlet et l'huile essentielle. Généralement, l'huile de sésame est constituée principalement de quatre acides gras qui présentent des quantités considérables ; l'acide palmitique C16 :0, l'acide stéarique C18 :0, l'acide oléique C18 :1 et l'acide linoléique C18 :2. Tandis que, les autres acides sont présents à des petites quantités comme l'acide linoléique, arachidique, béhenique et eicosénoïque (Ashri, 1998 ; Were et al., 2006). Des différences entre la teneur en acides gras de sésame ont été rapportées, les acides oléique et linoléique sont considérés les plus importants (Yermanos et al., 1972), avec des teneurs qui varient entre 32,7% à 58,2% et 27,3% à 59,0% respectivement. La composition en acides gras des trois huiles est présentée dans le tableau 16 :

Tableau 16 : Composition en acides gras des huiles de sésame

Huiles	Acide Palmitique (%)	Acide Stéarique (%)	Acide Oléique (%)	Acide Linoléique (%)	Acide Linoléique (%)	Acide Arachidique (%)
Huile essentielle	8,4	5,7	39,6	44,6	0,3	0,6
Huile extraite à froid	8,3	5,6	39,9	44,6	0,3	0,6
Huile extraite par soxhlet	8,5	5,6	40	44	0,3	0,7

Le tableau 16 montre le profil des acides gras des 3 huiles de sésame extraites par différentes méthodes. Aucune différence significative n'a été notée. Les 3 huiles présentent des concentrations similaires en acide linoléique avec 0,3%. Tandis que pour les acides oléique et linoléique, la concentration varie entre 39,6-40% et 44-44,6% respectivement. Ces deux acides sont présents avec des quantités importantes dans les trois huiles étudiées. Cependant, les teneurs en acide arachidique semblent être très faibles dans ces huiles avec des valeurs de 0,6-0,7% (Tableau 16). Les acides gras saturés tels que l'acide palmitique et l'acide stéarique de l'huile de sésame sont présents à des teneurs relativement faibles qui varient entre 8,3-8,5 et 5,6-5,7% respectivement.

III.2. Activité antibactérienne et antifongique

III.2.1 Détermination de l'activité antibactérienne

Dans cette étude, nous avons évalué l'activité antibactérienne des quatre extraits aqueux et huileux sur huit souches bactériennes Gram (+) et Gram (-) impliquées dans diverses contaminations durant les procédés de transformation des denrées alimentaires. L'étude a été réalisée par la technique des disques sur gélose pour la détermination du diamètre des zones d'inhibition. L'activité antibactérienne des extraits testés se manifeste par l'apparition d'une zone d'inhibition autour des disques sur milieu solide. Les résultats du spectre d'activité antibactérienne des extraits, en tenant compte de la nature de la paroi, montrent qu'il y a autant de bactéries Gram (+) (*B.Subtilis* et *S.aureus*) que Gram (-) (*E.coli*, *K.pneumonia*...) qui sont sensibles à l'action des extraits étudiés.

La souche *K. pneumonia* montre une sensibilité très importante variable face aux quatre extraits avec des diamètres de 20 ± 0.5 , 30 ± 0.5 , 36 ± 1 et 28 ± 0.5 pour l'extrait aqueux, l'huile essentielle, l'huile extraite à froid et l'huile extraite à chaud respectivement.

Les cinq antibiotiques standards testés dans les mêmes conditions ont présenté des diamètres de zone d'inhibition de croissance importants de 21mm pour la kynamycine, 20 mm pour la tétracycline, 17 mm pour la streptomycine, 15 mm pour l'ampicilline et 23mm pour la ciprofloxacine (Tableau 17). Nous pouvons donc remarquer que les 3 huiles présentent une inhibition plus importante que les antibiotiques.

Tableau 17 : Résultat du test antibactérien des différents extraits

Bactéries	Zones d'inhibition (mm)			
	E. Aqueux	H. Essentielle	H. à Froid	H. à chaud
<i>E.coli</i>	21 ± 0.5	30 ± 0.5	31 ± 1	22 ± 0.5
<i>Pseudomeunas</i>	20 ± 1	25 ± 0.5	25 ± 0.5	25 ± 1
<i>K.pneumonia</i>	20 ± 0.5	30 ± 0.5	36 ± 1	28 ± 0.5
<i>V. cholerae</i>	15 ± 0	10 ± 0	10 ± 0.5	9 ± 1
<i>B. sibitillus</i>	23 ± 0.5	19 ± 0.5	23 ± 0.5	22 ± 0.5
<i>S. Aureus</i>	12 ± 1	21 ± 1	18 ± 0	17 ± 0
<i>EN.EP</i>	15 ± 0.5	10 ± 0	15 ± 0.5	15 ± 0.5
<i>Salmonella</i>	20 ± 1	25 ± 0.5	23 ± 1	22 ± 1

Aussi l'extrait aqueux et les huiles ont montré une forte inhibition face aux bactéries *E.coli*, *B. sibitillus*, *Pseudomeunas* et *Salmonelle* surtout pour les extraits purs. Ceci est remarqué en comparant les diamètres d'inhibition de nos échantillons avec ceux des antibiotiques. Seule la bactérie *V. cholerae* est considérée résistante aux huiles et présente une inhibition

intermédiaire pour l'extrait aqueux avec un diamètre de 15mm. Des études réalisées sur les huiles de sésame ont montré aussi que ces dernières n'ont pas un grand effet sur la croissance bactérienne de *V. cholerae* (Angira et al., 2015). Les bactéries EN-EP et *S.aureus* montrent une certaine résistance face aux extraits aqueux et huileux. Les résultats trouvés ici sont comparables à ceux rapportés par Mohamed Saleem., (2011) ; Das. A et al., (2015).

Tableau 18 : Résultat du test antibactérien des antibiotiques

Bactéries	Antibiotiques				
	K	T	S	A	C
<i>E.coli</i>	21± 0.5	20± 0.5	17± 1	15± 1	23± 1
<i>Pseudomeunas</i>	10± 0	13± 1	21± 0.5	23± 0.5	21± 0
<i>K.pneumonia</i>	25± 1	24± 0.5	19± 1	19± 0	12± 0.5
<i>V. cholerae</i>	12± 0.5	25± 0	14± 0.5	10± 0.5	15± 0
<i>B. sibtillus</i>	26± 1	0	10± 0.5	20± 0.5	17± 0.5
<i>S. aureus</i>	25± 0.5	19± 0.5	0	25± 0	24± 1
<i>EN.EP</i>	10± 1	21± 0.5	16± 1	10± 0	40± 1
<i>Salmonella</i>	10± 0	15± 0.5	20± 0.5	24± 0.5	10

K : Kenamycine ; S : Streptomycine ; C : Ciprofloxacine ; T : Tetracycline ; A : Ampicilline

Les extraits aqueux et huileux ont réagi positivement vis-à-vis de toutes les bactéries avec des diamètres variant de 36mm à 10mm. L'efficacité optimale d'un extrait peut ne pas être due à un constituant actif principal, mais à l'action combinée de différents composés. Généralement, les extraits aqueux et huileux du sésame sont connus par leur richesse en polyphénols, et surtout en lignanes. Les résultats montrent que ces extraits induisent la mortalité des cellules bactériennes à toutes les concentrations. Des recherches sur le mode d'action des huiles essentielles sur les bactéries à Gram positif et à Gram négatif menées par Lambert et al., (2001) ont montré une augmentation de perméabilité de la membrane plasmique, une modification du gradient de pH et une libération des ions organiques. Ces perturbations ont pour conséquence une altération de la membrane. En présence des huiles, il y a une inhibition de la respiration cellulaire et une augmentation de la perméabilité de la membrane plasmique des bactéries ce qui a pour conséquence une perturbation du contrôle chimiosmotique à l'origine de la mort cellulaire, de même, une altération des fonctions membranaires. Il a été montré que les huiles essentielles provoquent une perméabilisation de la membrane plasmique conduisant à la mort de la cellule bactérienne fongique. Tous les résultats rapportés plaident en faveur d'une altération de la membrane plasmique des cellules fongiques ou bactériennes. Anand et al., (2008) ont rapporté que l'huile de sésame a une activité antibactérienne très importante contre la *Streptococcus*, la *Lactobacillus* ainsi que la plupart des bactéries. Il a été rapporté aussi que cette activité peut être due aux composés

phénoliques (Molan, 1992) surtout les flavonoïdes qui inhibent l'ADN des bactéries (Ohemeng et al., 1993). Ces composés phénoliques augmentent la perméabilité membranaire, ce qui inhibe la croissance bactérienne (Mirzoeva et al 1997). Ainsi, la sésamine est connue par son grand pouvoir antibactérien (Jianxin, 2006).

III.2.2 Détermination de la concentration minimale inhibitrice (CMI)

Avant d'utiliser une molécule antibactérienne comme conservateur dans un aliment, la concentration minimale inhibitrice (CMI) doit être estimée.

Il est intolérable que les doses antibactériennes efficaces dépassent les niveaux acceptables organoleptiques. Par conséquent, ces concentrations sont mesurées dans le but de définir les frontières de l'acceptabilité sensorielle et l'efficacité de la molécule antibactérienne. Les souches sensibles aux extraits aqueux et huileux de sésame (*sésamum indicum L*), ont été retenues afin de déterminer leur degré de sensibilité. Il a été observé une diminution progressive de l'intensité du trouble induit par la croissance des bactéries au fur et à mesure que la concentration des extraits augmentait dans les tubes expérimentaux.

Selon les résultats de la CMI, les extraits et les différentes huiles du sésame ont une activité antibactérienne sur la plupart des souches testées.

Pour l'extrait aqueux, les souches de *salmonelle*, *B. sibtillus*, *S. aureus* et *E.coli* sont les plus sensibles avec des valeurs de CMI de 20, 50 et 70 µl/ml. La plus grande valeur de CMI a été observée pour la souche *V. cholerae* (250 µL/ml) (Tableau 19).

Tableau 19 : CMI de l'extrait aqueux face aux bactéries

Bactéries	Extrait aqueux (µl/ml)	Huile essentielle (mg/ml)	Huile à froid (mg/ml)	Huile à chaud (mg/ml)
	CMI	CMI	CMI	CMI
<i>E.coli</i>	70	0,05	0,2	0,15
<i>Pseudomeunas</i>	200	0,1	0,1	0,125
<i>K.pneumonia</i>	150	0,05	0,039	0,062
<i>V. cholerae</i>	250	0,4	0,5	0,5
<i>B. sibtillus</i>	20	0,2	0,062	0,3
<i>S. aureus</i>	50	0,25	0,3	0,2
<i>EN.EP</i>	220	0,25	0,016	0,25
<i>Salmonella</i>	20	0,2	0,062	0,032

Pour l'huile essentielle, les souches de *K.pneumonia* et *E.coli* sont les plus sensibles avec des valeurs de CMI de 0,05%. La plus grande valeur de CMI a été observée pour la souche *V. cholerae* (0,4%). Avec l'huile extraite à froid, les souches d'*EN.EP* et *K.pneumonia* sont les plus sensibles avec des valeurs de CMI de 0,016% et 0,039% respectivement. La plus grande valeur de CMI a été observée pour la souche *V. cholerae* (0,5%).

Pour l'huile extraite à chaud, Les souches *Pseudomonas*, *Salmonella* et *K.pneumonia* ont été plus sensibles avec des valeurs de CMI de 0,12%, 0.032% et 0,062% respectivement. La plus grande valeur de CMI a été observée pour la souche *V. cholerae* (0,5%).

L'activité antibactérienne des graines et huiles de sésame s'avèrent très importante avec les 4 extraits utilisés. Une faible concentration a montré un pouvoir bactéricide très important face à la plupart des bactéries. Cette activité en général, dépend de la composition chimique des extraits, de la bactérie ciblée, de la méthode de détermination, des doses des extraits ainsi que du choix des émulsifiants en cas des huiles.

L'activité antibactérienne de sésame comparé à celle des autres huiles a montré un important pouvoir inhibiteur avoisinant les 30 mm pour la zone d'inhibition des huiles essentielles sur *K.pneumonia* et *E.coli*, 36 et 31 mm pour les huiles extraites à froid. Tandis que pour les huiles telles que *Lavandula Stoechas*, *Cedrus atlantica*, *Rosmarinus officinalis* et *Mentha pulegium*, les valeurs des zones d'inhibition sont de l'ordre de 17.5, 0, 20.5, 20 mm contre ces bactéries (Anand et al,2008), ceci prouve que le sésame a une activité inhibitrice de la croissance des bactéries beaucoup plus grande que les autres huiles des plantes médicinales. Les composés ayant la plus grande efficacité antibactérienne et le plus large spectre sont les phénols. Ces derniers entraînent notamment des lésions irréversibles sur les membranes et sont utilisés dans les infections bactériennes, quelle que soit leur localisation. Ils exercent un effet inhibiteur et létal sur différentes souches et parmi elle, *Escherichia coli* et *Staphylococcus aureus*, sur lesquelles ils provoquent des fuites d'ions potassium (Spellberg,2010). Ces fuites sont les premières preuves de l'existence de lésions irréversibles au niveau de la membrane de la bactérie. Certains des composants actifs d'huiles essentiels, rendent perméable la membrane des bactéries. Un effet précurseur de leur mort. Il a été suggéré que les huiles essentielles actives contre les bactéries à gram négatif contiennent des composants de métabolites secondaires qui sont assez petits pour passer à travers les protéines dans les récepteurs de la membrane externe et ainsi de pouvoir accéder à la membrane cytoplasmique (Dorman et deans, 2000).

III. 3. Activité antifongique

Les études expérimentales ont démontré que l'activité antifongique à un large spectre d'action de l'extrait aqueux sur les champignons testés par la méthode de cylindres (*Fusarium oxysporum*). L'extrait n'a présenté aucun effet sur l'*Aspergillus Niger* et *Verticilium* par cette méthode. De faibles concentrations 50 et 100µl /ml sont suffisantes pour inhiber la croissance de champignon (Figure 22).

Tous les extraits de sésame testés ont réduit de manière variable la croissance radiale de *F.oxysporum* par la méthode de cylindres. Le diamètre de la colonie fongique a diminué avec l'augmentation de la concentration des extraits pour devenir nul aux concentrations les plus élevées. Les extraits aqueux et huileux ont totalement inhibé la croissance du pathogène surtout avec l'extrait pur ou on peut remarquer un effet fongicide important.

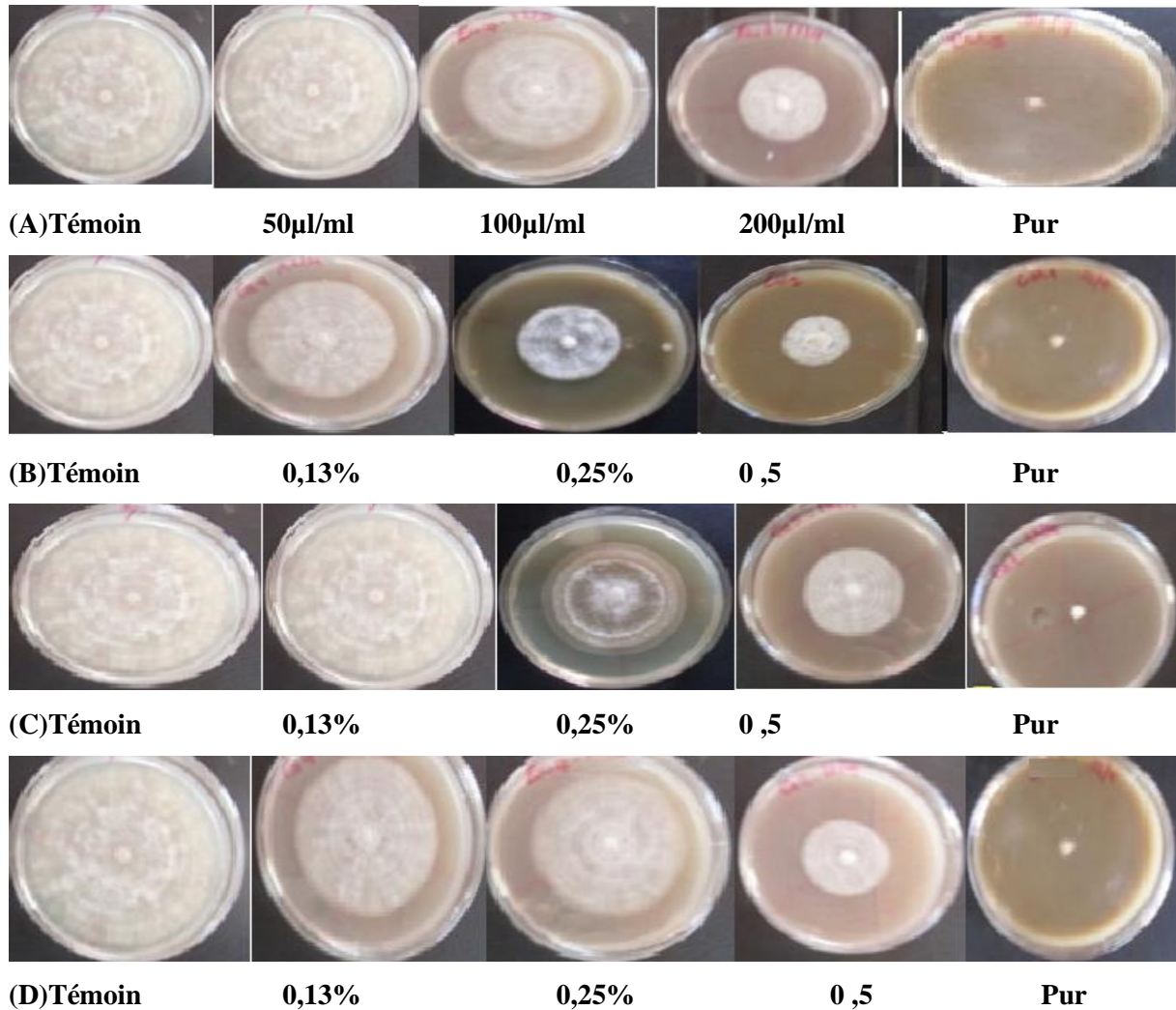


Figure 22 : Activité antifongique in vitro de l'extrait aqueux et les extraits huileux du sésame après 7 jours d'incubation sur milieu PDA sur *F.Oxysporum*. (A) L'extrait aqueux ; (B) huile essentielle ; (C) huile extraite à froid ; (D) huile extraite à chaud

Les différents extraits testés ont réduit de manière significative le diamètre des colonies de *F.oxysporum* par rapport au témoin. Cette réduction est plus prononcée avec les extraits purs des 4 échantillons (extrait aqueux, huile essentielle, huile extraite à froid et huile extraite à chaud). Ces extraits contiendraient des substances qui inhiberaient ou retarderaient la croissance du champignon. En effet, Lyonga et al. (1993), Pamo et al. (2003) et Ling et al. (2003) ont rapporté que les extraits végétaux d'un certain nombre de plantes contiennent des composés tels que les tanins, les flavonoïdes et les alcaloïdes qui sont dotés de propriétés

fongicides. Les différentes concentrations d'extraits ont influencé de façon significative la croissance radiale du champignon ; les concentrations élevées étant plus fongicides qu'inhibitrices. Du fait de l'insolubilité des constituants des HE dans l'eau, des agents dispersants de nature différente sont utilisés habituellement : des solvants tel que l'éthanol, ou des émulsionnants tel le tween 80. Nous avons utilisé dans notre étude le DMSO. Il a été prouvé que ces solvants et émulsifiants avaient tous un effet dépréciateur de l'activité antimicrobienne des HE, chacun sur un composant précis. L'absence d'une activité pour les deux champignons est peut-être due au fait que l'élément responsable de l'inhibition de l'effet fongicide contre le *Verticilium* et *Aspergillus Niger* a subi un effet dépressif par le DMSO. Mais certaines études ont révélé que ce dernier (avec une concentration de 10%) est dépourvu de tout effet dépréciateur sur la croissance fongique (Ling et al. 2003).

Lors de l'absence d'une activité notable avec la méthode de cylindres pour le *Verticilium*, et *Aspergillus Niger*, nous avons opté pour l'essai de la méthode de diffusion des disques permettant de mettre en évidence le pouvoir antifongique des extraits. Cette activité antifongique est révélée par l'absence ou la présence de la croissance mycélienne, traduite par un halo translucide autour des disques.

Contrairement à la méthode de cylindres, l'extrait aqueux du sésame a exercé une importante activité inhibitrice vis-à-vis des deux champignons (Tableau 20) avec des zones d'inhibition qui peuvent arriver à 30 mm pour l'extrait pur et aussi à une concentration moins de 200µl /ml pour le *Verticilium* et 25 mm pour *Aspergillus Niger* pour l'extrait pur sans dilution.

Tableau 20 : Résultat du test antifongique des différents extraits par la méthode de disques

Champignons	Diamètre des zones d'inhibition (mm) des extraits			
	Extrait aqueux	Huile froide	Huile Chaude	Huile essentielle
<i>Verticilium</i>	30	35	35	30
<i>Aspergillus Niger</i>	25	30	32	32

Le même effet sur les deux champignons a été montré par les huiles essentielles, l'huile extraite à froid et l'huile extraite à chaud. Ces huiles ont montré un effet inhibiteur beaucoup plus important pour le *Verticilium* avec une zone d'inhibition de 35, 35 et 32 mm pour l'*Aspergillus Niger* respectivement (Tableau 20). L'huile essentielle a montré une activité antifongique très importante pour toutes les concentrations variant de 30 à 10 mm pour le *Verticilium* et 32 à 8 mm pour *Aspergillus Niger*.

Les variations de l'activité antifongique observées entre les différents échantillons évalués sont liées à plusieurs paramètres dont la nature et la concentration de l'extrait, la méthode

d'évaluation utilisée ainsi que la souche fongique utilisée. Nous pouvons aussi conclure que l'activité antifongique peut être due aux profils chimiques riches respectivement en acides oléique et linoléique. Ces molécules possèdent un très large spectre d'activité antifongique et sont naturellement présents dans les huiles de la plupart des espèces végétales. Le mécanisme de la toxicité des phénols envers les champignons est basé sur l'inactivation des enzymes fongiques qui contiennent le groupement SH dans leur site actif (Farag et al., 1989). Les composés phénoliques agissent aussi en se fixant sur les groupes aminé et hydroxylamine des protéines membranaires microbiennes provoquant l'altération de la perméabilité et la fuite des constituants intracellulaires (Juven et al., 1994). Aussi l'un des facteurs intervenant sur l'intensité de l'action antifongique de l'huile essentielle est la dose appliquée : ceci a été généralement observé *in vitro*. Nous avons remarqué que le taux de réduction des moisissures par rapport au témoin augmenté avec l'augmentation des concentrations en huile essentielle des graines de sésame.

Chapitre II : Effet de l'environnement sur la qualité des graines de sésame

L'étude s'inscrit dans un contexte économique agricole qui se situe au niveau de la qualité des récoltes du sésame et la composition de la graine, la qualité des récoltes qui se décline également à travers une agriculture respectueuse de l'environnement visant à améliorer la gestion de la fertilisation et de la ressource hydrique qui tend à s'épuiser.

De ce constat, ressort la nécessité de mettre en œuvre les moyens d'accéder à des seuils biologiques de composition directement liés à la demande industrielle, tout en utilisant des techniques respectueuses de l'environnement. Il s'agit donc d'envisager la culture depuis l'endroit du semis et de production jusqu'à la transformation et l'utilisation. Pour améliorer la maîtrise culturale et préciser l'apport de la sélection génétique, il faut une analyse approfondie du fonctionnement de la plante, de la formation des composés de la graine et des modalités d'action des facteurs limitants leur production.

Dans un premier temps, la variabilité de composition à la récolte en réponse aux facteurs agro-environnementaux et aux accessions retenus, sera évaluée. Ces données seront ensuite mises en relation avec les composantes de production. L'étude des équilibres entre constituants permettra de caractériser les seuils de composition et de concentration en molécules utiles susceptibles d'être atteintes par la conduite de culture et le choix des génotypes.

Cette partie présente l'impact des facteurs agro-environnementaux et génotypiques sur la composition biochimique de la graine. Les constituants étudiés sont d'une part, l'activité antioxydante qui présente un intérêt particulier dans l'industrie agro-alimentaires ; et d'autre part, les acides gras et les molécules bioactives dont l'intérêt croissant concerne aussi bien la filière alimentaire que la filière non alimentaire.

L'étude a été faite sur 33 accessions issus dans un premier temps par d'une enquête dans la zone Tadla-Azilal en 2012. Ensuite, ces échantillons ont été étudiés dans 3 environnements :

- Environnement 1 s'exprime à la station expérimentale Afourar de l'INRA de Béni Mellal en 2013.
- Environnement 2 s'exprime à la station expérimentale Afourar de l'INRA de Béni Mellal en 2014.
- Environnement 3 s'exprime à la station expérimentale Ain Taoujdate de l'INRA de Meknès en 2014.

Les paramètres étudiés sont l'activité antioxydante, les polyphénols, les flavonoïdes, les acides gras et les lignanes.

Les valeurs moyennes des caractères étudiés montrent que l'environnement d'Afourar en général est le plus favorable pour la majorité des caractères évalués à l'exception des lignanes (Tableau 21). Ainsi, l'environnement d'Afourar 2014 (2) présente les valeurs les plus élevées de l'activité antioxydante avec les deux méthodes DPPH et ABTS (67,80-76,87%), de la teneur en polyphénols avec la valeur moyenne de 3,72 mg/g équivalent en acide gallique, de la teneur en flavonoïdes avec une valeur moyenne de 0,141 mg/g équivalent en quercétine. Alors que les valeurs les plus élevées pour la sésamine et la sésamoline sont enregistrées pour l'environnement Afourer 2013 (1) avec les valeurs 4,77 et 3,63 mg/g respectivement.

Tableau 21 : Valeurs moyennes des caractères étudiés pour les trois environnements.

Paramètres	Environnement 1			Environnement 2			Environnement 3		
	Moy	Minimum	Maximum	Moy	Minimum	Maximum	Moy	Minimum	Maximum
A DPPH (%)	66,14	60,75±0,13	80,4±0,46	67,8	57,3±0,13	78,61±0,46	61,42	55,39±0,13	69,74±0,46
A ABTS (%)	71,32	60,98±0,1	82,83±0,66	76,87	61,17±0,49	93±0,39	65,3	56,34±0,46	73,51±0,17
Polyphénols (mg Eq AG/g)	3,68	3,12±0,29	3,9±0,56	3,72	3,22±0,13	3,99±0,64	3,65	3,17±0,8	3,9±0,43
Flavonoïdes (mg Eq rutine/g)	0,139	0,13±0,009	0,145±0,008	0,141	0,13±0,005	0,147±0,004	0,135	0,13±0,008	0,144±0,009
Sésamine (mg/g)	4,77	3,92±0,13	5,71±0,18	4,6	3,92±0,1	5,71±0,12	3,93	3,07±0,1	4,78±0,18
Sésamoline (mg/g)	3,63	2,94±0,76	4,11±0,19	3,51	2,74±0,23	4,1±0,56	2,83	2,32±0,5	3,7±0,3

Environnement 1 : Afourar 2013, environnement 2 : Afourar 2014 et environnement 3 : Ain Taoujdat 2014.

A DPPH : Activité antioxydante par DPPH ; A ABTS : activité antioxydante par ABTS

L'environnement d'Afourar 2013 a présenté une valeur moyenne de la teneur en polyphénols de 3,68 contre 3,65 et 3,72 mg Eq en acide gallique /g pour l'environnement d'Ain Taoujdat 2014 et d'Afourar 2014 respectivement. Le taux des molécules bioactifs le plus élevé a été enregistré avec l'environnement Afourer 2014. L'environnement Ain Taoujdat s'est avéré le moins favorable pour tous les paramètres mesurés et présente les valeurs moyennes les plus faibles pour l'activité antioxydante par DPPH (61,42%), l'activité antioxydante par ABTS (65,3%), les polyphénols, les flavonoïdes (3,65 mg EQ AG/g ;0,135mg EQ rutine/g), la sésamine et la sésamoline avec des valeurs de 3,93 et 2,83 mg/g respectivement. Quant à l'environnement Afourer 2013, il a présenté les valeurs les plus élevées des lignanes avec 4,77 mg/g pour la sésamine et 3,63mg/g pour la sésamoline. Les valeurs moyennes des autres paramètres pour cet environnement sont inférieures à celles enregistrées dans l'environnement Afourer 2014 et supérieures par rapport à celles trouvées dans l'environnement Ain Taoujdat 2014.

Pour l'activité antioxydante réalisée par la méthode du DPPH ; l'analyse montre qu'il n'y a pas de différences significatives entre les accessions pour les différents caractères étudiés,

contrairement à l'environnement qui présente un effet significatif sur tous les caractères étudiés ($P < 0,01$). Les résultats moyens de l'activité antioxydante par la méthode DPPH montrent que l'environnement Afourer constitue la zone la plus favorable pour la culture du sésame avec les valeurs les plus élevées pour l'année 2014.

La Station d'Afourer en 2013 a présenté une valeur moyenne de l'activité antioxydante qui varie entre 80,4% et 60,75% contre 78,61 et 57,3% pour le même environnement mais en 2014. Les faibles valeurs ont été observées pour l'environnement d'Ain Taoujdat 2014 allant de 55,39 à 69,72%.

La détermination de l'activité antioxydante a été faite aussi par la méthode de l'ABTS pour les 3 environnements, les valeurs les plus élevées ont été obtenues chez l'environnement d'Afourer 2014 aussi, suivi par l'environnement 1 et enfin l'environnement de Meknès avec les valeurs qui varient 61,17 et 93% ; 60,98 et 82,83% ; 56,34 et 73,51 % respectivement pour l'environnement 1,2 et 3. Nous remarquons toujours que la méthode d'ABTS exprime mieux le pouvoir antioxydant du sésame. Cette variation remarquable entre les deux régions et les années montre que les facteurs environnementaux influent considérablement sur la composition des graines et leur pouvoir antioxydant. Ceci est peut-être dû à l'irrigation, la nature du sol, la température, la période de semis ainsi que la différence de l'exposition à la photopériode.

Pour la teneur en polyphénols, elle ne présente pas une grande différence entre les 3 environnements, mais la récolte d'Afourer 2014 présente toujours la teneur la plus élevée avec 3,99mg/g face à 3,9mg/g et 3,86 mg/g pour les environnements 1 et 3 respectivement. La différence entre la concentration en polyphénols dans les 3 environnements peut être due aux conditions météorologiques, la perte des minéraux dans les sols, ainsi l'exposition aux rayons de soleil et l'irrigation (Furat et Uzun, 2010).

Les teneurs en flavonoïdes varient entre 0,13 et 0,147 mg/g équivalents en rutine. L'environnement d'Afourer 2014 (environnement 2) présente une valeur moyenne des flavonoïdes de 0,141 mg/g équivalents en rutine contre 0,139 et 0,135 mg/g pour les environnements 1 et 3 respectivement. Il n'existe pas de différence importante entre les échantillons, mais les flavonoïdes s'avèrent être légèrement élevée dans l'environnement 2. Ces résultats sont en concordances avec ceux trouvés pour l'activité et les polyphénols.

Les moyennes des teneurs en sésamine varient de 4,77 mg/g pour l'environnement 1 à 4,60 et 3,93 mg/g pour les environnements 2 et 3 respectivement. Les teneurs varient entre 3,07 et 5,71 entre les accessions. La teneur en sésamine s'avère être élevée dans les environnements 1 et 2 par rapport à l'environnement de Meknès. Nous pouvons dire que les conditions de

l'environnement d'Afourer sont beaucoup plus favorables pour ces composants que l'environnement de Meknès. Les résultats sont en accord avec ceux trouvés par Kim et al., 2006 qui ont rapporté des valeurs de 5,12 mg/g. Ils ont aussi rapporté que ces concentrations varient en fonction du poids de la graine.

La détermination de la concentration en sésamoline a été faite pour les 3 environnements. Les valeurs les plus élevées ont été notées chez l'environnement d'Afourer 2013, suivi par l'environnement 2 et enfin l'environnement de Meknès avec des valeurs qui varient entre 2,94 et 4,11mg/g ; 2,74 et 4,1mg/g ; 2,32 et 3,7 mg/g respectivement. Les moyennes trouvées pour les 3 environnements 1, 2 et 3 sont de l'ordre de 3,63; 3,51; 2,83 mg/g respectivement. Ces résultats sont aussi en accord avec ceux trouvés par Kwan-Sun Kim et al., 2006. Pour ces compositions (sésamine et sésamoline), l'environnement 1 présente les conditions les plus favorables pour la culture de sésame suivi par l'environnement 2. L'environnement 3 présente les résultats les plus faibles pour tous les paramètres étudiés. Cette variation remarquable montre que la région et les conditions climatiques de chaque zone influent considérablement la composition des graines. Ceci est peut-être dû comme déjà cité à l'irrigation, la nature du sol, la température, la période de semis ainsi que la différence d'exposition au soleil. Cette différence entre les composés pour les mêmes échantillons entre les 2 années peut être attribuée aux conditions de croissance, le temps d'irrigation, la taille des capsules et les stress environnementaux de chaque année et de chaque zone d'étude (furat et Uzum,2010).

Les variables culturales lors de cette étude (date de semis, année et zone d'étude) influencent l'accumulation des composés bioactifs et par la suite l'activité antioxydante, ainsi que les teneurs en lignanes dans la graine. Il est à noter que les résultats obtenus dépendent entre plusieurs facteurs environnementaux, du génotype et des conditions culturales.

L'activité antioxydante et la teneur en composés bioactifs sont les critères de qualité rémunérés des graines. La richesse de la graine de sésame en polyphénols et lignanes permet à celui-ci de se positionner parmi les graines et les huiles les plus consommées dans le monde. Les acides gras de l'environnement 1 ont été rapportés auparavant par M. El Harfi et al., 2015. Les acides oléique et linoléique sont les principaux acides de l'huile de sésame avec des quantités qui varient de 35,67, 40,19% et 38,99 à 44,91% respectivement. L'acide linoléique présente un pourcentage faible de l'ordre de 0,42 à 0,65%. Les acides palmitique et stéarique présentent des valeurs moyennes de l'ordre de 9,34% et 8,15% respectivement (Tableau 22).

Tableau 22 : Composition moyenne des acides gras dans les 3 environnements

Acides gras	Environnement 1			Environnement 2			Environnement 3		
	Maximum	Minimum	Moy.	Maximum	Minimum	Moy.	Maximum	Minimum	Moy.
Palmitique%	10,6	8,65	9,36	10,16	8,08	9,12	10,13	8	8,75
Stéarique%	8,96	7,27	8,14	8,6	7,07	7,87	8,14	7	7,51
Oléique%	40,19	35,67	38,37	40	34,19	37,57	39,97	34,13	37,00
Linoléique%	44,91	38,99	41,66	44,07	38,75	41,17	42,98	38,01	40,31
Linoléinique%	0,65	0,42	0,51	0,59	0,4	0,51	0,56	0,4	0,47
Arachidique%	1,39	0,92	1,17	0,98	1,31	1,10	1,09	0,86	1,03

Tandis que pour l'environnement 2, aucune différence significative n'a été observée par rapport à l'environnement 1 sauf pour les acides oléique et linoléique ou on remarque une faible diminution du taux de ces deux composants qui pourrait être due à la différence de température entre ces deux années successives.

Le pourcentage de l'acide oléique des accessions marocaines varie de 34,19 à 40% pour les échantillons C et A' respectivement. Tandis que, les valeurs de l'acide linoléique varient de 38,75 à 44 % pour les échantillons A' et C respectivement. Les teneurs des autres acides gras sont faibles pour les échantillons testés.

Pour l'environnement 3, la diminution de pourcentage des acides gras est beaucoup plus marquée montrant que la teneur en acides gras est affectée par les conditions environnementales. Pour l'acide oléique, l'échantillon A' présente la teneur la plus élevée avec une valeur de 39,97 % tandis que la valeur la plus faible est notée pour l'échantillon C (34,13%). La teneur en acide linoléique est comprise entre 38,01 et 42,98% pour les échantillons A' et C respectivement.

Malgré la différence des profils en acides gras entre les 3 environnements, les pourcentages en acide gras des accessions étudiées sont conformes à ceux du sésame décrits dans la littérature (Ashri, (1998) ; Weiss, (1983); Were et al., (2006); Yermanos et al., (1972)).

Le décalage de la date de semis a entraîné une réduction de l'activité antioxydante ainsi que les teneurs en polyphénols entre les environnements. Le semis précoce dans l'environnement 2 par rapport à l'environnement 1 et 3 a amélioré le pourcentage de ces composés. Cette différence s'observe quelles que soient les conditions de températures et la date de semis.

L'environnement a un effet très significatif pour tous les paramètres étudiés. Les valeurs moyennes des caractères étudiés montrent que l'environnement d' Afourar en 2014 est le plus favorable pour la majorité des caractères évalués à l'exception des lignanes pour lesquels l'environnement Afourer 2013 reste le plus favorable avec les teneurs les plus élevées.

Les accessions ayant des taux en composés phénoliques et flavonoïdes élevés tels que les accessions K, L et N avec des valeurs de 3,56 ; 3,66 et 3,9 mg/g pour l'environnement 1, 3,99 ; 3,78 et 3,93 mg/g pour l'environnement 2, et 3,8 ; 3,76 ; 3,89 mg/g pour l'environnement 3 ont aussi une activité antioxydante très important prouvant que les teneurs en polyphénols jouent un rôle essentiel sur cette activité. Les lignanes sont considérés comme des antioxydants naturels de sésame très forts. Donc l'environnement et l'année ont un effet sur la teneur en polyphénols et par la suite sur l'activité antioxydante. Des études ont montré que la teneur en polyphénols peut varier selon le stade de croissance, les caractéristiques de l'environnement et la période de la plantation et/ou de la récolte (Freitas et al., 2004, Yariwake et al., 2005, Brasileiro et al., 2015).

La date du semis peut aussi engendrer des différences pour les paramètres étudiés. 2013 est une année à fort déficit hydrique et à températures élevées par rapport à 2014, avec des températures maximales extrêmes de 45,8 ; 43,7 °C pour 2013 et 2014 respectivement, des températures moyennes de 19,5 et 19,1°C, et des températures minimums extrêmes de -2,4 et 0,6°C (<http://www.infoclimat.fr/>). Ces conditions climatiques peuvent être un facteur limitant entraînant une diminution de la teneur en polyphénols et du pouvoir antioxydant

Nous pouvons noter que l'effet de l'année peut être dû à la température ainsi qu'à la date de semis. L'environnement 2 en comparaison avec l'environnement 1 est caractérisé par un semis précoce et une récolte parallèle. Il a été rapporté qu'un semis précoce a un effet positive sur la culture du sésame (Sankar et al., 2005). La variation de la teneur en bioactifs rapportée entre les 3 environnements reflète la différence dans les facteurs environnementaux qui influent sur la composition des graines, comme les précipitations, la température, le régime d'irrigation, la période du semis et les heures d'ensoleillement entre les années de culture.

Afin d'évaluer la relation entre les différents paramètres étudiés, nous avons effectué une étude de corrélation. Les résultats sont présentés dans le tableau 23.

Cette matrice montre que les corrélations les plus importantes et les plus significatives ont été observées entre l'activité antioxydante par DPPH et la sésamoline et la sésamine avec des coefficients de corrélation de 0,732 et 0,876 respectivement, suivi par une corrélation importante entre l'activité antioxydante par la méthode d'ABTS et la sésamine et la sésamoline ($r=0,685$; $r= 0,745$ respectivement). Donc ces résultats pourraient signifier qu'une grande teneur en lignanes affectent positivement le pouvoir antioxydant suggérant que les lignanes peuvent être responsables de ce pouvoir des graines de sésame puisqu'ils sont considérés des antioxydants naturels. Les flavonoïdes ont été corrélées significativement et positivement avec la sésamine ($r= 0,568$), la sésamoline ($r= 0,764$), l'activité antioxydante avec les

méthodes DPPH ($r= 0,305$) et ABTS ($r= 0,339$). Les polyphénols ont été corrélés positivement avec l'activité antioxydante par ABTS($r=0,182$), la sésamine ($r=0,432$) et la sésamoline ($r= 0,329$) et négativement avec l'activité antioxydante par DPPH ($r= -0,159$) et les flavonoïdes. Les deux méthodes d'activité antioxydante sont corrélées positivement avec $r= 0,439$. De même pour les deux lignanes étudiés, ils sont corrélés significativement avec $r= 0,657$.

Tableau 23: Matrice de corrélation entre les caractéristiques biochimiques des 35 accessions.

	A DPPH	A ABTS	Polyphénols	Flavonoïdes	Sésamine	Sésamoline
A DPPH	1					
A ABTS	0,439	1				
Polyphénols	-0,159	0,182	1			
Flavonoïdes	0,305	0,339	-1	1		
Sésamine	0,876	0,685	0,432	0,568	1	
Sésamoline	0,732	0,745	0,329	0,764	0,657	1

D'après les résultats trouvés dans ce chapitre, la filière sésame présente des forces et des atouts structurels dont les plus importants sont sa production non exigeante en eau et la possibilité de se produire dans de nombreuses zones de la région en préservant toujours la qualité biochimique et nutritionnelle. Mais malgré le développement progressif des superficies emblavées et des productions enregistrées, la filière souffre de certaines faiblesses qui freinent son potentiel réel de croissance et d'exportation, liées essentiellement à la faible maîtrise des techniques de production avec pour conséquence la faiblesse des rendements et la qualité moyenne, la faible maîtrise des techniques post-récolte et la non utilisation des techniques modernes du battage jusqu'à la transformation affectant par la suite la qualité des graines et des huiles. Au regard de toutes ces contraintes, le développement de la filière sésame passe par la réalisation d'un certain nombre d'actions qui peuvent permettre aux producteurs d'accéder à des marchés plus rémunérateurs et qui doivent commencer dès le processus du séchage.

Chapitre III : Optimisation d'une méthode de séchage des gousses de sésame et modélisation

Le sésame est une plante oléagineuse très importante avec des potentialités pour cette région productrice au Maroc, mais cette filière reste peu développée à cause de plusieurs contraintes, dont notamment le faible recours aux techniques modernes lors de la récolte qui influence directement le rendement et le taux de la production et la faible valorisation de la production. Malgré le développement progressif des superficies emblavées et des productions enregistrées, la filière sésame souffre de certaines faiblesses qui réduisent voire freinent son potentiel réel de croissance et d'exportation à différents niveaux tels que la production, la transformation et la commercialisation.

Au niveau de la production, la faible maîtrise des techniques de production constitue un facteur cible ayant pour conséquence la faiblesse des rendements, la qualité moyenne ainsi que la faible maîtrise des techniques post-récolte, ce qui a pour conséquence une incidence sur la qualité du sésame offert sur le marché et des pertes de production. Le séchage et le battage constituent les premières étapes influençant la qualité et le rendement en graines.

Au regard de toutes ces contraintes, le développement de la filière du sésame passe par la réalisation d'un certain nombre d'actions afin de permettre aux producteurs d'accéder à des marchés plus rémunérateurs.

Pour faciliter la production du sésame de qualité, les éléments sur lesquels se focalisent les acheteurs sont : la couleur, la qualité organoleptique, le taux d'impureté et le taux de résidus de pesticides. Ces éléments entachent la qualité du produit à la commercialisation. Pour lever ces contraintes, les producteurs doivent maîtriser les techniques de production, de récolte et de post-récolte. Ils doivent aussi avoir des informations et des connaissances sur le marché et ses exigences. Dans ce contexte, et pour améliorer la production ainsi que préserver la qualité nutritionnelle des graines de sésame, il est nécessaire de chercher une alternative au séchage et au battage traditionnels. Le gisement solaire inépuisable au Maroc a permis de proposer le séchage solaire comme voie de valorisation de différents produits alimentaires.

Dans cette perspective et dans le but de contribuer à la valorisation et à l'amélioration de la qualité des graines oléagineuses du Maroc, nous nous sommes intéressés à l'étude du séchage des gousses de sésame (*Sesamum indicum*.L).

A travers cette partie, nous allons essayer d'optimiser les conditions optimales de séchage et de stockage des gousses et graines de sésame. L'élaboration de modèles décrivant le comportement des gousses de sésame sera un axe de notre recherche avec trois méthodes de séchage à savoir ; l'air libre (traditionnelle), l'étuvage et le séchage solaire convectif. Enfin,

nous essayerons de comprendre les phénomènes de séchage dans le but d'élaborer un modèle numérique. Ce dernier nous aidera à bien cerner les facteurs liés au séchage et à prédire le comportement dynamique d'un système en vue de son optimisation.

III.1. Analyses physico-chimiques et biochimiques des graines de sésame après séchage par différentes méthodes

Dans cette partie, nous avons étudié l'influence de 3 méthodes de séchage du sésame sur la qualité nutritionnelle des graines.

Le temps de séchage et la température sont les paramètres opératoires les plus importants car ils affectent directement la qualité des aliments séchés. Ces paramètres sont généralement évalués en fonction de leurs effets sur la rétention des éléments nutritifs et les caractéristiques sensorielles du produit final. Dans cette étude, plusieurs températures ont été sélectionnées afin d'évaluer leurs effets sur la cinétique du séchage et la qualité finale du produit obtenu.

En général, la cinétique du séchage dans les trois précédés est différente. Il est à noter que pour le séchage à l'air libre, la durée était de 15 jours, avec 3 battages dans les intervalles de 7,10 et 15 jours. Cette durée est considérée comme la moyenne pour la plupart des agriculteurs en fonction de la température de la région, ce qui a pour conséquences de diminuer la qualité des graines après chaque battage et d'influencer les critères organoleptiques et le rendement affectant le secteur de commercialisation. Cette méthode a aussi pour inconvénient de diminuer la qualité microbiologique du produit fini. Ceci est dû à la zone du séchage qui, dans la plupart du temps, est une place ouverte où les animaux peuvent ramener les bactéries et contaminer les graines par la salmonelle (surtout à partir des excréments). La raison pour laquelle le battage se fait à différents temps c'est que le degré de maturité est différent d'une botte à l'autre.

Le tableau (24) présente l'activité antioxydante et les molécules bioactives lors du séchage à l'air libre. Nous remarquons une diminution très importante de l'activité antioxydante arrivant à 56,21% au 15^{me} jour par rapport à 63,83% au 7^{me}. Une diminution importante a été remarquée pour les polyphénols et les flavonols avec 2,88 mg/g équivalent en acide gallique et 0,35 mg/g équivalent en rutine respectivement à la fin du séchage comparé à 3.92 et 0.41 mg/g. Les protéines sont les plus affectées par la durée du séchage influençant ainsi la qualité nutritionnelle des graines. Cette diminution peut être expliquée par la dénaturation des protéines par modification de leurs structures spatiales natives par rupture des liaisons qui maintiennent leur intégrité et par conséquent leurs propriétés biologiques et technofonctionnelles.

Cette étude montre qu'avec l'augmentation du temps de séchage, la vitesse de dénaturation des protéines augmente touchant leurs fonctionnalités. Ces modifications peuvent induire une perte d'activité de surface, ainsi que l'apparition de molécules avec des groupes hydrophobes causées par des réactions chimiques de condensations entre les protéines et autres constituants.

Le prolongement du séchage à l'air libre affecte négativement la qualité des graines de sésame au niveau biochimique, organoleptique et aussi de l'activité antioxydante.

Tableau 24 : Activité antioxydante et molécules bioactives des gousses de sésame séchées à l'air libre

Temps (jour)	Activité antioxydante%	Polyphénols (mg/g)	Flavonoïdes (mg/g)	Flavonols (mg/g)	Protéines (g/100g)
7	63,83±0,29	3,92±0,29	0,14±0,005	0,41±0,01	27,45±0,25
10	61,13±0,46	3,7±0,16	0,13±0,009	0,4±0,015	24,79±0,23
15	56,21±0,67	2,88±0,29	0,13±0,009	0,35±0,02	23,15±0,43

Le séchage par l'étuvage et solaire convectif a été réalisé à différentes températures. La cinétique du séchage pour les deux procédés est présentée dans le tableau suivant (25).

Tableau 25 : Cinétique du séchage par étuvage et par solaire convectif

Température (°C)	Temps de séchage par étuvage (min)	Temps de séchage solaire (débit 300m ³ /h) (min)	Temps de séchage solaire (débit 150m ³ /h) (min)
50	380	330	395
55	320	270	335
60	255	200	270
65	210	185	225
70	175	175	190
75	160	150	190
80	150	90	170

L'augmentation de la température de séchage se traduit par une augmentation de la vitesse de séchage et de la durée qui devient plus courte. Plus la température augmente, plus elle se rapproche de la température d'évaporation avec une vitesse plus rapide et un temps plus court. Le séchage solaire convectif à un débit de 300 m³/h demande moins de temps pour que les gousses de sésame puissent éclater et libérer les graines suivies par le séchage par étuvage puis le séchage solaire convectif à un débit de 150 m³/h. Le temps de séchage solaire à un débit de 300 m³/h à 80°C est seulement de 90min par rapport à l'étuvage (150 min) et le séchage solaire convectif à un débit de 150 m³/h (170 min).

Les tableaux suivants (26,27 et 28) montrent l'activité antioxydante, les protéines et les molécules bioactives de la méthode de séchage par étuvage.

Tableau 26 : Activité antioxydante et molécules bioactives des gousses de sésame séchées par étuvage

Température (°C)	Activité antioxydante%	Polyphénols (mg/g)	Flavonoïdes (mg/g)	Flavonols (mg/g)	Protéines (g/100g)
50	60,9±0,43	3,5±0,2	0,135±0,008	0,39±0,05	26,4±0,2
55	60,95±0,23	3,8±0,16	0,14±0,004	0,39±0,02	27,5±0,89
60	64,15±0,25	3,85±0,17	0,14±0,004	0,41±0,06	27,6±0,29
65	64,06±0,85	3,92±0,14	0,14±0,006	0,41±0,09	27,6±0,4
70	64,01±0,4	3,92±0,15	0,14±0,003	0,41±0,04	27,71±0,49
75	63,83±0,2	3,87±0,11	0,14±0,002	0,4±0,05	27,65±0,43
80	62,45±0,56	3,68±0,18	0,13±0,005	0,4±0,04	26,35±0,56

Pour la qualité nutritionnelle, les protéines montrent une diminution faible lors du séchage à faible température de 50°C avec des valeurs de 26,40g/100g pour l'étuvage, 26,45g/100g pour le séchage solaire convectif à un débit de 150 m³/h et 26,30g/100g pour le séchage solaire convectif à un débit de 300 m³/h. Les autres températures pour les 3 processus de séchage montrent une concentration de 27,71 g/100g± 0,40.

En ce qui concerne les flavonoïdes, aucune différence significative n'a été observée pour le séchage solaire avec les deux débits. Les températures 60 et 65°C sont les plus convenables pour avoir une teneur satisfaisante de flavonoïdes de 0,145 mg/g équivalents en rutine. Les teneurs pour ce composé dans la méthode de séchage par étuvage étaient de 0,14 mg/g équivalents rutine à l'exception des températures 50 et 80°C où les teneurs sont de 0,135 et 0,13 mg/g respectivement. La même chose a été observée pour les flavonols ou les teneurs restent toujours importantes avec une faible différence entre le séchage par étuvage et le séchage solaire et une influence négative des faibles et hautes températures (50 et 80°C).

Tableau 27 : Caractérisation biochimiques des graines de sésame issues des gousses du séchage solaire convectif à 150m³/h

Température (°C)	Activité antioxydante%	Polyphénols (mg/g)	Flavonoïdes (mg/g)	Flavonols (mg/g)	Protéines (g/100g)
50	61,15±0,98	3,7±0,22	0,135±0,004	0,4±0,05	26,45±0,41
55	64,17±0,87	3,75±0,15	0,145±0,008	0,4±0,06	27,6±0,65
60	64,23±1,12	3,98±0,09	0,145±0,007	0,41±0,045	27,65±0,44
65	64±0,56	3,98±0,2	0,145±0,006	0,41±0,02	27,65±0,71
70	63,78±0,99	3,94±0,19	0,14±0,005	0,41±0,03	27,75±0,14
75	63,57±0,44	3,88±0,1	0,14±0,008	0,41±0,03	27,65±0,25
80	63,41±0,47	3,75±0,17	0,14±0,004	0,4±0,05	26,38±0,47

Tableau 28 : Caractérisation biochimiques des graines de sésame issues des gousses du séchage solaire convectif à 300m³/h

Température (°C)	Activité antioxydante%	Polyphénols (mg/g)	Flavonoïdes (mg/g)	Flavonols (mg/g)	Protéines (g/100g)
50	61,17±0,54	3,72±0,08	0,14±0.007	0,4±0.07	26,3±0,15
55	64,37±0,41	3,79±0,15	0,14±0.004	0,4±0.04	27,65±0,34
60	64,22±0,54	3,98±0,1	0,145±0.006	0,41±0.05	27,65±0,44
65	64,15±0,88	3,96±0,14	0,145±0.007	0,41±0.06	27,67±0,41
70	64,02±0,71	3,96±0,21	0,145±0.005	0,41±0.04	27,75±0,12
75	63,6±0,5	3,9±0,1	0,14±0.007	0,41±0.05	27,7±0,23
80	63,49±0,62	3,79±0,09	0,14±0.004	0,4±0.04	27,41±0,11

Les résultats de l'activité antioxydante et des polyphénols prouvent aussi que les températures convenables pour le séchage des gousses de sésame varient toujours entre 60 et 70°C en préservant la teneur en molécules bioactives et l'activité antioxydante qui arrivent à 3,98 mg/g équivalent acide gallique et 64,37% respectivement (Tableau 28).

L'augmentation de la température du séchage engendre une augmentation de la teneur en composés phénoliques mais seulement à 70°C. On peut noter également qu'à basse température (T = 50°C), le séchage engendre une légère diminution de la teneur en composés phénoliques.

D'après l'étude de la cinétique de séchage ainsi que l'effet de chaque méthode sur la qualité des graines de sésame, nous pouvons dire que le séchage à l'air libre peut entraîner des dégâts importants au niveau de la production ainsi que de la qualité. Cette étude a permis de comprendre qu'il faut chercher une alternative pour le séchage des gousses. L'étuvage semble aussi être une méthode bénéfique mais reste couteux pour la plupart des agriculteurs.

Le séchage solaire convectif peut être méthode alternative afin d'avoir un produit sain avec une qualité nutritionnelle importante et une dépense d'énergie assez faible. Bien sûr, une étude hygroscopique des graines doit être faite pour décrire les isothermes de sorption, les conditions optimales de séchage et de stockage des graines de sésame et les propriétés thermodynamiques (chaleur isostérique, entropie différentielle), ainsi qu'une étude cinétique des graines et une modélisation des courbes de séchage, doivent aussi être réalisés afin d'élaborer l'équation caractéristique de séchage

III.2. Cinétique du séchage et modélisation

III.2.1 Courbes de séchage

Le séchage consiste à diminuer l'activité de l'eau des produits jusqu'à une valeur assurant leur conservation. Le processus doit respecter certains critères de qualité liés au produit tout en garantissant, pour la chaîne de production, une cadence et un coût raisonnable.

Nous avons effectué 14 expériences en 7 températures (50, 55, 60, 65, 70, 75 et 80 ° C) avec une vitesse de l'air de séchage de 150 m³ / h et 300 m³ / h. Nous avons utilisé des conditions atmosphériques différentes afin d'identifier l'influence du débit volumique de séchage. Nous avons constaté au cours de ces expériences une température extérieure qui varie de 22 à 32°C et une humidité relative extérieure allant de 15 à 50%. Le tableau 29 montre les conditions de séchage au cours des expériences dans le séchoir solaire. En outre, nous avons déterminé la courbe caractéristique de séchage.

Tableau 29 : Conditions expérimentales du séchage dans un séchoir solaire convectif

D_v (M³H⁻¹)	T_{± 0.1} (°C)	RH ± (%)	TEMPS (MIN)
150	50	27.68	395
150	55	37.56	335
150	60	30.22	270
150	65	23.1	225
150	70	26.45	190
150	75	34.44	190
150	80	23.93	170
300	50	22.9	330
300	55	22.03	270
300	60	36.05	200
300	65	33.15	185
300	70	28.6	175
300	75	31.54	150
300	80	23.42	90

Nous avons étudié la variation de la teneur en eau du produit en fonction du temps. Les figures 23 et 24 montrent les courbes expérimentales des gousses de sésame à des températures et débits de séchage différents. Tout d'abord, nous avons constaté que la température est un facteur important et déterminant. En effet, lorsque la température augmente, le temps de séchage diminue. Comme cela sera noté, les effets de la température sont plus grands que ceux de la vitesse du séchage étant donné que le coefficient de diffusion est fortement fonction de la température. Le temps de séchage à basse température (50 ° C) est environ 3 fois supérieur à celui à 80 ° C. Par conséquent, le taux de séchage augmente avec la température. Les courbes du séchage des gousses du sésame obtenues expérimentalement décrivent l'évolution de la teneur en eau en fonction du temps et du taux de séchage en fonction du temps.

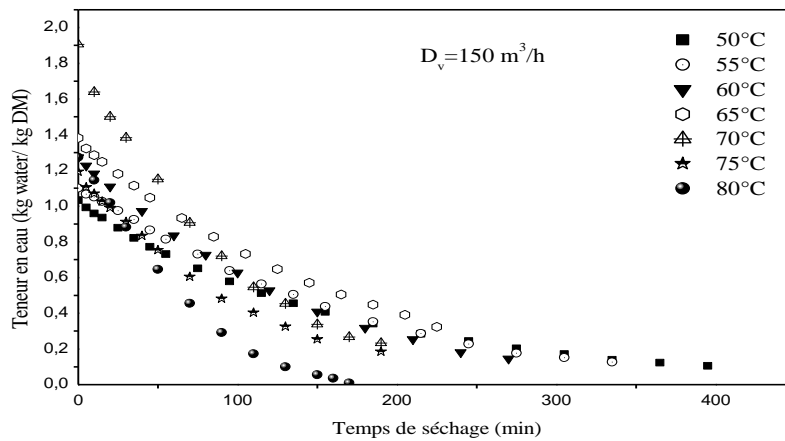


Figure 23 : Evolution de la teneur en eau des gousses de sésame en fonction du temps de séchage pour différentes températures à un débit de $150 \text{ m}^3/\text{h}$

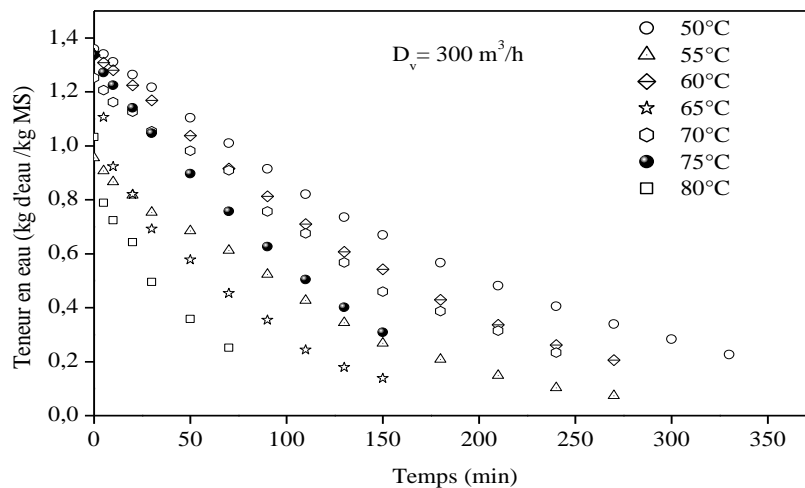


Figure 24: Evolution de la teneur en eau des gousses de sésame en fonction du temps de séchage pour différentes températures à un débit de $300 \text{ m}^3/\text{h}$

Au début du processus de séchage, la vitesse a changé, en fonction de la taille d'échantillon et de la vitesse de l'air de séchage, puis elle diminue de façon linéaire en fonction de ces paramètres.

La chaleur est transférée à la surface du matériau par convection et à l'intérieur du matériau par conduction thermique. L'humidité est d'abord éliminée de la surface et l'eau restante se diffuse à la surface. Le temps de séchage dure jusqu'à atteindre la teneur en humidité souhaitée X_f . Il convient de noter que la teneur finale en eau d'un produit est caractéristique de celui-ci, il existe une valeur optimale pour laquelle le produit ne se détériore pas et conserve sa qualité nutritionnelle et organoleptique (forme, couleur, texture, odeur, huiles et molécules bioactives). Les différentes courbes montrent l'allure décroissante de la teneur en eau et de la vitesse de séchage en fonction du temps. Dans cette phase décroissante, le séchage est caractérisé par la diffusion de l'eau dans le solide. La diminution de la vitesse de séchage au cours du temps est expliquée par le fait que, au début du séchage, l'évaporation de

l'eau de la surface du produit ne demande pas beaucoup d'énergie, contrairement à la diffusion de l'eau provenant de l'intérieur du produit à la surface qui nécessite beaucoup plus de temps.

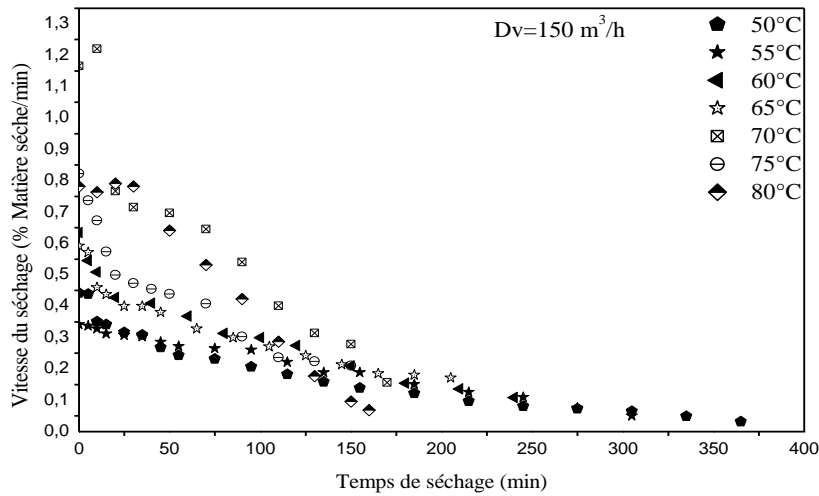


Figure 25 : Evolution de la vitesse de séchage des gousses de sésame en fonction du temps de séchage pour différentes températures à un débit de $150 \text{ m}^3/\text{h}$

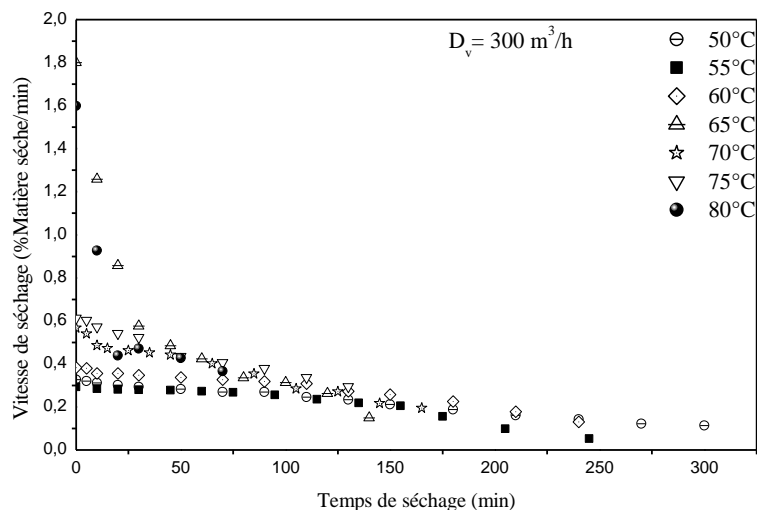


Figure 26 : Evolution de la vitesse de séchage des gousses de sésame en fonction du temps de séchage pour différentes températures à un débit de $300 \text{ m}^3/\text{h}$

Le résultat obtenu montre que, dans le procédé de séchage à air chaud, la température de l'air, a un effet significatif sur le temps de séchage. Lorsque la température de l'air asséchant augmente, la différence entre la température de l'air et celle des produits à sécher augmente. Par conséquent, les températures élevées conduisent à accélérer l'évaporation de l'eau et de minimiser la durée de séchage. En outre, la concentration inter faciale en eau pour les produits séchés s'élève avec l'augmentation de la température. À son tour, cet effet entraîne le transfert de masse plus rapide entre les gousses et l'air de séchage. Nos résultats montrent également que l'humidité relative a une grande influence sur la variation de la vitesse de

séchage en fonction du temps de séchage. Comme on s'y attendait, ce qui diminue l'humidité relative de séchage en accentuent le changement de débit en fonction du temps de séchage.

Nos conditions expérimentales montrent qu'il y a une absence de la phase 0 pour toutes les températures, sauf pour 80 °C. Elles montrant une allure de croissance qui pourrait être due à la nature de notre produit oléagineux et à son interaction avec les températures élevées. Pour un même débit d'air asséchant, la vitesse de séchage augmente quand la température de l'air asséchant croît et par conséquent la teneur en eau des gousses de sésame diminue considérablement. L'absence de la phase 0 dans les produits agroalimentaires en général est due au fait que ces derniers ne sont pas saturés en eau, c'est à dire qu'ils ne contiennent pas d'eau libre (J. J. Bimbenet & al., 1984).

Des résultats similaires ont été trouvés pour d'autres produits par différents auteurs (M. A. Basunia, & T. Abe, 2001, B. H. Hassan, & A. I. Hobani, 2000, P.C. Panchariya, & al., 2002, C. Ho-Hsien, & al., 2005 et S. Janjai, & P. Tung, 2005).

Ensuite, nous pouvons voir à travers les courbes que la variation du débit d'air entrant a une faible influence sur la durée du séchage. Mais, lorsque la température est faible, le débit d'air est le facteur prédominant sur le temps de séchage. Ainsi, à 50°C, la durée de séchage sera plus longue lorsque le débit diminuera. Après avoir vu les résultats biochimiques, nous avons montré que le séchage solaire convectif préserve la qualité des graines dans la plupart des températures étudiées et pour les deux débits. Nous pouvons remarquer aussi sur la figure 37 que la température de séchage n'a aucune influence sur la coloration des graines.

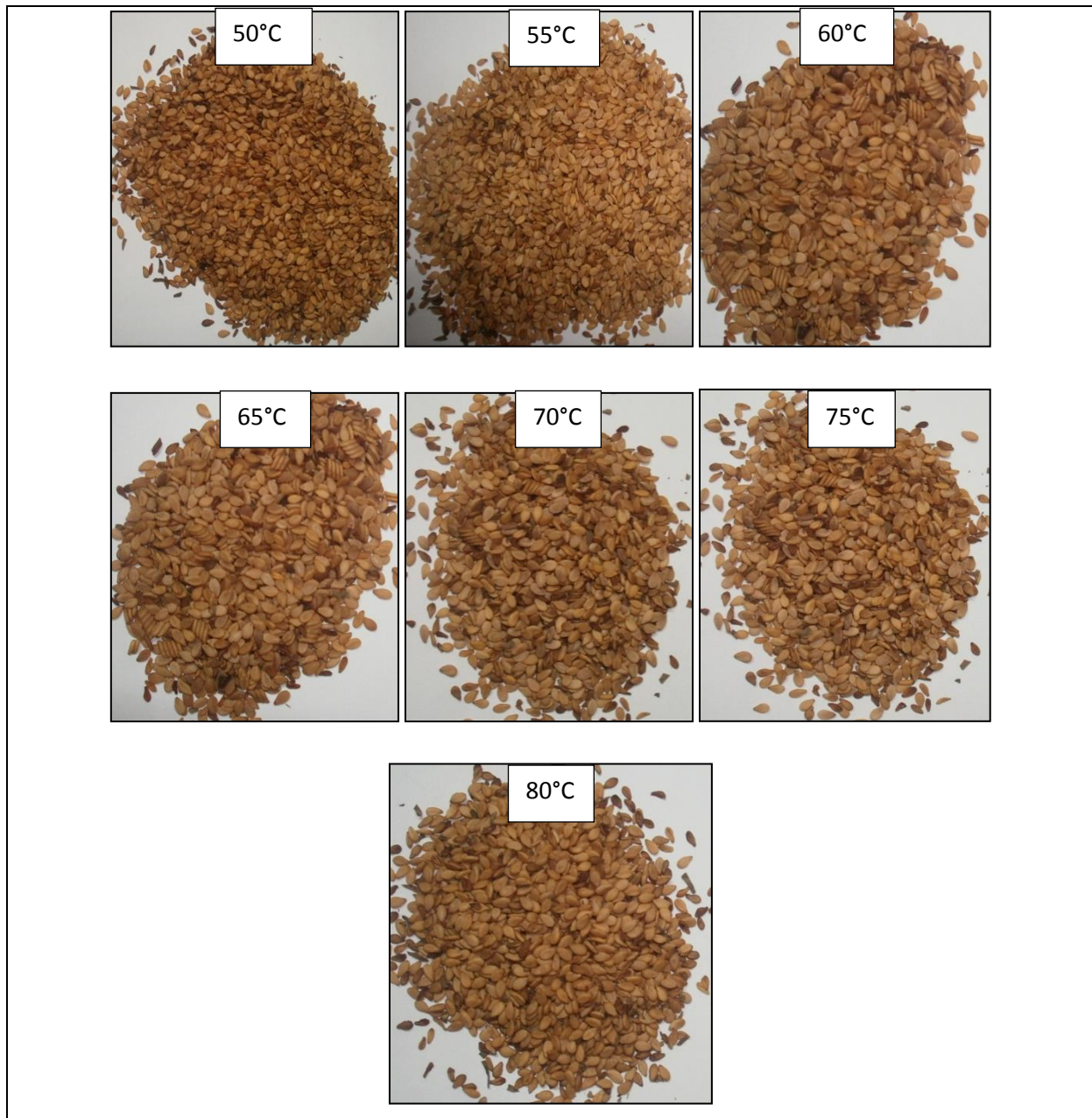


Figure 27: Différents échantillons obtenus à la fin du séchage pour différentes températures

La cinétique de séchage dépend du facteur température essentiellement en ce qui concerne des produits biologiques présentant une grande résistance interne à la migration de l'eau. La modification de la température contrôle l'activité de l'eau du produit et l'évaporation de la chaleur de l'eau liquide qui varie en fonction de la température.

III.3. Courbe caractéristique de séchage des gousses de sésame (CCS)

La figure 28 représente la courbe CCS des gousses de sésame. Les points expérimentaux obtenus pour des conditions différentes de température et d'humidité de l'air asséchant se regroupent correctement sur la courbe CCS. Les valeurs représentent les vitesses de séchage normées (f) en fonction des teneurs en eau réduite (X^*). Cette figure montre un bon

regroupement des points de séchage en dépit des variations des propriétés aérothermiques de l'air.

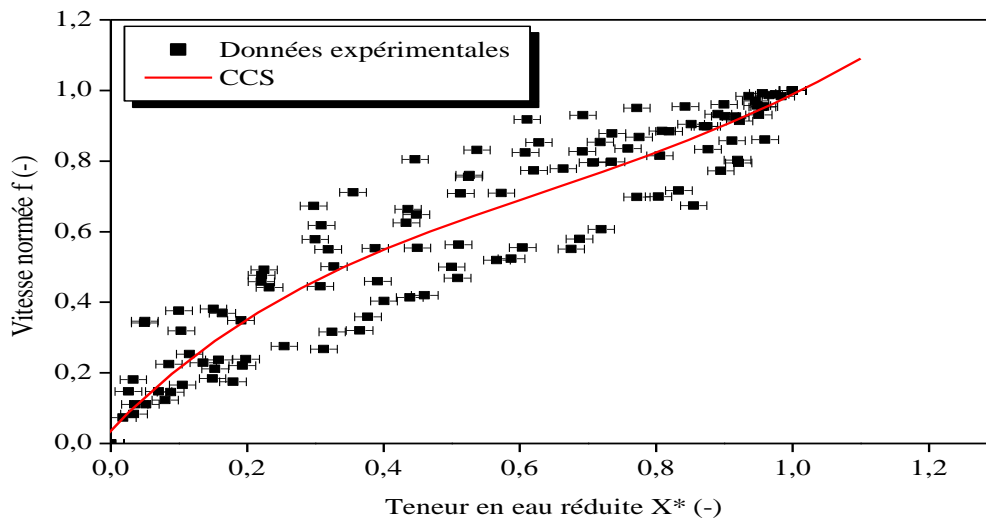


Figure 28 : Courbe caractéristique de séchage (CCS) des gousses de sésame

Le lissage de la courbe caractéristique de séchage des gousses de sésame a permis de déterminer l'équation caractéristique de la vitesse de séchage sous forme d'un polynôme de degré 4 :

$$f = 2,6179 X^* - 5,3616 X^{*2} + 6,0198 X^{*3} - 2,2849 X^{*4}$$

Les critères utilisés pour prévoir la meilleure équation qui décrit la CCS sont le coefficient de corrélation $r=0.9$, l'erreur standard $=0.019$.

Cette courbe a un grand intérêt scientifique. En effet, à partir de deux paramètres, à savoir la teneur en eau initiale et celle d'équilibre, nous pouvons décrire la cinétique du séchage dans n'importe quelle condition de l'air asséchant. Il est très intéressant du point de vue dimensionnement des séchoirs solaires et simulation de séchage de connaître cette équation propre à chaque produit.

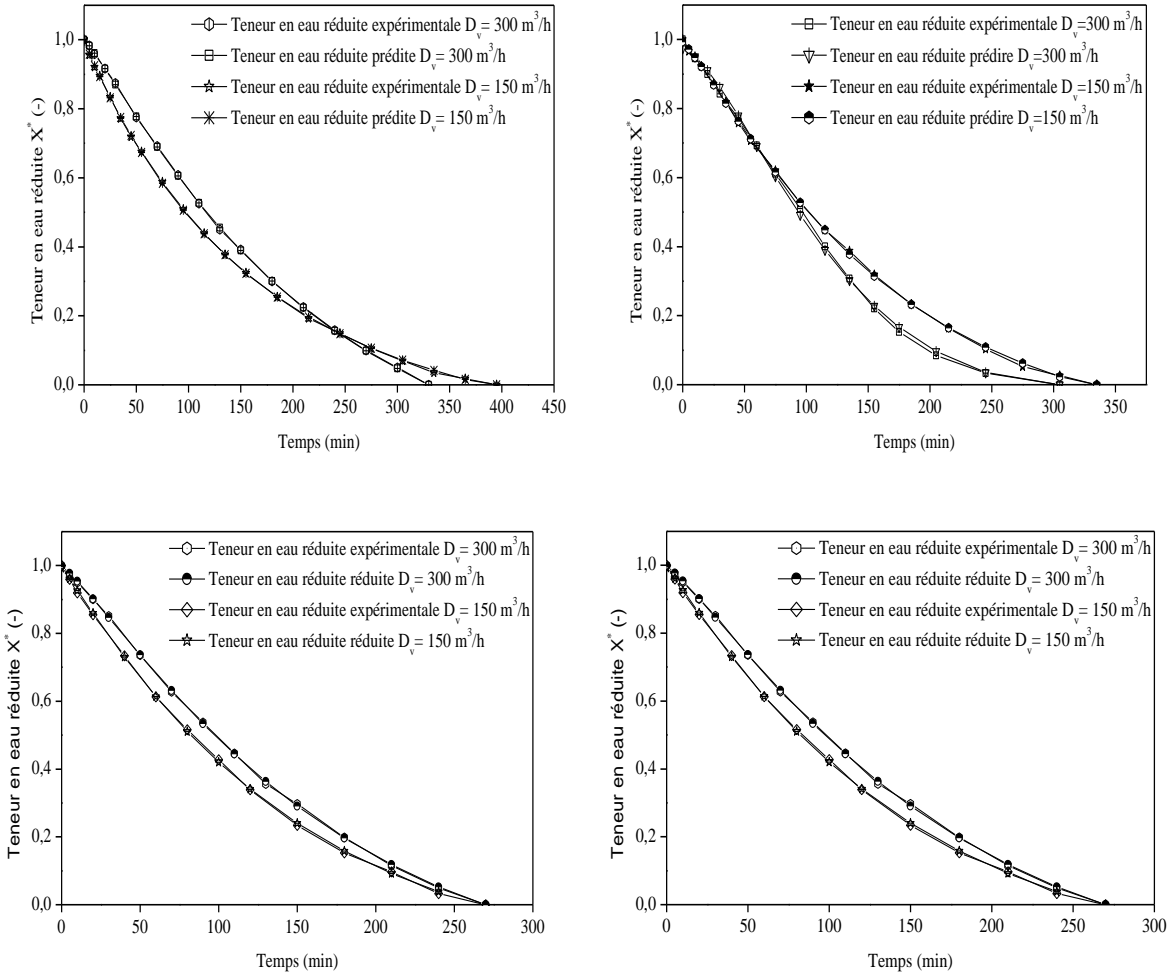
III.4. Modélisation des courbes expérimentales de séchage des gousses de sésame

Une fois que nous avons réalisé ces expériences de séchage des gousses de sésame, il nous faut trouver le modèle qui décrit le mieux la cinétique de séchage du produit étudié. Pour se faire, on trace l'évolution de la teneur en eau réduite X^* (%MS) en fonction du temps de séchage (s). Dans ce travail, on a étudié en détail 4 modèles mathématiques souvent utilisés dans la littérature : Henderson and Pabis, Logarithmique, Newton et Midilli-Kucuk.

Nous avons réalisé quatorze expériences de séchage avec : deux débits différents et sept températures. Pour chaque expérience, nous avons rassemblé sur un même graphique les points expérimentaux et les valeurs prédites par chaque modèle.

Tous les modèles ont donné de bonnes valeurs pour le coefficient de corrélation (r) (plus de 0,98) dans toutes les conditions de séchage, mais les valeurs de r les plus élevées ont été obtenues dans le cas du modèle Midilli-Kucuk. En outre, les valeurs les plus basses du SEM ont été obtenues pour ce modèle. Les valeurs du coefficient de corrélation varient entre 0,9999 et 0,9989. Le modèle Midilli-Kucuk a été trouvé comme étant le meilleur modèle ajusté aux données expérimentales des échantillons. La validité du modèle a également été étudiée par comparaison des valeurs réduites de teneur en eau prédites et expérimentales. Ce modèle présente une meilleure adéquation possible avec les données expérimentales, non seulement en raison de la corrélation, mais aussi en raison de la forme de l'équation du modèle.

La figure 29 montre qu'il existe une excellente relation entre les teneurs en eau réduites expérimentales et celles prédites par le modèle de Midilli-Kucuk.



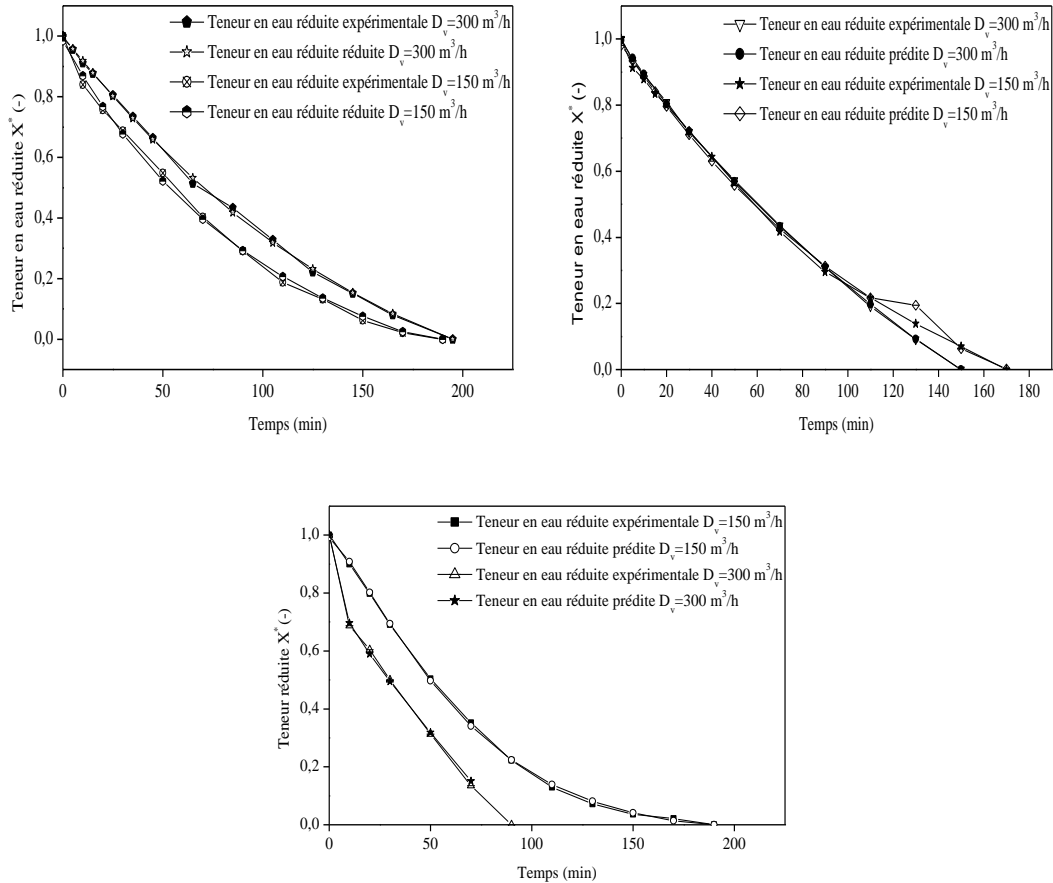


Figure 29 : Evolution de la teneur en eau réduite au cours du séchage à différentes températures et à différents débits d'air. (Températures : 50,55,60,65,70,75,80°C)

Le modèle Midilli-Kucuk montre sa capacité à mieux simuler la variation de la teneur en eau des gousses de sésame. La formule du modèle de Midilli-Kucuk présente 4 coefficients a , k , n et b qui peuvent être calculés en fonction de la température de l'expérience pour un débit donné :

$$X^* = a \exp(-kt^n) + bt$$

Ainsi, nous avons cherché le rapport sous la forme suivante

$$a, k, n, b = a_0 + a_1 \times \theta + a_2 \times \theta^2$$

Le tableau (30) résume les coefficients du meilleur modèle trouvé de séchage Midilli-Kucuk. La précision des différents modèles a été analysée en comparant les coefficients de corrélation (r), l'erreur moyenne relative (EMR) et l'erreur standard de la teneur en eau du produit (EST).

Tableau 30 : Détermination des constantes du modèle Midilli-Kucuk en fonction de la température, et les deux débits (ESH= Erreur systématique moyenne)

Débits 300 m³/h

Modèle	θ	Coefficients	r	ESH
Midilli-Kucuk	50°C	a=0,9948; b=0,0074; c=0,9782; d=-0,0002	0,9999	0,0176
	55°C	a=0,9743; b=-0,0007; c=1,4965; d=-0,0001	0,9993	0,0146
	60°C	a=0,9945; b=-0,0037; c=0,6438; d=-0,0043	0,9998	0,0062
	65°C	a=0,9994; b=0,035; c=0,7916; d=-0,0008	0,9992	0,01
	70°C	a=0,9722; b=0,0001; c=1,7657; d=-0,0014	0,9989	0,0195
	75°C	a=0,9846; b=0,0061; c=0,9742; d=-0,0019	0,9990	0,0176
	80°C	a= 0,9998 ; b=0,1543 ; c=0,2270 ; d=-0,0073	0,9994	0,0158

Débits 150 m³/h

Modèle	θ	Coefficients	r	ESH
Midilli-Kucuk	50°C	a=0,9948 ; b=0,0074; c=0,9782; d=-0.0002	0,9999	0,0034
	55°C	a=0,9935; b=-0,0031; c=1,1475; d=-0,0002	0,9998	0,0060
	60°C	a=0,9920; b=-0,0051; c=1,0845; d=-0,0004	0,9998	0,0064
	65°C	a=0,8553; b=-0,0053; c=3,6430; d=-1,3229	0,9824	0,0533
	70°C	a=0,9949; b=0,0059; c=1,0655; d=-0,001	0,9997	0,0096
	75°C	a=0,9956; b=0,0094; c=0,9377; d=-0,0023	0,9999	0,005
	80°C	a=0,9918; b=0,0045; c=1,2799 ; d=-0,0001	0,9997	0,0088

Les caractéristiques de la maturation des gousses de sésame ont été étudiées lors du séchage avec trois méthodes différentes à savoir : le séchage non contrôlé à l'air libre, l'étuvage et le séchage solaire convectif contrôlés. Ce dernier, d'après nos résultats, a montré qu'il constitue la méthode alternative du séchage conventionnel pour avoir un rendement et une qualité importants des graines de sésame. En outre, des conditions de séchage plus hygiéniques et homogènes sont obtenues en raison du tourbillon de l'air de séchage qui donne pour les produits finaux avec une couleur attrayante et des qualités uniformes et élevées pour les graines de sésame facilitant le battage des gousses de sésame, le maintien d'un bon rapport coût-efficacité et l'amélioration de production. Selon nos résultats, parmi les quatre modèles de séchage solaire convectif, le modèle de Midilli-Kucuk s'avère comme le meilleur modèle décrivant la cinétique de séchage selon le R² le plus élevé et le ESM le plus faible. Enfin, le séchage solaire pourrait être d'un grand usage en préservant la qualité des produits destinés à la conservation à faible coût.

L'influence des paramètres aérothermiques (température et débit d'air asséchant) sur l'allure de séchage a été étudiée et a permis de déterminer que l'influence du débit d'air asséchant sur la vitesse de séchage est moins importante par rapport à celle de la température.

La courbe caractéristique de séchage des gousses de sésame donne des informations précieuses pour la prédiction du profil de séchage pour d'autres conditions expérimentales que celles dans lesquelles ont été réalisés nos essais.

Les gousses de sésame doivent être séchées à des températures qui varient entre 60 et 70°C afin de préserver la qualité nutritionnelle et organoleptique de produit.

Chapitre IV : Isothermes de sorption et modélisation

IV.1. Etude hygroscopique

L'équilibre hygroscopique des graines de sésame est atteint au bout de dix jours pour la désorption et onze jours pour l'adsorption.

Nous obtenons trois isothermes de désorption et trois isothermes d'adsorption avec 3 températures (30,40 et 50°C). Celles-ci ont une allure sigmoïdale de type II. Elles correspondent à l'adsorption multicouches. C'est le cas le plus fréquent. Comme les isothermes présentées communément par les produits agroalimentaires, les plantes aromatiques et médicinales et les graines oléagineuses. Ces résultats sont similaires à ceux trouvés par Kouhaila et *al.*, 2001b. Pour des températures élevées, l'état d'excitation des molécules est plus élevé, entraînant une diminution des forces d'attraction des molécules d'eau entre elles. Pour des températures constantes, l'activité de l'eau a_w augmente avec la teneur en eau d'équilibre X_{eq} . Les courbes expérimentales obtenues (figure 30) montrent que pour une même activité de l'eau (soit une même humidité), la teneur en eau d'équilibre augmente quand la température diminue.

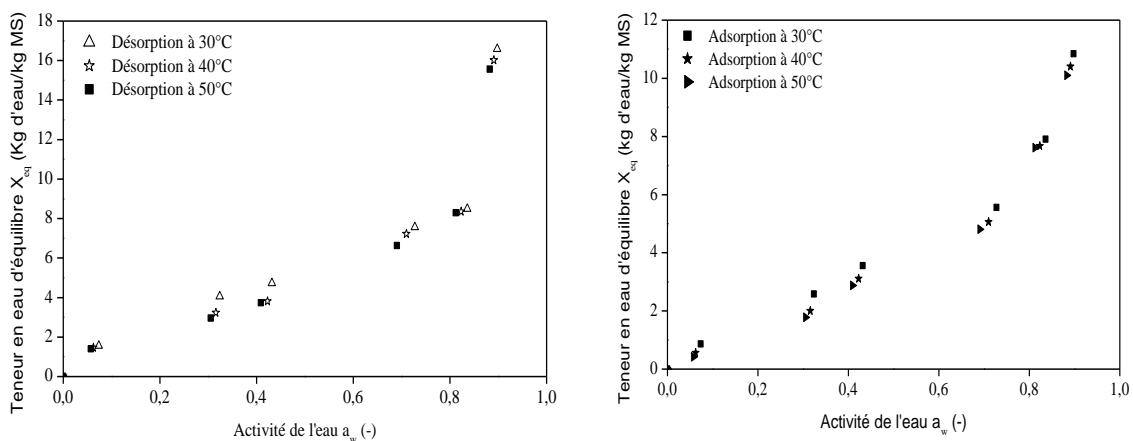


Figure 30 : Isothermes de désorption et d'adsorption pour les graines de sésame

Les courbes suivantes (figure 31) montrent respectivement les résultats expérimentaux obtenus pour l'adsorption et la désorption des graines de sésame pour les températures 30, 40 et 50°C. La courbe d'adsorption ne se superpose pas avec celle de désorption, mettant en évidence un phénomène d'hystérésis. L'isotherme de l'humidification (adsorption) est inférieure à celle de la déshydratation (désorption). Pour une même humidité relative constante, la teneur en eau de désorption est supérieure à celle de l'adsorption. Ici, cette différence s'accroît lorsque l'humidité relative augmente. Cette caractéristique est plus ou moins visible chez toutes les plantes aromatiques et médicinales et même oléagineuses.

Différentes hypothèses sont émises dans la littérature pour expliquer ce phénomène d'hystérésis (Aregba, 2001, Ertekin & Sultanoglu, 2001, M.D. Hossain & al., 2001, et Kouhila, & al., 2001). Selon R. Al hodali 1997, l'hystérésis de corps susceptibles de gonfler est due au fait que les déformations de ces corps lors de leur gonflement et de leur déshydratation ne se déroulent pas de manière élastique. En effet, même en diminuant ou en éliminant les forces de déformation en action, l'état de déformation de ces corps se maintient partiellement. Il en résulte des tensions diminuées, une pression de gonflement réduite et une capacité de sorption plus importante lors de la désorption. Lors d'une déshydratation importante ou totale, des modifications structurelles irréversibles peuvent apparaître.

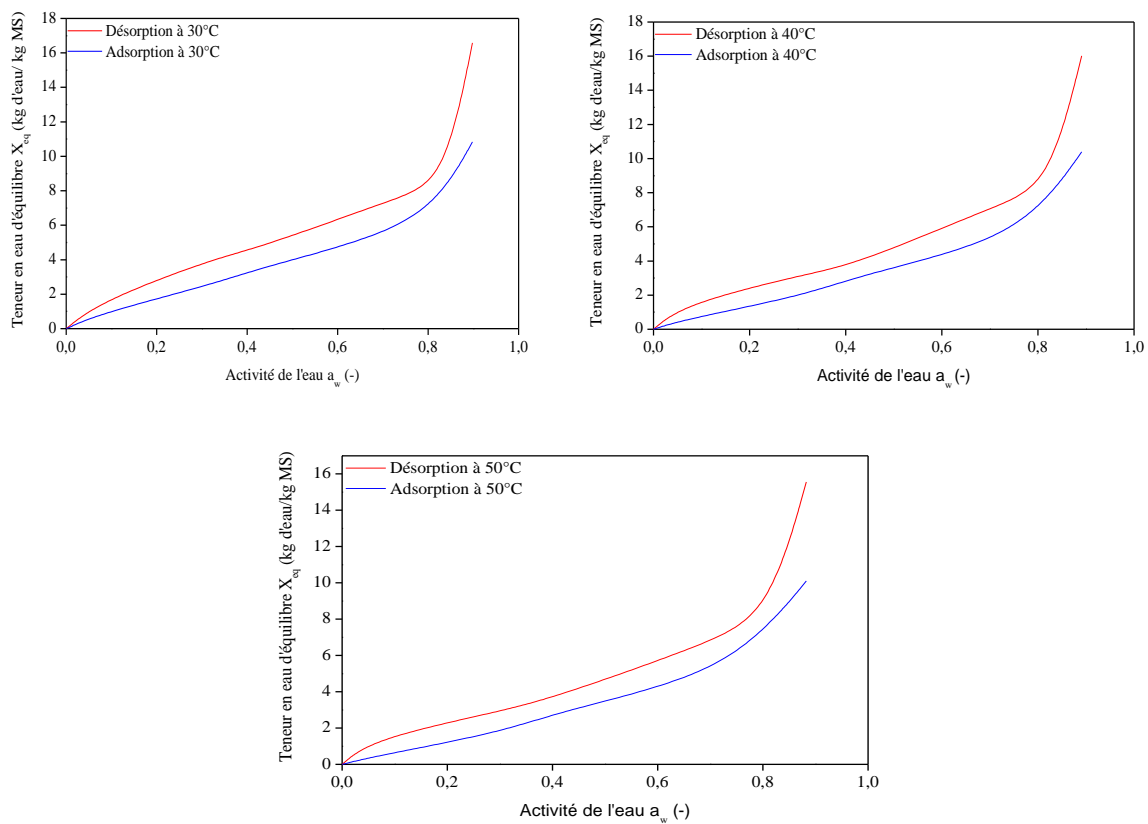


Figure 31 : Phénomène d'hystérésis observable sur les isothermes de sorption des graines de sésame à trois températures (30, 40, 50°C).

L'une des hypothèses émise pour expliquer le phénomène d'hystérésis est une analogie avec une éponge. En effet, lorsqu'on essaye de mouiller en totalité une éponge, il est nécessaire de l'écraser pour vider les pores de l'air qu'elles emprisonnent. Il en est ainsi chez les graines de sésame. Lorsque les pores ne contiennent plus d'eau, l'adsorption ne permet pas de récupérer la totalité de l'eau initiale (car celle-ci emprisonne de l'air dans les pores).

IV.2. Modélisation des isothermes de sorption

IV.2.1 Modèles de description des isothermes de sorption

Plusieurs modèles mathématiques, relations empiriques reposant sur des bases plus ou moins physiques, décrivent la relation entre la teneur en eau d'équilibre, l'humidité relative d'équilibre et la température. Nous avons étudié quatre modèles différents trouvés dans la littérature : Enderbay, GAB, Peleg et LESPAM. Le but est de déterminer le ou les modèles les plus adéquats pour la description des isothermes de sorption de notre produit.

Les modèles sont comparés en se basant sur le coefficient de corrélation (r), l'erreur moyenne relative (EMR), l'erreur standard de la teneur en eau du produit (EST) et le résidu de sorption ei donnés par le logiciel Curve Expert 1.3

Une simple analyse des 4 modèles mathématiques montre que le modèle de Guggenheim, Anderson et De Boer (GAB) optimise le lissage des points expérimentaux (Tableau 31). C'est donc l'équation de GAB que nous utiliserons pour modéliser les isothermes de sorption des graines de sésame. Ce modèle repose sur une théorie de l'adsorption multimoléculaire localisée homogène. L'équation exprimant le modèle de GAB est donnée par :

$$X_{eq} = \frac{ABCa_w}{(1 - Ba_w)(1 - Ba_w + BCa_w)} \quad \text{Avec} \quad B = B_0 \exp\left(\frac{h_1}{RT}\right)$$

$$C = C_0 \exp\left(\frac{h_2}{RT}\right)$$

Tableau 31 : Coefficients des différents modèles issus des isothermes de sorption (ESH : Erreur systématique moyenne)

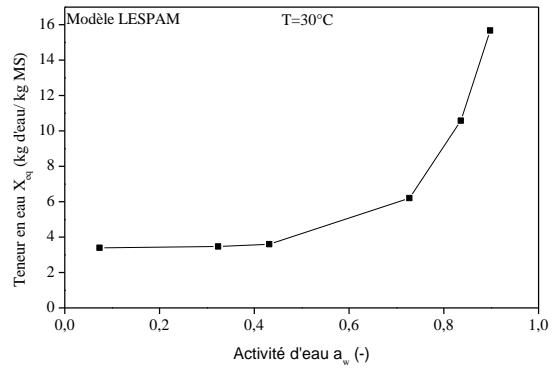
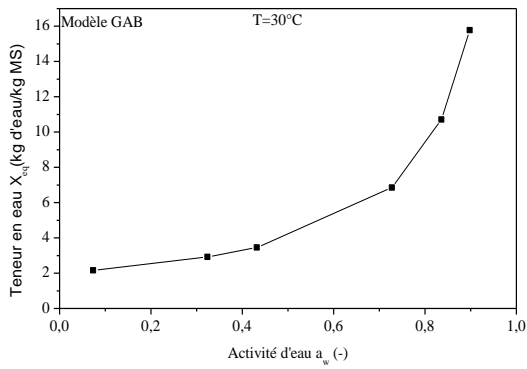
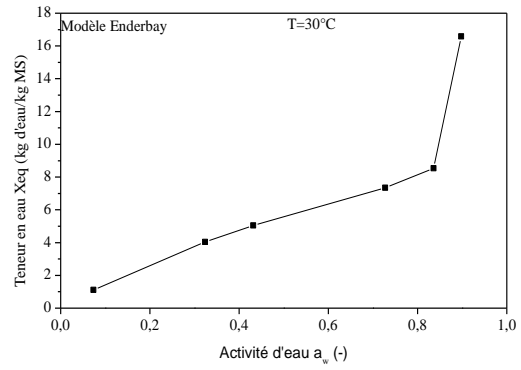
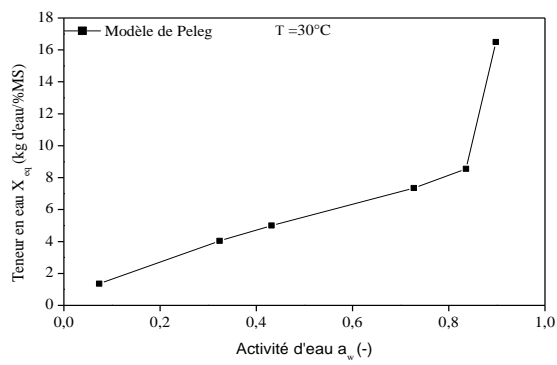
	LESPAM	PELEG	GAB	ENDERBY
A	0,0135	1,8604	6,6908	0,8472
B	386,3150	0,9945	16,1586	0,9949
C	2,6260	73,8920	0,8006	12,2154
D			11,4528	-2,1739
r	0,9759	0,9881	0,9997	0,9994
ESH	1,4434	1,0153	0,1413	0,1935

Les isothermes d'adsorption et de désorption du sésame mesurées et calculées pour les quatre modèles et pour les différentes températures (30, 40, 50°C) sont présentées respectivement dans les figures (32 et 33). Ces isothermes sont en accord avec l'analyse des valeurs r, et ESH.

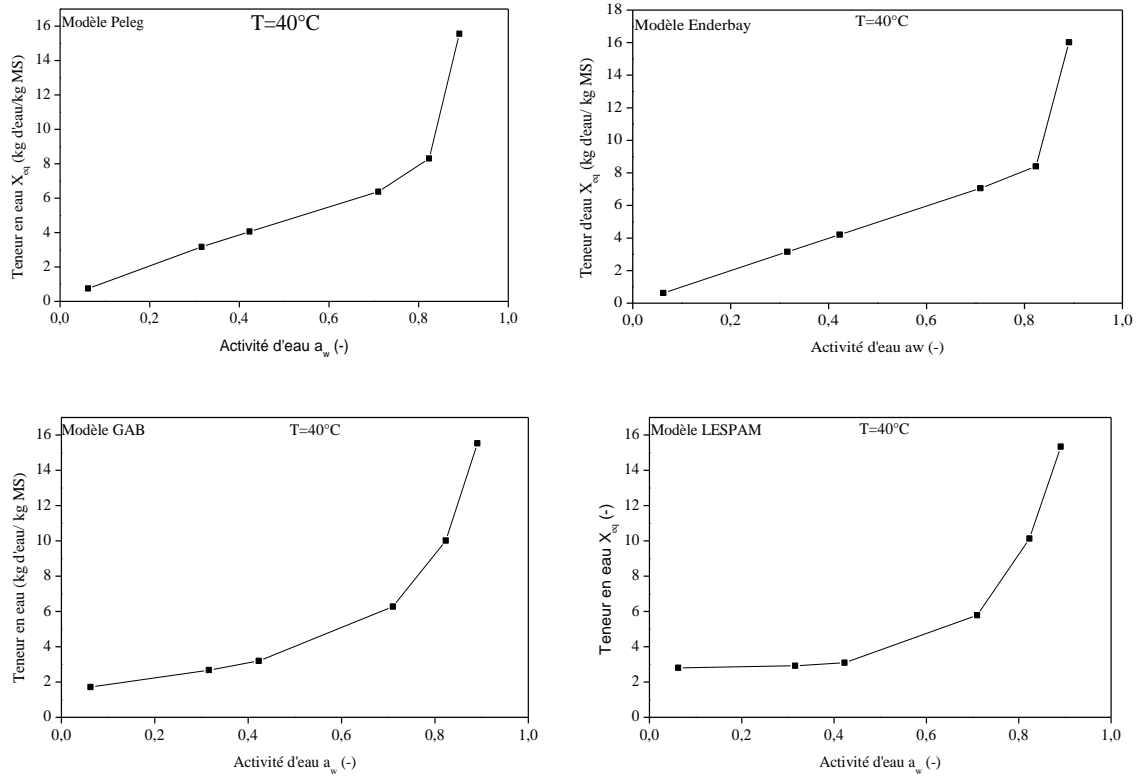
Les paramètres représentent les valeurs moyennes de la chaleur de désorption ou d'adsorption de l'eau dans la graine de sésame. Les valeurs positives sont dues à l'interaction

exothermique de la vapeur d'eau avec les sites primaires de désorption ou d'adsorption dans le sésame. Les valeurs négatives correspondent à la chaleur de désorption ou d'adsorption de la multicouche.

(a) A 30°C



(b) A 40°C



(c) à 50°C

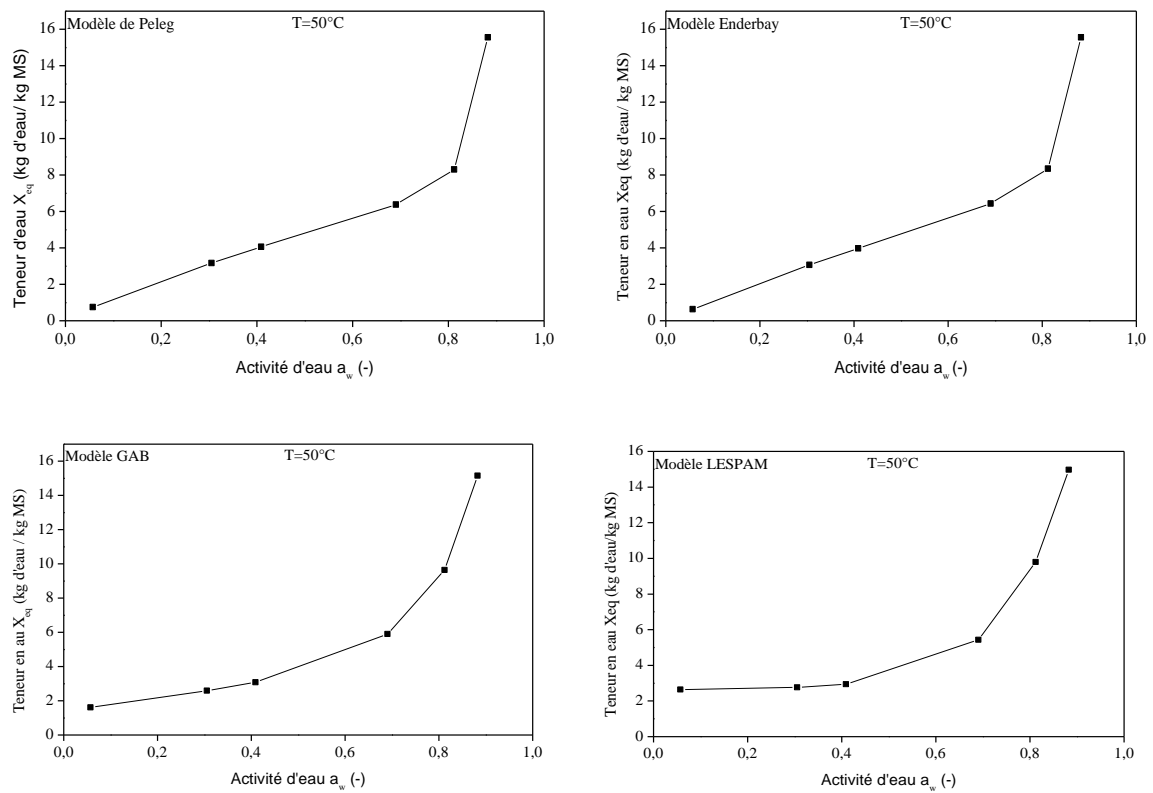


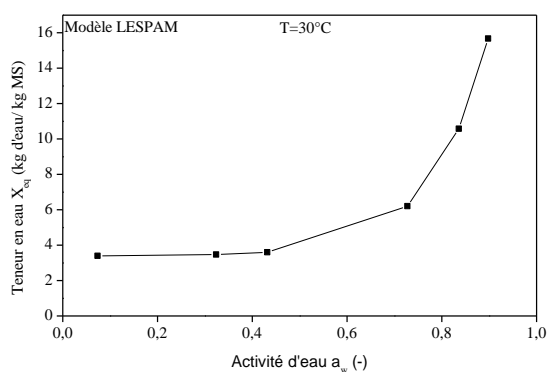
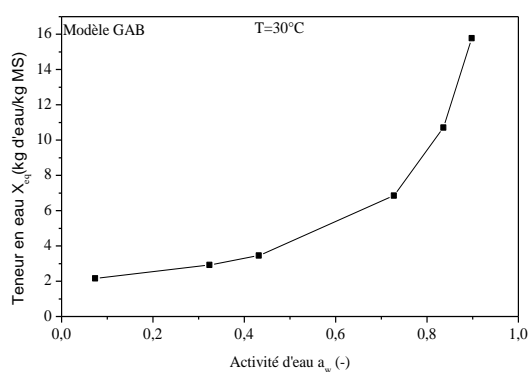
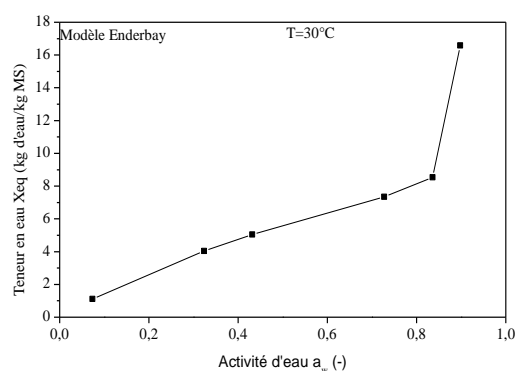
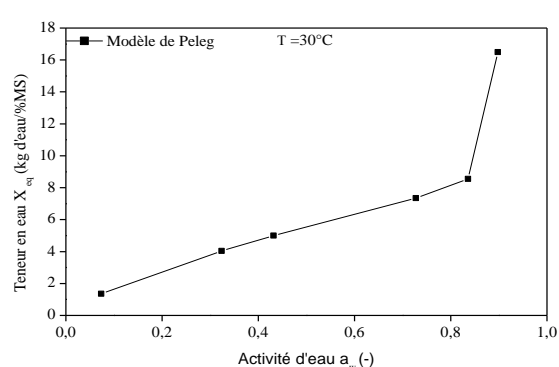
Figure 32 : Ensemble des quatre modèles pour chaque température lors de la désorption ; (a) : à 30°C, (b) à 40°C, (c) à 50°C

Le tableau suivant (Tableau 32) regroupe les valeurs des paramètres statistiques des quatre modèles sélectionnés à savoir les coefficients de corrélation des modèles utilisés pour le Lissage des isothermes de désorption des graines de sésame :

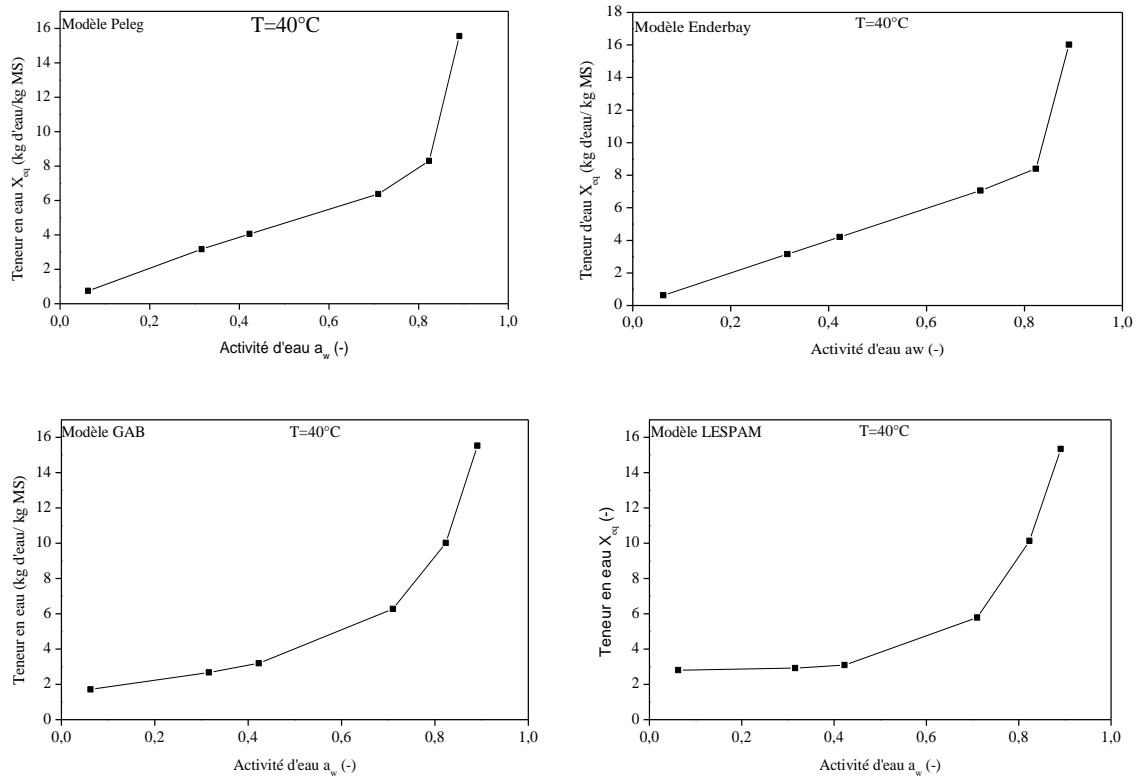
Tableau 32 : Coefficients des différents modèles pour les 3 températures étudiées pour les isothermes de désorption

Modèle	T (°C)	Coefficients
Peleg	30	a=9,2853; b=677,53; c=0,7373 ; d=41, 35
	40	a=9,5303; b=541,61; c=0,9223 ; d=37,1350
	50	a=8,7410; b=167,2603; c=0,8578; d=24,5789
Enderbay	30	a=0,0812; b=-1,1041; c=15,89 ; d=-0,8797
	40	a=0,0409; b=1,1168; c=10,0450 ; d=-0,0450
	50	a=0,2313; b=1,1066; c=11,0869 ; d=-0,4749
GAB	30	a=2,0074; b=0,9718; c=1,2373
	40	a=1,8948; b=0,9855; c=83,9399
	50	a=1,8604; b=0,9945; c=73,8920
LESPAM	30	a=0,0051; b=259,52; c=3,3880
	40	a=0,0108; b=316,61; c=2,7895
	50	a=0,0135; b=386,315; c=2,6260

(a) à 30°C



(b) à 40°C



(c) à 50°C

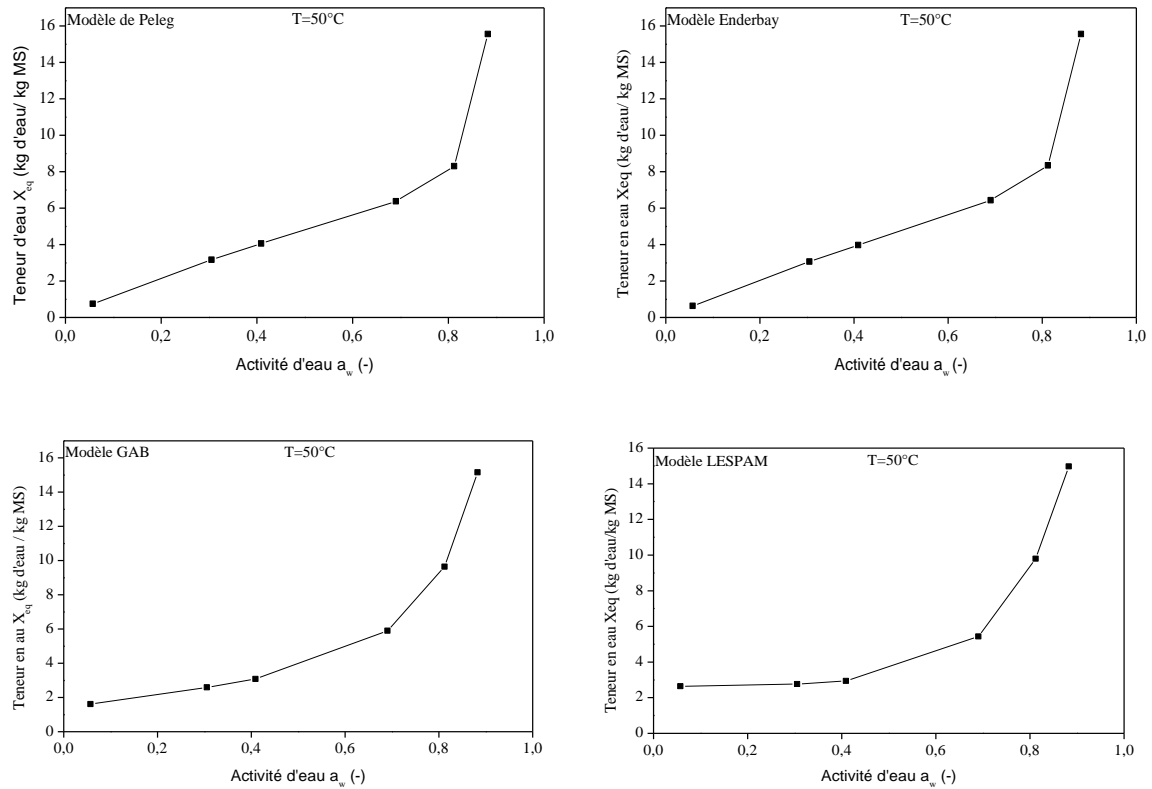


Figure 33: Ensemble des quatre modèles pour chaque température (30, 40 et 50°C) lors de l'adsorption ; (a) à 30°C, (b) à 40°C et (c) à 50°C

Tableau 33 : Coefficients des différents modèles pour les 3 trois températures étudiées pour les isothermes d'adsorption

Modèle	T (°C)	Coefficients
Peleg	30	a=6,6908; b=16,1586; c=0,8006 ; d=11,4528
	40	a=6,1685; b=13,6258; c=0,8914 ; d=8,9280
	50	a=5,9948; b=12,5382; c=0,9362; d=7,6447
Enderbay	30	a=0,8472; b=0,9949; c=12,2154; d=-2,1739
	40	a=1,2434; b=0,9611; c=8,4100 ; d=-1,9745
	50	a=1,5879; b=0,9344; c=6,7330 ; d=-1,9789
GAB	30	a=2,0574; b=0,9022; c=14,0123
	40	a=1,9692; b=0,9149; c=8,1672
	50	a=2,0774; b=0,9109; c=5,4049
LESPAM	30	a=0,2906; b=115,2721; c=1,2076
	40	a=0,9474; b=148,0073; c=0,6807
	50	a=0,4571; b=172,1591; c=0,3184

Ce tableau (33) regroupe les valeurs des paramètres statistiques des 4 modèles sélectionnés à savoir les coefficients de corrélation, des modèles utilisés pour le lissage des isothermes d'adsorption des graines de sésame.

IV.2.2 Conditions optimales de stockage

L'étude des isothermes de sorption nous permet de connaître l'humidité relative optimale d'équilibre pour la conservation d'un produit ainsi que la teneur en eau d'équilibre à atteindre en fin de séchage. L'ensemble des points expérimentaux sont rassemblés sur un même graphique (Figure 34), on peut alors modéliser l'isotherme de sorption par une fonction du 3^{ème} degré. Une partie proche de l'horizontalité correspond à la zone de meilleure stabilité du produit.

On cherche le point d'inflexion sur la partie horizontale de la courbe modélisée des isothermes de sorption pour déterminer les conditions optimales de séchage. A cet endroit, une faible variation de l'humidité relative donnera lieu à une variation de la teneur en eau infime.

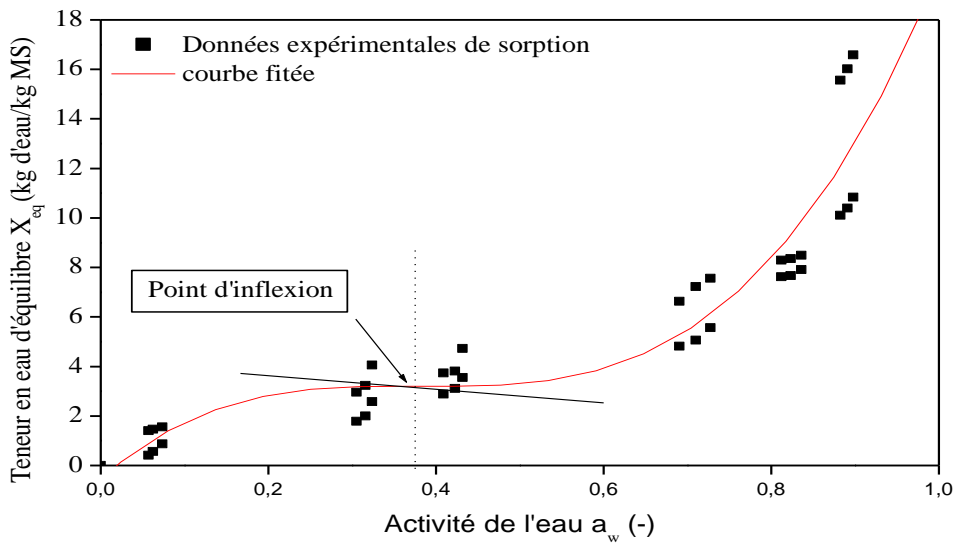


Figure 34 : Analyse des courbes de sorption selon un modèle de polynôme au 3^{ème} degré

Equation modèle des isothermes de sorption des graines de sésame :

$$X_{eq} = -0,5331 + 29,9749 a_w - 79,7212 a_w^2 + 70,1936 a_w^3$$

Cette courbe nous donne une importante indication sur les graines de sésame :

- l'humidité relative optimale d'équilibre (il faut se situer près de cette valeur d'humidité relative pour conserver le produit sans détérioration)

$$a_w^{optimale} \cong 0,3785$$

IV.2.3 Propriétés thermodynamiques

L'exploitation des isothermes de sorption nous permet de déterminer certaines propriétés thermodynamiques du produit à savoir la chaleur iso stérique ou enthalpie différentielle de sorption, l'entropie différentielle de sorption et la température iso cinétique.

IV.2.3.1 Chaleur isostérique

D'une manière générale, la vaporisation d'une molécule d'eau nécessite une chaleur égale à la somme de la chaleur latente (L_{vap}) et de la chaleur iso stérique de sorption.

Les chaleurs iso stériques sont calculées à partir des iso-stères de sorption, c'est à dire la courbe donnant $\ln(a_w)$ en fonction de $1/T$ à une teneur en eau constante selon l'équation :

$$\frac{\partial \ln(a_w)}{\partial \left(\frac{1}{T}\right)} = -\frac{q_{st}}{R}$$

a_w : Activité de l'eau (-)

T : Température

R : Constante des gaz parfait ($8.314 \text{ J.mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

q_{st} : Chaleur isostérique (J.mol^{-1})

Cette chaleur iso stérique pour le cas des graines de sésame est calculée à partir des iso stères de désorption et d'adsorption (figure 35).

Cette relation nécessite de connaître les isothermes à différentes températures afin de calculer la variation logarithmique de l'humidité en fonction de l'inverse de la température pour une teneur en eau d'équilibre fixée (Cette approche affirme l'indépendance entre chaleur isostérique et température).

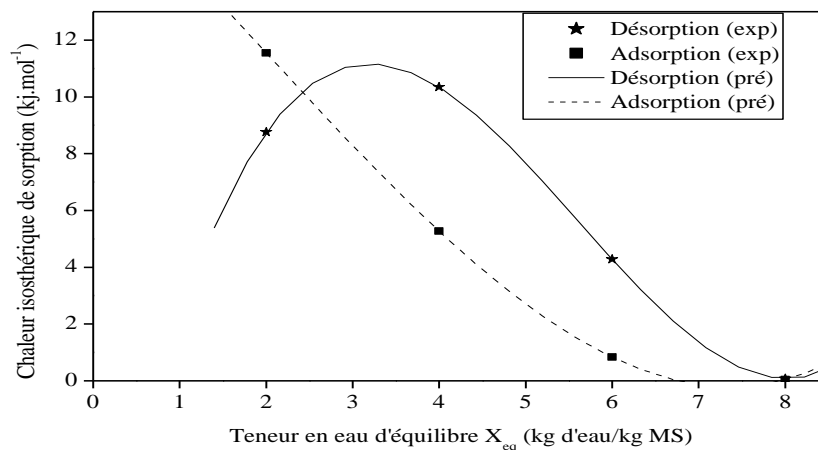


Figure 35 : Chaleur isostérique de sorption en fonction de la teneur en eau d'équilibre pour les gousses de sésame

Cette courbe montre que la chaleur iso stérique est plus importante pour les faibles valeurs de la teneur en eau, ce qui illustre la forte liaison de l'eau avec le substrat, et elle devient négligeable devant la chaleur latente pour les humidités élevées. L'énergie nécessaire à la désorption est supérieure à celle de l'adsorption. A des teneurs en eau faibles, il faudra donc fournir moins d'énergie aux graines de sésame pour adsorber de l'eau que pour le perdre.

Selon Tsami (1991), la diminution rapide de la chaleur iso stérique pour les faibles teneurs en eau du produit est due à l'existence des sites polaires de grande activité dans le produit qui sont couverts de molécules d'eau formant la monocouche moléculaire.

D'autres auteurs (Boki & al., 1990, Salgado & al., 1994) ont expliqué ce phénomène par le fait que dans un domaine très restreint d'humidité, quand la teneur en eau augmente, certains produits gonflent et favorisent l'ouverture de nouveaux sites d'adsorption de fortes liaisons, ce qui augmente la chaleur iso stérique.

Les chaleurs iso stériques nettes de désorption et d'adsorption de l'eau des graines de sésame ont été corrélées avec la teneur en eau d'équilibre du produit par les relations empiriques suivantes :

$$\Delta H_d(\text{désorption}) = -9,9338 + 15,21215X_{eq} - 3,32645X_{eq}^2 + 0,19766X_{eq}^3$$

Avec $r=1$

$$\Delta H_a (\text{Adsorption}) = -17,8768 - 2,87663X_{eq} - 0,21882X_{eq}^2 + 0,03747X_{eq}^3$$

Avec $r=1$.

IV.2.3.2 Entropie différentielle de sorption

Cette grandeur mesure le degré de désordre du produit au niveau microscopique. En effet, plus l'entropie est élevée, plus les éléments sont désordonnés.

Lorsque la vapeur d'eau est adsorbée sur une surface, une quantité de chaleur (la chaleur d'adsorption) est libérée. De même, quand la vapeur d'eau adsorbée est désorbée, une quantité de chaleur est absorbée (la chaleur de désorption). Elle correspond à l'énergie qui doit être ajoutée au gaz adsorbé pour rompre la force intermoléculaire. Les chaleurs de désorption et d'adsorption indiquent l'énergie de liaison ou la force intermoléculaire entre les molécules de vapeur d'eau et la surface de l'adsorbant (produit humide).

L'allure de l'évolution de l'entropie de désorption en fonction de la teneur en eau d'équilibre du sésame est représentée. Elle montre une forte dépendance de la teneur en eau particulièrement pour celles faibles.

L'entropie différentielle de sorption nette a été corrélée avec la teneur en eau d'équilibre du produit par les relations empiriques suivantes :

$$\Delta S_d = -65,078 + 60,07625X_{eq} - 12,20737X_{eq}^2 + 0,71062X_{eq}^3 \quad \text{Avec } r=1$$

$$\Delta S_a = 37,4208 - 3,49775X_{eq} - 1,30252X_{eq}^2 + 0,14162X_{eq}^3 \quad \text{Avec } r=1$$

Cette entropie est calculée pour la désorption et l'adsorption (Figure 36)

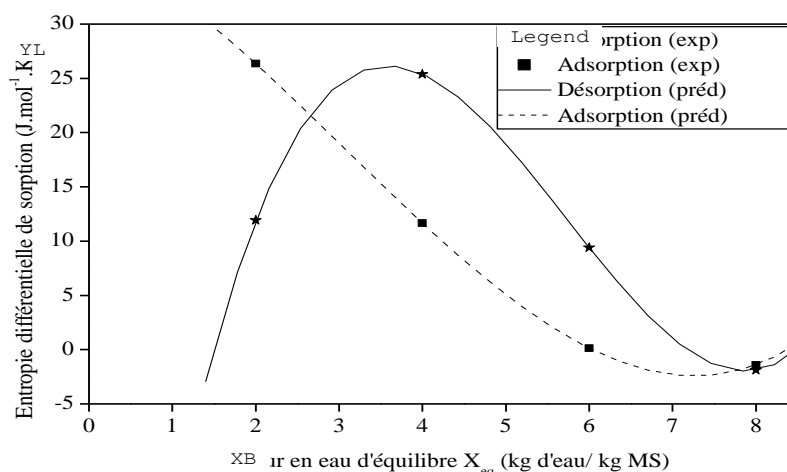


Figure 36 : Entropie différentielle de sorption en fonction de la teneur en eau d'équilibre pour les gousses de sésame

IV.2.3.3 Théorie de compensation

Le processus de compensation enthalpie-entropie manifeste thermodynamiquement la structuration-déstructuration de l'eau. La connaissance du changement de la chaleur isostérique, et donc aussi du changement d'entropie différentielle, calculée à partir de l'équation de Gibbs-Helmholtz est intéressante, car elle offre un niveau d'information supplémentaire pour caractériser l'association de deux molécules.

La théorie de compensation présente la relation qui lie la chaleur isostérique à l'entropie différentielle de sorption, elle présente la théorie de compensation enthalpie-entropie. Elle permet de comprendre la structure de l'eau dans le produit étudié.

Ayant déterminé la chaleur isostérique et l'entropie de sorption pour différents teneurs en eau d'équilibre, il nous suffit alors de trouver la relation linéaire qui les lie. La figure 37 met en évidence cette théorie de compensation pour les graines de sésame.

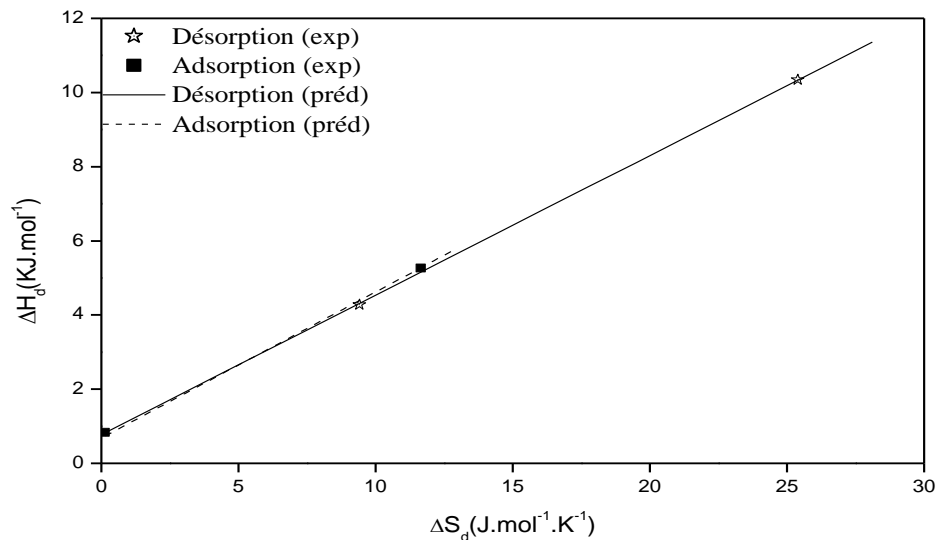


Figure 37 : Théorie de compensation enthalpie/entropie

Les valeurs obtenues expérimentalement pour des graines de sésame sont :

$T\beta = 376K$	(désorption)
$T\beta = 394K$	(adsorption)
$\Delta G\beta = 770,88J /mol$	(désorption)
$\Delta G\beta = 684,6J /mol$	(adsorption)

La courbe de la compensation entre l'enthalpie et l'entropie montre que la partie linéaire se corrèle bien pour la sorption d'eau de sésame que l'adsorption et la désorption de l'eau sont irréversibles et que tous les deux sont des mécanismes d'entraînement enthalpiques.

La température isocinétique est la température à laquelle toutes les réactions procèdent au même taux. L'énergie libre de Gibbs nous donne une information sur le processus de sorption (celui-ci est spontané si $\Delta G\beta < 0$). Dans le cas des graines de sésame, la sorption n'est pas spontanée. On peut calculer la température harmonique moyenne des expériences :

$$T_{hm} = \frac{n}{\sum_{k=1}^n \frac{1}{T}}$$

Ici, n=3 et T=30, 40 et 50°C (soit 303, 313 et 323K)
D'où, T_{hm}=313K.

Nous avons $T_{hm} < T_{\beta}$, donc c'est le type de liaison qui influe sur la surface typique du produit.

Les isothermes de sorption, appelées souvent courbes de sorption, traduisent l'hygroscopicité des produits déterminés par les relations physiques et physico-chimiques existant entre l'eau et les autres constituants. Les courbes de sorption expérimentales des graines de sésame (*Sésamum indicum* .L) ont été déterminées par la méthode gravimétrique statique pour trois températures (30, 40 et 50°C).

Elles ont permis de déterminer les seuils de température maximale et les teneurs en eau finales ($a_w = 0,3785$) qui servent à optimiser les conditions de séchage des graines de sésame de manière à assurer sa stabilité physico-chimique et microbiologique durant le stockage.

Les résultats expérimentaux montrent que les isothermes d'adsorption et de désorption des graines de sésame présentent toutes le phénomène d'hystérésis et qu'elles ont une allure sigmoïdale qui caractérise tous les produits végétaux (Multon, 1980). Ces courbes de sorption sont ajustées par quatre modèles statistiques. L'analyse des paramètres statistiques r, EMR et EST montre que le modèle de GAB est le meilleur pour décrire l'ensemble des isothermes de sorption du sésame.

La détermination des coefficients de GAB, nous a permis de déterminer les chaleurs iso stériques nettes de désorption et d'adsorption qui décrivent l'interaction eau - produit de la multicouche. Les chaleurs iso stériques nettes de ces produits déterminés sont exprimées et corrélées avec satisfaction en fonction de la teneur en eau d'équilibre.

L'étude thermodynamique ou la détermination des courbes de sorption constitue une étape préliminaire pour étudier la cinétique de séchage et par la suite la conservation d'un produit.

Chapitre V : Le suivi de la conservation des graines de sésame par différentes méthodes

V.1. Effets des différentes méthodes de conservation sur la qualité biochimique des graines et des huiles du sésame

V.1.1 Effets de la conservation sur les graines de sésame

La conservation des aliments vise à préserver leur comestibilité et leurs propriétés gustatives et nutritives. Elle permet notamment d'empêcher la croissance de microorganismes et de retarder l'oxydation des graisses qui provoque le rancissement (Cheftel et *al.*, 1992). Les méthodes courantes de conservation reposent principalement sur un transfert d'énergie ou de masse qui ont pour objectif d'allonger la durée de vie des produits alimentaires (pasteurisation et stérilisation, séchage, déshydratation osmotique, réfrigération et congélation) ou de les transformer par le jeu de réactions biochimiques ou de changement d'état (cuisson, ...) (Rouquérol et *al.*, 2001).

Le tableau 34 montre l'évolution de l'activité antioxydante des graines de sésame traitées et conservées par différentes méthodes. L'activité antioxydante (DPPH) initiale du témoin est de 60,77%. Une altération de l'activité antioxydante est observée avec 50,8% au cours de la conservation après 8 mois. Le traitement par stérilisation et pasteurisation a influencé négativement le pouvoir antioxydant avec des valeurs de 56 et 57,95% respectivement. Les valeurs les plus intéressantes de l'activité AA (DPPH) sont obtenues sur le sésame séché à 60°C, le sésame lyophilisé et irradié (avec différentes doses de rayons gamma), avec des valeurs variant entre 64,09 % \pm 0,9 et 66,97 \pm 0,76. Ces traitements ont permis en plus de stabiliser le pouvoir antioxydant durant les 8 mois de stockage. Le témoin présente l'échantillon du sésame qui n'a pas subi aucun traitement.

L'analyse des molécules bioactives au cours de la conservation laisse montrer une diminution importante pour les polyphénols et les flavonoïdes pour le témoin avec un pourcentage de 25%. Les tableaux 34 et 35 illustrant la forte altération des graines de sésame non traitées. Cette diminution diffère d'une méthode de conservation à une autre. Mais avec le prolongement du temps de conservation, les teneurs en polyphénols et les flavonoïdes commencent à diminuer pour la plupart des traitements utilisés sauf pour le sésame irradié où ces teneurs ont resté stables pour les 2 paramètres, proposant l'irradiation comme une méthode alternative et choix pour la conservation des graines de sésame.

Tableau 34 : Effet des traitements de conservation des graines de sésame sur l'activité antioxydante (DPPH)

Activité antioxydante %					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Technique de conservation					
Témoin	60,77±1,02	60,65±0,55	58,66±0,9	52,54±0,66	50,8±0,45
Lyophilisation	64,2±1,15	64,07±0,87	64,05±0,87	63,2±0,57	63,15±0,86
Réfrigération	60,12±0,99	60,11±1,06	59,89±0,43	59,66±0,49	58,15±0,33
Congélation	60,22±0,99	60,32±1,22	60,12±0,97	59,53±0,71	59,16±0,67
Pasteurisation	59,75±0,87	59,14±0,9	58,66±0,43	58,09±0,8	57,95±0,9
Stérilisation	57±1,13	56,16±0,67	56,09±0,89	56,04±0,65	56±0,44
Infra-rouge	60,01±0,98	60,09±0,66	60,07±0,7	59,98±0,6	59,16±0,7
Séchage à 50°C	56±0,76	55,97±0,15	55,76±0,42	55,15±0,13	54,55±0,53
Séchage à 60°C	64,09±0,56	64,18±0,55	64,1±0,20	64±0,80	64,02±0,19
Séchage à 70°C	63,88±0,4	63,8±0,64	63,78±0,46	63,71±0,32	63,64±0,11
Séchage à 80°C	63,76±0,51	63,79±0,29	63,73±0,51	63,66±0,12	63,15±0,6
Irradiation 3 kGy	66,97±0,67	66,65±0,32	66,54±0,21	66,12±0,3	66,15±0,71
Irradiation 6 kGy	66,87±0,91	66,58±0,39	66,32±0,55	66,09±0,24	66±1,08
Irradiation 9 kGy	66,71±0,67	66,61±0,59	66,29±0,92	66,12±0,40	66,1±0,12
Irradiation 12 kGy	66,66±0,6	66,55±0,8	66,17±0,65	66,04±0,11	66,2±0,10

Tableau 35 : Effet des différentes méthodes de conservation sur les polyphénols des graines de sésame

Polyphénols mg Eq AG/g					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Technique de conservation					
Témoin	3,87±0,12	3,65±0,11	2,66±0,06	2,17±0,09	2,05±0,1
Lyophilisation	3,95±0,09	3,9±0,1	3,9±0,1	3,88±0,16	3,67±0,09
Réfrigération	3,88±0,17	3,71±0,09	3,56±0,08	2,88±0,07	2,8±0,1
Congélation	3,81±0,08	3,76±0,09	3,21±0,09	3,07±0,09	2,9±0,08
Pasteurisation	3,56±0,1	3,5±0,1	3,05±0,06	2,75±0,11	2,56±0,15
Stérilisation	3,24±0,12	3,12±0,06	2,89±0,09	2,44±0,1	2,24±0,09
Infra-rouge	3,58±0,11	3,2±0,07	3,16±0,1	2,8±0,09	2,67±0,06
Séchage à 50°C	3,15±0,08	3,09±0,08	2,97±0,10	2,66±0,07	2,45±0,09
Séchage à 60°C	3,96±0,06	3,99±0,1	3,9±0,11	3,89±0,06	3,89±0,07
Séchage à 70°C	3,95±0,09	3,96±0,06	3,88±0,06	3,85±0,1	3,88±0,1
Séchage à 80°C	3,87±0,1	3,8±0,03	3,75±0,07	3,76±0,09	3,7±0,08
Irradiation 3 kGy	3,98±0,12	3,98±0,06	3,95±0,15	3,94±0,11	3,96±0,12
Irradiation 6 kGy	3,96±0,16	3,97±0,12	3,96±0,11	3,94±0,17	3,93±0,07
Irradiation 9 kGy	3,96±0,09	3,94±0,05	3,96±0,12	3,95±0,12	3,95±0,1
Irradiation 12 kGy	3,88±0,08	3,87±0,1	3,85±0,09	3,86±0,07	3,86±0,17

Tableau 36: Effet des différentes techniques de conservation sur les flavonoïdes des graines de sésame

Flavonoïdes mg Eq quercétine/g					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Technique de conservation					
Témoin	0,13±0,03	0,13±0,009	0,11±0,011	0,09±0,009	0,07±0,007
Lyophilisation	0,135±0,03	0,134±0,01	0,13±0,006	0,13±0,007	0,13±0,006
Réfrigération	0,13±0,009	0,12±0,008	0,12±0,005	0,1±0,008	0,1±0,005
Congélation	0,13±0,01	0,12±0,02	0,12±0,008	0,12±0,01	0,11±0,012
Pasteurisation	0,12±0,01	0,12±0,01	0,11±0,009	0,1±0,003	0,1±0,009
Stérilisation	0,11±0,009	0,11±0,008	0,1±0,01	0,07±0,005	0,07±0,009
Infra-rouge	0,13±0,008	0,12±0,008	0,12±0,01	0,1±0,006	0,1±0,007
Séchage à 50°C	0,12±0,008	0,12±0,01	0,11±0,005	0,1±0,003	0,1±0,005
Séchage à 60°C	0,15±0,01	0,14±0,008	0,14±0,01	0,14±0,009	0,14±0,003
Séchage à 70°C	0,14±0,02	0,14±0,005	0,14±0,005	0,14±0,007	0,14±0,006
Séchage à 80°C	0,14±0,008	0,14±0,006	0,14±0,008	0,14±0,01	0,14±0,007
Irradiation 3 kGy	0,145±0,007	0,145±0,005	0,145±0,007	0,144±0,008	0,144±0,01
Irradiation 6 kGy	0,145±0,007	0,145±0,005	0,145±0,006	0,145±0,006	0,145±0,009
Irradiation 9 kGy	0,145±0,02	0,14±0,01	0,14±0,005	0,14±0,002	0,14±0,1
Irradiation 12 kGy	0,14±0,01	0,14±0,006	0,14±0,01	0,14±0,01	0,14±0,1

Tableau 37 : Effet des différentes techniques de conservation sur le taux protéique des graines de sésame

Protéines g/100g					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Technique de conservation					
Témoin	25,24±0,5	23,87±0,67	22,6±0,55	22,73±0,54	21,66±0,19
Lyophilisation	25,87±0,56	25,76±0,99	25,1±0,8	24,12±0,76	24±0,51
Réfrigération	25,05±0,89	24,75±0,87	24,15±0,71	24,05±0,6	23,67±0,81
Congélation	25,12±0,99	25,24±0,56	24,54±0,18	24,14±0,91	24,06±0,56
Pasteurisation	23,12±0,25	23,09±0,76	22,68±0,6	22,53±0,57	22,18±0,51
Stérilisation	22,76±0,54	22,64±0,21	22,02±0,93	21,78±0,7	21,2±0,77
Infra-rouge	25,2±0,67	25±0,34	24,87±0,7	24,43±0,13	24,05±0,15
Séchage à 50°C	22,86±0,55	22,54±0,76	22,14±0,32	21,79±0,5	21,43±0,51
Séchage à 60°C	25,7±0,41	25,67±0,66	25,65±0,5	24,9±0,7	24,71±0,56
Séchage à 70°C	25,53±1,02	25,32±0,32	25,09±0,57	24,76±0,5	24,55±0,53
Séchage à 80°C	25,23±0,98	25,05±0,8	24,59±0,67	24,09±0,13	23,15±0,8
Irradiation 3 kGy	26,06±0,76	26±1,12	25,99±0,81	25,97±0,91	25,9±0,31
Irradiation 6 kGy	26,12±0,54	26,09±0,9	26,07±0,52	26,01±0,7	25,98±0,6
Irradiation 9 kGy	26,21±0,67	26,18±0,76	26,1±0,54	26,07±0,91	26±,66
Irradiation 12 kGy	26,23±0,99	26,21±0,45	26,15±0,60	26,11±0,55	26,1±0,45

D'après les résultats du tableau 37, il ressort que la stérilisation et la pasteurisation affectent négativement la qualité nutritionnelle des graines, en diminuant la quantité des protéines dans les échantillons traités avec ces deux méthodes par rapport au sésame non traité avec un pourcentage de 2 et 3% respectivement. On peut dire que la température des traitements peut être une cause de la dénaturation des protéines. Comparativement à ces techniques, l'irradiation permet de garder un taux protéique élevé de 25,98 g/100g \pm 0,87. De plus ces valeurs restent inchangées même après 8 mois de conservation et sont similaires à celles reportées dans la littérature (Zebid *et al.*, 2015 ; Hassan 2012 ; Makinde and Akinoso, 2014). Dans toutes les techniques de conservation étudiées, l'irradiation semble être la méthode la plus adaptée pour préserver la qualité des graines de sésame pour tous les paramètres étudiés. Cette stabilisation peut être liée à l'effet de l'irradiation, qui affecte les liaisons chimiques et par conséquent induit la décharge des phénols solubles de bas poids moléculaire. L'effet de l'irradiation a été rapporté pour les plantes traitées par rayonnement gamma à différentes doses. Khattak (2012) a montré une augmentation significative dans la composition des polyphénols totaux de *Fagonia arabica* par rapport au témoin non irradié après l'application des doses entre 1 et 10 kGy. Des résultats similaires ont été rapportés par Cheng and Breen (1991) et Mahrouz et al. (2004). De même, Oufedjikh et al. (1998) ont corrélé ce changement à l'activation de la biosynthèse de la phényalanine ammonia-lyase (PAL) comme première enzyme impliquée dans la synthèse des composés phénoliques.

V.1.2 Effets de conservation sur les huiles de sésame

La teneur en huiles pour le sésame non traité était de l'ordre de 56,87% (Tableau 38). Cette teneur se situe dans l'intervalle cité pour différentes variétés de sésame cultivé (44-58%) (Zebid *et al.*, 2015 ; Borchani et al., 2010 ; Makinde and Akinoso, 2014). Les huiles de sésame généralement excèdent la teneur en huiles de plusieurs végétaux comme le tournesol (30-35%) et l'olivier (12-50%) (Hassan, 2012). Par rapport à ces valeurs, il s'avère que les traitements par irradiation gamma et l'infra-rouge n'ont aucun effet sur la teneur en huiles.

Les résultats obtenus (Tableau 38) montrent que l'indice d'acidité atteint pour le témoin avec une valeur de 3,98 mg KOH/g huile au bout de 8 mois de conservation. Cette teneur a enregistré une augmentation pour plusieurs traitements opérés à des températures élevées (stérilisation et séchage). Tandis que pour l'irradiation, l'indice d'acidité est resté constant pour toutes les doses appliquées avec des valeurs qui varient entre 2,01 et 2,17 mg KOH/g huile.

Tableau 38 : Effet des techniques de conservation sur les huiles de sésame

Teneur en huiles %					
Période (mois)					
Technique de conservation	0	2	4	6	8
Témoin	56,87±1,12	56,45±1,17	56,76±1,86	56,91±1,33	56,8±1,99
Lyophilisation	55,99±1,16	55,89±1,98	56,07±1,55	55,98±1,75	55,95±2,18
Réfrigération	56,24±1,87	56,98±1,1	56,17±1,13	56,84±1,7	56,12±1,5
Congélation	56,18±1,65	56,8±0,07	56,13±1,95	56,1±1,09	56,08±1,20
Pasteurisation	57,17±1,43	57,2±1,3	57,19±2,08	57,07±1,15	57±1,76
Stérilisation	57,7±1,35	57,35±1,32	57,32±2,01	57,12±1,76	57,17±1,27
Infra-rouge	57,45±1,32	57,32±1,08	57,16±1,87	57,3±1,08	57,32±1,7
Séchage à 50°C	57,23±1,07	57,87±1,9	57,17±1,77	57,54±2,09	57,09±1,54
Séchage à 60°C	57,67±1,89	57,38±1,66	57,33±1,05	57,57±1,08	57,85±1,43
Séchage à 70°C	57,78±0,99	57,98±1,65	57,88±1,07	57,69±1,06	57,93±1,22
Séchage à 80°C	57,85±2,08	58±1,8	57,89±1,09	57,87±2,07	57,72±1,29
Irradiation 3 kGy	56,6±1,33	56,65±1,71	56,71±0,95	56,62±2,18	56,61±1,9
Irradiation 6 kGy	56,66±1,17	56,7±1,72	56,65±0,94	56,61±1,07	56,61±1,34
Irradiation 9 kGy	56,64±1,32	56,7±1,93	56,7±1,09	56,73±1,19	56,75±1,54
Irradiation 12 kGy	56,7±1,8	56,7±1,65	56,71±1,07	56,65±1,92	56,66±1,8

Tableau 39 : Effet des techniques de conservation sur l'indice d'acidité

Acidité mg KOH/g huile					
Période (mois)					
Technique de conservation	0	2	4	6	8
Témoin	2,19±0,15	2,37±0,21	3,65±0,17	3,89±0,13	3,98±0,21
Lyophilisation	2,13±0,23	2,25±0,19	2,45±0,21	2,6±0,21	2,75±0,18
Réfrigération	2,1±0,09	2,17±0,2	2,78±0,19	2,81±0,17	2,99±0,16
Congélation	2,16±0,17	2,19±0,18	2,65±0,16	2,89±0,19	2,98±0,22
Pasteurisation	2,78±0,16	3,1±0,18	3,77±0,2	3,8±0,17	3,9±0,21
Stérilisation	2,88±0,08	3,15±0,15	3,89±0,16	3,95±0,17	4,09±0,15
Infra-rouge	2,09±0,15	2,19±0,18	2,46±0,17	2,78±0,16	2,9±0,18
Séchage à 50°C	2,2±0,11	2,27±0,15	2,77±0,19	2,87±0,2	3,05±0,21
Séchage à 60°C	2,25±0,08	2,37±0,12	2,89±0,21	2,9±0,19	3,46±0,20
Séchage à 70°C	2,29±0,2	2,45±0,15	2,9±0,20	2,95±0,16	3,55±0,15
Séchage à 80°C	2,35±0,16	2,51±0,19	3,09±0,16	3,18±0,12	3,29±0,21
Irradiation 3 kGy	2,01±0,14	2,12±0,2	2±0,12	2,14±0,16	2,09±0,12
Irradiation 6 kGy	2,19±0,18	2,12±0,15	2,14±0,19	2,1±0,2	2,14±0,22
Irradiation 9 kGy	2,09±0,21	2,1±0,13	2,1±0,21	2,12±0,21	2,13±0,16
Irradiation 12 kGy	2,17±0,11	2,16±0,16	2,09±0,13	2,19±0,29	2,16±0,23

Les techniques de conservation par la pasteurisation et la stérilisation ont montré une augmentation de l'indice de peroxyde tout au long de la conservation avec des valeurs qui varient entre 2,1 et 2,5 mEqO²/kg d'huile comparé au témoin qui a une valeur de 2,01 mEqO²/kg huile (Tableau 40). Tandis que, l'irradiation a permis de garder cet indice constant avec une valeur de 1,81 mEqO²/kg d'huile ce qui peut prévenir l'altération des graines de sésame.

Tableau 40 : Effet des différentes techniques sur l'indice de peroxyde

Peroxyde mEqO ₂ /kg huile					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Technique de conservation					
Témoin	1,86±0,15	1,87±0,26	1,89±0,17	1,9±0,22	2,01±0,19
Lyophilisation	1,8±0,24	1,81±0,1	1,86±0,15	1,88±0,09	1,85±0,21
Réfrigération	1,86±0,11	1,87±0,15	1,86±0,16	1,86±0,21	1,87±0,32
Congélation	1,87±0,3	1,84±0,18	1,87±0,16	1,88±0,19	1,89±0,08
Pasteurisation	1,9±0,19	1,92±0,2	1,95±0,09	1,98±0,21	2,1±0,15
Stérilisation	1,95±0,31	1,98±0,14	1,98±0,17	2,03±0,08	2,5±0,19
Infra-rouge	1,88±0,19	1,9±0,09	1,93±0,11	1,94±0,09	1,98±0,16
Séchage à 50°C	1,89±0,12	1,9±0,12	1,92±0,15	1,93±0,15	2,02±0,22
Séchage à 60°C	1,89±0,11	1,91±0,08	1,93±0,19	1,95±0,16	2,07±0,21
Séchage à 70°C	1,9±0,07	1,92±0,09	1,95±0,17	1,97±0,19	2,09±0,2
Séchage à 80°C	1,91±0,09	1,97±0,07	1,98±0,16	2,07±0,14	2,14±0,21
Irradiation 3 kGy	1,71±0,10	1,76±0,12	1,75±0,25	1,77±0,13	1,8±0,17
Irradiation 6 kGy	1,75±0,17	1,71±0,09	1,74±0,09	1,76±0,05	1,81±0,14
Irradiation 9 kGy	1,76±0,15	1,75±0,06	1,78±0,08	1,74±0,16	1,79±0,22
Irradiation 12 kGy	1,78±0,14	1,79±0,1	1,76±0,09	1,79±0,09	1,8±0,19

V.2. Effets des différentes méthodes de conservation sur la qualité microbiologique des graines du sésame

Les résultats de l'analyse microbiologique sur les graines soumises aux différentes méthodes de conservations sont présentés sur les tableaux 41, 42, 43, 44 et 45. Le témoin des graines de sésame contenait une population faible de la flore totale, des coliformes totaux, des coliformes fécaux et des levures. Cette population augmente avec le temps de conservation. La contamination des matières prises directement de la nature dépend de la surface disponible, de sorte que les fleurs et les feuilles peuvent être contaminées 100 fois plus que les graines (Razem and Katuzim-Razem, 2002). Après 8 mois de conservation, la flore totale a atteint 3,96 10³ UFC/ml, les coliformes totaux 3,06 10³ UFC/ml, les coliformes fécaux 2,55 10³ UFC/ml et les levures 2,86 10³ UFC/ml. Les salmonelles sont présentes avec une population négligeable.

Tableau 41 : Essais microbiologiques sur la flore microbienne totale des graines de sésame conservées par différentes méthodes

Flore totale (UFC/ml)					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Technique de conservation					
Témoin	1,97 10 ³	2,15 10 ³	2,88 10 ³	3,09 10 ³	3,96 10 ³
Lyophilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Réfrigération	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Congélation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Pasteurisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Stérilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Infra-rouge	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 50°C	1,71 10 ³	1,87 10 ³	2,09 10 ³	2,55 10 ³	2,71 10 ³
Séchage à 60°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 70°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 80°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 3 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 6 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 9 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 12 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1

Tableau 42 : Essais microbiologiques sur les coliformes totaux des graines de sésame conservées avec différentes méthodes

Coliformes totaux (UFC/ml)					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Technique de conservation					
Témoin	1,12 10 ³	2,23 10 ³	2,50 10 ³	2,89 10 ³	3,06 10 ³
Lyophilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Réfrigération	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Congélation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Pasteurisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Stérilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Infra-rouge	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 50°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 60°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 70°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 80°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 3 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 6 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 9 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 12 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1

Tableau 43 : Essais microbiologiques sur les coliformes fécaux des graines de sésame conservées avec différentes méthodes

Coliformes fécaux (UFC/ml)					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Technique de conservation					
Témoin	0,88 10 ³	1,04 10 ³	1,48 10 ³	2,15 10 ³	2,55 10 ³
Lyophilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Réfrigération	< 1	< 1	< 1	1,12	1,34
Congélation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Pasteurisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Stérilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Infra-rouge	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 50°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 60°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 70°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 80°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 3 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 6 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 9 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 12 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1

Tableau 44 : Essais microbiologiques sur les coliformes fécaux des graines de sésame conservées avec différentes méthodes

Levures (UFC/ml)					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Technique de conservation					
Témoin	1,89 10 ³	1,9 10 ³	2,23 10 ³	2,7 10 ³	2,86 10 ³
Lyophilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Réfrigération	< 1	< 1	< 1	1,65	1,95
Congélation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Pasteurisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Stérilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Infra-rouge	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 50°C	0,48 10 ³	0,60 10 ³	0,87 10 ³	1,06 10 ³	1,1 10 ³
Séchage à 60°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 70°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 80°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 3 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 6 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 9 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 12 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1

Toutes les méthodes de conservation utilisées dans cette étude, à l'exception du séchage à 50°C ont présenté une réduction significative ($p < 0,05$) au niveau de leur population microbienne. Cette dernière a été réduite au-dessous du niveau de détection lorsque l'analyse est effectuée juste après le traitement. La réfrigération a donné une croissance bactérienne des coliformes fécaux à partir du 6^{ème} mois, pour arriver à 1,34 UFC/ml à la fin du stockage pour les coliformes totaux.

Le séchage à 50°C a exprimé dès le début, une croissance bactérienne, ceci peut être due à la température, plus basse comparée aux autres traitements thermiques (Tableau 45). Comparés aux traitements de conservation du sésame, l'irradiation et le séchage des échantillons traités à différentes doses de rayons gamma, ont permis de garder la salubrité du sésame durant le stockage. Ceci concerne aussi la salmonelle susceptible d'être présente dans les échantillons de sésame témoins et traités où le nombre de population reste < 1 .

Les méthodes de conservation utilisées ont été étudiées comme moyens possibles pour une décontamination microbienne des produits alimentaires, notamment la lyophilisation et l'irradiation. L'irradiation est un procédé qui, en général, pour les doses utilisées n'a pas d'effets sur les propriétés physico-chimiques intrinsèques des produits (Kumar *et al.*, 2010). Il est possible de calculer la dose nécessaire pour une décontamination microbiologique du sésame. En ce qui concerne les champignons, il a été rapporté que les charges des levures et d'*Aspergillus parasiticus* ont diminué à moins de 3 kGy, et n'ont pas survécu après une irradiation avec une dose de 10 kGy (Calado et al. 2011). De même, Aziz et al. (2007) ont rapporté que l'irradiation des graines de maïs à une dose de 5 kGy permet d'inhiber la croissance des moisissures toxigènes et la formation de mycotoxines dans les graines.

Tableau 45 : Essais microbiologiques sur les salmonelles des graines de sésame conservées avec différentes méthodes

Salmonelle (UFC/ml)					
Période (mois)	0	2	4	6	8
Méthode					
Témoin	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Lyophilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Réfrigération	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Congélation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Pasteurisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Stérilisation	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Infra-rouge	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 50°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 60°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 70°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Séchage à 80°C	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 3 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 6 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 9 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1
Irradiation 12 kGy	< 1	< 1	< 1	< 1	< 1

L'irradiation semble être la méthode convenable permettant de préserver à la fois la qualité microbiologique et biochimique des graines durant la durée de stockage. Ce résultat peut être expliqué par une synergie d'effets entre le traitement par irradiation et la plante elle-même. Juste après traitement, il y a une influence directe du processus sur la bactérie. Pendant le stockage, d'une part il y a l'effet des composés de la plante, notamment l'huile essentielle et les molécules bioactives qui pourraient être au contact des bactéries et montrent ainsi un effet bactéricide, d'autre part, l'influence de l'irradiation sur le métabolisme de la plante par l'activation de ses composés au cours du stockage.

Les résultats de la radioactivité ont montré qu'il n'y a aucune différence de concentration de l'uranium (^{238}U) et du thorium (^{232}Th) dans le sésame non irradié et irradié (Tableau 46). Par conséquent, il n'y a pas de contamination par la radioactivité suite au rayonnement gamma, sauf l'existence de la radioactivité naturelle.

Dans la littérature, l'effet de l'irradiation a été attribué aux rayonnements ionisants agissant directement ou indirectement sur l'ADN et induisant des modifications locales de la double hélice. L'interaction avec l'ADN entraîne des ionisations et des excitations qui produisent des modifications directes de la molécule. En outre, l'interaction des rayonnements ionisants avec les molécules d'eau entraîne la radiolyse de l'eau qui aboutit à la formation de radicaux libres.

Ces produits, très instables forment, à leur tour, d'autres espèces radicalaires ou des molécules (H_2O_2) qui ont une forte réactivité avec toute molécule biologique proche (eau, protéine, ADN). Leurs interactions avec l'ADN produisent des modifications chimiques du polymère, comme l'oxydation (Aquino, 2011; Farkas, 2006). Par ailleurs, l'augmentation de la dose de traitement provoque l'effet de décontamination. Des résultats similaires sont présentés dans la littérature pour la décontamination des plantes (*Menthae pip.*, *Cynarae scol.*, *Valerianae rad.*, *Lepidium sativum*, *Brassica nigra* L. Koch and leaves of lemon grass) (Musa et al., 2011; Razem and Katusin-Razem, 2002).

Tableau 46 : Mesure de radioactivité du sésame

Échantillons	ρ_G^{LR} (10^{-5} . traces.cm ⁻² . s ⁻¹)	ρ_G^{CR} (10^{-5} . traces. cm ⁻² .s ⁻¹)	C (²³⁸ U) (10 ⁻⁶ g/g)	C (²³² Th) (10 ⁻⁶ g/g)
Non irradié	0,9 ± 0,08	4,16 ± 0,22	0,22 ± 0 ,01	0,54 ± 0,03
Irradié à 3 kGy	0,91 ± 0,07	4,22 ± 0,29	0,22 ± 0,02	0,55 ± 0,05
Irradié à 6 kGy	0,93 ± 0,02	4,29 ± 0,25	0,24 ± 0 ,01	0,55 ± 0,06
Irradié à 9kGy	0,93 ± 0,05	4,35 ± 0,27	0,25± 0 ,01	0,56 ± 0,02
Irradié à 12 kGy	1,95 ± 0,08	4,32 ± 0,34	0,25 ± 0,02	0,57 ± 0,04

Les graines oléagineuses utilisées comme une source d'aliments très importantes sont exposées à une grande diversité de contaminants et qui sont considérés comme les facteurs essentiels de la détérioration d'alimentation surtout durant leur stockage et conservation. Les graines de sésame sont fréquemment exposées aux micro-organismes durant le séchage, la récolte et le stockage constituant la source potentielle de contamination. La détérioration des graines de sésame par les micro-organismes réduit la viabilité, favorisant la production d'aflatoxines. A cause des changements climatiques, ce problème de contamination est le plus sérieux des pratiques agronomiques et des conditions de stockage. Les méthodes utilisées lors de la conservation sont différentes mais certains d'entre eux ont des effets beaucoup plus négatifs sur la qualité microbiologique et nutritionnelle des graines. De l'analyse des résultats obtenus, l'irradiation avec différentes doses voire plus élevée est la méthode la plus adaptée pour décontaminer efficacement le sésame tout en gardant sa valeur nutritionnelle salubre. Cette dernière peut être aussi atteinte avec toutes les techniques thermiques à effet positif sur la conservation des graines de sésame.

Chapitre VI : Les procédés de transformation du sésame

VI.1. Optimisation de la torréfaction conventionnelle du sésame

VI.1.1 Détermination de la température et du temps optimale pour la torréfaction

La torréfaction est un traitement important pour les graines oléagineuses. Elle provoque des changements souhaitables ou indésirables dans les propriétés nutritionnelles et biochimiques des graines. Les conditions de l'expérience et les résultats sont présentés dans le tableau 47 :

Tableau 47 : Effet du temps de torréfaction sur l'évolution de la masse des graines de sésame

Intervalle de Temps (min)	Humidité %	Masse d'échantillon en (g)	Activité d'eau
0	36,5	25	0,3654
30	36,7	24,9	0,3599
60	36,4	24,9	0,3458
90	35,2	24,7	0,3465
120	32,3	24,7	0,3331
150	33,4	24,7	0,332
180	35,7	24,7	0,3187
210	35,7	24,7	0,3156
240	35,9	24,3	0,3109
270	35,7	24,2	0,3098
300	35,8	23,0	0,2678
360	35,8	23,0	0,241

Durant le traitement, l'humidité moyenne était de 35,47% et l'évolution du poids de l'échantillon montre une diminution assez faible, ceci est peut-être dû à la faible teneur en eau des graines de sésame. La perte en poids montre une stabilité de ce dernier entre 90 et 210 min. Le sésame peut être considéré comme une graine qui contient l'eau liée, difficile à éliminer et qui a besoin d'une longue durée pour être évaporé. Une perte peu importante a été observée lors de l'augmentation de la durée. Après une courte phase latente, un comportement quasi linéaire suivi par un ralentissement peu marqué est observé. Cependant, il apparaît que le ralentissement de perte de masse ne se différencie pas d'un essai à l'autre. Il ressort des résultats que la température et le temps de la torréfaction sont deux facteurs à considérer dans la perte de la masse du produit.

Une allure décroissante obtenue pour la teneur en eau (figure 38) en fonction du temps, cette phase se caractérise par la diffusion d'eau dans le solide. La décroissance de la vitesse de séchage en fonction du temps s'explique par le fait qu'au début de la torréfaction, l'eau à la surface s'évapore rapidement contrairement à l'eau de la partie intérieure du produit nécessitant beaucoup de temps (Torki et al.,2016). Dans ce type de torréfaction, la

température est transformée à la surface des graines et à l'intérieur par conduction thermique. L'humidité est initialement éliminée de la surface et l'eau restant diffuse à la surface. Ce processus est presque toujours lent lors de la torréfaction surtout pour les graines oléagineuses (Torki et al.,2016).

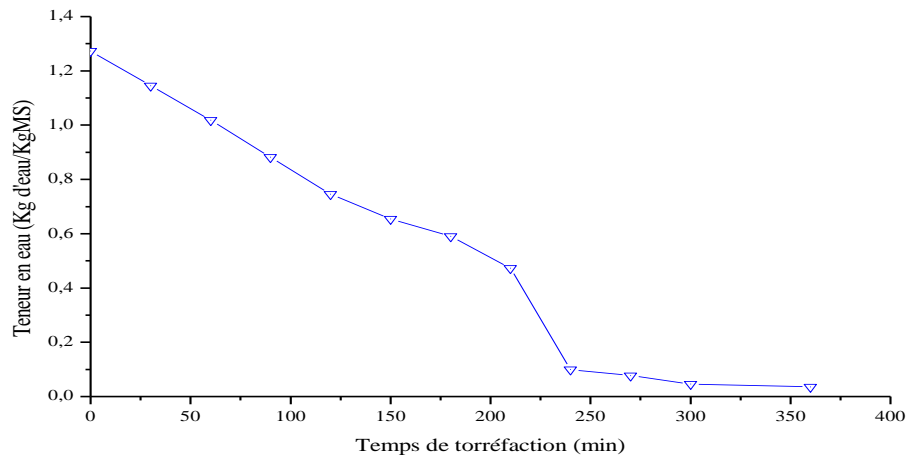


Figure 38 : Evolution de la teneur en eau des graines de sésame en fonction du temps de torréfaction

VI.1.2 Effet de la torréfaction sur la qualité des graines de sésame

VI.1.2.1 Effet de la torréfaction sur l'activité antioxydante (DPPH) des graines de sésame

L'activité antioxydante des graines de sésame torréfiées a été déterminée par l'aptitude du sésame à piéger les radicaux de DPPH. Cette méthode a été largement utilisée pour évaluer l'activité antioxydante des extraits et des substances pures (Jung et al., 2008). Pour évaluer l'impact positif ou négatif de la torréfaction, l'activité antioxydante des extraits éthanolique a été déterminée avant et après torréfaction à 150 ° C et ce, à différents intervalles de temps (30, 60, 90, 120, 150, 180, 210, 240, 270, 300, 330, 360 min). Les résultats obtenus sont illustrés dans la figure 39. Pour cette intervalle de temps; les valeurs de l'activité antioxydante se situent entre 64,25 et 50,1%.

Comparé à l'activité antioxydante du sésame non traité (64,25%) et en fonction du temps de torréfaction, cette activité a augmenté pour atteindre 66,3, 66,5 et 66,7% respectivement au bout de 60, 90 et 120min. Cette augmentation de l'activité durant les premières 120 minutes est probablement due à la formation lors de la torréfaction de composés néoformés doués de pouvoir antioxydant. Ces composés peuvent être d'origine phénolique ou lignanes (sésamines) (Sadeghi et al., 2009). Cette bonification du sésame torréfié n'est pas durable car après 360mn de torréfaction, une perte d'environ 14,15% de l'activité a été enregistrée.

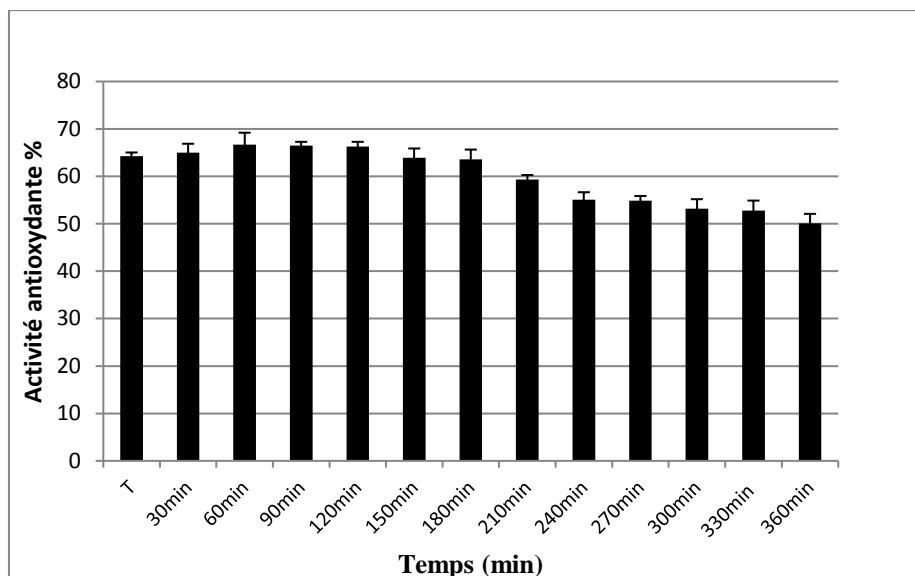


Figure 39 : Impact de la torréfaction à 150 °C sur l'activité antioxydante (T= Témoin)

Il a été rapporté que la torréfaction du sésame à 200°C pendant 60 minutes augmente le pourcentage d'activité et la concentration des polyphénols et de différents composés phénoliques à faible poids moléculaire comme l'acide hydroxy-benzoïque, l'acide vanillique et l'acide filicinique (Jeong et *al.*, 2004).

D'autres travaux (Kim et *al.*, 2006) ont signalé que l'huile de sésame préparée à partir des graines de sésame grillées a une saveur distinctive fort appréciée par les consommateurs d'une part et une durée de vie longue, favorisant ainsi sa conservation et son stockage d'autre part.

VI.1.2.2 Effet de la torréfaction sur les molécules bioactives

Les composés phénoliques, largement distribués dans les plantes alimentaires, ont de nombreuses propriétés biologiques et fonctionnelles qui sont importantes, en termes de qualité des aliments et pour la santé humaine. Par leurs concentrations bioactives dans les plantes et graines, ils sont associés au système de défense contre les facteurs biotiques et abiotiques (UV, la sécheresse et stress salin) (Scalbert et Williamson., 2000).

La teneur des composés bioactifs des graines de sésame a présenté une stabilisation pendant la torréfaction, les plus fortes concentrations des polyphénols et flavonoïdes ont été obtenues à une température de 150°C et un temps de 90 min avec des valeurs de 4mg équivalent acide gallique/g et 0,14 mg équivalent rutine/g respectivement, par rapport au témoin avec 3,7mg/g pour les polyphénols (Figure 40) et 0,13mg équivalent rutine/g pour les flavonoïdes (Figure 41). Toutes fois, avec le prolongement du temps de torréfaction, la concentration des différentes molécules bioactives commencent à diminuer jusqu'à 1,09 mg équivalent acide gallique/g et 0,08 mg équivalent rutine /g à 360 min pour les deux composés.

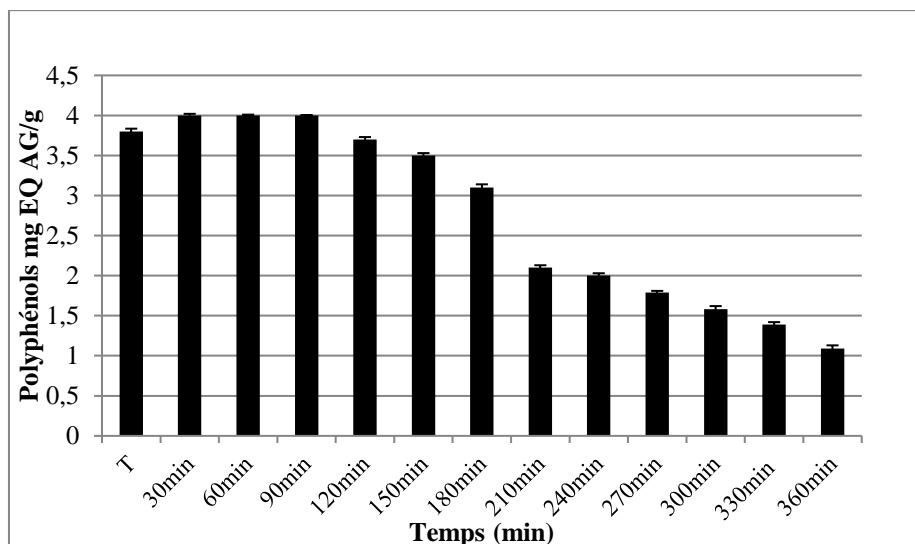


Figure 40 : Impact de la torréfaction sur les polyphénols à 150 °C

Généralement, le traitement thermique appliqué aux aliments d'origine végétale (chauffage, cuisson ou grillage/rôtissage) provoque l'évaporation de l'eau intracellulaire en déclenchant des réactions chimiques qui peuvent changer la structure lignocellulosique et favorise ainsi la dénaturation des protéines. Cette dénaturation est responsable de la disponibilité des composés phénoliques des végétaux dans la matrice. Par conséquent, un procédé thermique peut affecter à la fois les caractéristiques nutritionnelles et bioactives des denrées alimentaires (Ozdemir et al., 2001).

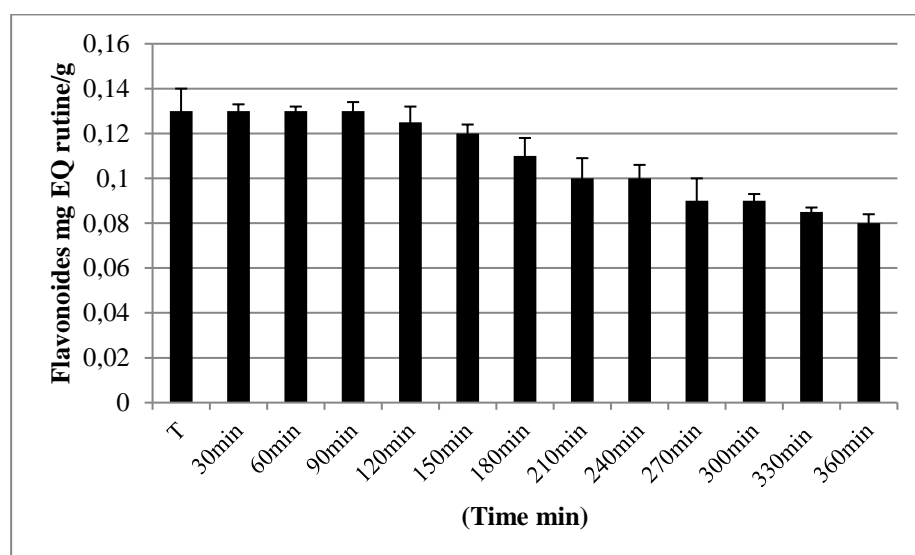


Figure 41 : Impact de la torréfaction à 150°C sur les flavonoïdes

De nombreux auteurs ont montré une corrélation positive entre les polyphénols totaux, les flavonoïdes et l'activité antioxydante des fruits, des légumes et des graines. Dans cette étude, l'augmentation de l'activité antioxydante signifie l'augmentation des composés phénoliques ainsi que les flavonoïdes indiquant une forte corrélation entre ces paramètres. La relation

entre l'activité antioxydante, les polyphénols et les flavonoïdes, effectuées par le test de Pearson a montré une forte corrélation positive et significative ($r = 0,999$ et $r=0,989$) dans tous les temps de la torréfaction, ce qui suggère une forte implication des molécules bioactives dans l'activité antioxydante mesurée par la méthode de DPPH. Dans la présente étude, la torréfaction a augmenté la teneur en composés phénoliques pour les 90 premières minutes, la réduction de la teneur de ces molécules a commencé au bout de 2 heures. L'augmentation de ces paramètres, spécialement la capacité anti-oxydante peut également être due à la formation de nouveaux composés ayant des propriétés antioxydantes qui se forment au cours du processus de torréfaction, tels que les mélanoidines formés par la réaction de Maillard (Turkmen et al., 2005). Certaines études ont été faites pour évaluer les effets des conditions de torréfaction de graines sur l'activité antioxydante dans laquelle les polyphénols et d'autres molécules bioactives, (3,4 diméthoxy-phénol) ont été nouvellement formés dans la farine de sésame après la torréfaction des graines pendant 60 min montrant une influence positive de la torréfaction sur les graines et par conséquent une stabilité importante à la température (Jeong et al., 2004).

VI.1.2.3 Effet de la torréfaction sur la valeur nutritionnelle

Pour la teneur en sucres totaux, elle est généralement considérée comme une mesure indirecte de la concentration du substrat, des réactions de brunissement non-enzymatique ou des éléments nutritifs résultant de ces réactions. La teneur en sucres est liée à la température et au temps de torréfaction. En effet, après une stabilisation de la teneur en sucres (0,38 g / 100g égale à celle du non traité) durant les 60 premières minutes, la teneur en sucres s'est affaiblit avec le temps de torréfaction pour atteindre la valeur de 0,09 g/100g de matière sèche. Ces résultats suggèrent que les températures élevées et les durées longues de torréfaction sont à exclure pour préserver la qualité nutritionnelle des graines de sésame, en termes de composés carbonyles et amino-acides qui sont dégradés lors des réactions de brunissement non enzymatique de la torréfaction (Namiki., 1988).

Comparée au sésame non traité où le taux protéique étant de 27,15g/100g de matière sèche, la torréfaction a affecté le taux protéique à partir de 120 min, avec une diminution de 26,95g/100g à 120 min à 18,79g/100g après 360 min de traitement (tableau 48). L'origine de cette perte protéique et nutritionnelle est due à la forte dégradation thermique qui réduit aussi l'astringence liée au polyphénols (Misnawi et al., 2005).

Une torréfaction prolongée est responsable de la décomposition des acides aminés ou des réactions croisées au niveau des acides aminés essentiels, avec une diminution de la qualité nutritionnelle des protéines (Namiki., 1988). Les vitamines concernées par cette dégradation

par oxydation en formant des composés réactifs réagissant négativement avec les protéines lors de la réaction de Maillard.

Tableau 48 : Qualité nutritionnelle du sésame après la torréfaction

Echantillons	Protéines(g/100g)	Sucres totaux(g/100g)
Témoin	27,15±0,78	0,38±0,004
30min	27,09±1,86	0,38±0,002
60min	27,05±1,50	0,38±0,01
90min	27±0,78	0,35±0,005
120min	26,95±0,98	0,35±0,01
150min	26,7±1,18	0,3±0,005
180min	26,2±1,09	0,26±0,01
210min	25±0,98	0,22±0,005
240min	24,45±1,55	0,18±0,03
270min	23,01±0,95	0,15±0,01
300min	22±1,98	0,12±0,005
330min	20,5±2,09	0,1±0,03
360min	18,79±1,99	0,09±0,01

La torréfaction est une opération capitale. Elle joue un rôle majeur dans le développement des caractéristiques organoleptiques mais aussi dans l'abaissement du taux d'humidité des noix et graines. En effet, les résultats ont montré que la torréfaction induit une perte en eau de la matière première de plus de 85% pour les graines de sésame, en suivant une évolution exponentielle ($r^2 = 0,97$). Des résultats similaires sur la diminution de la teneur en eau de 50% dans les noix au cours de leur torréfaction ont été obtenus par Kahyaoglu et Kaya (2006). Normalement, cette diminution de la teneur en eau des graines de sésame est le résultat d'une augmentation progressive en température. Une phase initiale d'augmentation rapide de température est essentiellement due à la condensation de l'eau à la surface encore froide des graines au début du chauffage. Ce phénomène de condensation – évaporation est considéré comme le mécanisme de transfert de chaleur gouvernant l'augmentation de température dans une matrice alimentaire (Chevallier et al., 2000 ; Sablani et al., 1998).

Toutefois, le temps et la température de torréfaction paraissent comme les facteurs les plus importants et les plus influents sur l'oxydation des graines : on a montré que les taux d'oxydation des graines grillées augmentent considérablement avec l'élévation de temps de torréfaction. Mais une durée de 90 min est peut-être recommandée pour augmenter l'activité ainsi que la teneur en molécules bioactifs des graines de sésame. Pour cela des durées de torréfaction assez longues (90 à 120 min), associées à des températures modérées (130-150°C) plutôt que sévères, sont en général recommandées pour obtenir une stabilité oxydative

optimale (Perren et Escher, 2007). Par ailleurs, le prolongement de la torréfaction détruit la microstructure des cellules des noix et graines du fait de l'application de températures élevées surtout sur les noix et les cacahouètes (Saklar et al., 2003). En effet, dans les graines intactes, les cellules de stockage des lipides présentent un réseau endoplasmique en structure de nid d'abeille.

Les lipides sont stockés alors au niveau des cavités subcellulaires dans des structures spécialisées. Cette compartimentation et organisation subcellulaire réduit fortement l'accessibilité de l'oxygène à travers les pores extracellulaires, et limite par conséquent l'oxydation lipidique. Lors de la torréfaction, l'intégrité cellulaire est atteinte : le réseau endoplasmique est rompu et les oléosomes désintégrés. De même, les jonctions intercellulaires sont altérées et la surface interne élargie (Saklar et al., 2003). Ceci augmente la diffusion de l'oxygène jusqu'à l'intérieur de la graine et met le substrat en contact des enzymes, favorisant ainsi les réactions d'oxydation et réduisant la stabilité oxydative des noix et des graines grillées (Perren et al., 1996).

Concernant la chaîne de production du sésame et ses produits dérivés, une optimisation du procédé « traditionnel » devrait impliquer tout d'abord une optimisation des conditions de torréfaction par l'adoption d'une technique continue, plus efficace, moins lente et à l'abri de l'air ambiant, c.à.d. en système fermé. Après modélisation et par la suite optimisation, on peut dire que pour une meilleure préservation qualitative et nutritionnelle et à la lumière des résultats obtenus, la torréfaction est à conduire à 150°C entre 90 et 120 minutes.

Les résultats indiquent que l'activité antioxydante des extraits des graines de sésame a été significativement affectée par la température et le temps de torréfaction. Afin d'obtenir la plus forte activité anti-oxydante ainsi que la plus forte concentration des composés phénoliques, les graines de sésame doivent être torréfiées à 150 ° C pendant 90 à 120 minutes. Les résultats indiquent également que les molécules bioactives sont responsables de la capacité antioxydante. Compte tenu des résultats ci-dessus, nous pouvons proposer comme choix cette procédure de torréfaction (avec ces conditions de température et temps de 150°C pendant 90 à 120 minutes) afin d'obtenir des graines de bonne qualité appréciable par le consommateur, avec une activité antioxydante élevée et une faible teneur de produits indésirables néoformés.

Concernant les polyphénols totaux, il a été rapporté que la torréfaction des amandes, cacahouètes et pistaches a conduit à une perte significative en polyphénols totaux (15%, 11% et 7% respectivement) du fait de l'élimination des enveloppes riches en composés phénoliques (Elleuch et al., 2007). Ces auteurs ont aussi montré l'effet du traitement thermique sur la dégradation des polyphénols totaux où une perte de 55% a été observée après

séchage à 80°C pendant 15 min suivi d'une torréfaction à 120°C pendant 1h. Tandis que La torréfaction des graines de sésame n'a provoqué qu'une perte de 5% en polyphénols totaux dans le cas des graines décortiquées (Mohamed et Awatif, 1998). Le suivi de cette dégradation au cours de la torréfaction a montré qu'après un temps de latence d'environ 15 min, les polyphénols totaux ont commencé à se dégrader progressivement jusqu'à la fin de la torréfaction. Cependant, les vitesses de dégradation avaient tendance à se ralentir après 60 min de torréfaction alors que la température continuait à augmenter. Ceci peut être expliqué par une éventuelle formation, pendant la torréfaction, d'autres produits phénoliques tels que le sésamol et le sésaminol exhibant une action anti-oxydante, respectivement à partir de la sésamoline et des glycosides de sésaminol dépourvus d'activité anti-oxydante (Mohamed et Awatif, 1998).

VI.2. Etude de l'effet de la torréfaction traditionnelle sur les huiles de sésame

Pour l'appréciation qualitative de l'huile de sésame issue de graines torréfiées, nous avons évalué l'activité antioxydante, la teneur des polyphénols, les flavonoïdes, les lignanes, la teneur en tocophérols, les chlorophylles, les caroténoïdes et la couleur des huiles de sésame torréfié.

VI.2.1 Evolution de l'activité antioxydante et les molécules bioactives des huiles de sésame

L'analyse des résultats obtenu, montre que l'activité anti-oxydante a été stable avec une faible augmentation lorsque la température de torréfaction a été fixée à 150 ° C pendant les premières 90 min. Par la suite, cette activité a commencé à diminuer à partir de 120 min en arrivant à 360 min. Ce gain en termes d'antioxydants (4,5%) peut être liée à la formation de nouveaux antioxydants naturels (tableau 49). En revanche, la torréfaction prolongée affecte remarquablement l'activité antioxydante pour atteindre 45,98% à 360 min malgré une résistance importante à la dégradation oxydative pendant 2 heures de traitement. Comparée à d'autres huiles comestibles, l'huile de sésame manifeste une grande stabilité due essentiellement à la présence d'une quantité importante d'antioxydants endogènes et des composés phénoliques, de flavonoïdes, sésamine, sésamoline et tocophérols. Sa forte richesse en acides gras insaturés (85%) lui confère une propriété de stabilité à l'oxydation supérieure à celle d'autres huiles végétales (Sadeghi and *al.*, 2009).

Comme citer auparavant, la stabilité à l'oxydation des huiles de sésame grillées peut être résultante de la formation de nouveaux antioxydants. Il a été constaté que l'huile de sésame préparée à une température de torréfaction de 150 à 200 ° C a la meilleure saveur ainsi qu'une

durée de vie plus longue par rapport aux autres huiles végétales. Il a été rapporté que la stabilité au stockage d'huile non torréfiée est plus faible par rapport aux huiles torréfiées, le processus de torréfaction augmente la stabilité de l'huile de sésame. Ainsi, Son huile extraite de graines de sésame grillées à 180-200 °C a été considéré comme beaucoup plus antioxydante que l'huile de sésame purifiée non torréfiée (kahyaoglu et kaya., 2006). Il a également été estimé que la stabilisation oxydative de l'huile végétale obtenue par l'addition d'extraits de sésame peut être attribuée à la présence d'antioxydants naturels qui augmentent au cours de la torréfaction.

Tableau 49 : Evolution de l'activité antioxydante et les molécules bioactives durant la torréfaction

Echantillons	Activité antioxydante%	Polyphénols mg/kg d'huile	Flavonoïdes mg/kg d'huile	Indice couleur (nm)
Témoin	60,98±0,9	86,7±0,85	0,092±0,002	0,09315±0,009
30min	61,2±0,7	87,4±0,65	0,096±0,003	0,1013±0,009
60min	62,5±0,8	87,45±0,55	0,096±0,0025	0,10195±0,03
90min	63,5±0,97	87,55±0,57	0,096±0,0025	0,18865±0,01
120min	60,69±1,00	86,6±0,5	0,095±0,003	0,2434±0,009
150min	60,59±2,5	86,57±0,5	0,092±0,002	0,2653±0,009
180min	59,57±3,00	84,47±0,56	0,082±0,003	0,2766±0,01
210min	59,5±1,8	82,33±0,5	0,072±0,002	0,30065±0,009
240min	53,17±1,00	81,17±0,45	0,067±0,002	0,4714±0,009
270min	48,72±2,5	80,72±0,65	0,063±0,001	0,49965±0,009
300min	47,09±3,00	78,09±0,45	0,058±0,003	0,5403±0,009
330min	46,11±1	75,11±0,43	0,053±0,002	0,59285±0,009
360min	45,98±2	73,98±0,46	0,05±0,001	0,6184±0,009

Il ressort ainsi des résultats obtenus que la teneur totale en composés phénoliques et en flavonoïdes a augmenté faiblement avec le temps de torréfaction et ce jusqu'à 90 minutes en assurant une stabilité de ces deux composés. Comparé au témoin non traité ayant une teneur totale polyphénolique de 86, 70 mg Eq gal/kg d'huile et flavonoidique de 0,092 mg Eq quercétine kg d'huile, une stabilisation des molécules bioactives est relevée pendant les premières 90 min avec des valeurs de 87,55 mg équivalent d'acide gallique / kg d'huile et de 0,095mg équivalent de rutine / kg d'huile respectivement pour les composés phénoliques et les flavonoïdes. Ces valeurs ont connu une diminution jusqu'à 73,9 mg Eq gallique/kg huile et 0,050 mg Eq rutine / kg après 360 min de torréfaction. En fait, il a été signalé que la concentration de composés phénoliques augmente s'elle est extraite des graines torréfiées. Mais dans cette étude, la torréfaction pendant plus de 2 heures a provoqué une réduction des composés phénoliques. Ces résultats suggèrent que la teneur des polyphénols présentes dans l'huile de sésame pourrait être thermo-labile.

La corrélation entre les concentrations de composés phénoliques totaux, la teneur en flavonoïdes et l'activité antioxydante a été effectuée par le test de Pearson et a montré une forte corrélation positive et significative au niveau de $P < 0,01$ avec $r = 0,950$ pour les polyphénols et $0,895$ pour les flavonoïdes avec l'activité antioxydante dans tous les échantillons, ce qui suggère une forte implication des composés phénoliques dans l'activité antioxydante mesurée par la méthode DPPH. Ceci est peut-être dû au fait que ces méthodes sont basées sur les mêmes propriétés rédox.

La couleur est l'un des attributs de qualité les plus importants évalués par les consommateurs, les producteurs et les distributeurs. Le développement de la couleur de l'huile de sésame préparé à $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ et à différents temps de cuisson est représenté dans le tableau. Avec l'augmentation de la durée de la torréfaction, les substances de brunissement ont été développées, entraînant une augmentation significative de l'absorbance à 420 nm à un niveau de ($P < 0,05$). La couleur des huiles issues des graines de sésame torréfiées a changé progressivement de la couleur jaune avec une absorbance de $0,0932$ et $0,1013$ pour l'échantillon non torréfié et celui de 30 min respectivement, à la couleur brune pour les échantillons de $120.150.180\text{ min}$ de torréfaction avec des absorbances $0,243, 0,265, 0,276$ respectivement, les échantillons des 330 et 360 min ont eu une couleur brune foncée avec $0,592$ et $0,618$ respectivement. Par conséquent, la formation de la couleur dans l'huile de sésame a été influencée par la durée de la torréfaction à 150°C .

La formation de substances de brunissement est le résultat de la réaction de Maillard entre les sucres réducteurs et les acides aminés libres ainsi que la formation des acrylamides. L'évolution de la couleur dans l'huile de sésame au cours du processus de torréfaction pourrait être attribuée à la fois au brunissement non-enzymatique et à la dégradation des phospholipides pendant la torréfaction (Hussain et *al.*, 1986), car le brunissement non enzymatique est favorisé par le traitement thermique et comprend un grand nombre de réactions telles que la réaction de Maillard, la caramélisation et l'oxydation chimique des phénols. Par exemple, dans le cas de la réaction de Maillard, la graine de sésame contient des sucres et des groupes aminés que l'on trouve dans les molécules de protéines, qui sont nécessaires pour cette réaction (Elleuch, 2007). Ainsi, la formation de la couleur pendant le traitement thermique est due en partie à la formation de MRPs colorées, ce qui correspond à des composés ayant un faible poids moléculaire et à la mélanoidine à haut-poids moléculaire (Yoshida et *al.*, 1997).



Figure 42 : Photo de l'évolution de la couleur en fonction du temps de torréfaction à 150°C (t=0 min à gauche et 360 min à droite)

VI.2.2 Evolution des antioxydants des huiles durant la torréfaction

Les chlorophylles et les caroténoïdes sont des pigments très appréciés en tant que composants fonctionnels tant pour leurs propriétés colorantes et leurs bienfaits que pour la santé humaine. Les caroténoïdes, en plus de leur participation à la coloration des fruits, des légumes et des huiles, sont des composés bioactifs qui se comportent comme des provitamines A ayant pour fonction l'augmentation de l'activité antioxydante et la prévention de la dégénérescence maculaire liée à l'âge et à la formation de la cataracte (Torki et al.,2016). Les concentrations de chlorophylles et de caroténoïdes ont été mesurées dans l'huile des graines de sésame crues et rôties. Le traitement de torréfaction a permis d'augmenter la teneur en pigments vert en particulier en chlorophylle dans les premières 90 min avec la valeur de 0.18 $\mu\text{g} / \text{g}$ par rapport à l'échantillon non torréfié d'une valeur de 0,17 $\mu\text{g} / \text{g}$ indiquant que le traitement thermique a produit une augmentation de chlorophylle dans l'huile. Cette teneur a commencé à diminuer à partir de 90 min pour arriver à une valeur de 0.065 $\mu\text{g} / \text{g}$ à 360 min (Tableau 50). Comme déjà cité, la torréfaction provoque une augmentation de la teneur en coloration noire, jaune et rouge (kahyaoglu et kaya.,2006). La formation de couleur dans l'huile de sésame pendant le traitement thermique est probablement dû à un brunissement non enzymatique (réaction de Maillard), qui se produit pendant la torréfaction. En outre, l'huile de sésame torréfié change de couleur en allant du jaune jusqu'à devenir plus sombre avec le prolongement du temps de torréfaction. Cette couleur serait probablement due à la présence des caroténoïdes, des substances colorantes actuellement utilisées dans les industries (Torki et al., 2016).

Pour les caroténoïdes, les traitements thermiques traditionnels pourraient induire leur dégradation. Dans cette étude, ces composés ont montré une augmentation significative pendant 150 minutes à 150 °C de torréfaction. Aucune dégradation n'a été observée dans la teneur en caroténoïdes. Au contraire, ces composés ont augmenté significativement avec une valeur de 3,525 $\mu\text{g} / \text{g}$ par rapport à l'échantillon non torréfié d'une valeur de 2.75 $\mu\text{g} / \text{g}$

(tableau 50). Cette augmentation peut être expliquée par le fait que l'application de la pression et de la température conduit à l'adoucissement du tissu végétal et la dénaturation des protéines qui pourraient aider à libérer les caroténoïdes (Chung et al., 2004). Après 180 min, les caroténoïdes restent inaltérables par rapport au témoin et montrent une légère diminution jusqu'à arriver à 2,05 µg / g à la fin de la torréfaction. Les mêmes résultats ont été rapportés pour les épinards et autres légumes qui montrent une grande stabilité des caroténoïdes au cours du processus de traitement thermique élevé (Sanchez and al., 2014). Par rapport aux caroténoïdes, la chlorophylle montre une dégradation et diminue en fonction des temps de torréfaction qui provoque la détérioration de la couleur verte, produisant un changement en couleur brune intense (Torki et al., 2016).

Tableau 50 : Evolution des antioxydants des huiles de sésame durant la torréfaction

Echantillons	Chlorophylles µg/g	Caroténoïdes µg/g	Sésamol mg/kg	Sésamine mg/kg	Tocophérols µg/g
Témoin	0,165±0,0062	2,75±0,35	57,52±0,5	57,27±0,9	211±4,00
30min	0,17±0,0062	2,885±0,262	66,69±0,8	61,41±0,7	221±4,00
60min	0,175±0,0062	3,125±0,262	68,73±0,4	61,43±0,8	226±5,00
90min	0,18±0,0082	3,47±0,262	69,99±1	61,69±0,97	255±7,00
120min	0,16±0,0082	3,5±0,253	71,6±0,95	62,18±1,00	289±2,00
150min	0,132±0,0052	3,525±0,253	71,61±0,75	53,14±2,5	276±4,00
180min	0,127±0,0052	3,275±0,2	69,46±1,5	51,17±3,00	228±3,00
210min	0,122±0,0052	3,1±0,2	66,07±0,75	46,43±1,8	201±2,5
240min	0,105±0,0082	3,045±0,2	49,15±0,85	46,77±1,00	190±8,00
270min	0,085±0,0082	2,99±0,2	47,08±0,96	46,87±2,5	188±7,5
300min	0,075±0,0052	2,475±0,2	46,39±1,02	46,19±3,00	172±4,54
330min	0,07±0,0052	2,14±0,2	39,91±0,39	39,73±1,00	150±3,75
360min	0,065±0,0052	2,05±0,2	35,49±0,87	35,33±2,00	145±6,00

Les lignanes sont considérés comme un groupe de composés naturels définis comme un produit de couplage par oxydation de β-hydroxy- propane. Ils sont supposés être des bioactifs uniques, avec des propriétés fonctionnelles, physiologiques et nutritionnelles très importantes (Lee et al., 2008). Ces composés présentent une excellente activité anti-oxydante, tel que le sésamol, qui est formé à partir de sésamoline pendant le processus de torréfaction, il est adopté que la stabilisation contre l'oxydation des huiles végétales est obtenue par l'addition d'extraits de sésame. Dans le cas de lignanes, la torréfaction entraîne une augmentation pour les 2 premières heures. Après, il y a diminution pour les deux composés, la sésamine et la sésamoline. La diminution de sésamoline était plus importante que celle de la sésamine, ceci est peut-être dû à la température de torréfaction qui décompose la sésamoline en sésamol. Il a

été signalé que le sésamol est détecté en trace dans l'huile de sésame non torréfiée contrairement à celle torréfiée où on observe une bonne augmentation de ce composé.

La concentration de la sésamine a augmenté pour les premières heures pour arriver à la valeur de 62,69 mg / kg par rapport au témoin avec une valeur de 57,27 mg / kg. Cette teneur commence à diminuer pour arriver à une concentration de 35,34mg / kg à 360 min de torréfaction (Tableau 50).

La sésamol est considéré aussi comme un puissant anti-oxydant phénolique. Il a été détecté en faibles quantités dans l'huile de sésame non torréfiée avec la valeur de 57, 52 mg / kg par rapport à l'huile de sésame grillé. La concentration du sésamol a augmenté significativement lors du traitement thermique avec une valeur de 71,61 mg / kg à 150 min (Tableau 50), en raison de la conversion de sésamoline qui par la suite diminue l'auto-oxydation de l'huile. Cette concentration commence à diminuer avec le prolongement du temps de torréfaction. Il a été rapporté que cette composante a un effet préventif important contre la décomposition thermique de tocophérol, lorsqu'il est ajouté individuellement avec une autre huile pour assurer la stabilité de cette dernière (Kajimoto and *al.*, 1992). La corrélation entre les concentrations de sésamine, sésamol et l'activité antioxydante réalisée par le test de Pearson a montré une forte corrélation positive et significative avec $P < 0,01$ et $r = 0,875$ pour la sésamine et $r = 0,762$ pour la sésamol. La stabilité à l'oxydation élevée des huiles torréfiées pourrait être attribuée aux antioxydants endogènes (lignanes) ainsi qu'aux tocophérols et composés phénoliques (Kajimoto and *al.*, 1992).

Les tocophérols sont des composés très importants comparés aux lignanes afin d'assurer la stabilité des graines et de l'huile de sésame pendant le traitement de torréfaction. Ces composés sont utilisés pour diminuer l'oxydation des lipides en donnant l'hydrogène aux radicaux peroxydes lipidiques. Les résultats montrent que les valeurs de tocophérols ont augmenté au cours des première 120 min jusqu'à arriver 289 $\mu\text{g} / \text{g}$ par rapport à l'échantillon non torréfié avec la valeur 211 $\mu\text{g} / \text{g}$. Puis, ils commencent à diminuer jusqu'à 145 $\mu\text{g} / \text{g}$, ce qui pourrait être dû au degré élevé d'oxydation après un long temps de torréfaction prouvant que le traitement à l'huile de sésame peut affecter les niveaux de tocophérols dans les huiles (Lee and *al.*, 2007). Une forte corrélation existe entre les tocophérols et l'activité antioxydante pour chaque accessions dans tous les extraits étudiés avec $p < 0,05$ et un coefficient de corrélation de 0,9013. Aucun composé unique ne peut être considéré comme responsable de cette stabilité, une combinaison d'un certain nombre de constituants mineurs tels que les polyphénols, les flavonoïdes, les tocophérols, les lignanes et les caroténoïdes pourrait jouer un rôle synergique dans l'augmentation de la stabilité à l'oxydation.

La composition chimique et la stabilité oxydative d'huile de sésame préparée à partir de graines de sésame torréfiée à 150 °C et à des moments différents ont été évaluées et comparées à l'huile de sésame non torréfié. La torréfaction a changé la teneur en composés bioactifs, en chlorophylles, en caroténoïdes, en couleur ainsi qu'en pouvoir antioxydant significativement. Pour obtenir la plus forte activité antioxydante et des valeurs élevées de composés bioactifs, les graines de sésame doivent être torréfiées à 150°C pendant 2 heures. Depuis l'antiquité, l'huile de sésame a été considérée comme précieuse en raison de ses effets médicaux (Lee and al., 2007). Certains composants de valeur dans le sésame peuvent contribuer comme des aliments nutritionnels et fonctionnels pour l'homme (Elleuch et al., 2007). Nos résultats ont révélé que l'huile sésame frais et l'huile de sésame torréfié étaient une riche source de nombreux éléments nutritifs importants qui semblent avoir des effets positifs sur la santé humaine. Le procédé de torréfaction a suggéré que l'huile de sésame pourrait être utilisée comme une source potentielle d'huiles alimentaires destinées à la consommation humaine.

VI.3. Etude de l'effet de la micro-onde sur les graines de sésame

La micro-onde constitue un traitement de torréfaction bien contrôlé peut être utilisé pour les graines oléagineuses. Elle peut provoquer des changements importants de la qualité de produits traités. Les conditions de l'expérience sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau 51 : Conditions expérimentales de la torréfaction par micro-onde

Intervalle de Temps (min)	Humidité %	Masse d'échantillon en (g)	Activité d'eau
0	34,5	25	0,3654
1	32,8	24,7	0,3412
3	33,2	24,5	0,3387
5	31	24,3	0,3342
7	32,5	24,1	0,3306
9	33,2	23,7	0,3254
11	39,6	23,5	0,3186
13	35,6	23,3	0,3121
15	33,8	23,1	0,3098
17	34,5	22,9	0,3002
19	37,4	22,8	0,2798
21	34,9	22,8	0,2643
23	34,9	22,6	0,2543
25	34,6	22,4	0,241

L'humidité moyenne durant l'expérience était de 34,46%. La masse d'échantillon montre une diminution assez faible durant les 7 premières minutes de traitement. Ceci est peut-être dû à la faible teneur en eau des graines de sésame. Cette masse commence à diminuer pour arriver à

22,4 g à 25 min. La variation de la masse montre une stabilité du poids depuis les 17 min jusqu'au 25 min. Ces résultats appuient ceux trouvés pour la torréfaction traditionnelle qui montrent que le sésame contient l'eau liée qui est difficile à éliminer et qui a besoin d'une longue durée afin d'être évaporé. Une perte en eau peu importante a été observée lors de l'augmentation de la durée. Après une phase latente courte, nous observons un comportement quasi linéaire. On peut constater que la diminution du poids peut être due à l'augmentation du temps au fur et à mesure du traitement, donc la température et le temps de la torréfaction par micro-onde sont deux facteurs à considérer dans la perte de la masse du produit durant le traitement thermique.

VI.3.1 Détermination de la qualité des graines après micro-onde

VI.3.1.1 Détermination de la qualité biochimique et nutritionnelle du sésame durant la torréfaction par micro-onde

La qualité des graines de sésame témoin et des graines traitées par micro-onde a été comparée. Les températures internes des graines de sésame à la fin de chaque période de torréfaction ont été aussi comparées. La température des graines avant le traitement était de 25 °C et a été portée à 130,6 °C à 25 min de la torréfaction par micro-onde. L'activité antioxydante observée obtenue a resté constante les premières 7 minutes avec une valeur de 65% par rapport à l'échantillon non torréfié avec une valeur de 65,3%. La valeur a resté constante, puis commence à diminuer jusqu'à arriver à 57,5% dans 25 min (Tableau 52). Ainsi, les résultats indiquent que l'activité antioxydante du sésame a été significativement affectée par la température et surtout le prolongement du temps de torréfaction dans le four à micro-ondes.

Tableau 52 : Qualité biochimique et nutritionnelle du sésame pendant la torréfaction

Temps (min)	Activité antioxydante%	Polyphénols mg eq AG/g	Flavonoïdes mg eq rutine/g	Protéines g/100g	Sucres g/100g
0	65,33±0,9	3,95±0,0013	0,13±0,002	25,15±0,99	0,36±0,0092
1	65±0,98	3,95±0,0023	0,14±0,003	25,15±1,2	0,37±0,0045
3	65±0,7	3,95±0,0019	0,14±0,0025	25,15±1,12	0,38±0,015
5	65±2	3,94±0,0029	0,14±0,0025	26±0,87	0,38±0,0047
7	65±1	3,94±0,003	0,135±0,003	27,01±0,87	0,38±0,0094
9	64±2,75	3,9±0,007	0,13±0,002	27,36±0,45	0,38±0,045
11	64±1	3,81±0,0029	0,13±0,003	27,75±0,74	0,37±0,043
13	63±1,8	3,7±0,007	0,12±0,002	27,89±0,68	0,37±0,0068
15	61±2,5	3,69±0,0021	0,11±0,002	28,09±0,88	0,36±0,009
17	60±1	3,62±0,007	0,11±0,001	28,35±1,1	0,35±0,0102
19	59±1,36	3,41±0,0029	0,1±0,003	28,5±0,91	0,34±0,0105
21	59±1,02	3,1±0,0041	0,1±0,002	28,57±0,57	0,34±0,011
23	58±0,97	3±0,0069	0,1±0,001	28,65±0,9	0,32±0,012
25	57,5±0,7	2,9±0,0053	0,1±0,0025	28,9±1	0,32±0,010

La teneur des polyphénols et flavonoïdes a été déterminée à différents temps de traitement par micro-onde. Les contenus phénoliques sont compris entre 3,95 mg / g pour l'échantillon non traité et 2,9 mg / g pour l'échantillon traité à 25 min (Tableau 52). Au début du traitement, la concentration a resté constante jusqu'à 7 minutes puis, cette teneur a diminué progressivement pour arriver à 2,9 mg/g à la fin du traitement. Les flavonoïdes ont montré une petite augmentation lors des premières 5 min pour avoir une teneur de 0,14 mg/g contre 0,13 mg/g pour le témoin (Tableau 52). Cette concentration a commencé à diminuer jusqu'à une valeur faible de 0,1 mg/g.

Plusieurs études ont montré une bonne corrélation entre les polyphénols et l'activité antioxydante (kahyaoglu et kaya., 2006). Dans cette étude, la relation entre les résultats de l'activité et les composés phénoliques a été établie par l'analyse de corrélation; l'activité antioxydante des phénols est souvent associée à leurs propriétés d'oxydo-réduction, qui leur permettent d'agir comme des agents anti-oxydants. Les résultats montrent que les composés phénoliques ont une bonne corrélation avec l'activité de piégeage des radicaux libre avec ($r = 0.897$) avec ($P < 0,05$). Ainsi cette activité a montré une bonne corrélation avec les flavonoïdes avec ($r = 0.887$) et ($P < 0,05$). Dans l'ensemble, l'analyse de corrélation a indiqué que les résultats des trois répétitions utilisées dans cette étude étaient en corrélation les uns avec les autres, en vérifiant que l'activité antioxydante des extraits de la plante dépend principalement de la quantité de composés phénoliques totaux.

Les résultats de l'évolution des protéines lors du traitement par micro-onde montrent que la teneur des protéines des graines de sésame traitées par micro-onde était plus élevée par rapport au témoin tout au long du temps du traitement. Les valeurs de protéines sont comprises entre 25,15 g / 100 g pour l'échantillon non torréfié et 28,9g / 100 g pour l'échantillon traité à 25 min (Tableau 52). L'augmentation de la teneur en protéines est résultat d'une augmentation de la teneur en -SH au cours du processus, prouvant que le traitement par micro-onde pendant 25 minutes peut améliorer la qualité nutritionnelle des graines de sésame. Mais il a été signalé également que, avec plus de temps de traitement, la protéine peut être décomposée où avoir des réactions croisées au niveau des acides aminés essentiels, ce qui provoque une diminution de la qualité nutritionnelle des protéines. Ce processus de micro-onde affecte également la capacité des polyphénols à interagir avec les protéines, ce qui provoque une diminution de l'astringence (Misnawi et al. 2005).

La teneur totale en sucre des graines de sésame a augmenté dans les premières 9 minutes pour se fixer à une concentration de 0,38g / 100g par rapport à l'échantillon non traité avec une

valeur de 0,36 g / 100g (Tableau 52). Mais après 11min, la teneur en sucres commence à diminuer jusqu'à arriver à la valeur de 0,32g / 100g, ce qui provoque un changement de la couleur des graines, qui expliquent la raison pour laquelle la teneur en sucre est considérée comme une mesure indirecte de la concentration du substrat des réactions non-enzymatique de brunissement ou des nutriments restant après les réactions de brunissement. Ces résultats suggèrent que les températures très élevées et les durées trop longues de traitement par micro-ondes ne doivent pas être utilisées dans la torréfaction des graines de sésame, parce que de nombreux éléments nutritifs sont dégradés dans les réactions de brunissement non enzymatique pendant le processus de torréfaction (Namiki ,1988).

Les résultats indiquent que le traitement par micro-onde des graines de sésame pendant 9 minutes a montré la meilleure activité anti-oxydante, ainsi une bonne teneur en composés phénoliques et en sucre, contrairement aux protéines, ou le prolongement du temps du traitement à augmenter la teneur de ces composés. Le sésame est considéré comme une graine oléagineuse précieuse, non seulement à cause de sa teneur en huile et en protéines élevée, mais aussi pour son utilisation pour la fabrication des différents sous-produits, pour ses précieux composants qui contribuent à l'alimentation nutritionnelle et fonctionnelle humaine, les graines de sésame peuvent attirer les consommateurs et les transformateurs de produits alimentaires basés sur sa grande valeur.

VI.4 Etude de l'effet de la micro-onde sur les huiles de sésame

Cette partie traite l'évolution de l'activité antioxydante, des composés bioactifs, des chlorophylles et des caroténoïdes des huiles de sésame traité par micro-onde à différents temps.

VI.4.1 Evolution de l'activité antioxydante et des molécules bioactives durant la torréfaction par micro-onde

Les résultats montrent que l'activité anti-oxydante a augmenté de manière significative durant les premières 9min pendant le traitement par micro-onde. Puis, cette activité a commencé à diminuer avec l'augmentation du temps de traitement de 13 min en arrivant à 25min. L'activité antioxydante est arrivé à 63,91% par rapport au témoin avec un pourcentage d'inhibition de 60,87% à 9 min. Cette augmentation est peut-être liée à la formation de nouveaux antioxydants naturels tels que les lignanes (Elleuch et al., 2007). Cette activité antioxydante commence à diminuer jusqu'à atteindre une valeur de 59,48% en 25 min de traitement. Mais malgré ce changement, cette diminution reste non significative. Nous pouvons constater que le traitement par micro-onde n'a pas d'effet négative sur le pouvoir antioxydant des huiles de sésame, et que cette huile reste stable toute au long du traitement

prouvant une résistance importante à la dégradation oxydative par rapport à d'autres huiles végétales (Tableau 53). Ainsi malgré le temps et la température qui augmentent au fur et à mesure de la prolongation du traitement, ceux-ci n'ont aucun effet sur l'activité. Au contraire, l'utilisation de la micro-onde pour un certain temps (9min) à aider à augmenter l'antioxydation des huiles de sésame. Cette notable stabilité est due essentiellement à l'influence positive des antioxydants, des composés phénoliques, de lignanes et des tocophérols sur le potentiel oxydatif des huiles (Lee et al., 2007).

La teneur totale en composés phénoliques et en flavonoïdes n'a pas changé avec le temps de traitement jusqu'à 25 minutes (Tableau 53). Pour le témoin, la teneur totale en polyphénols et en flavonoïdes était de 86, 50 mg/kg et 0,091 mg / kg respectivement. Ces molécules bioactives ont augmenté pour atteindre 88,62 et 88,57 mg équivalent d'acide gallique / kg d'huile pour l'intervalle du temps de 7-9min, et 0,097 et 0,095 mg équivalent de quercétine / kg d'huile dans les 9 et 11min respectivement pour les composés phénoliques et les flavonoïdes. La teneur de ces molécules commence à diminuer jusqu'à atteindre 84 et 0,058 mg / kg à 25 min de traitement par micro-onde. Il a été rapporté que les composés phénoliques passent dans la phase huileuse mieux si l'huile a été obtenue à partir des graines qui ont subis un traitement thermique, ceci est probablement causé par la libération de composés phénoliques de structures liées (Lee et al.,2007).

Tableau 53 : Evolution de l'activité antioxydante et des molécules bioactives durant le traitement par micro-onde

Temps (min)	Activité antioxydante %	Polyphénols mg/kg	Flavonoïdes mg/kg	Indice couleur
0	60,87±0,9	86,5±0,85	0,091±0,002	0.0935±0,0092
1	61,25±0,7	87,09±0,65	0,096±0,003	0.0971±0,0087
3	62,45±0,8	87,65±0,55	0,096±0,0025	0.1001±0,024
5	62,5±0,97	87,85±0,57	0,096±0,0042	0,101±0,0099
7	63,78±1,00	88,62±0,5	0,096±0,0014	0,1189±0,010
9	63,91±2,50	88,57±0,4	0,097±0,0027	0,1697±0,011
11	62,15±3,00	87,81±0,45	0,095±0,0012	0,1964±0,0093
13	62,1±1,80	87,43±0,7	0,071±0,0041	0,1995±0,0091
15	61,65±1,00	86,6±0,9	0,071±0,0016	0,2076±0,01
17	61,09±2,5	86,45±0,11	0,07±0,004	0,2388±0,0089
19	60,78±3,00	85,09±0,25	0,078±0,0024	0,2574±0,0078
21	60,41±1,00	85,16±0,7	0,067±0,0029	0,2987±0,0089
23	59,66±2,00	84,88±0,19	0,063±0,0014	0,3666±0,0088
25	59,48±1,94	84±0,11	0,058±0,0016	0,4714±0,010

Les substances de brunissement sont développées en prolongeant le temps du traitement. Cette augmentation affecte la coloration des huiles comme les graines. La couleur des huiles a

changé progressivement de la couleur jaune avec des absorbances de 0,0935 ; 0,0971 et 0,1001 pour les échantillons non traité et traité à 1 et 3 min respectivement, à la couleur brune foncée à 25min avec 0,4714 (Tableau 53). Par conséquent, l'aspect de brunissement est affecté par la caramélisation. Comme cité auparavant, ce phénomène (caramélisation) et le brunissement sont le résultat des réactions de Maillard entre les sucres réducteurs et les acides aminés libres ainsi que la formation des acrylamides (Torki et al.,2016).

VI.4.2 Evolution des antioxydants durant la torréfaction par micro-onde

Les concentrations de chlorophylles et de caroténoïdes ont été mesurées dans l'huile des graines de sésame crues et traitées. Le traitement par micro-onde a permis d'augmenter la teneur en pigments vert en particulier en chlorophylle dans les premières 7 min avec une valeur de 0. 1891 $\mu\text{g} / \text{g}$ par rapport à l'échantillon non traité d'une valeur de 0,1609 $\mu\text{g} / \text{g}$ indiquant que le traitement thermique a produit une augmentation de chlorophylle dans l'huile résultant de changement de couleur en jaune doré. Cette teneur a commencé à diminuer à partir de 9 min pour arriver à une valeur de 0.1577 $\mu\text{g} / \text{g}$ à 25 min (Tableau 54). Cette différence n'est pas significative en fonction du temps contrairement à ce qui a été cité auparavant et qui précise que le traitement thermique provoque une augmentation de la teneur en coloration noire, jaune et rouge. La formation de couleur dans l'huile de sésame pendant le traitement thermique par micro-onde n'a pas eu un grand développement. Cette couleur serait aussi probablement due à la présence des caroténoïdes. Ces résultats vont avec les résultats trouvés concernant le changement de couleur (Hussein et al.,1986).

Pour les caroténoïdes, les traitements thermiques traditionnels pourraient induire leur dégradation. Dans ce traitement par micro-onde, ces composés ont montré une augmentation significative pendant 11 minutes de traitement. Aucune dégradation significative n'a été observée dans la teneur en caroténoïdes tout au long du processus. Au contraire, ce composé a augmenté significativement avec une valeur de 3,44 $\mu\text{g} / \text{g}$ par rapport à l'échantillon non traité avec la valeur 2.81 $\mu\text{g} / \text{g}$ (Tableau 54). L'augmentation de la teneur en caroténoïdes est probablement due à leur libération après la dénaturation des protéines par l'effet de la température du traitement. Après 13 min, les caroténoïdes restent inaltérables par rapport au témoin avec une légère diminution jusqu'à arriver à 2,1 $\mu\text{g} / \text{g}$ à la fin du traitement.

Le traitement par micro-onde a entraîné une augmentation importante des lignanes lors des premières 11 minutes surtout pour la sésamol. Après, la teneur a commencé à diminuer pour les deux composés, la sésamine et la sésamoline. L'augmentation de la teneur du sésamol était plus importante, ceci est dû à la conversion de la sésamoline à ce produit durant les traitements thermiques (Lee et al., 2003).

La concentration de la sésamine a augmenté pour les premières minutes en arrivant à la valeur 62,89 mg / kg par rapport au témoin d'une valeur de 57,89 mg / kg. Cette teneur commence à diminuer pour arriver à une concentration de 48,59mg / kg à 25 min de traitement (Tableau 54).

Le sésamol est considéré aussi comme un puissant anti-oxydant phénolique. Il est généralement détecté en faibles quantités dans l'huile de sésame non torréfiée. Il est issu de la conversion de la sésamoline par effet de température. Dans cette étude, le traitement par micro-onde a augmenté la teneur en sésamol pour arriver à 71,71 mg / kg en 11 min. Donc on peut dire que ce traitement a un effet important sur la dégradation de la sésamoline pour donner le sésamol. Avec le prolongement du temps du traitement, la teneur en sésamol commence à diminuer pour arriver à 50,54mg/kg en 25 min. L'étude de corrélation entre les lignanes et l'activité antioxydante a montré une forte corrélation positive et significative au niveau 0. 01 avec $r = 0,933$ pour la sésamine et $r = 0,872$ pour le sésamol. La stabilité élevée des huiles torréfiées à l'oxydation est souvent liée à la présence des lignanes et leur combinaison avec d'autres composés.

Tableau 54 : Evolution des antioxydants du sésame durant le traitement par micro-onde

Temps (min)	Chlorophylles $\mu\text{g/g}$	Caroténoïdes $\mu\text{g/g}$	Sésamine mg/kg	Sésamol mg/kg	Tocophérols $\mu\text{g/g}$
0	0,1609±0,008	2,81±0,118	57,89±0,9	57,75±2,00	210±1,5
1	0,174±0,0130	2,98±0,113	61,66±0,7	60,89±1,45	217±7
3	0,175±0,0045	3,09±0,1045	61,57±0,8	68,66±0,54	222±2,5
5	0,188±0,0055	3,5±0,0955	61,66±0,97	69,89±2,41	235±3
7	0,1891±0,008	3,5±0,0808	62,71±1,00	70,89±1,02	277±5
9	0,183±0,013	3,53±0,2130	62,88±2,5	71,47±2,4	281±9
11	0,1745±0,0095	3,445±0,0955	62,89±3,00	71,71±1,65	282±7
13	0,1733±0,008	3,21±0,1295	59,83±1,80	66,07±0,89	290±5
15	0,1729±0,0021	3,19±0,1045	59,17±1,00	65,15±2,04	290±5,9
17	0,1702±0,014	3,09±0,1095	57,17±2,5	60,08±1,78	278±8
19	0,1667±0,0072	2,56±0,1045	56,19±3,00	55,39±1,45	250±9
21	0,1654±0,008	2,22±0,1295	49,73±1,00	53,91±1,4	210±2,3
23	0,1597±0,009	2,16±0,1145	49,33±2,00	51,49±1,23	195±7,4
25	0,1577±0,016	2,1±0,0875	48,59±2,00	50,54±1,12	180±3,2

Les tocophérols sont considérés comme des antioxydants naturels importants afin d'assurer la stabilité des graines et l'huile de sésame pendant les traitements thermiques. Les résultats montrent que les valeurs de tocophérols ont augmenté très significativement au cours des 15 min jusqu'à arriver à 290 $\mu\text{g} / \text{g}$ par rapport à l'échantillon non traité de valeur 210 $\mu\text{g} / \text{g}$, par la suite, cette teneur a diminué jusqu'à 145 $\mu\text{g} / \text{g}$ en fin de traitement (Tableau 54).

L'augmentation de la teneur des tocophérols est peut être due à la stabilité de ce composé au traitement thermique. Une forte corrélation existe entre les tocophérols et l'activité antioxydante pour chaque échantillon dans tous les extraits étudiés avec $p < 0,01$ et un coefficient de corrélation de 0,9865. Les tocophérols avec les autres molécules bioactives ainsi que les lignanes sont responsable de la grande stabilité des huiles de sésame.

Les résultats trouvés montrent que la torréfaction et le traitement par micro-onde ont un effet sur la qualité des graines et des huiles de sésame, La composition chimique des graines de sésame et la stabilité oxydative d'huile de sésame préparée à partir de graines de sésame torréfiée à 150°C et à des moments différents ont été évaluées et comparés à l'huile de sésame non torréfié. La torréfaction a changé la teneur en composés bioactifs, en chlorophylles, caroténoïdes, couleur ainsi en pouvoir antioxydant significativement, et pour obtenir la plus forte activité antioxydante et des valeurs élevées de composés bioactifs, les graines de sésame doivent être torréfiées à 150°C pendant 2 heures. Depuis l'ancienneté, l'huile de sésame a été considérée comme précieuse en raison de ses effets médicaux. Certains composants de valeur dans le sésame contribuent peuvent contribuer comme des aliments nutritionnels et fonctionnels pour l'homme. Nos résultats ont révélé que l'huile de sésame frais et l'huile de sésame torréfié étaient une riche source de nombreux éléments nutritifs importants qui semblent avoir des effets positifs sur la santé humaine. Le procédé de torréfaction a suggéré que l'huile de sésame pourrait être utilisée comme une source potentielle d'huiles alimentaires destinée à la consommation humaine. Ainsi, pour le traitement par micro-onde, il a été montré que le traitement pendant 9 min a un effet positif sur les graines et les huiles qui montrent avec le temps une stabilité très importante et un potentiel antioxydant considérable par rapport à d'autres huiles de tables, ceci est dû à la présence des antioxydants et molécules bioactives. C'est pour cette raison, que les extraits de sésame sont utilisés comme des antioxydants alternatifs pour la protection des huiles végétales contre la détérioration oxydative.

VI.5. Détection de l'adultération de l'huile de sésame

VI.5.1 Caractérisation et la détection rapide de la falsification dans l'huile de sésame à l'aide FT-MIR et ACP-LDA

VI.5.1.1 Acquisition des spectres

La Figure 43 illustre les spectres MIR des huiles de sésame étudiées dans la région spectrale de $3000-600\text{ cm}^{-1}$. Les régions spectrales peuvent être divisées de la manière suivante : $\sim 3000\text{ cm}^{-1}$ (= trans étendue CH), ces deux bandes 2920 et 2852 cm^{-1} sont caractéristiques des

vibrations d'élongations symétriques et asymétriques du groupement-CH₂, l'élongation du groupe C = O des lipides est visible vers 1743 cm⁻¹, 1463 cm⁻¹ (-CH₂ flexion), 1377 cm⁻¹ (flexion -CH₃), 1237 cm⁻¹ (CO étendue), 1161 cm⁻¹ (O -C- étirement; -CH₂ flexion), 1118 cm⁻¹ (CO étendue), 1096 cm⁻¹ (CO étendue), et 722 cm⁻¹ (cis-CH = CH-) (Rohman et Che Man., 2010). Les bandes des matériaux holocellulosiques sont situées dans la région 1200 – 900 cm⁻¹ (Inon et al., 2009).

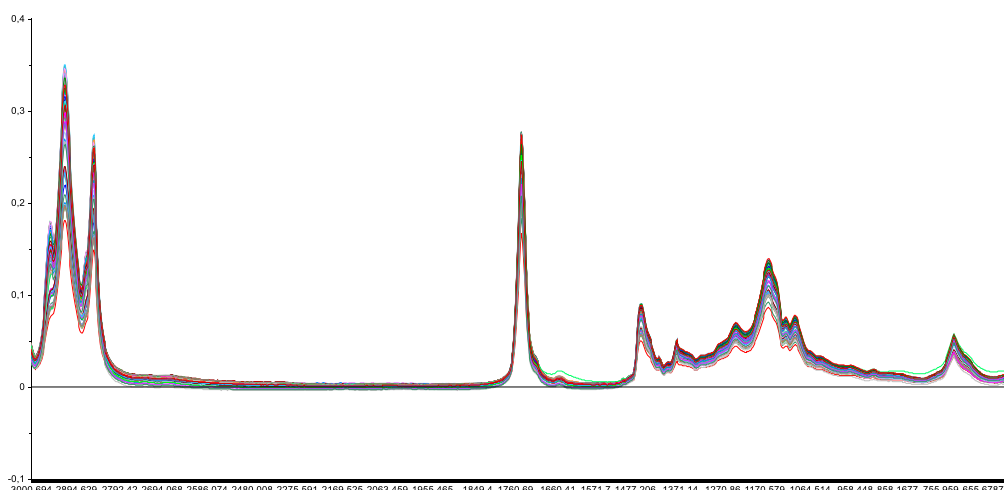


Figure 43 : Spectres ATR-FTMIR des trois mélanges binaires (Sésame-Tournesol, Sésame-Soja, Sésame-Colza) et les huiles de sésames pures dans la région spectrale 3000-600 cm⁻¹

Nous remarquons, que les spectres obtenus pour 104 échantillons d'huiles de sésame sont similaires par inspection visuelle. Cela est peut-être dû à une composition chimique comparable des huiles de sésame et des huiles adultérantes (Tournesol, Soja et Colza). Des méthodes d'étalonnage multi variées semblaient alors une alternative pour fournir une solution efficace, car elles permettront l'extraction de l'information analytique non spécifique du spectre complet ou non. En outre, un traitement préliminaire des données semble nécessaire pour une meilleure information analytique. Ainsi, un prétraitement des données est jugé utile pour minimiser les problèmes instrumentaux tels que la fluctuation de référence ou du bruit. Toute la gamme spectrale 4000-600 cm⁻¹ a été utilisée comme point de départ pour l'enquête. Selon la littérature (Joliffe, 1986), la zone comprise entre 2400 et 2300 cm⁻¹ a été éliminée avant l'élaboration chimiométrique, car le rapport signal / bruit de cette région était assez faible et la variation de signal donnée est indépendante de la composition de l'échantillon. La région entre 4000 et 3100 cm⁻¹ est également supprimée en raison de la bande de soustraction d'eau qui présente beaucoup de bruits instrumentaux et apporte des informations inutiles (Bertrand et Dufour., 2006).

Les données spectrales ont été dérivées avec l'algorithme développé par Savitzky et Golay (Savitzky et Golay., 1964) pour éliminer les variations spectrales indésirables comme des compensations. La meilleure amélioration de la variance des données a été atteinte lorsque la fonction dérivée de Savitzky Golay a été utilisée. Les meilleurs résultats ont été obtenus en fixant les paramètres suivants: 2ème ordre, le nombre de points de lissage : 13 et un polynôme d'ordre 2.

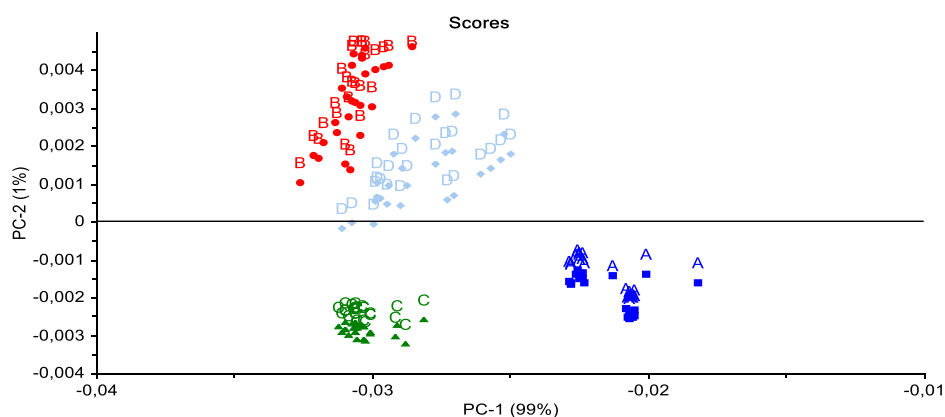
VI.5.1.2 Modélisation par ACP

L'analyse en composantes principales a été utilisée pour analyser les données spectroscopiques des échantillons d'huile de sésame (pures et fraudelées) pour évaluer la capacité de discrimination des échantillons en fonction de leur qualité.

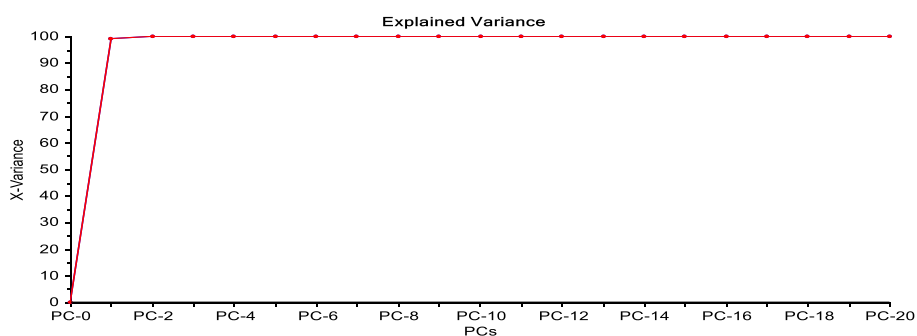
Le modèle ACP a été construit avec l'algorithme NIPALS, en considérant tous les intervalles de fréquence 3000- 600 cm^{-1} , en tant que variables X, et le modèle a été validé par la validation croisée. Avec cette dernière, les mêmes échantillons sont utilisés à la fois pour l'estimation et pour tester les modèles (Esbensen, 2000).

Les résultats de l'ACP sont visualisés. La figure 44 a été construite pour observer les principaux regroupements entre les observations. Le graphe de chargement indique l'importance de chaque variable pour le modèle, ainsi, il est utilisé pour interpréter les relations entre les variables et les groupes observés. Ce premier modèle est bon, il montre la séparation entre les quatre classes qui est clairement indiquée lorsque le tracé est en 2D. La variance totale des données est expliquée par le modèle ACP construit et est de 99% de PC1. Dans la figure supplémentaire C, les valeurs des chargements PC1 tracés des données spectrales présentent les régions du spectre où les différences entre les échantillons d'huile de sésame sont plus évidentes.

(a)



(b)



(c)

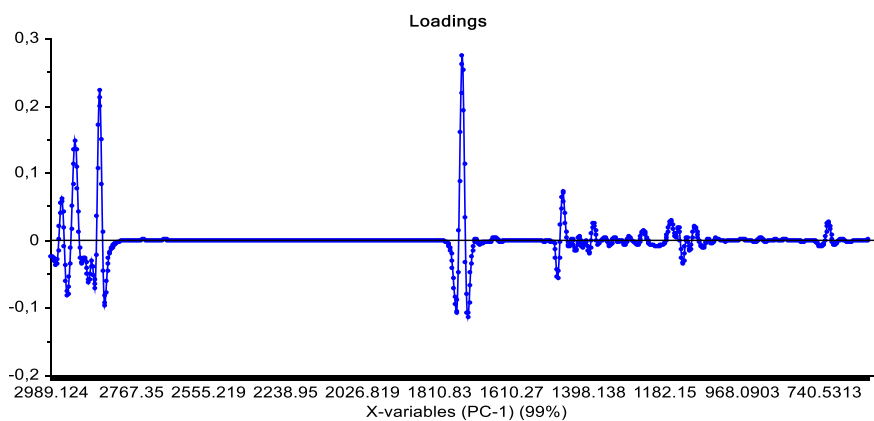


Figure 44 : (a) PC1/PC2 graphe avec l'analyse d'ACP sur le plateau d'étalonnage A : huile de sésame pure, B : (HS-HC) ; C : (HS-HSO) ; D : (HS-HT)

(b) graphe des variances (%) de PCs utilisé dans le model ACP

(c) graphe de chargement PC1

Les contributions factorielles pour discriminer les accessions le long de l'axe positif de PC1 ont été associées avec les régions spectrales de 3000-600 cm⁻¹. Ces résultats nous ont incité à effectuer une analyse plus détaillée, en tenant compte de l'ensemble des données relatives aux régions typiques d'empreintes digitales d'hydrates de carbone (1200-900 cm⁻¹), des protéines (1680-1540 cm⁻¹) et des lipides (3000-1700 cm⁻¹) afin de mieux identifier et discriminer les échantillons d'huiles en fonction de leurs divergences biochimiques. Les résultats ont indiqué

que les régions spectrales associées à des lipides sont les meilleures pour la discrimination des huiles par l'ACP.

VI.5.1.3 Modélisation par ACP-LDA

La technique de LDA est soumise à la contrainte que le nombre de fonctions ne doit pas dépasser le nombre d'échantillons. Pour cette raison, nos données spectrales de grande dimension ont été réduites à un PC par l'ACP avant le traitement par LDA. Ainsi, l'ACP a été appliquée sur les spectres infra-rouge, et la matrice de score obtenu a été utilisée pour fabriquer la matrice des facteurs prédictifs. Cette matrice et le vecteur des informations d'appartenance se rapportent aux échantillons d'huiles qui ont par la suite été traités par LDA. Les résultats obtenus ont montré que les échantillons ont été discriminés sur la base de cette méthode de traitement. En fait, le modèle ACP-LDA obtenu a été en mesure de distinguer tous les échantillons du calibration avec un classement correct de 99,04%, seul l'échantillon (B22) est présent simultanément dans plus d'une catégorie (figure 45).

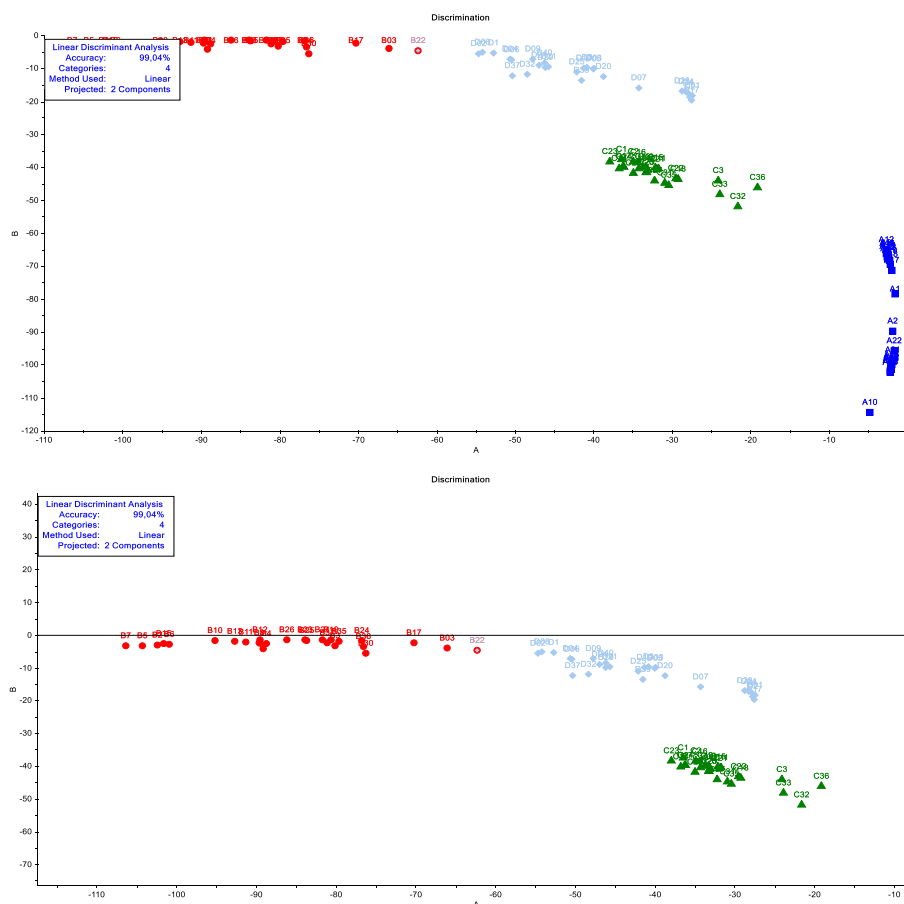


Figure 45 : Graphique de valeur discriminante pour les classes A et B

Ce résultat est confirmé par la matrice de confusion. La matrice de confusion est une matrice utilisée pour la visualisation des résultats de la classification de la méthode supervisée, ACP-

ALD. Elle porte des informations sur les classifications prévues et réelles des échantillons à chaque rangée montrant les instances d'une classe prédite. Chaque colonne représente les instances dans une classe réelle. Le tableau 55 montre que tous les échantillons sont bien classés, tandis qu'un seul échantillon de la classe B a été classifié en classe D.

Tableau 55 : Matrice de confusion de la calibration par la méthode ACP-ALD

Matrice de confusion	A	B	C	D
Prédit	1	2	3	4
A	26	0	0	0
B	0	25	0	0
C	0	0	26	0
D	0	1	0	26

VI.5.1.4 Classification des nouveaux échantillons par le model d'ACP-ALD

Le modèle d'analyse de la discrimination (PCA-LDA) est formé avec des échantillons d'étalonnage à partir de quatre classes et est utilisé pour classer les futurs échantillons (ensemble de validation) dans l'une de ces classes. Cette étape a permis de classer les nouveaux échantillons dans les classes précédemment établies. Selon la procédure LDA, la matrice de prédiction (Tableau 56) a été réalisée à partir du processus de validation et a montré les valeurs discriminantes pour chaque classe, ainsi que la classe prédite pour chaque échantillon.

Tableau 56 : Matrice de prédiction de l'application du modèle de classification PCA-LDA sur l'ensemble du test (SA, SB, SC, SD présentent les échantillons des différents groupes)

Echantillons	A	B	C	D	Prédiction
SA1	-1,575887	-86,51471	-35,56668	-41,58485	A
SA2	-1,568647	-89,98235	-36,34878	-43,87392	A
SA3	-1,678567	-86,11919	-36,27672	-41,42366	A
SA4	-1,529627	-88,19259	-35,5844	-42,64824	A
SA5	-5,149502	-113,5953	-56,56429	-61,78878	A
SA6	-1,613447	-78,4326	-31,14713	-36,01968	A
SA7	-2,613924	-65,89288	-23,21497	-27,54109	A
SA8	-2,404222	-67,42587	-24,44592	-28,57779	A
SA9	-2,560745	-66,23978	-23,61405	-27,78508	A
SA10	-2,010583	-71,34346	-24,71667	-31,00459	A
SA11	-2,314725	-68,35538	-23,74545	-29,08528	A
SA12	-2,505388	-66,64686	-23,85805	-28,05294	A
SA13	-1,726016	-95,81341	-36,27383	-47,64269	A
SA14	-2,594192	-66,79121	-21,94069	-27,99534	A
SB1	-89,55863	-1,451615	-44,57246	-11,615	B
SB2	-84,12794	-1,401732	-40,45201	-9,748106	B
SB3	-61,44745	-3,684931	-25,35872	-3,738296	B
SB4	-62,10003	-3,865659	-24,37315	-3,940195	B
SB5	-89,15907	-4,074146	-57,60746	-14,36884	B
SB6	-91,28149	-2,150882	-51,80747	-13,1825	B
SB7	-92,72222	-1,920801	-50,9644	-13,34638	B
SB8	-70,26964	-2,301967	-30,62302	-5,704131	B
SB9	-102,4026	-2,914503	-58,78368	-17,29649	B
SB10	-62,31729	-4,601485	-22,17997	-4,270819	D
SB11	-76,73108	-1,626932	-38,61776	-7,735665	B
SB12	-86,194	-1,392191	-42,65175	-10,49743	B

SB13	-37,5735	-19,01538	-39,72921	-8,433091	D
SB14	-65,13879	-16,32876	-11,96653	-11,61174	D
SC1	-31,75881	-43,37833	-1,404812	-18,99026	C
SC2	-36,18385	-38,19325	-1,60069	-16,87901	C
SC3	-36,44261	-37,95787	-1,626203	-16,80025	C
SC4	-33,46603	-38,86212	-1,456703	-16,5629	C
SC5	-30,80545	-41,70024	-1,390784	-17,6581	C
SC6	-38,55695	-38,15515	-1,793028	-17,51058	C
SC7	-31,6921	-42,54243	-1,391125	-18,43589	C
SC8	-36,42803	-37,55285	-1,6415	-16,5384	C
SC9	-31,68388	-40,44242	-1,396731	-17,0897	C
SC10	-33,71817	-39,8349	-1,438688	-17,25191	C
SC11	-32,15649	-40,18974	-1,402463	-17,05561	C
SC12	-36,281	-39,70105	-1,569912	-17,86769	C
SC13	-34,24426	-40,3311	-1,450163	-17,71219	C
SC14	-34,95502	-41,8214	-1,482215	-18,86047	C
SD1	-47,26333	-7,098797	-20,79443	-1,693485	D
SD2	-61,62014	-4,163665	-23,41014	-3,914517	D
SD3	-27,56329	-19,62702	-25,65405	-4,854594	D
SD4	-52,9746	-7,051202	-17,31579	-2,884196	D
SD5	-56,35751	-4,704831	-23,17022	-2,823231	D
SD6	-56,32062	-4,939747	-22,13201	-2,869534	D
SD7	-58,86789	-4,86975	-21,62968	-3,46454	D
SD8	-47,67154	-6,993454	-20,67339	-1,724898	D
SD9	-54,12932	-7,601542	-16,27483	-3,452816	D
SD10	-51,57137	-7,736026	-16,21868	-2,845567	D
SD11	-53,9338	-7,295388	-16,78017	-3,250038	D
SD12	-28,24631	-17,14407	-14,81885	-2,465916	D
SD13	-41,27499	-9,959327	-16,12819	-1,490372	D
SD14	-38,70907	-12,37109	-12,40438	-2,006287	D

Le tableau 56 montre les résultats de la classification avec la comparaison entre les résultats prévus de chaque classe et les classes théoriques de référence. Le taux de classification correcte était de 94,64% au sein de l'ensemble du test. En particulier 53 échantillons ont été attribués en toute sécurité dans les quatre classes, tandis que trois échantillons ont été classés dans une autre classe.

Dans cette partie, on a proposé une nouvelle méthode pour l'analyse qualitative de l'huile de colza, l'huile de soja et l'huile de tournesol comme adultérants dans l'huile de sésame supplémentaire en appliquant la spectroscopie associée à des techniques chimiométriques.

L'analyse discriminante linéaire (LDA) a été adoptée comme méthode de classification, et l'analyse en composantes principales (ACP) a été utilisée pour compresser les données d'origine avant l'utilisation de LDA. Sur la base de l'analyse en composantes principales (ACP), quatre groupes distincts ont été reconnus. Ensuite, PCA-LDA a été réalisée pour évaluer la capacité de discrimination des données de mesure entre les quatre huiles étudiées. L'application d'ACP-ALD sur un ensemble de tests externes de cinquante-six échantillons a permis de les classer en quatre groupes avec une classification correcte de 94,64%. Ces

résultats indiquent qu'ATR-FTMIR avec ACP-ALD peut être un outil utile pour la détection rapide de l'adultération du sésame avec les huiles de table. Son application est simple et rapide car aucun traitement chimique des échantillons n'a été nécessaire. Cette approche pourrait être considérée comme une méthode efficace et réalisable pour contrôler la qualité de l'huile de sésame.

VI.5.2 Quantification de l'adultération des huiles de sésame avec les huiles de tables comestibles à l'aide d'ATR-FTIR couplée à la chimiométrie

VI.5.2.1 Diversité des spectres

Les spectres FT-MIR des huiles de sésame pur (SO), d'huile de colza (CO), d'huile de soja (SBO), et de l'huile de tournesol (SFO) ont été obtenus. Un spectre est la moyenne de 90 scans du même échantillon d'huile sur FT-MIR. Les spectres moyens de tous les échantillons considérés sont présentés dans la figure 46. Les spectres FT-MIR de 102 échantillons, dont 34 échantillons provenant de chacun des trois mélanges binaires étudiés, ont été enregistrés en triple exemplaire et un spectre moyen a été calculé pour chaque échantillon étudié. Les spectres moyens résultants de trois mélanges binaires sont présentés sur la figure 46.

Les spectres obtenus sont dominés par des bandes typiques de matériaux holocellulosiques dans la région $1200 - 900 \text{ cm}^{-1}$ (Inon et al., 2009). L'affectation des groupes fonctionnels responsables de l'absorption MIR à ces régions est la suivante : 1160 (tronçon C-O; -CH₂ flexion), 1120 (C-O étendue), 1098 (C-O étendue), 1032 (- C-O étendue) et 965 (trans-CH = CH- flexion hors du plan) (Guillen et Cabo., 2000). Dans la zone $4000-1200 \text{ cm}^{-1}$, Tous les spectres ont été dominées par deux pics à 2860 et 2850 cm^{-1} , ceci est dû aux bandes résultant de vibrations asymétriques et symétriques du groupe de méthylène (-CH₂). Le pic à 3008 cm^{-1} pourrait être attribué au groupe fonctionnel (trans = C-H stretch). Des bandes fortes entre 1750 et 1650 cm^{-1} résultent de la vibration d'élongation du carbonyle de l'ester de groupes fonctionnels des triglycérides. La bande du tronçon de cycle aromatique de la lignine apparaît à 1604 cm^{-1} . Les bandes de 1480 à 1450 cm^{-1} pourraient être attribuées aux vibrations de flexion de la -CH₂ et -CH₃ des groupes aliphatiques (Rohman et Che Man, 2010).

Selon la Figure 102, les spectres MIR obtenus d'étalonnage pour l'ensemble des huiles étudiées sont presque similaires. La détection de la falsification est plus difficile, surtout lorsque l'adultérant a la composition chimique similaire à celle de l'huile d'origine. Donc pour contrôler et assurer la qualité de l'huile de sésame, les méthodes d'étalonnage multi variées semblaient alors être idéales pour fournir une solution efficace, car elles permettent l'extraction de l'information analytique non spécifique du spectre complet ou de grandes régions d'entre eux.

Puisque les spectres d'origine FTIR n'ont pas fourni suffisamment d'informations pour construire un modèle de prédiction fiable, un traitement préliminaire des données semble nécessaire pour avoir une meilleure information analytique. En même temps, un prétraitement des données est jugé utile pour minimiser les problèmes instrumentaux comme la fluctuation de référence. Différentes élaborations mathématiques ont été explorées afin de gérer les données spectrales et l'élaboration dérivée a montré le résultat le plus intéressant. En particulier, un enrichissement significatif de la variance des données a été atteint quand les données de départ ont été transformées en signaux dérivés au moyen de l'écart d'algorithme dérivé. Différents paramètres mathématiques ont été testés et les résultats ont été optimisés pour sélectionner les paramètres suivants : 2ème ordre avec un écart de 13.

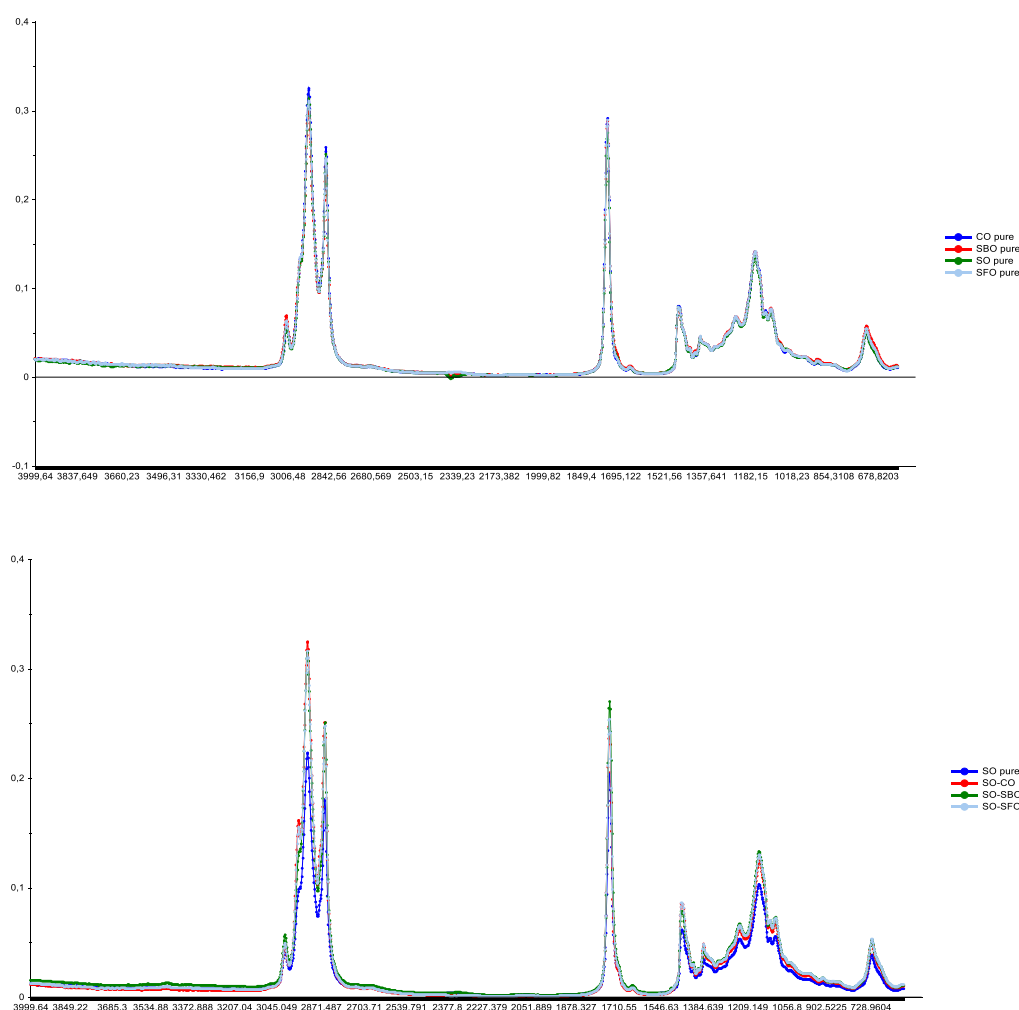


Figure 46 : Spectres MIR des HS et d'adultérants dans région MIR de 4000-600 cm^{-1} : (a) l'huile de sésame(CO), l'huile de colza (HC), l'huile de soja (HSO), et de tournesol (HT). (B) des mélanges binaires HSésame-HColza, HSésame-HSoja et HSésame-HTournesol

VI.5.2.2 Modélisation par ACP

L'analyse en composantes principales a été effectuée pour détecter la présence de valeurs aberrantes dans les données spectrales, avant de développer un modèle de prédiction en utilisant la régression PLS.

Selon la Figure 47 de l'ACP, l'ensemble des données contient dans le total sept spectres avec des valeurs aberrantes. Toutefois, dans un premier temps, les modèles de prévision (PLSR) ont été construits avec tous les échantillons, y compris les sept échantillons pour s'assurer de leur nature (aberrante ou extrême).

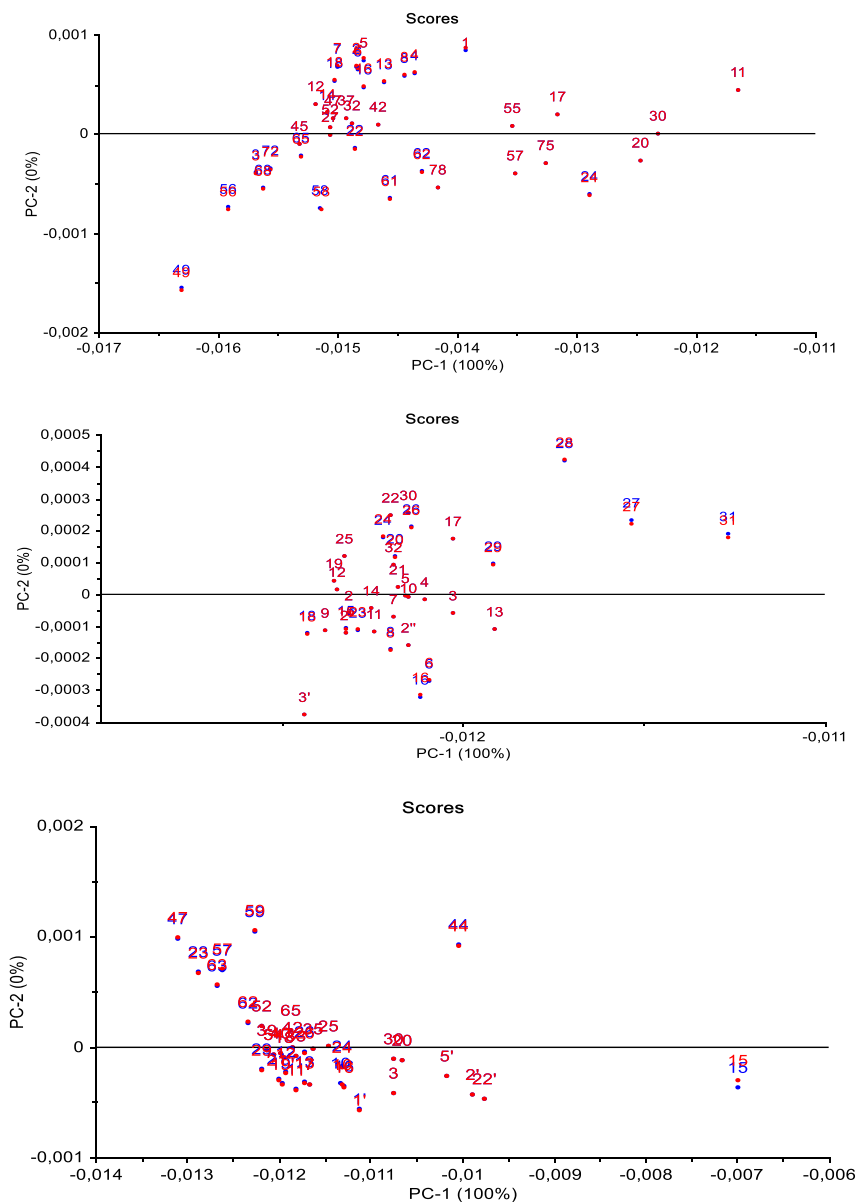


Figure 47: Graphique des scores par analyse ACP (PC1 / PC2) sur l'ensemble des échantillons de mélanges binaires: (a) HS-HC; (B) HS-HSO; HS-HT

VI.5.2.3 Modélisation partielle des moindres carrés de régression (PLSR)

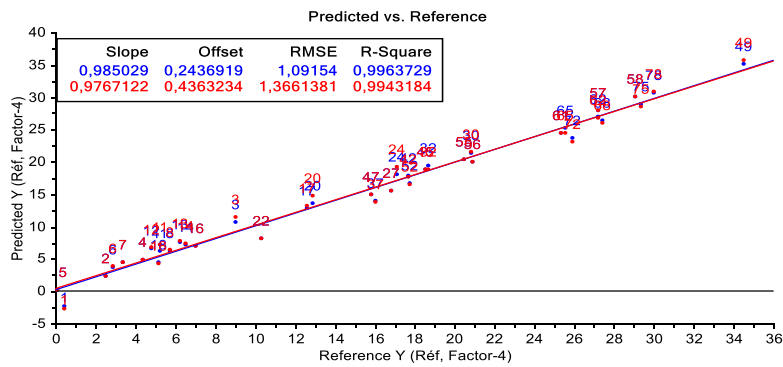
La quantification de l'huile de colza, l'huile de soja et l'huile de tournesol comme adultérants dans l'huile de sésame a été effectuée en utilisant l'algorithme de PLS. Le modèle PLS est construit en tenant compte des spectres de toute la gamme de 4000-600 cm^{-1} avec X en tant que variables, et les variables Y sont associées aux concentrations des différents adultérants. L'ensemble de données contient 102 échantillons d'huile, y compris les sept spectres «valeurs aberrantes» identifiés par l'ACP, car ils sont considérés extrêmes par PLS.

La falsification des HS avec HSO, HC et HT a été modélisée individuellement et trois modèles linéaires ont été proposés. Les modèles de PLSR sont évalués en utilisant le coefficient de détermination R^2 (Coefficient de corrélation) dans l'étalonnage, l'erreur quadratique moyenne carré de calibration RMSEC et la validation croisée (RMSECV).

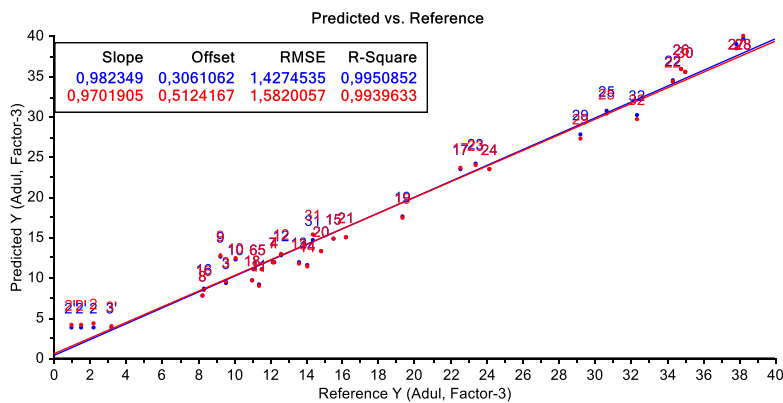
La figure 104 montre les modèles PLS qui corrént les valeurs réelles et prédites des concentrations de HC, HSO et HT obtenus à partir des spectres FT-MIR. Le terme «réel» se réfère à la concentration connue de l'adultérant. Le terme «prédit» se réfère à une valeur calculée par le modèle en utilisant les données spectrales. La différence entre la valeur réelle et la concentration prévue d'adultérants est relativement faible avec un coefficient de détermination (R^2) supérieures à 0,99 pour tous les adultérants. La faible valeur RMSEC ($\leq 1,42$) indique la bonne performance des modèles de PLS (Rohman et Che Man, 2010).

L'erreur quadratique moyenne de la validation croisée (RMSECV), le pourcentage de récupération et le coefficient de détermination (R^2) ont été utilisés en tant que paramètres pour déterminer le nombre approprié de variables latentes (LV) (Durante et al., 2006).

(A)



(B)



(C)

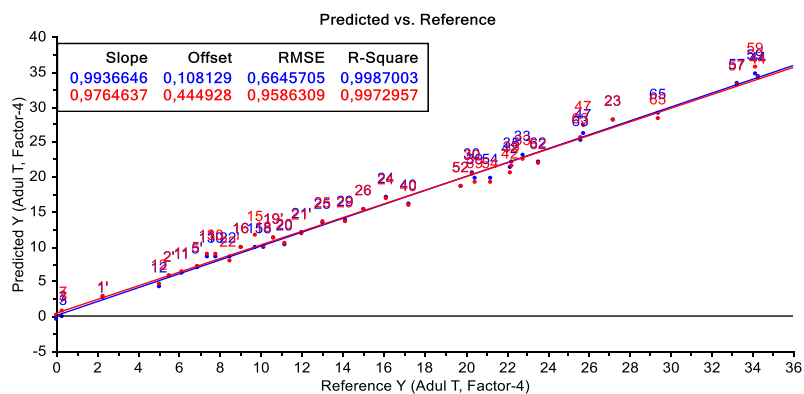


Figure 48 : Relation entre les concentrations réelles et estimées d'adultérants dans l'huile de Sésame, obtenu à partir du modèle PLS final développé à partir des spectres FT-MIR : (A) HC-HS. (B) HT-HS. (C) HSO-HS ; R-square : R² ; RMSE : erreur quadratique moyenne

La détermination du nombre de variables latentes a été basée sur les paramètres statistiques qui offrent les plus hautes valeurs de R² et les valeurs les plus faibles de l'erreur, que ce soit dans l'étalonnage ou dans les modèles de prédiction. Les paramètres statistiques RMSEC, RMSECV et R² sont résumés dans la figure 104. Le coefficient de détermination (R²) est de 0,99, la valeur RMSEC est inférieure à 1,42 et RMSECV est inférieure à 1,58. Elles

pourraient être considérées comme satisfaisantes. Les quatre variables latentes (facteurs) étaient suffisantes pour décrire le modèle PLS pour les adultérants HC et HT, mais seulement trois facteurs pour HSO avec une variance expliquée ci-dessus à 99% (tableau 57)

Tableau 57 : Variance expliquée (%) de PCs utilisé dans les modèles de PLSR.

	Explained	Facteur 1 (LV1)	Facteur 2 (LV2)	Facteur 3 (LV3)	Facteur 4 (LV4)
PLSR (a)	Calibration	71.71	94.54	98.59	99.64
	Validation	70.13	93.79	98.23	99.43
PLS (b)	Calibration	71.15	96.11	99.51	-
	Validation	69.39	95.44	99.40	-
PLS (c)	Calibration	76.34	94.25	96.50	99.87
	Validation	74.96	93.36	94.34	99.73

VI.5.2.4 Détermination de la concentration des huiles de falsification dans les nouveaux échantillons (validation externe)

Afin de vérifier l'applicabilité et la fiabilité de ces modèles pour estimer la concentration de chaque huile fardelée, le processus de validation externe a été réalisé.

Les modèles de PLS sont utilisés pour prédire les concentrations d'huile adultérante dans les nouveaux échantillons. Ces derniers ont les mêmes effets de matrice que les échantillons de données de calibrage. Dans cette étape, les modèles ont été soumis à une procédure de validation par la quantification des nouveaux objets.

Les modèles de PLS ont été appliqués à un groupe d'échantillons inconnus à partir des trois huiles adultérantes (14 échantillons d'huile externes de chaque adultérant), les résultats sont indiqués dans le tableau 58. La quantification la plus précise de chaque huile adultérante est déterminée en utilisant des modèles individuels.

Les écarts de prédiction de falsification dans l'huile de sésame par spectroscopie FT-MIR sont compris entre 0,72 et 1,84 ce qui rend les résultats très satisfaisants.

Tableau 58 : Résultats de la prédiction de l'étendue de l'altération de l'huile de colza (H-C), huile de soja (H-SO) et huile de tournesol (H-T) dans l'huile de sésame par spectroscopie FT-MIR couplée à la régression PLS. Pred : prédiction ; Dev : déviation

HS-HC			HS-HSO			HS-HT		
Echantillons	Pred.	Dev.	Echantillons	Pred.	Dev.	Echantillons	Pred.	Dev.
A1	6.2961	1.8484	B1	11.5046	1.3779	C1	2.7596	0.7216
A2	6.5626	1.3557	B2	9.7304	1.3255	C2	4.3017	0.8057
A3	4.7253	1.2376	B3	7.7021	1.5129	C3	5.7903	0.9245
A4	13.8749	1.4184	B4	15.2365	1.4554	C4	8.5707	0.9591
A5	34.8844	1.4632	B5	3.6506	1.4993	C5	19.7314	0.7273
A6	19.9011	1.3598	B6	12.7664	1.4645	C6	18.6195	0.8057
A7	28.4760	1.5645	B7	34.8341	1.6207	C7	33.4746	0.7359
A8	4.9958	1.3509	B8	23.3576	1.4020	C8	7.4120	0.7539
A9	6.0656	1.1797	B9	9.1413	1.4358	C9	16.1467	0.7533
A10	28.3728	1.4095	B10	11.0645	1.3314	C10	13.8137	0.7247
A11	10.3133	1.2199	B11	6.6685	1.5384	C11	20.6827	0.7585
A12	3.8465	1.2881	B12	3.3515	1.4373	C12	17.0459	0.7360
A13	21.8130	1.3464	B13	11.8048	1.5220	C13	9.9712	0.9400
A14	14.1379	1.3383	B14	30.6947	1.7319	C14	22.2235	0.8487

La détermination de l'adultération des huiles de hautes gammes est devenue un sujet important. Notre étude a porté sur la détection et la quantification de la falsification de l'huile de sésame avec les huiles de tables telles que le soja, le tournesol et le colza en utilisant l'infrarouge couplé à des outils chimiométriques.

La présence des adultérants dans l'huile de sésame est détectée par la spectroscopie de FT-MIR avec l'application de l'analyse en composantes principales ACP afin de faire la distinction entre les huiles pures et falsifiées.

L'analyse quantitative des adultérants alimentaires est importante pour la santé. Elle présente un enjeu économique qui doit être simple et rapide. À la lumière des résultats statistiques, on peut conclure que la spectroscopie FT-MIR utilisant la réflectance totale atténuée (ATR) couplé à des outils chimiométriques peut être utilisée pour quantifier l'adultération de l'huile de sésame avec des huiles de table. Le niveau d'adultérant (0-35%) a été déterminé avec succès par des modèles de PLSR. Les adultérants potentiels ont été détectés dans l'huile de sésame au niveau inférieur que la limite de détection de 3% de leurs mélanges binaires (HC-HS : 1,47% ; HSO-HS: 2,67%; HT-HS: 2,34%).

VI.6. Valorisation du sésame et ses produits dérivés

Cette partie des travaux de recherche s'est consacré à la valorisation des produits dérivés du sésame et l'évaluation de leur valeur nutritionnelle incitant le développement de l'agrobusiness pour la filière sésame.

✓ Lait du sésame

Les graines de sésame sont décortiquées et par la suite ajoutées à l'eau (3eau : 1 sésame), avec 0,5% de carbonate de sodium. Le mélange est laissé reposer pendant 16 h à 25°C. Après l'élimination du liquide, les graines sont lavées et ajoutées à l'eau fraîche du robinet (2 eau : 1 sésame), puis immergées dans une bouilloire et blanchir à 95°C pendant 15 min. après lavage et broyage, la pâte est laissée en repos à 25°C pendant une heure, filtrée par la suite sur double couche pour éliminer le solide et chauffée à une température qui varie entre 50-55°C. L'homogénéisation est faite à 60 bars. Après Embouteillage, pasteurisation et refroidissement, le lait est conservé à 4°C.

✓ Farine du sésame

Les graines de sésame sont torréfiées et bien broyées jusqu'à l'obtention d'une poudre lisse et tamisée. Cette farine peut être incorporée dans des gâteaux ou comme complément alimentaire du fait de sa forte richesse en fibres, huiles et protéines.

✓ Epices de sésame

Une quantité des graines de sésame est torréfiées, et 4 à 5% du sel est rôtis à feu moyenne. Par la suite, les graines de sésame sont broyées avec le sel manuellement jusqu'à ce qu'environ 80 % des graines soient moulues. Cet épice peut remplacer le sel de table avec un gout agréable.

✓ **Germes des graines de sésame pour les soupes**

Les graines entières de sésame non décortiqué ont été trempées pendant une heure et germer entre 24 à 36 heures (36 heures correspondent à la durée de germination où le sésame est très riche en minéraux, en polyphénols et en acides gras). Les germes ainsi obtenus sont consommés en état frais ou conservées par congélation.

✓ **Pate de sésame à tartiner**

Les graines de sésame sont torréfiées à 150°C entre 15 et 30 min. Après refroidissement, elles sont broyées avec l'huile de sésame ou de tournesol, jusqu'à obtenir une patte lisse (l'ajout de l'huile dépend de la texture désirée). On peut rajouter un peu de miel pour adoucir le gout.

✓ **Tourteaux**

Après extraction de l'huile de sésame, les tourteaux peuvent être utilisés pour faire des gâteaux. Les tourteaux sont broyés, et séchés. La poudre mélangée avec l'eau, sucre et la levure est mis en cuisson douce pendant 20 min. Après égouttage, la pâte obtenue est formulée en boule sous l'effet thermique. Cette cuisson est faite dans l'huile pendant 7 minutes. Les fleurs de sésame peuvent être aussi utilisées pour la préparation des parfums, mais dû au temps, on n'a pas pu traiter cette partie. La valeur nutritionnelle des produits dérivés est présentée dans le tableau suivant 59 :

Tableau 59 : Valeur nutritionnelle des produits dérivés du sésame

Composition	Lait	Farine	Germes de graines	Pâte à tartiner	Tourteaux
Huile	-	55,56	52,14	58,5	-
Protéines (g/100g)	24,9	25,7	25,76	24,15	25
Fibres (g/100g)	18,56	18,32	19,13	3,4	10,11
Minéraux (g/100g)	4,5	4,22	5,65	3,1	2,75
Polyphénols (mg/g)	3,74	3,54	3,89	2,98	2,05
Acide oléique (g/100g)	-	40,54	44,65	42,5	-
Acide linoléique (g/100g)	-	37,15	40,87	39,32	-

Conclusion et perspectives

Le sésame est l'une des cultures oléagineuses les plus anciennes. Une collection de 33 accessions a fait l'objet de la première partie de cette thèse. Celle-ci repose sur la caractérisation des graines de sésame échantillonné à partir de la région Tadla et leur comparaison avec 15 cultivars de différents pays du monde ainsi que la détermination de l'environnement le plus favorable pour la culture de sésame. Les résultats obtenus ont montré qu'il y a une différence remarquable entre les accessions au niveau de l'activité antioxydante avec des valeurs qui varient entre $60 \pm 0,29\%$ et $63 \pm 0,38\%$, mais aucune différence n'a été observée pour les molécules bioactives avec des valeurs de $3,75 \pm 0,05$ mg EQ à $3,92 \pm 0,03$ mg eq acide gallique /g d'extrait et $0,13 \pm 0,003$ à $0,14 \pm 0,006$ mg eq rutine/g. L'IC 50 s'est varié de $49 \mu\text{g}/\text{mg}$ et $65 \mu\text{g}/\text{mg}$. La teneur en protéines était comprise entre $26 \pm 0,67$ et 27 ± 81 g/100g. Le dosage des minéraux a mis en évidence que le sésame est une source importante en calcium, phosphore, potassium, magnésium, sélénium, fer et zinc. De plus la caractérisation des extraits aqueux et huileux du sésame fait ressortir un pouvoir notable d'activité antibactérienne et antifongique.

L'étude des teneurs en composés bioactifs et l'activité antioxydante de 16 accessions de différents pays du monde dont le Maroc a prouvé que l'accession marocaine étudiée est riche en molécules bioactives par rapport à la plupart des échantillons d'autres pays. Ainsi il est donc doté d'une valeur nutritionnelle et physico-chimique très importante.

L'environnement a un effet très significatif pour tous les paramètres étudiés. Les valeurs moyennes des caractères étudiés montrent que l'environnement d'Alfourar en 2014 est le plus favorable pour la majorité des caractères évalués à l'exception des lignanes pour lesquels l'environnement Alfourar 2013 reste le plus favorable avec les teneurs les plus élevées.

Le taux en composés phénoliques étant de $3,9$ mg eq AG/g de sésame pour l'environnement Alfourar 2013, et $3,93$ mg eq AG/g de sésame pour l'environnement Alfourar 2014, et $3,89$ mg eq AG/g de sésame pour l'environnement Ain taoujdat 2014. Les échantillons ont aussi présenté des pourcentages du pouvoir antioxydant très importantes justifiant que les teneurs en polyphénols jouent un rôle essentiel dans l'activité antioxydante du sésame. D'autant plus, les lignanes de sésame sont considérés comme des antioxydants naturels très forts.

Une grande variabilité de ces teneurs a été observée chez les cultivars qui ont permis de créer une différenciation entre les espèces pour tous les extraits, Ces derniers ont un effet efficace de stabilisation en les comparant à d'autres graines et aux antioxydants synthétiques. Les composés phénoliques semblent être responsables de l'activité antioxydante des graines de

sésame. Donc, les graines de sésame pourraient faire partie des aliments nutritifs pour l'homme et peuvent être considérées comme une excellente source de bioactifs naturels et utilisées comme ingrédients fonctionnels journaliers.

Une partie de ce travail a été consacré à la compréhension et l'optimisation des phénomènes de séchage par l'étude du comportement des gousses et graines du sésame en effectuant une étude hygroscopique de graines avec une optimisation du meilleur modèle pour décrire les isothermes de sorption, visualiser le phénomène d'hystérésis, déterminer les conditions optimales de séchage et de stockage des graines de sésame et déterminer les propriétés thermodynamiques (chaleur iso stérique, entropie différentielle de sorption, température iso cinétique, énergie libre de Gibbs). Ainsi, une étude cinétique des graines de sésame : modélisation des courbes de séchage, élaboration de l'équation caractéristique de séchage, détermination du coefficient effectif de diffusion et de l'énergie d'activation a été réalisée. La modélisation des phénomènes de séchage, l'observation des évolutions des températures dans le séchoir solaire et l'évolution de la teneur en eau du produit durant une opération de séchage a fait aussi une partie de notre étude. La détermination de la composition biochimique et nutritionnelle des graines de sésame avant et après séchage a permis de compléter l'étude et ainsi d'optimiser l'opération de séchage.

Les courbes de sorption, traduisent l'hygroscopicité des produits déterminés par les relations physiques et physico-chimiques existant entre l'eau et les autres constituants. Les courbes de sorption expérimentales des graines de sésame (*Sesamum indicum*. L) ont été déterminées par la méthode gravimétrique statique pour trois températures (30, 40 et 50°C). Elles ont permis de déterminer les seuils de température maximale et les teneurs en eau finales qui servent à optimiser les conditions de séchage des graines de sésame de manière à assurer sa stabilité physico-chimique et microbiologique durant le stockage. L'activité d'eau relative optimale pour conserver le sésame étant de 0,3785.

Les résultats expérimentaux montrent que les isothermes d'adsorption et de désorption des graines de sésame présentent toutes le phénomène d'hystérésis et qu'elles ont une allure sigmoïdale qui caractérise tous les produits végétaux. Ces courbes de sorption sont ajustées par quatre modèles statistiques. L'analyse des paramètres statistiques r , EMR et EST montre que le modèle de GAB est le meilleur pour décrire l'ensemble des isothermes de sorption du sésame.

Concernant le séchage, l'analyse biochimique des trois méthodes a montré que l'énergie solaire est l'alternative la plus appropriée pour avoir une bonne maîtrise de séchage des gousses de sésame à la température de 60°C.

L'activité antioxydante des graines séchées par étuvage était de $64,15\% \pm 0,25$ contre $56\% \pm 0,67$ pour le séchage à l'air libre et $64,23\% \pm 0,2$ pour le séchage solaire convectif. La modélisation des courbes de séchage a retenu le modèle Midilli-Kucuk avec le coefficient de corrélation le plus élevée et l'erreur la plus faible.

Les résultats trouvés montrent que la torréfaction et le traitement par micro-onde ont un effet sur la qualité des graines et de leurs huiles. La torréfaction a modifié significativement la teneur en composés bioactifs, en chlorophylles, en caroténoïdes, en couleur ainsi que le pouvoir antioxydant. Pour atteindre les valeurs les plus élevées en activité antioxydante et en composés bioactifs, les graines de sésame doivent être torréfiées à 150°C pendant 2 heures. Depuis l'ancienneté, l'huile de sésame a été considérée comme précieuse en raison de ses effets médicaux. Ainsi, pour le traitement par micro-onde, il a été montré que le traitement pendant 9 min a un effet positif sur les graines et les huiles. En fonction du temps du traitement, les graines et leurs huiles manifestent une grande stabilité et de même, un potentiel antioxydant considérable par rapport à d'autres huiles de tables du fait de la présence des antioxydants et des molécules bioactives.

Concernant les méthodes de conservation des graines de sésame, les résultats ont révélé que l'irradiation par rayons gamma est considérée comme la méthode la plus adaptée pour leur conservation. En effet, des modifications négligeables au niveau nutritionnel et biochimique des graines traitées ont été observées, comparativement aux autres méthodes. En effet, par rapport au témoin non irradié et conservé (8 mois de stockage) où son activité antioxydante a diminué de 60,77 à 50,8%, celle des graines de sésame irradiés ayant atteint $66,97\% \pm 0,09$, est maintenue constante pendant 8 mois de conservation et ce, pour la plupart des doses d'irradiation utilisées.

De même, l'analyse microbiologique a montré que le traitement par irradiation a amélioré la qualité sanitaire des graines tout au long de la période de stockage.

Et enfin, concernant l'utilisation de l'approche chimiométrique comme outil de détection de fraude des huiles, il ressort que la méthode de chimiométrie combinée à la FT-MIR peut faciliter la détection de l'adultération des huiles de sésame. Le niveau d'adultérant a été déterminé avec succès à l'aide des modèles étalonnage PLS, LDR et PCR.

En perspective pour la suite de nos activités de recherche nous comptons

- Suivre la date de récolte et sa corrélation avec la maturation des gousses.
- Etudier l'effet du séchage solaire sur la composition en acides gras et tocophérols.
- Faire une modélisation de la torréfaction et étudier son effet sur les composés néoformés et composés aromatiques.

- Etudier de l'efficacité des méthodes de conservation sur les mycotoxines.
- Faire une analyse des polyphénols, stérols et vitamines (HPLC, CPG) pour la revendication du label SDOQ pour le sésame de la région.
- Etudier de l'activité antiadhésive par l'outil de l'angle de contact.
- Analyser la présence des résidus des pesticides.
- Extraire et purifier l'huile de sésame (Valorisation)
- Utiliser de l'huile de sésame comme produit de base des bio pesticides ainsi que sa formulation.
- Mettre en place d'un guide de bonnes pratiques d'hygiène pour l'agriculteur.
- Intégrer le sésame dans les produits laitiers yaourt, yogourt « Bioactif ».

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- Abbadi,F., Elharfi,N., Balouki, A., Kzaiber, F., Oussama, A. 2011. 9-Carob Origin Classification by FTIR Spectroscopy and Chemometrics. *Chem. Chem. Eng.* 5.1020-1029
- Abdel-Hady, M.S., Okasha, E.M., Soliman, S. S. A.,Talaat, M. 2008. Effect of gamma radiation and gibberellic acid on germination and alkaloid production in *Atropa Belladonna*. *Aust. J. Basic Appl. Sci.* 2 (3):401-405
- Abdul-Hamid, A., Luan, Y.S. 2000. Functional properties of dietary fiber prepared from defatted rice bran”,*Food chemistry.* pp.15-19.
- Abou-Gharbia, H. A., Shehata, A. A. Y., Youssef, M., Shahidi, F. 1996. Oxidative Stability of Sesame Paste (Tehina). *Journal of food Lipids.* 3, 129-137.
- Adamson, G. E., Lazarus, S. A., Mitchell, A. E., Prior, R. L., Cao, G., Jacobs, P. H. 1999. HPLC method for the quantification of procyanidins in cocoa and chocolate samples and correlation to total antioxidant capacity. *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 47, pp.4184–4188
- Addis, P. B. 1986. Occurrence of lipid oxidation products in foods. *Food Chem. Toxicol.* 24, 1021-1030.
- Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments (AFSSA) 2002. Les fibres alimentaires : définition, méthode de dosage, allégations nutritionnelles, Rapport du comité d'experts spécialisé dans la nutrition humaine.
- Ahlers, S.K.D., Brett, R.A., McTaggart, N.G. 1953. Infrared study of the cis- and trans study isomers of C18 fatty acids. *J. Appli. Chem.* 433-443.
- Ahmad, M., Khan, M.A., Zafar, M., Sultana, S. 2010. Environmentfriendly Renewable Energy from Sesame Biodiesel. *Energy Sources Part a-Recovery Utilization and Environmental Effects.* 32(2), 189-196.
- Ahmed, E. M., Young, C. T. 1982. Composition, quality, and flavor of peanuts. In *Peanut Science and Technology.* H. E. Pattee, Young, C. T. (eds.),Yoakum, Texas: Amer. Peanut Res. & Educ. Soc., Inc. p. 655-688.
- Ait Mohamed, L., Kouhila, M., Jamali, A., Lahsasni, S., Kechaou, N., Mahrouz, M. 2004. Single layer solar drying behaviour of *Citrus aurantium* leaves under forced convection. *International Journal of Energy Research.* 46(9-10).
- Ajandouz, E. H., Puigserver, A. 1999.Nonenzymatic browning reaction of essential amino acids: effect of pH on caramelization and Maillard reaction kinetics. *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 47, 1786-1793.
- Al hodali, R. 1997. Numerical simulation of an agricultural foodstuffs drying unit using solar energy and adsorption process. Thèse de Ph.D, Université Libre de Bruxelles, Belgique, 309.
- Aregba, S. S. 2001. Effect of temperature on the moisture sorption isothermes of a biscuit containing processed mango (*Mangifera indica*) Kernel Flour. *Journal of Food Engineering.* vol. 48 pp. 121-125.
- Alvarez-jubete, L., Wijngaard, H., Arendt, E.K., Gallagher, E. 2010.Polyphenol composition and in vitro antioxidant activity of amaranth, quinoa buckwheat and wheat as affected by sprouting and baking.*Food Chemistry.*pp.770-778.
- Alyafi Alzhri, G. 2007, Determination of chemical composition of Prangos and the possibility to use in the applied field, Damascus University. P 54.
- Ames, J. M. 1988. The Maillard browning reaction: an update. *Chemistry and Industry.* 5, 558-561.

- Anand, D.T., Pothiraj, C., Gopinath, R.M., Kayalvizhi, B. 2008. Effect of oil-pulling on dental caries causing bacteria. *Af J Mic Res.* 2,063-066.
- Anantheswaran, R.S., Doores, R., Heddleson, R. Kuhn, G. 1993. Destruction of *Salmonella* species heated in aqueous salt solutions by microwave energy. *J. Food Protection.* 56 (9): 763-768
- André, C. Roland, C. Techniques de l'ingénieur – génie des procédés Séchage Théorie et calculs. j 2480-2 ; 2480-22.
- Angira, D., Sanjukta, D., Sayani, M. , Sreedipa, B., Santinath, G . 2015. Evaluation of antioxidative, antibacterial and probiotic growth stimulatory activities of *Sesamum indicum* honey containing phenolic compounds and lignans .*Food Science and Technology.* 61,244-250.
- Annicchiaro, P., Iannucci. 2007. Winter survival of pea, faba bean and white lupin accessions across contrasting Italian locations and sowing times, and implications for selection, *Journal of Agricultural science*, 145, 611-622.
- Annussek, G. 2001. Sesame oil. In: *Gale encyclopedia of alternative medicine.*
- Aquino, S. 2011. Gamma radiation against toxigenic fungi in food, medicinal and aromatic herbs, in: Méndez-Vilas, A. (Ed.), *Science against Microbial Pathogens: Communicating Current Research and Technological Advances.* Formatex. pp. 272–281.
- Arts, M. J. T. J., Haenen, G. R. M. M., Wilms, L C, Beetstra, S. A. J. N., Heijnen, C. G. M., Voss, H. P., Bast, A. 2001. Interactions between flavonoids and proteins: Effect on the total antioxidant capacity. *J. Agric. Food Chem.* 50, 1184-1187.
- ASGA Sesame Markets. [online] (2011) Available from: <http://www.sesamegrowers.org/usesofsesame.htm>. [Accessed 27/01/2011].
- Ashri, A. 1998. Sesame breeding. *Plant Breed. Rev.* 16, 179-228.
- Aziz, N.H., El-Far, F.M., Shahin, A.A.M., & Roushy, S.M. 2007. Control of *Fusarium* moulds and fumonisin B1 in seeds by gamma-irradiation. *Food Control*, 18, 1337–1342.
- Babu, S.S.V., Shareef, M.M., Shetty, P.K.A., shetty, T.K. 2002. HPLC method for amino acids profile In biological fluids and inborn metabolic disorders of aminoacidopathies. *Indian J. Clin. Biochem.* 17 (2), 7-26.
- Bahrani, H., and Razmjoo, J. 2012. Effect of salinity stress on germination and early seedling growth of ten sesame accessions (*Sesamum indicum* L.). *Int. J. Agric. Sci.* 2: 529–537
- Baini, R., Langrish, T.A.G. 2007. Choosing an appropriate drying model for intermittent and continuous drying of bananas. *Journal of Food Engineering.* 79, 330-343.
- Baltes, W., Bochmann, G. 1987. Model reactions on roast aroma formation. II.-Mass spectrometric identification of furans and furanones from the reaction of serine and threonine with sucrose under the conditions of coffee roasting. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.* 184, 179-186.
- Barnes, F.S. Hu, C.J. 1977. Model for some nonthermal effects of radio and microwave fields on biological membranes. *IEEE Trans Microw Theor Tech.* 25 (9): 742-746.
- Barros, M. A. 2001. Importância econômica e social. In: BELTRÃO, N. E. de M; VIEIRA, D. J. O. *Agronegócio do gergelim no Brasil.* Campina Grande: Embrapa Algodão; Brasília: Embrapa Informação Tecnológica. 348
- Bassbasi, M., Oussama, A., Hafid, A., Platikanov, S., Tauler, R. 2013. Study of motor oil adulteration by infrared spectroscopy and chemometrics methods. *Fuel.* 104, 798–804
- Basunia, M. A., Abe, T. 2001. Thin layer solar drying characteristics of rough rice under natural convection. *Journal of Food Engineering.* vol. 47, pp. 295-301.
- Baur, J.A., Sinclair, D.A. 2006. Therapeutic potential of resveratrol: in the in vivo evidence. *Nat. Rev. Drug Discov.* 5, 493-506.

- Baydar, H., Marquard, R., Turgut, I., 1999. Pure line selection for improved yield, oil content and different fatty acid composition of sesame, *Sesamum indicum*. *Plant Breed.*, 118(5): 462-464.
- Bedigian, D. 2004. History and lore of sesame in Southwest Asia. *Econ. Bot.* 58(3), 329-353.
- Begum, S., T. Furumoto, and Fukui. H. 2000. A New Chlorinated Red Naphtha Quinine from Roots of *Sesamum indicum*. *Bioscience, Biotech. Biochem.* 64: 873 – 874.
- Belghit, A., Kouhila, M., Boutaleb, B.C. 2000. Experimental study of drying kinetics by forced convection of aromatic plants, *Energy Conversion & Management.* 41, 1303-1321.
- Belyagoubi, N. 2001. Activité antioxydante des extraits des composés phénoliques de dix plantes médicinales de l'Ouest et du Sud-Ouest Algérien. Thèse de doctorat. p. 34-35.
- Benzie, F.F., Strain, J.J. 1996. The Ferric Reducing Ability of Plasma (FRAP) as a measure of Antioxidant Power: The FRAP assay. *Analytical Biochemistry.* 239, 70-76.
- Bertrand, D. Dufour, E. 2006. La spectroscopie infrarouge et ses applications analytiques, *TEC&DOC, Paris.*, :31-74,156-157,261-266,284-566.
- Bett, K. L., Bobylston, T. D.1992. Effect of storage on roasted peanut quality, in *Lipid Oxidation in Foods*, American chemical Society, USA.p: 322-343.
- Bhatnagar, A.S. J., Hemabathy, A.G, GopalaKrishna. 2013. Development of a rapid method for determination of lignans content in sesame oil. *Food Dci Technol.*
- Bhooshan Pandey, K., Rivzi, S.I. 2009. Plant polyphenols as dietary antioxidants in human health and disease. *Oxid Med Cell Longev.* 2(5), 270–278.
- Bimbenet, J. J. 1984. Air drying kinetics of biological particles, In R. Toei & A.
- Bloor ,S.J. 2001. Overview of methods for analysis and identification of flavonoids. *Methods Enzymol.* 3, 314-335.
- Boisseau, P. 1991. Applications de l'ionisation en agro-alimentaire, In : Ionisation des produits alimentaires, *Tec&Doc*, ed. Collection sciences et techniques alimentaire. Lavoisier, France.
- Boki, K. 1990. Moisture sorption characteristics of kudzu starch and sweet potato starch. *Journal of Food Science.* vol. 55, n° 1, pp. 232-235.
- Bondil, A., Hrabovsky, J. Isolation thermique ; tome 1, édition Eyrolles.
- Borchani, C., Besbes, S., Blecker, Ch., Attia, H., 2010. Chemical Characteristics and Oxidative Stability of Sesame Seed, Sesame Paste, and Olive Oils” *J. Agr. Sci. Tech.* 12, 585-596.
- Bouhdid, S., Skali, S. N., Idaomar, M., Zhiri, A., Baudoux, D., Amensour, M. Abrini, J. 2008. Antibacterial and antioxidant activities of *Origanum compactum* essential oil. *African Journal of Biotechnology.* 7 (10), 1563-1570.
- Bouverat-Bernier, J. P. 1990. Optimisation des conditions de séchage de la feuille de menthe poivre, *Herba Gallica.* 1, 83-95,
- Bradford, M.1976. A rapid and sensitive method for quantitative of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. *An Biochem.* 72, 248-254.
- Brame, E.G., Grasselli, J.G.1977. *Infrared And Raman Spectroscopy.* Ed. Marcel Decker, N.Y. 1, 715.
- Brand-Williams, W., Cuvelier, M.E., Berset, C. 1995. Use of a free Radical .Method to evaluate antioxidant activity. *Lebensm.-Wiss.u-Technol.* 28, 25-30.
- Brasileiro, B.G., Leite, J.P.V., Casali, V.W.D., Pizziolo, V.R., Coelho, O.G.L., 2015. The influence of planting and harvesting times on the total phenolic content and antioxidant activity of *Talinum triangulare* (Jacq.) Willd. *Acta Scientiarum. Agronomy.* 37(2) : 249-255.
- Brewer, M. S. 2009. Irradiation effects on meat flavor: A review, *Meat Science.* Vol. 81, pp.1-14.

- Briandet, R., Kemsley, E. K. & Wilson, R. H. 1996. Discrimination of arabica and robusta in instant coffee by Fourier transform infrared spectroscopy and chemometrics. *J. Agric. Food Chem.* 44, 170-174
- Brito, O.J. and Nunez, N. 1982. Evaluation of sesame flour as a complementary protein source for combinations with soy and corn flours. *Journal of Food Sciences.* 47, 457- 460.
- Budowski, P. 1964. Recent research on sesamin, sesamol, and related compounds. *Journal of American Oil Chemists' Society.* 41, 280-285.
- Buggey L.A. 2001. A review of polyphenolic antioxidants in hops, brewing and beer. *The brewer international.* 4, 21-25.
- Bruneton, J., 1999, *Pharmacologie-Phytochimie-Plantes médicinales*, Tech.et Doc.Ed. Lavoisier (3^e Edition), Paris.
- Calado, T., Antonio, A., Rodrigues, P., & Venancio, A. 2011. Effect of radiation in the survival of *Aspergillus parasiticus* in chusnuts. ISM Conference, Mendoza- Argentina, 15-18 November.
- Caligiani, A., Cirlini, M., Palla, G., Ravaglia, R., Arlorio, M. 2007. GC-MS detection of chiral markers in cocoa beans of different quality and geographic origin. *Chirality.* 19, 329-334
- Carlsson, A.S., Chanana, N.P., Gudu, S., Suh, M.C. & Were, B.A. 2008. Sesame. In: Kole, C., et al. (Eds.) *Compendium of transgenic crop plant - Transgenic oilseed crops.* pp. 227-246.
- Cetó, X., O'Mahony, A.M., Samek, I.A., Windmiller, J.R., del Valle, M., Wang, J. 2012. Rapid Field Identification of Subjects Involved in Firearm-Related Crimes Based on Electroanalysis Coupled with Advanced Chemometric Data Treatment, *Analytical Chemistry,* 84, 10306-10314.
- Chan, H. W. S., Prescott, F. A. A., Swoboda, P. A. T. 1976. Thermal decomposition of individual positional isomers of methyl linoleate hydroperoxide: evidence of carbon-oxygen bond scission. *Journal of the American Oil Chemists' Society.* 50, 572-576.
- Chang, L. W., Yen, W. J., Huang, S. C., Duh, P. D. 2002. Antioxidant activity of sesame coat. *Food Chemistry.* 78, 347-354.
- Charbaji, T., Nabulsi, I. 1999. Effect of low doses of gamma irradiation on in vitro growth of grapevine. *Plant Cell Tissue Organ Cult.* 57:129-132.
- Charreau, A., Cavaille, R. 1991. Séchage théorie et pratique *Technique de l'Ingénieur, génie des procédés,* 2480, 1-23
- Chakraverty, A. 2003. Conversion and utilization of biomass. In: *Handbook of postharvest technology: cereals, fruits, vegetables, tea, and spices,* (Eds.) H.S.
- Cheftel, J. C., Cheftel, H. 1977. *Introduction à la biochimie et à la biotechnologie des aliments.* Lavoisier Technique et Documentation, Paris. Volume 1, 381p.
- Cheftel, J.C., Cheftel, H. Besançon, P. 1992. *Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments.* Technique et Documentation, Lavoisier, Paris. 284-286.
- Cheftel, J.C., Cheftel, H. Besançon, P. 1997. *Traitements de préservation par la chaleur.* In : *Introduction à la biochimie et la technologie des aliments.* Tec et Doc, Lavoisier. Paris, 419
- Chen Man, Y.B., Syahariza, Z.A., Mirghan, M.E.S., Jinap, S., Bakar, J. 2005. Analysis of potential lard adulteration in chocolate and chocolate products using Fourier transform infrared spectroscopy. *Food Chem.* 90: 815-819.
- Chen, H., Li, D., Saldeen, T. 2002. Mixed tocopherol preparation is superior to alpha-tocopherol alone against hypoxia-reoxygenation injury. *Biochemical and Biophysical Research Communications.* 291, 349-353.
- Cheng, G.W., Breen, P.J. 1991. Activity of Phenylalanine Ammonia-Lyase (PAL) and concentrations of anthocyanins and phenolics in developing strawberry fruit. *J. Am. Soc. Hortic. Sci.* 116, 865-869.

- Chevallier, S., Colonna, P., Della Valle, G., Lourdin, D. 2000. Contribution of major ingredients during baking of biscuit dough systems. *Journal of Cereal Science*, 31, 241-252.
- Chiavaro, E., Vittadini, E., Rodriguez-Estrada, M. T., Cerretani, L., Capelli, L., Bendini, A. 2009. Differential scanning calorimetry detection of high oleic sunflower oil as an adulterant in extra-virgin olive oil. *Journal of Food Lipids*. 16, 227–244.
- Chirife, J., Iglesias, H. A. 1983. Equations for fitting water sorption isotherms of foods: Part 1. A review. *Journal of Food Technology*. 13, 159-174.
- Chung, J., Lee, J. & Choe, E. 2004. Oxidative stability of soybean and sesame oil mixture during frying of flour dough. *J. Food Sci.* 69(7), 574-578.
- Clifford, M.N. 2000. Anthocyanins-nature, occurrence and dietary burden. *J.Sci. Food Agric.* 80, 1063-1072.
- Coffey, W. T., Mcgoldrick, S. G. Quinn, K. P. 1988. Inertial effects in the theory of dielectric and Kerr effect relaxation of an assembly of non-interacting polar molecules in strong alternating fields. II: The effect of higher-order terms in the distribution function. *Chemical physics*. 125 (1): 99-118.
- Collin, S., Cruzet, J. 2011. Polyphénols et procédés: Transformation des polyphénols au travers des procédés appliqués à l'agro-alimentaire. Agence universitaire de la francophonie, Edition lavoisier. 1-300.
- Counet, C. and Collin, S. 2003. Effect of the number of flavanol units on the antioxidant activity of procyanidin fractions isolated from chocolate. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 51, pp.6816–6822.
- Constantinovici, M., Oancea, D., Zaharescu, T. 2009. Gamma irradiation effect on the enzymatic activities of horseradish and apple peroxidases. *Radiation Physics and Chemistry*, Vol.78, pp.33-36.
- Cooney, R.V., Custer, L.J., Okinaka, L. & Franke, A.A. 2001. Effects of dietary sesame seeds on plasma tocopherol levels. *Nutrition and Cancer-an International Journal*. 39(1), 66-71.
- Counet, C., Collin, S. 2003. Effect of the number of flavanol units on the antioxidant activity of procyanidin fractions isolated from chocolate. *J. Agric. Food. Chem.* 51, 6816-6822.
- Crespo, M.E., Jimenez, J., Gomis, E. & Navarro, C. 1990. Antimicrobial activity of the essential oil of *Thymus serpylloides* subspecies *gadorensis*. *Microbios*, 61, 181- 184.
- Cruz, J.F., Troude, F., Griffon, D., Hébert, J.P., 1988. Conservation des grains en régions chaudes. Paris, France, Ministère de la Coopération et du Développement.
- Daguenet, M. 1985. Les séchoirs solaires: théorie et pratique
- Dagher, S. M. 1991. Traditional foods in the Near East. Food and Nutrition paper (FAO), n° 50 / Rome (Italie). pp 131-135.
- Daglia, M. 2012. Polyphenols as antimicrobial agents. *Current Opinion in Biotechnology*. 23(2), 174-181.
- Daniel Poiret. 2014. Les graines de sésame. Mr plantes et plantes médicinales. <http://www.mr-plantes.com/>
- Dark, Graham. 1998. Online Medical Dictionary Data Version www.graylab.ac.uk/cginbin/omd7sesametoil.
- Das, A., Datta, S., Mukherjee, S., Bose, S., Ghosh, S., Dhar, P. 2015. Evaluation of antioxidative, antibacterial and probiotic growth stimulatory activities of *Sesamum indicum* honey containing phenolic compounds and lignans. *Food Science and Technology*. 61 (2015) 244-250
- Dashak, D.A., Fali, C.N. 1993. Chemical composition of four varieties of Nigerian benniseed (*Sesamum indicum*), *Food chemistry*, pp. 253-255.
- Decareau, R.V. 1985. Microwaves in the food processing industry. Florida : Academic Press, Inc.

- Delattre, J. J., Beaudoux, L., Bonnefont, D., Rousselot, L. 2005. Radicaux libres et stress oxydant, aspects biologiques et pathologiques. Editions médicales Internationales. 1- 108.
- Delmas, D., Jannin, B., Latruffe, N. 2005 . Resveratrol: preventing properties against vascular alterations and ageing. *Mol. Nutr. Food Res.* 49, 377-395.
- Delmotte, M., Pinto, N. Berteaud, A.J. 1998. Mise en oeuvre des micro-ondes. Propagation - Propriétés des matériaux - Constitution d'un équipement standard - Expériences types. 62 pages. Novelect.
- Desmorieux, H., Moyne, C. 1992. Analysis of dryer performance for tropical foodstuffs using the characteristic drying curve concept, *Drying* 92, Elsevier, Amsterdam. 834-843.
- Desmots, M.H. 2001. Traitements ionisants en agroalimentaire. In : Federighi M. et Tholozan J.L., Traitements ionisants et hautes pressions des aliments, 20-27. Edition Economica, Paris.
- Desmots, M.H., Hasselmann, C. 2001. Mécanismes d'actions des rayonnements ionisants sur les agents d'altération des aliments. In : Federighi M. et Tholozan J.L., Traitements ionisants et hautes pressions des aliments, 41-70. Edition Economica, Paris.
- Directive 1999/3/EC, 1999. Directive of the European Parliament and of the Council of 22 February 1999 on the establishment of a Community list of foods and food ingredients treated with ionising radiation, Official Journal of the European Communities L66/24.C
- Dills W. L. 1993. Protein fructosylation: fructose and the Maillard reaction. *American Journal of Clinical Nutrition.* 58, 779-787.
- Di Majo D., Giammanco M., La Guardia M., Tripoli E., Giammanco S., Finotti E. 2005. Flavanones in citrus fruit: structure-antioxidant activity relationships. *Food Research International* 38. 1161–1166.
- Dorman, H.J.D., Deans, S.G., 2000. Antimicrobial agents from plants: antimicrobial activity of plant volatile oils. *J. Appl. Microbiol.* 88, 308-316
- Dorman, H.J.H, Deans.S.G. 2000. Antimicrobial and antioxidant properties of some commercial essential oils. *Flavor and fragrans journal.* Vol 3, p235-244.
- Downey, G. 1998. Food and food ingredient authentication by mid-infrared spectroscopy and chemometrics, *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 17, 418-424.
- Doymaz, I.I. 2004. Convective air drying characteristics of thin layer carrots. *Journal of Food Engineering.* 61, 359–364.
- Doymaz, I., turgul, N., Palag, M. 2006. drying characteristics of dill and parsley leaves. *J Food Eng.* 77;559-65
- Dubois, F., Gilles, X.A., Hamilton, J.K., Rebecs, P.A, Smith, F. 1956. Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analytical chemistry.* 28,350- 356.
- Dudez, P., Thémelin, A., Reynes, M. 1996. Le séchage solaire petite échelle des fruits et légumes: expériences et procédés. Édition du Gret, Paris, 157 .
- Durmaz , G., Gokmen, V. 2011. changes in oxidative stability, antioxidant capacity and phytochemical composition of Pistacia terebinthus oil with roasting. *Food chemistry.* 128, 410-414.
- Durante, C., Cocchi, M., Grandi, M., Marchetti, A., & Bro, R. 2006. Application of N-PLS to gas chromatographic and sensory data of traditional balsamic vinegars of Modena. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems.* 83(1), 54–65.
- El Harfi, M., Nabloussi, A., Rizki, H., Latrache, H., Ennahli, S., Hanine, H. 2015. Biochemical assessment of the genetic diversity among thirteen Moroccan genotypes of sesame (*sesamum indicum*). *International Journal of development research.* 04, 4010-4020
- Elleuch, M., Besbes, S., Roiseux, O., Blecker, C., Attia, H. 2007. Quality characteristics of sesame seeds and by- products. *Food Chem.* 103, 641-650

- Elleuch, M., Bedigian, D., Zitoun, A. 2011. Sesame (*Sesamum indicum*.L) seeds in food, nutrition and health. *Nuts& Seeds in health and disease prevention*. Chapter 122. pp :1029-1036
- EL Gharras, H. 2009. Polyphenols: Food sources, properties and applications - A review. *International Journal of Food Science and Technology*. 44(12),2512-2518.
- EL Mokni., EL Aouna. 2013 Le sésame, *Sesamum indicum* L. (Pedaliaceae) une adventierécemment naturalisée en Tunisie : p 10-11.
- Emerenciano, V. P., Barbosa, K. O., Scotti, M. T., Ferriro, M. J. P. 2007. Self organising maps in chemotaxonomic studies of Asteraceae : a classification of tribes using flavonoid data. *Journal of brazilian chemical society*. 18 (5) : 891-899
- Ertekin, C., Sultanoglu, M. 2001 Moisture sorption isotherm characteristics of peppers . *Journal of Food Engineering*. vol. 47, pp. 225-231.
- Ensminger, A.H, Ensminger, M.K. 1986. *Food For Health: A Nutrition Encyclopaedia* Clovis, California: Pegasus Press.
- Esbensen, K.H. 2000. *Multivariate data analysis-in practice. An introduction to multivariate data analysis and experimental desing*. Oslo: CAMO
- Evans, D.G., Scotter, C.N.G., Day, L., Hal, M.N. 1993. Determination of the authenticity of orange juice by discriminant analysis of near infrared spectra : a study of pre-treatment and transformation of spectral data. *JNIRS*. 33-44.
- FAOSTAT Food and agriculture organization of the united nations. [online] (2008) Available from: <http://faostat>.
- FAOSTAT. 2011. Fiche export CEDEAO de sésame Production en millions de tonnes centres du commerce international.
- FAOSTAT. 2013. Fiche export de sésame Production en millions de tonnes centres du commerce international.
- Farag, R.S., Daw, Z.Y., Hewedi, F.M. El-Baroly, G.S.A. 1989. Antimicrobial activity of some Egyptian spice essential oils. *J. Food Prot.* 52, 665-667.
- Farkas, J., Mohacsi-Farkas, C., 2011. History and future of food irradiation.
- Farkas, J., 2006. Irradiation for better foods. *Trends Food Sci. Technol.* 17, 148–152.
- Fauhl, C., Reniero, F. Guillou, C. 2000. ¹H NMR as a tool for the analysis of mixtures of virgin olive oil with oils of different botanic origin. *Magnetic Resonance in Chemistry* 38, 436-443 *Trends Food Sci. Technol.* 22, 121–126.
- Favier, A. 2003. Le stress oxydant. Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique. *L'actualité chimique*. p. 108-115.
- FDA, 2015. Code of Federal Regulation, Irradiation in the production, processing and handling of food. 21 CFR 179 Food drugs.
- Finot, P.A. 1996. Effets du traitement par les micro-ondes sur la qualité nutritionnelle des aliments. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*. 31 (4), 239-246.
- Fisher, R.A. 1963. The use of multiple measurements in taxonomic problems. *Annals of Eugenics*. 7, 179-188.
- Flores, L.M. 1994. Survival of *Escherichia coli* O157:H7 in refrigerated and low fat ground beef and thermal inactivation in fresh low fat ground beef by microwave energy. Thesis: University of Nebraska.
- Foos, J. 1991. Interactions des rayonnements et de la matière, In : *Ionisation des produits alimentaires*, Tec&Doc, ed. Collection sciences et techniques alimentaire. Lavoisier, France.
- Fournier, V. 2003. *Conservation des aliments*. Université Laval, Canada, 16 .
- Frank, H.K. 1992. Citrinin *Zeitschrift für Ernährungswissenschaft*. 31, 164-177.
- Freitas, M.S.M., Martins, M.A., Carvalho, A.J.C., Carneiro, R.F.V., 2004. Crescimento e produção de fenóis totais em carqueja [*Baccharis trimera* (Less.)] em resposta à inoculação

com fungos micorrízicos arbusculares, na presença e na ausência de adubação mineral. *Brazilian Journal of Medicinal Plants*, 6 (3): p. 30-34.

Furat, S., Uzun, B. 2010. The use of agro-morphological characters for the assessment of genetic diversity in sesame (*Sesamum indicum* L.). *Plant Omics*. 3(3), 85-91.

Gallawa, J. C. 2007. *The Complete Microwave Oven Service Handbook 2007*. Microtech, Florida

Gallien, C. L. 1991. Effets biologiques de l'ionisation, In : Ionisation des produits alimentaires, Tec&Doc, ed. Collection sciences et techniques alimentaire. Lavoisier, France.

Gardes-albert, M., Bonnefont-rousselot D., Abedinzadeh Z., D. Jore. Espèces réactives de l'oxygène. *L'actualité chimique*, 2003, 91-96.

Gardner, H. W. 1979. Lipid hydroperoxide reactivity with proteins and amino acids: a review. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 27, 220-229.

Gherbawy, Y. A. M. H. 1998. Effect of gamma irradiation on the production of cell wall degrading enzymes by *Aspergillus niger*, *International Journal of Food Microbiology*. Vol.40, pp. 127-131.

Gliszczyn´ska-S´wigło, A., Sikorska, E. 2004. Simple reversed-phase liquid chromatography method for determination of tocopherols in edible plant oils. *Journal of Chromatography A*. 1048(2), 195-198

Gottfried, J.L., Cremers, D.A., Radziemski, L.J. 2013. Chemometric Analysis in LIBS, in: *Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy*, John Wiley & Sons Ltd. 223-255.

Guillen, M. D., & Cabo, N. 1999. Usefulness of the frequencies of some Fourier transform infrared spectroscopic bands for evaluating the composition of edible oil mixtures. *Fett/Lipid*. 101, 71-76.

Guillen, M. D., & Cabo, N. 2000. Some of the most significant changes in the Fourier transform infrared spectra of edible oils under oxidative conditions. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 80, 2028-2036.

Hadidane, R. 1985. Recherche et identification de mycotoxines dans les céréales et les produits alimentaires en Tunisie, corrélation entre leur présence et certaines mycotoxicoses chez l'homme.

Haller, H.L., McGovran, E.R., Goodhue, L.D. & Sullivan, W.N. 1942. The synergistic action of sesamin with pyrethrum insecticides. *The Journal of Organic Chemistry* 07(2), 183-184.

Halliwell, B. 1990. How to characterise a biological antioxidant, *Free Radic. Res. Commun*. p. 1-32.

Halliwell, B., Gutteridge. 1999. *J.M.C. Free Radicals in Biology and Medicine*. 3rd edn. Oxford: Clarendon Press,

Hanamanthagouda, M.S. 2010. Essential oils of *Lavandula bipinnata* and their antimicrobial activities. *Food Chemistry*. Volume 118, Issue 3, Pages 836-839.

Hart, J.H. 1981. Role of phytostilbenes in decay and disease resistance. *Ann Rev. Phytopathol*. 19, 437-458.

Hassan, A., Begum, S., Furumoto, T., Fukui, H. 2000. A new chlorinated red naphthoquinone from roots of *Sesamum indicum*. *Bioscience Biotechnology and Biochemistry*. 64(4), 873-874.

Hassan, M.A.N. 2012. Studies on Egyptian sesame seeds (*Sesamum indicum* L.) and its products 1- Physicochemical analysis and phenolic acids of roasted Egyptian sesame seeds (*Sesamum indicum* L.). *World Journal of Dairy & Food Science*, 7, 195-201.

Hassan, B. H., Hobani, A. I. 2000. Thin layer drying of dates. *Journal of Food Process Engineering*. vol. 23, pp. 177-189.

Hasselmann, C. 2001. Les limites potentielles du traitement ionisant. In : Federighi M. et Tholozan J.L., *Traitements ionisants et hautes pressions des aliments*. Edition Economica, Paris. 70-94.

- Hatano, T., Miyatake, H., Natsume, M., Osacabe, N., Takizawa, T., Ito, H., Yoshida, T., 2002. proanthocyanidin glycosides and related polyphenols from cacao liquor and their antioxidant effects, *J phytochemistry*. 59:749-758
- Heddleson, R.A., Doores, S., Anantheswaran, R.C. et Kuhn, G.D. 1996. Viability loss of *Salmonella* species, *Staphylococcus aureus*, and *Listeria monocytogenes* in complex foods heated by microwave energy. *J. Food Protection*. 59 (8), 813-818.
- Heim, K.E., Taigliaferro, A.R., Bobilya, D.J. 2002. Flavonoid antioxidant: chemistry, metabolism and structure activity relationships. *J. Nutr. Biochem.* pp.572- 584.
- Hendry, K.M., Cole, E.C. 1993 A review of mycotoxins in indoor air. *J Toxicol Environ health*. 38 (2), 183 – 98.
- Hibasami, H., Fujikawa, T., Takeda, H., Nishibe, S., Satoh, T., Fujisawa, T. & Nakashima, K. 2000. Induction of apoptosis by *Acanthopanax senticosus* HARMS and its component, sesamin in human stomach cancer KATO III cells. *Oncol. Rep.* 7(6), 1213-1216.
- Hirata, F., Fujita, K., Ishikura, Y., Hosoda, K., Ishikawa, T., Nakamura, H. 1996. Hypocholesterolemic effect of sesame lignan in humans. *Atherosclerosis*. 122 (1), 135-136.
- Hirri, A., Bassbasi M. & Oussama, A. 2013. Classification And Quality Control Of Lubricating Oils By Infrared Spectroscopy And Chemometric. *International Journal of Advanced Technology & Engineering Research*. 3, 59-62.
- Hirri, A., Bassbasi, M., Platikanov, S., Tauler, R., and Oussama, A. 2015. FTIR spectroscopy and PLS-DA classification and prediction of four commercial grade virgin olive oils from Morocco. *Food Analytical Methods* .
- Hochstein, P., Atallah, A. S. 1998. The nature of oxidants and antioxidant systems in the inhibition of mutation and cancer. *Mutation Research*. 202, pp.363–375
- Ho-Hsien, C. 2005. A study of the drying effect on lemon slices using a closed type solar dryer. *Solar Energy* vol. 78, pp. 97-103.
- Hollman, P.C.H. 2001. Evidence for health benefits of plant phenols: local or systemic effects. *J. Sci. Food Agric.* 81, 842-852.
- Hugues, S.N., 2000. Contribution des facteurs biotiques aux pertes de rendement du sésame (*Sesamum indicum* L.). Mémoire de fin d'étude, Université Bobo-Dioulasso (BF) : p 81
- Hossain, M. D. 2001, Sorption isotherms and heat of sorption of pineapple. *Journal of Food Engineering*. vol. 48, pp. 103-107.
- Husain, S. R., Terao, J., & Matsushita, S. 1986. Effect of browning reaction products of phospholipids on autoxidation of methyl linoleate, *Journal of American Oil Chemists' Society*. 63, 1457–1560
- Hussain, P. R., Meena, R. S., Dar, M. A., Wani, A.M. 2008. Studies on enhancing the keeping quality of peach (*Prunus persica* Bausch) Cv. Elberta by gamma-irradiation, *Radiation Physics and Chemistry*, Vol.77, pp.473–481.
- Hu, F. B., Manson, J. E., Willett, W. C. 2001. Types of dietary fat and risk of coronary heart disease: a critical review. *J. Am. Coll. Nutr.* 20, 5-19.
- Ibanes, C.R., Meckes, L.M. 1983. Effect of semi-purified product obtained from *Opuntia streptacantha* L. (a Cactus) on glycemia and triglyceridemia of rabbit. *Journal of Chromatography*. 913, 415-420.
- Idlimam, A., Lamharrar, A., Abdenouri, N., Kane, C.S., Akkad, S., Jamali, A., Kouhila, M. 2008. Thermodynamic properties and moisture sorption isotherms of *Argania spinosa* and *zygophyllum gaetulum*. *Journal of agronomy*.
- Indahl, U.G., Martens, H., Naes, T. 2007. From dummy regression to prior probabilities in PLS-DA. *Journal of Chemometrics* .21, 529-536.

- Iñón, F. A., Garrigues, J. M., Garrigues, S., Molina, A., and de la Guardia, M. 2009. Selection of calibration set samples in determination of olive oil acidity by partial least squares-attenuated total reflectance-Fourier transform infrared spectroscopy. *Analytica Chimica Acta*. 489, p: 59–75.
- International Olive Oil Council (IOOC). 2009. Trade standard applying to olive oils and olivepomace oils. COI/T.15/NC no. 3/REV. 4, 7-16.
- Iqbal, S., Bhangar, M.I., Akhtar, M., Anwar, F., Ahmed, K.R., and Anwer, T. 2006. antioxidant properties of methanolic extracts for leaves of *Rhazya stricta*. *Journal of Medicinal Food*. 9, pp.270-275.
- Jafari, M., Kadivar, M., Keramat, J. 2009. Detection of adulteration in Iranian olive oils using instrumental (GC, NMR, DSC) methods. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 86, 103–110.
- Janeiro D. R. 1990. Malondialdehyde and thiobarbituric acid-reactivity as diagnostic indices of lipid peroxidation and peroxidative tissue injury. *Free Radical Biology and Medicine*. 9, 6, 515-540.
- Jang, D.S., Kang, B.S., Ryu, S.Y., Chang, I.M., Min, K.R., Kim, Y. 1999. Inhibitory effects of resveratrol analogs on unopsonized zymosan-induced oxygen radical production. *Biochem. Pharmacol.* 57, 705-712.
- Janjai, S., Tung, P. 2005 Performance of a solar dryer using hot air from roofintegrated solar collectors for drying herbs and spices. *Renewable Energy*. vol. 30, pp 2085- 2095.
- Jannot, Y., Talla, A., Ngahnou, J., Puigalli, J.R. 2004. Modeling of banana convective drying by Drying Characteristic Curv (DCC) Method. *Drying Technology*. 22 (8), 1949-1968.
- Jayaraman, K.S., Das Gupta, D.K. 2006. Drying of fruits and vegetables. In: *Handbook of industrial drying*, (Ed.) A.S. Mujumdar, CRC Press. Florida, United States. 606-634.
- JeanDET, P., Douillet-Breuil, A-C., Bessis, R., Debord, S., Sbaghi, M., Adrian, M. 2002. Phytoalexins from the vitaceae : biosynthesis, phytoalexin gene expression in transgenic plants, anti-fungal activity, and metabolism. *J. Agric. Food Chem.* 50, 2731-2741.
- Jeong, S.M., Kim, S.Y., Kim, D.R., Nam, K.C., Ahn, D.U., and Lee, S.C. 2004. Effects of seed roasting conditions on the antioxidant activity, *Food. Chem. Toxicol* 69, pp.377-381.
- Jianxin, Z. 2006. Study on antibacterial function of sesamin. *Food and Fermentation Industries*. 32(2), 37-41.
- Jimeno, S.A., 1982 The Spanish toxic symptoms. *Trends anal Chem.* 1, 4-6
- Jiri, S., Marketa, R., Olga, K., Petr, S., Vojtech, J., Libuse, T., Ladislav, H., Miroslavab., Jose Z., Ivop., Renek. 2010. Fully Automated Spectrometric Protocols for Determination of Antioxidant Activity: Advantages and Disadvantages *Molecules*. 15, 8618-8640.
- Joliffe, I. T. 1986. *Principal Component Analysis*. Springer-Verlag, New York. 271.
- Johnson, L.A., Suleiman, T.M., Lusas, E.W. 1979. Sesame protein: A review and prospectus *J. Amer. Oil Chem. Soc.* 56:463-468.
- Journal officiel de la république algérienne n° 64, 2 moharram 1433 27 novembre 2011
Règlement (Cee) No 2568/91 De La Commission Du 11 Juillet 1991
- Jung, M. J., Heo, S. I., Wang, M. H. 2008. Free radical scavenging and total phenolic contents from methanolic extracts of *Ulmus davidiana*. *Food Chemistry*. 108, pp.482–487.
- Juven, B.J., Kanner, J., Schved, F. Weisslovicz, H. 1994. Factors that can interact with the antibacterial action of thyme essential oil and its active constituents. *J. Appl. Bacteriol.* 76, 626-631.
- Kahyaoglu, T., Kaya, T. 2006. Modeling of moisture, color and texture changes in sesame seeds during the conventional roasting. *Journal of Food Engineering*, , 75, 167-177.

- Kajimoto, G., Kanomi, Y., Kawakami, H., Hamatani, M. 1992. Effects of Antioxidants on the Thermal Oxidation of Oils and Decomposition of Tocopherol in Vegetable Oils. *J. Japan Soc. Nutr. Food Sc.* 45,291-295.
- Kamaleldin, A., Yousif, G., Iskander, G.M., Appelqvist, L.A. 1992. Seed lipids of *Sesamum indicum* L. and related wild-species in Sudan .1. Fatty-acids and Triacylglycerols. *Fett Wissenschaft Technologie-Fat Science Technology.* 94(7), 254-259.
- Kamal-Eldin, A., Appelqvist, L.A. 1994a. Variations in the composition of sterols, tocopherols and lignans in seed oils from four sesame species. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 71, 149-156.
- Kamal-Eldin, A., Appelqvist, L.A., Yousif, G. 1994b. Lignan analysis in seed oils from four *Sesamum* species: Comparison of different chromatographic methods. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 71, 141-147.
- Kanu, P.J. 2011. Biochemical analysis of black and white Sesame seeds from China. *Am J. Biochem. Mol Biol.* 1,145 -157.
- Kaya, A., Aydın, O., Demirtaş, C. 2007. Drying kinetics of red delicious apple. *Biosystems Engineering.* 96(4), 517-524.
- Khalil, H., Villota, R. 1989. The effect of microwave sublethal heating on the ribonucleic acids of *Staphilococcus aureus*. *J. Food Prot.* 52 (8): 181-186.
- Khattak, K.F. 2012. Evaluation of microbial loads, physical characteristics, chemical constituents and biological properties of radiation processed *Fagonia arabica*. *Radiat. Phys. Chem.* 81, 679–685.
- Keme, T., Messerli, M., Shejbal, J., Vitali, F. 1983. The storage of hazelnuts at room temperature under nitrogen (II). Review of chocolate confectionary & Bakery. 8 (2), 15-20.
- Kim, K.S., Lee, J.R., Lee, J.S. 2006. Determination of sesamin and sesamol in sesame (*sesame indicum*.L) seeds using UV Spectrophotometer and HPLC. *Korean.J.Crop.ski.* 51 (1), 95-100.
- Kim, H.W., 2000. Studies on the antioxidant compounds of sesame oil with roasting temperature. *Food Science.* 32: 246-251.
- Kirsch, P. 1991 Agents utilisés, unités, In : Ionisation des produits alimentaires, Tec&Doc, ed. Collection sciences et techniques alimentaire. Lavoisier, France.
- Knuston, K., Marth, E. Wagner, M. 1987. Microwave heating of food. *Lebensm. Wiss.u Technol.*, 20: 101-110.
- Kobayashi, T., Kinoshita, M., Hattori, S., Ogawa, T., Tsuboi, Y., Ishida, M., Ogawa, S. & Saito, H. 1990. Development of the sesame metallic fuel performance code. *Nucl. Technol.* 89(2), 183-193.
- Koehler, P. E., Mason, M. E., Newell, J. A. 1970. Formation of pyrazine compounds in sugar-amino acids model systems. *Journal of Agriculture and Food Chemistry.* 17, 393-396.
- Kochhar, S.P., Matsui, T. 1984. Essential fatty acids and trans contents of some oils, margarine and other food fats. *Food Chem.* 13, 85-101.
- Psaroudaki, M. Konstantinidou, V., Chatzilazarou, A., Tegou, E., Vlachos, N., Skopelitis, Y., 2006. Application of Fourier transform- infrared spectroscopy to edible oils .*Analytica Chimica Acta.* 573–574, 459–465
- Kothe, L., Zimmermann, B. F., Galensa, R. 2013. Temperature influences epimerization and composition of flavanol monomers, dimers and trimers during cocoa bean roasting. *Food Chemistry.* 141, pp.3656–3663,.
- Kouhila, M. 2001. Détermination expérimentale et théorique des courbes de sorption et de la cinétique de séchage de la menthe verte. *Revue Française Entropie.* vol. 233, pp. 20-31.
- Kouhila, M. 2001b. Etude expérimentale et théorique des cinétiques de séchage convectif partiellement solaire des plantes médicinales et aromatiques (Menthe, Verveine, Saugé et

Eucalyptus) de la région de Marrakech. Thèse de Doctorat d'Etat, Université Cadi Ayyad de Marrakech, Morocco, 170 p.

Kouhila, M. 1998. Etude expérimentale du séchage convectif de la menthe dans un séchoir modulaire polyvalent à chauffage partiellement solaire, *Rev. Energ. Ren. Physique énergétique*, pp. 1-5.

Kowalski Bruce, R. 1977. *Chemometrics: Theory and Application*, Preface, in, American Chemical Society.

Kozempel, M.F., Annous, B.A., Cook R.D., Scullen, O.J. Whiting, R.C. 1998. Inactivation of microorganisms with microwaves at reduced temperatures. *J. Food Prot.* 61 (5): 582-585.

Kranz, J., Schmuttere, H., Koch, W. 1981, *Maladies ravageurs et mauvaises herbes des cultures tropicales*. Ed Paul parey. Berlin et Hambourg. p 665.

Kris-Etherton, P. M., Pearson, T. A., Wan, Y., Hargrove, R. L., Moriarty, K., Fishell, V., Etherton, T. D. 1999. High monounsaturated fatty acid diets lower both plasma cholesterol and triacylglycerol concentrations. *Am. J. Clin. Nutr.* 70, 1009-1015.

Krogh, P., 1992. Role of ochratoxin in disease causation, *food Chem. Toxicol.* 30, 213-224.

Huff, W.E., Doerr, J.A. 1981. Synergism between aflatoxine A in broiler chickens. *Poult. Sci.* 60, 550.

Krokida, M.K., Karathanos, V.T., Maroulis, Z.B., Marinou-Kouris, D. 2003. Drying kinetics of some vegetables. *Journal of Food Engineering.* 59(4), 391-403.

Kroll, J., Rawel, H. M., Rohn, S. 2003. Reactions of plant phenolics with food proteins and enzymes under special consideration of covalent bonds", *Food Sci. Technol. Res.* 9, pp. 205-218.

Kulshreshtha, M., Singh, A., And Vipul, D. 2009. Effect of drying conditions on mushroom quality. *Journal of Engineering Science and Technology*, 4(1), 90-98.

Kumaran, A., Joel, K.R. 2007. In vitro antioxidant activities of methanol extracts of five *Phyllanthus* species from India. *LWT Food Sci. Technol*, pp.344-352.

Kumar, S., Gautam, S., & Powar, S, S. 2010. Microbial decontamination of medicinally important herbals using gamma radiation and their biochemical characterization. *Food chemistry*, 119, 328-335.

Kumazawa, S., Koike, M., Usui, Y., Nakayama, T., Fukuda, Y. 2003. Isolation of sesaminols as antioxidative components from roasted sesame seed oil. *Journal of Oleo Science.* 52, 303-307.

Lambert, R.J., Skandamis, P.N., Coote, P.J., Nychas, G.J. 2001. A study of the minimum inhibitory concentration and mode of action of oregano essential oil, thymol and carvacrol. *J. Appl. Microbiol* 91 (3): 453-62.

Langham, D.R., Riney, J., Smith, G., Wiemers, T. 2008. Sesame harvest guide [online]: www.sesaco.net.

Leardi, R. 2002 *Chemometrics: From Classical to Genetic Algorithms*. *Grasas y Aceites*, 53(1), 115-127.

Leclère, J., Birlouez-Aragon, I., Méli, M. 2002. Fortification of milk with iron-ascorbate promotes lysine glycation and tryptophan oxidation. *Food Chemistry.* 76, 491-499.

Leduc, V., Moneret-Vautrin, D.A., Tzen, J.T.C., Morisset, M., Guerin, L. & Kanny, G. 2006. Identification of oleosins as major allergens in sesame seed allergic patients. *Allergy* 61(3), 349-356.

Ledl F., Schleider E. 1990. New aspects of the Maillard reaction in foods and in the human body. *Angewandte Chemie.* 29, 565-594.

Le Dréau, Y., Dupuy, N., Artaud, J., Ollivier, D., Kister, J. 2009. Infrared study of aging of edible oils by oxidative spectroscopic index and MCR-ALS chemometric method. *Talanta.* 77, 1748-1756

- Lee, K. W., Kim, Y. J., Lee, H. J., and C. Y. Lee. 2003. Cocoa has more phenolic phytochemicals and a higher antioxidant capacity than teas and red wine. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 51, pp.7292–7295
- Lee, T.T.T., Chung, M.C., Kao, Y.W., Wang, C.S., Chen, L.J., Tzen, J.T.C. 2005. Specific expression of a sesame storage protein in transgenic rice bran. *J. Cereal Sci.* 41, 23-29.
- Leitao, G.G., Leitao, S.G., Vilegac, W. 2002. Quick preparative separation of natural naphthopyranones with antioxidant activity by high-speed counter-current chromatography. *Z. Naturforsch.* 57c, 1051-1055
- Léger, C. L. 1992. Vitamine E, tocophérols et composés apparentés: Propriétés antioxygène et rôle biologique - source alimentaires. CNERNA-CNRS Commission "Nutrition - Membranes". Paris: Polytechnica.157 .
- Leopoldini, M., Russo, N. Toscano, M. 2011. The molecular basis of working mechanism of natural polyphenolic antioxidants. *Food Chemistry*. 125(2), 288-306.
- Ling, A. R. 1908. Malting, J. *Journal of the Institute of Brewing*. 14, 494-521.
- Ling, B., Zhang, M., Kong, C., Pang, X. & Liang, G. 2003. Chemical composition of volatile oil from *Chromolaena odorata* and its effect on plant, fungi and insect growth. *Ying Yong Sheng Tai Xue Bao*. 14(5): 744-6.
- Lingnert, H. 1990. Development of the Maillard reaction during food processing. In *The Maillard Reaction in Food Processing, Human Nutrition and Physiology*. Birkhauser, Basel. p. 171- 185.
- Loumouamou, B., Silou, T.H., Desobry, S. 2010. Characterization of Seeds and Oil of Sesame (*Sesamum indicum* L.) and the Kinetics of Degradation of the Oil During Heating. *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology*. 2(3), 227- 232.
- Lu, Z., Yu, Z., Gao, X., Lu, F., Zhang, L. 2005. Preservation effects of gamma irradiation on fresh-cut celery. *J. Food Eng.* 67, 347–351.
- Lu, Y., Yeap, F. 2001. Antioxidant activities of polyphénols from sage (*salvia officinalis*), , *J. food chemistry*, 75: 197-202
- Lumley, I. D Colwell, K. K. 1991. *Analysis of Oil Seeds, Fats and Foods*. Pritchard, London, UK: Elsevier.
- Lyonga, S. N., Nzietchueng, S. Lhoste, P., Dolle, V., Rousseau, J. & Soltner, D. 1993. *Manuel de Zootechnie des régions chaudes. Les systèmes d'élevage. Collection précis d'élevage. Ministère de la Coopération, Paris, France.* 288.
- Maataoui, B., Hmyene A., Hilalis., 2006. Activités anti-radicalaires d'extraits de jus de fruits du figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*). *Lebanese Science Journal*. 1,3-8.
- Mahrouz, M., Lacroix, M., Aprano, G.D., Oufedjikh, H., Boubekri, C. 2004. Shelf-life and quality evaluation of clementine following a combined treatment with g -irradiation. *Radiat. Phys. Chem.* 71, 141–143.
- Maillard, L. C. 1912. Action des acides aminés sur les sucres : formation des mélanoidines par voie méthodique. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*. 154, 66-68.
- Makinde, F.M., & Akinoso, R. 2014. Comparison between the nutritional quality of flour obtained from raw, roasted and fermented sesame seed (*Sesamum indicum* L.) grown in Nigeria. *Acta Scie. Pol. Technol. Aliment.* 13(3), 314-319.
- Manach, C., Scalbert, A., Morand, C., Remesy, C., Jimenez, L. 2004. Polyphenols: Food sources and bioavailability. *American Journal of Clinical Nutrition*. 79(5), 727-747.
- Mancebo-campos, V., Desamparados Salvador, M., Fregapane, G. 2014. Antioxidant capacity of individual and combined virgin olive oil minor compounds evaluated at mild temperature (25 and 40 °C) as compared to accelerated and antiradical assays. *Food Chemistry*. 150, 374–381.
- Marc, F., Davin, A., Benbrahim, L., Ferrand, C., Fritch, P ., 2004. methodes

d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments, *Médecine Science*. 20 :458-463

Marlett, J.A., McBurney, M.I., Slavin, J.L. 2002. Position of the American Dietetic Association: health implications of dietary fiber. *J Am Diet Assoc*.102(7):993-1000.

Martens, H., Jensen, S.A. 1983. Progress in Cereal Chemistry and technology, Proceeding, 7th World cereal and bread Congress, Elsevier. vol 5a Holas J et Kratochvil J., Eds

Martinez, A.M., Kak, A.C. 2001. PCA versus LDA.IEEE transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence., 23 (2), 228-233.

Massart, D., Vandeginste, B., Deming, S., Michotte, Y., Kaufman, L. 1988. *Chemometrics : a textbok*, Elsevier, New York. 488.

Massart, D.L., Vandeginste, B.G.M., Buydens, L.M.C and Semeyers, V.J. Cluster Analysis. 1997. *Handbook of Chemometrics and Qualimetrics: Part B*/ed. 1st Ed. Amsterdam: Elsevier, 57-86.

Mayachiew Devahastin, S. 2008. Antimicrobial and antioxidant activities of Indian gooseberry and galangal extracts. *Food Science and Technology*.41,1153-1159.

Mate, J. I., Saltveit, M. E., Krochta, J. M. 1996. Peanut and walnut rancidity: effect of oxygen concentration and relative humidity. *Journal Food Science*. 61 (2), 465-472.

McCready, R.M., Guggolz, J., Silviera, V., Owens, H., S. 1950. Determination of starch and amylase in vegetables. *Analytical Chemistry*, pp.1156-1159.

Meilgaard, M.C. 1975. Flavor chemistry of beer, II: Flavor and threshold of 239 aroma volatiles. *Technical Quarterly- Master Brewers Associations of the Americas*. 12, 5-13.

Menez, P. 1987. La spectroscopie infrarouge Analysis. 15, LXI –LXVI

Mensink, R. P., Katan, M. B. 1996. Effect of dietary fatty acids on serum lipids

Michelson, S.M. Dodge, C.H. 1971. Soviet views on the biological effects of microwaves. An analysis. *Health Physics*. (21), 108-11.

Milbury, P. E., Chen, C.-Y., Dolnikowski, G. G., Blumberg, J. B. 2006 .Determination of flavonoids and phenolics and their distribution in almonds. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 54, 5027-5033.

Milder, I. E., Arts, I. C., Van de Putte, B., Venema, D. P., Hollman, P. C. 2005. Lignan contents of Dutch plant foods: a database including lariciresinol, pinoresinol, secoisol ariciresinol and matairesinol. *British Journal of Nutrition*. 93 (3), 393-402

Miller, J.N., Miller, J.C. 2000. Multivariate analysis. *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry*/ed. Par J.N. Miller, J.C. Miller.4ed. Harlow: Prentice Hall. 214-238.

Midilli, A. 2001. Determination of pistachio drying behaviour and conditions in a solar drying system, *International Journal of Energy Research*. 25(8), 715-725.

Minyaka,E. 2009. Métabolisme du soufre et embryogenèse somatique chez *Theobroma cacao* L (Malvaceae). Thèse de Doctorat/Ph.D. Université de Yaoundé.p.132.

Mirzoeva, O. K., Grishanin, R. N., & Calder, P. C. 1997. Antimicrobial action of propolis and some of its components: the effects on growth, membrane potential and motility of bacteria. *Microbiological Research*. 152, 239-246.

Misnawi, S. J., Jamilah, B., Nazamid, S. 2005. Changes in polyphenol ability to produce astringency during roasting of cocoa liquor. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 85, pp.917–924.

Miyahara, Y., Hibasami, H., Katsuzaki, H., Imai, K. & Komiya, T. 2001. Sesamol from sesame seed inhibits proliferation by inducing apoptosis in human lymphoid leukemia Molt 4B cells. *Int. J. Mol. Med*. 7(4), 369-371.

Moazzami, A. A., Haese, S. L., Kamal-Eldin, A. 2007. Lignan contents in sesame seeds and products. *European Journal of Lipid Science and Technology*. 109, 1022-1027.

Mohamed, H. M. A., Awatif, I. I. 1998. The use of sesame oil unsaponifiable matter as a natural antioxidant. *Food Chemistry*. 62, 269–276.

- Mohamed Saleem, T.S. 2011 Anti-microbial activity of sesame oil. *Int. J. Res. Phytochem. Pharmacol.* 1(1), 21-23
- Mohammedi, Z. 2006, Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen. Mémoire de magister .Tlemcen.
- Molan, P. C. 1992. The antibacterial activity of honey 2. Variation in the potency of the antibacterial activity. *Bee World*, 73, 59-76.
- Molyneux, P. 2004. The use of stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakar J. Sci. Technol.* 26 (2), 211-219.
- Molyneux, P., Songklanakar, J. 2004. The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Sciences Technology* . 26 (2), 211-219.
- Moon, J.K., Shibamoto, T. 2009. Antioxidant Assays for Plant and Food Components. *J. Agric. Food Chem.* 57, 1655–1666.
- Morris, J.B. 2002. Industrial, nutraceutical, and pharmaceutical uses of sesame genetic resources.
- Mosjidis, J.A., Yermanos, D.M. 1984. Maternal effects and cytoplasmic inheritance of oleic and linoleic acid content in sesame. *Euphytica*. 33, 427-432.
- Mosquera, M.I.M., Navarro, L.R., Rojas, B.G., Sanchez, A.H., Fernandez, J.G., 1991. Color pigment correlation in virgin olive oil. *JAOCS*. 68, 332-336
- Moss, J. R., Otten, L. 1989. A relationship between color development and moisture content during roasting of peanut. *Canadian Institute of Food Science and Technology journal*. 22, 34-39.
- Mostafa, M. M. 1987. Nutritional aspects of thermal and irradiation processing of peanut kernels and their oils. *Food Chemistry*. 26, 31-45.
- Mounir, S., Téllez-Pérez, C., Alonzo-Macías, M., & Allaf, K. 2014. Swell-Drying. In *Instant Controlled Pressure Drop (D.I.C.) in food processing* ed. T. Allaf & K. Allaf). Springer New York. 3-43
- Moure, A., Cruz, J. M., Franco, D., Manuel Dominguez, J., Sineiro, J., Dominguez, H., Mudgett, R.E. 1986. Microwave properties and heating characteristics of foods. *Food Technology*. 40 6, pp. 84–93
- Mujumdar, S. (Eds). *Proceeding of the Fourth International Drying Symposium*. Kyoto, Japan.
- Mukuddem-Petersen, J., Oosthuizen, W., Jerling, J. C. 2005. A systematic review of the effects of nuts on blood lipid profiles in humans. *Journal of Nutrition*. 135 (9), 2082-2089.
- Muller, K., Bauer, W. 1990. Detection and kinetics of chemical reactions during the drying process. In *Preservation processes and related techniques*, London: Elsevier Science LTD. Vol 2, p. 644-657
- Multon, J. L. 1980. Etat de liaison de l'eau dans les aliments, Problèmes fondamentaux de séchage. ATP-PIRDES.
- Musa, H.A.A., Ahmed, E.E.A., Osman, G.A.M., Ali, H.A., Ludwig-müller, J., 2011. Microbial Load and Stability of Some Phytochemical Components of Selected Sudanese Medicinal Plant materials as affected by gamma irradiation. *Int. J. Sci. Nat.* 2, 204–209
- Nadeau, J.P., Puiggali J.R. 1995. Séchage: des processus physiques aux procédés industriels. Lavoisier. Paris, 366.
- Nagendran, B., Kalyana, S., Samir, S. 2006. Phenolic compounds in plants and agri-industrial by-product: antioxidant activity, occurrence and potential uses. *Food Chem*, pp. 191-203.
- Namiki, L. C. 1988. Chemistry of Maillard reactions: recent studies on the browning reaction mechanism and the development of antioxidants and mutagens. *Advances in Food Research*. 32, pp. 115-184.

Ndukwu, M.C. 2009. Effect of drying temperature and drying air velocity on the drying rate and drying constant of cocoa bean. *Agricultural Engineering International: CIGR Journal*.

Nissiotis, M. and Tasioula, M. M. 2002. Changes in Oxidant Concentration of Virgin Olive Oil during Thermal Oxidation. *Food Chem.*77: 371-376

Norris, K. H., Williams, P. C. 1984a .The determination of protein and moisture in HRS wheat by near-infrared reflectance spectroscopy: Part I. A comparative study of 12 instrumental methods, *Cereal Food World*. 24, 459.

Norris K. H., Williams P. C. 1984b Optimization of mathematical treatments of raw near-infrared signal in the measurement of protein in hard red spring wheat: Part I. Influence of particle size. *Cereal Food World*. 22, 461.

Nunez, M. J., Carlos Parajo, J. 2001.Natural antioxidants from residual sources.*Food Chemistry*. 72(2), 145-171.

Nupur, M., Bhat, K.V. & Srivastava, P.S. 2010. Variation in fatty acid composition in indian germplasm of sesame. *Journal of the American Oil Chemists' Society*: 87 (11) 1263-1269

Odile, B.B. 1991. Etude des effets d'un traitement thermique sur la qualite (flaveur) de quelques plantes aromatiques : Basilic, *Ocimum Basilicum L.* ; Menthe, *Menthe Piperita* ; Persil, *Petroselinum Sativum Hoffm* ; Estragon, *Artemesia Dracunculus L.*, Thèse de Doctorat, Université de Paris VII.

Ohemeng, K. A., Schwender, C. F., Fu, K. P., & Barrett, J. F.1993). DNA gyrase inhibitory and antibacterial activity of some flavones. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 3(2), 225-230.

O'keefe, S. F., Wiley, V. A., Knauff, D. A. 1993. Comparison of oxidative stability of high and normal oleic peanut oils. *Journal of American oil Chemist Society*. 70, 489-492.

OPDQ. Apports nutritionnels de référence-Recommandations d'apports individuels pour les Canadiens et les Américains. 2004.Manuel de nutrition clinique en ligne.

Oplinger, E. S. ; Oelke, E. A. ; Doll, J. D. ; Bundy, L. G. ; Schuler, R. T., 1997. Sesame. In: *Alternative Field Crops Manual*, University of Wisconsin-Extension, Cooperative Extension

Ordon, J.D., Gomez, M.A., Vattuone, M.I. 2006. Antioxidant activities of *Sechium edule*(Jacq) Swartz extracts. *Food Chem*,pp.452-458.

Ory, R. L., St Angelo, A. J., Gwo, Y. Y., Flisk, G. J., Mod R. R. 1985.Oxidation-induced changes in foods. In *Chemical changes in foods during processing*. Ed. by Institute of Food Technologists, 221 N. Lasalle St. Chicago, Illinois.p. 205-210.

Osawa, T., Nagata, M., Namiki, M., Fukuda, Y. 1985. Sesamolol, a novel antioxidant isolated from sesame seeds. *Agric. Biol. Chem.* 49, 3351-3352.

Oussama,A., Elabadi, F., Devos ,O. 2012.Analysis of adulteration in Argan oil using infrared spectroscopy and chemometric Spectroscopy Letters. 45 (6), 458-463

Ouattara, H.1985. Etude de la variabilité dans une collection de sésame (*Sesamllm indicum L*) Mémoire de fin d'études,Université de Ouagadougou ISP.p 77.

Oufedjikh, H., Mahrouz, M., Lacroix, M., Amiot, M.J., Taccini, M. 1998. The influence of gamma irradiation on flavonoids content during storage of irradiated clementina. *Radiat. Phys. Chem.* 52, 107–112.

Ou, B., Prior, R. L., Huang, D. 2005. The chemistry behind dietary antioxidant capacity assays. *J. Agric. Food Chem.*53, 1841-1856.

Ou, B., Huan, D., Hampsch-Woodill, M., Flanagan, J., Deemer, E. 2002. Analysis of antioxidant activities of common vegetables employing oxygen radical absorbance capacity (ORAC) and ferric reducing antioxidant power (FRAP) assays: a comparative study. *J. Agric. Food Chem.*50, 3122-3128.

Ozbek, B.,DAdali, G. 2007.Thin-layer drying charcteristics and modeling on mint leaves undergoing microwave treatment,*J food Eng*:83:541-9.

- Ozdemir, M., Ackurt, F., Yildiz, M., Biringen, G., Gurcan, T., Loker, M. 2001. Effect of roasting on some nutrients of hazelnuts (*Corylus avellana* L.). *Food Chemistry*. 73, 185-190.
- Özcan, M., Harmankaya, M., Endes, Z. 2013. Mineral contents and some physico-chemical properties of some commercial sesame seeds used in halva (sweet) production. *International Journal of Farming and Allied Sciences IJFAS Journal*. 115-119
- Packer, L., Kraemer, K., Rimbach, G. 2001. Molecular aspects of lipoic acid in the prevention of diabetes complications. *Nutrition*. 17(10), 888-895.
- Pham, T.A., Kawai, S., Murata, K. 2011. Visualization of the synergistic effect of lithium acetate and single-stranded carrier DNA on *Saccharomyces cerevisiae* transformation. *Curr Genet* 57(4):233-9
- Pamo, T.E., Tapondjou, L., Tendonkeng, F., Nzogang, J.F., Djoukeng, J., Ngandeu, F. & Kana, J.R. 2003. Effet des huiles essentielles des feuilles et des extrémités fleuries de *Cupressus lusitanica* sur la tique (*Rhipicephalus lunulatus*) à l'Ouest-Cameroun. *Revue de l'Académie des Sciences du Cameroun*. 3(3): 169-175.
- Panchariya, P.C. 2002. Thin-layer modelling of black tea drying process. *Journal of Food Engineering*. vol. 52, n° 4, pp. 349-357.
- Pathirana, R. 1994. Natural cross-pollination in sesame (*Sesamum indicum* L.). *Plant Breed*. 112(2), 167-170.
- Paulo Augusto. D. 2014. Developing a rapid and sensitive method for determination of trans-fatty acids in edible oils using middle-infrared spectroscopy. *Food Chemistry*. 158, 1-7.
- Payne, M. J., Hurst, W. J., Miller, K. B., Rank, C. D. A. 2010. Impact of fermentation, drying, roasting, and Dutch processing on epicatechin and catechin content of cacao beans and cocoa ingredients. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 58, 10518-10527
- Pellegrini, R., Proteggente, N., Pannala, A., Yang, A., Rice-Evans, M. 1999. Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radic Biol Med*. 26, pp. 1231-1237.
- Peleg, M. 1993. Assessment of a semi-empirical four parameter general model for sigmoid moisture sorption isotherms. *Food process engineering*. 16, 21-37 .
- Perren, R., Escher, F. 2007. Nut roasting - technology and product quality. *The Manufacturing Confectioner*, 87 (6), 65-75.
- Perren, R., Handschin, S., Escher, F. Roasting technology of hazelnuts. II. 1996. Change in microstructure of hazelnuts during roasting. *Zucker- und Süßwaren-Wirtschaft* . 49 (2), 68-71.
- Pier, A.C., Ricard, J.L., Cysewski, S.J. 1980. Implication of mycotoxins in animal diseases. *J. Am. Vet. Med. Assoc*. 176, 719.
- Pokorny, J. 1977. Interactions of oxidized lipids with protein. *La Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse*. IV, 389-393.
- Ponce, A.G., Fritz, R., Del valle, C. Roura, S.I. 2003. Antimicrobial activity of essential oils on the native microflora of organic Swiss chard. *Lebensmittel- Wissenschaft and Technologic*. 36, 670-684.
- Popovici, C., Saykova, I., Tylkowski, C. 2009. Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH. *Revue de Génie Industriel*. (4) : p 8.
- Popovici, C., Saykova, I., Tylkowski B. 2010. Evaluation de l'activité antioxydant des composés phénoliques par la réactivité avec le radical libre DPPH, e-*Revue de génie industriel*, N° 4, pp 1313-8871.
- Popovski, K., Micevski, F., Popovska, S. Vasilevska. 2004. Macedonia – Country Update 2004. *Proceedings World Geothermal*.

- Posada, M, Castro, M, Kilbourne, EM, Diaz de Rojas, F, Abaitua, I, Tabuenca, JM, Vioque, A. 1987. Toxic –oil syndrom:case. Reports associated with the ITH oil refinery in Sevilla. *FOOD Chem.Toxicol.* 25, 87-90.
- Prasad, S.K. 1970. Varietal differences in the incidence of *Antigastra catalaunalis* Dup on sesame (*Sesamum indicum* L.). *Indian J. Enr.* 3, 27-28.
- Prior, R.L., Wu, X., Schaich, K. 2005. Standardized methods for the determination of antioxidant capacity and phenolics in foods and dietary supplements. *J. Agric. Food Chem.* 53, 4290-4302.
- Priscilla, D.H., Prince, S.M. 2009. Cardioprotective effect of gallic acid on cardiac troponin-T, cardiac marker enzymes, lipid peroxidation products and antioxidants in experimentally induced myocardial infarction in wistar rats. *Chemico-Biological Interactions.* 179, 118-124.
- Prosky, L., Asp, N.G., Schweizer, T.F., De vries, J. W., Furda, I. 1988. Determination of insoluble, soluble and total dietary fiber in foods products: interlaboratory study. *Journal of Association Official Analytical Chemists.* pp.1017-1023.
- Pulido, R., Bravo, L. 2000. Saura-calixto, F. Antioxidant activity of dietary polyphenols as determined by a modified ferric reducing/antioxidant power assay. *J. Agric. Food Chem.* 48, 3396-3402.
- Rababah, T. M., Hettiarachy, N. S., Horax, R. 2004. Total phenolics and antioxidant activities of feurgreek, green tea, black tea, grape seed, ginger, rosemary, gotu kola, and ginkgo extracts, vitamin E, and terbutylhydroquinone. *Journal of Agriculture and Food Chemistry.* 52, pp.5183–5186.
- Ramaswamy, H. S., Abbatemarco, C. 1996. *Thermal Processing Of Fruits En Processing.* Technomic Publishing Co., Inc. Eua, Vol. 1: Biology
- Ramaswamy, H.S., Raghavan, G.S.V., Chakraverty, A., Mujumdar, Marcel Dekker, A.S. New York, 797-819.
- Rangarajan, N., Ambilly, M. 2012. Phytochemical screening of *sesamum indicum* seed extract.
- Ratti, C. 2009. *Advances in food dehydration.* CRC Press, United States; 488 .
- Razem, D., Katuzim-Razem, B. 2002. Dose requirements for microbial decontamination of botanical materials by irradiation. *Radiation Physics and Chemistry.* 63, 697-701.
- Retsky, K. L., Chen, K., Zeind, J., Frei, B. 1999. Inhibition of copper-induced LDL oxidation by vitamin C is associated with decreased copper-binding to LDL and 2-oxo-histidine formation. *Free Radical Biology and Medicine.* 26(1-2), 90-98.
- Renault-Roger, C., Philogene, B.J.R., Vincent, C. 2002. *Biopesticides d'origine vegetal.* Edition Tec & doc. p.337.
- Renaud, S., De Lorgeril, M. 1992. Wine, alcohol, platelets and the French paradox for coronary heart disease, *Lancet.* 339, 1523-1526.
- Rheenen, H. 1980. Aspects of natural cross-fertilization in sesame (*Sesamum indicum* L.). *Tropical Agriculture* 57(1), 53-59.
- Rice-Evans, C.A., Miller, N.J., Paganga, G. 1995. Structure-antioxidant activity relationships of flavonoids and phenolic acids. *Free Radical Bio Med.* 20, 933-956
- Richard, A. Dixon' And Nancy, L. Paiva. 1995. *Stress-Induced Phenylpropanoid Metabolism.* *The Plant Cell.* 7, 1085-1097.
- Riedl, O., Mohr, E. 1979. Quality assessment of shelled hazelnuts. *Review of chocolate confectionary & Bakery.* 4, 29-30.
- Rizki, H., Kzaiber, F., Elharfi, M., Latrache, H., Zahir, H., Hanine, H. 2014. Physicochemical Characterization and in Vitro Antioxidant Capacity of 35 Accessions of Sesame (*Sesamum indicum*.L) from Different Areas in Morocco. *International Journal of Science and Research.* pp.2306-2311,

- Rizki, H., Kzaiber, F., Elharfi, M., Ennahli, S., Hanine, H. 2015. Effects of roasting temperature and time on the physicochemical properties of sesame (*Sesamum indicum* L.) seeds. *International Journal of Innovation and Applied Studies*. Vol. 11,148-155.
- Rohman, A., & Che Man, Y.B. 2010. *Food Res. Int.*, 43, 886–892.
- Rohn, S.M., Rawel, H., Kroll, H., J. 2004. Antioxidant Activity of Protein-Bound Quercetin”. *J. Agric. Food Chem.* 52, pp. 4725–4729.
- Roggo, Y. 2003. Détermination de la qualité de la bettrave sucrière par spectroscopie proche infrarouge et chimométrie. Thèse de doctorat. Université des sciences et technologies de Lille.
- Román, F., Hensel, O. 2011. Effect of air temperature and relative humidity on the thin-layer drying of celery leaves (*Apium graveolens* var. *secalinum*). *Agricultural Engineering International: CIGR Journal*, 13(2), 1-8.
- Rouessac, F., Rouessac, A. 1998. *Analyse chimique : méthodes et techniques instrumentales modernes*, Dunod., 4ème Ed. 147-171
- Rougier, C. 2003. Etude des interactions entre la bactérie *Escherichia coli* et les microondes appliquées en mode discontinu dans des conditions faiblement thermiques. Thèse soutenue à la Faculté des Sciences et Techniques de l'Université de Limoges.
- Rouquérol, F., Chambaud, G., Lissillour, R. 2001. In : *Chimie physique*, DUNOD, ed., France.
- Rudrapatnam, N.T., Dharmaraj, B., WardMadhava Rao, R.R. 1975. Carbohydrate composition of groundnuts (*Arachis hypogea*). *J.Sci.Food Agric.* pp. 749-54.
- Rzoz, B. 2002. Quelques cultures oléagineuses alternatives pour le Maroc., Département d'Agronomie et d'Amélioration des Plantes, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II, BP 6202, Rabat-Instituts, Rabat, Maroc
- Sablani, S. S., Marcotte, M., Baik, O. D., Castaigne, F. 1998. Modeling of simultaneous heat and water transport in the baking process. *Lebensmittel–Wissenschaft und–Technologie*, , 31, 201-209.
- Sadeghi, N., Oveisi, M.R., Hajimahmoodi, M., Jannat, B., Mazaheri, M., Mansouri, S. 2009. The content of sesamol in Iranian sesame seeds. *Iran.J.Pharm.Res.* 8,101-105.
- Saint-lèbe, L. 1991. Introduction. In : Vasseur J.P., *Ionisation des produits alimentaires* Technique et Documentation, Lavoisier, Paris. 15- 18.
- Saklar, S. 1999. Optimization of hazelnut roasting process by using response surface methodology, 213 p. PhD thesis, Metu, Ankara:
- Saklar, S., Ugan, S., Katnas, S. 2003. Microstructural changes in hazelnuts during roasting. *Food Research International*. 36 (1), 19-23.
- Salgado, M. C. 1994. Modelling of water activity and enthalpy of water sorption in cassava chips *Drying Technology*. vol. 12, pp. 1743-1752.
- Samoela Miarisoa , N.H . 2007. valeurs nutritionnelle des graines de sesame *sesamum indicum* : utilisation en alimentation infantile. *Food and Chemical Toxicology*. 13-14
- Sanchez-moreno, C., Larrauri, J. A., Saura-calixto, F. A. 1998. Procedure to measure the antiradical efficiency of polyphenols. *J. Sci. Food Agric.* 76, 270-276.
- Sanchez, C., Baranda, A.B., Maranon, I.M. 2014. The effect of high pressure and high temperature processing of carotenoids and chlorophylls content in somme vegetables. *Food chemistry*. 163, 37-45.
- Sankar, D., Sambandam, G., Ramakrishna Rao, M., Pugalendi, K. V. 2005. Modulation of bloodpressure, lipid profiles and redox status in hypertensive patients taking different edible oils. *ClinChim Acta.* 355 (1-2), 97-104.
- Santos-Buelga, C., Scalbert, A. 2000. Proanthocyanidins and tannin-like compounds-nature, occurrence, dietary intake and effects on nutrition and health. *J. Sci, Food Agric.* 80, 1094-1117.

- Sartori-Thiel, A. 2003. Activités anti microbiennne d'extraits végétaux enrichis en polyphénols. Doctorat Science et Agronomie. p. 177.
- Savitzky, A. & Golay, M.J.E. 1964. Smoothing and differentiation of data by simplified least-squares procedures. *Analytical Chemistry*. 36, p: 1627–1639.
- Sawaya, W. N., Ayaz, M., Khalil, J. K., Al-Shalhat, A .F. 1985. Chemical composition and nutritional quality of Tehineh (sesame butter). *Food Chemistry*.18, 35-45.
- Scalbert, A., Williamson, G. 2000. Dietary intake and bioavailability of polyphenols. *The Journal of Nutrition*. 130, pp.2073-2085.
- Schiffmann, R.F. 1993. Understanding microwave reactions and interactions. *Food Production*. Design April.
- Schilling, R., Cartan, P. 1991. La culture du sésame en Afrique tropicale, In oléagineux. 46(3), 125 – 136
- Schroeter, H., Boyd, C., Spencer, J. P. E., Williams, R. J., Cadenas, E., rice-evans, C. 2002. Mapk signaling in neurodegeneration: Influences of flavonoids and of nitric oxide. *Neurobiology of Aging*. 23(5), 861-880.
- Scott, W.J. 1957. Water relations of food spoilage microorganisms. *Adv. Food Res.*7:83-127.
- Seddon, J.M., Ajani, U.A., Sperduto, R.D., Hiller, R., Blair, N., Burton, T.C. 1994. Dietary carotenoids, vitamin- A, vitamin-C, and Vitamin-E and advanced age-related macular degeneration. *Journal of the American Medical Association*, pp. 1413-1420.
- Sharaf, M., Illman, D., Koalski B. *Chemometrics*, Wley-interscience publication. 1986. New-York. 288/ 352.
- Shimoda, M., Nakada, Y., Nakashima, M., Osijima, Y. 1997. Quantitative comparison of volatile flavor compounds in deep-roasted and light roasted sesame seed oil. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 45, 3193-3196.
- Sikka, A., Gupta, A. 1957. Inheritance Studies in *Sesamum Indicum L.* *Indian J. Gen et PL. Breed.* 7 (1-2): 35-42.
- Simon, J. E., Chadwick, A.F., Craker L. E. 1984. *Herbs: An indexed bibliography. The scientific literature on selected herbs, and aromatic and medicinal plants of the temperate zone.* Archon Books, Hamden, CT.
- Simpson, R. 2009. *Engineering Aspects Of Thermal Food Processing.* Taylors And Francis Group. 3-16.
- Singh, R.N. 1969. Epidémie de taches bactériennes des feuilles du sésame. *Bull. Phytosan. AF, Rome, Ital.*, 17,6. 138-139.
- Singleton, V. L., Rossi, J. A. 1965. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents. *American Journal of Enology Viticulture*. 16, 144-158.
- Skiredj, A., Elattir, H., Elfadl, A. 2013. *Sésame*, Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II de Rabat Département d'Horticulture.
- SNV-DERK, 2008. *Manuel sur les pratiques de nettoyage et de conditionnement du sésame graines.* Version française production
- Spellberg, N. deans, S.G. 2010. promoting cuticall needed antibiotics research and developemnt and the appropriate use of these percious drugs before the house. comittee on energy and commerce sub comittee on health. vol 56,55-63.
- Strasser, A. 2001. Procédés et matériels. In : Vasseur J.P., *Ionisation des produits alimentaires*, 27- 40. Technique et Documentation, Lavoisier, Paris.
- St Angelo, J. A. Lipid oxidation in foods. 1996. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. 36 (3), 175-224.
- Stevens, J.F., Taylors, A.W., Deinzer, M.L. 1999. Quantitative analysis of xanthohumol and related prenyflavonoids in hops and beer by liquid chromatography – tandem mass spectrometry. *J. Chrom. A*. 832, 97-107.

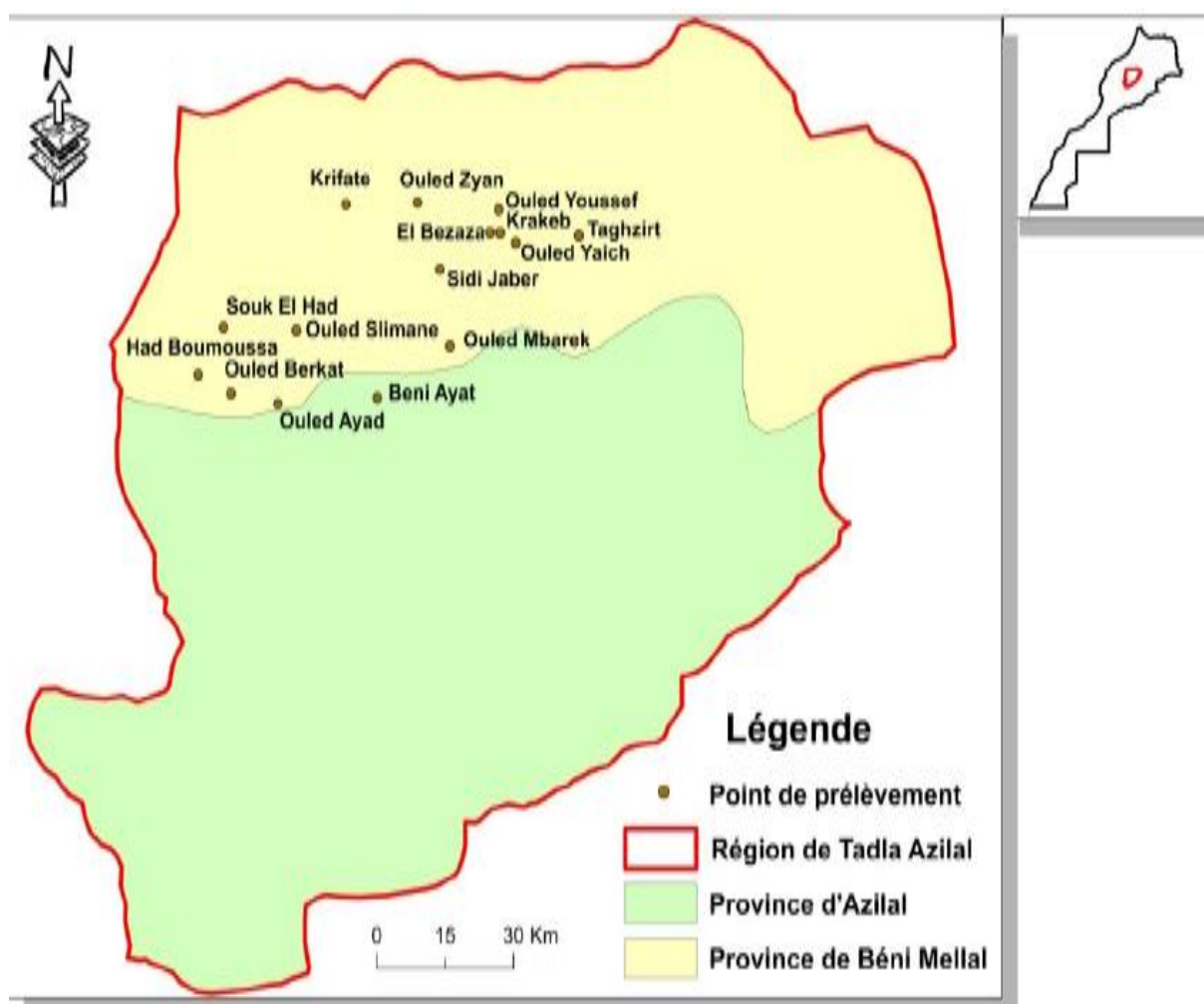
- Stoeva, N., Bineva, Z. 2001. Physiological response of beans (*Phaseolus vulgaris* L.) to gamma-radiation contamination I. Growth, photosynthesis rate and contents of plastid pigments. *J. Environ. Prot. Ecol.* 2:299-303.
- Sugiyama, J., McClure, W.F., Hana, M. 1992. Dans *Advances in Near-Infrared Spectroscopy*, eds. Murray I & Cowe I.A., VCH Publishers. 61-66.
- Suja, K.P., Abraham, J.T., Thamizh, S.N., Jayalekshmy, A. & Arumughan, C. 2004. Antioxidant efficacy of sesame cake extract in vegetable oil protection. *Food Chem.* 84(3), 393-400.
- Sun, T., Ho, C. 2005. Antioxidant activities of buckwheat extracts. *Food Chem*, pp.743-749
- Swets, D.L., Weng, J. 1996. Using Discriminant Eigenfeatures for image Retrieval. *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine intelligence.* 18(8), 831-836.
- Szarek, S. 2005 Use of concept of hermesism phenomenon to explain the law of diminishing returns Part II. *Electron. J. Pol. Agric. Univ. Sev. Econ.* 8 4:61.
- Szydłowska-Czerniak, A. 2007. MIR spectroscopy and partial least-squares regression for determination of phospholipids in rapeseed oils at various stages of technological process. *Food Chem.* 105, 1179-1187
- Talla, A., Jannot, Y., Nkeng, G., Puiggali, J-R. 2005. Desorption isotherms of tropical foodstuff. Application to banana, mango and pineapple. *Drying Technology.* 23, 1477-1498.
- Tay, A., Singh, R.K. Krishnan, S.S. Gore, J.P. 2002. Authentication of olive oil adulterated with vegetable oils using Fourier transform infrared spectroscopy. *LWT-Food Science and Technology.* 35, 99-103.
- Tchiegang, C., Dandjouma, A., Kapseu, C., Parmentier, M. 2005. Optimisation de l'extraction de l'huile par pressage des amandes de *Ricinus communis* Pierre ex Pax – *Journal of Food Engineering.* May Volume 68, Issue 1, p: 79-87.
- Temple, U.J., Bassam, D.J. 1991. Proximate chemical composition of Acha (*Digitaria exilis*) grain, *J. Sci. Food Agric.* pp. 56.
- Thomas, Alfred. 2002. Fats and fatty oils. *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry.*
- Topallar, H., Bayrak, Y., Mehmet, A. 1997. A Kinetic Study on the Autoxidation of Sunflowerseed Oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society.* 74 (10), 1323-1327.
- Torki-Harchegani, M., Ghanbarian, D., Ghasemi, A., Pirbalouti. 2016. dehydration behaviour, mathematical modeling, energy efficiency and essential oil yield of peppermint leaves undergoing microwave and hot air treatments, *renewable and sustainable energy reviews.* 407-418
- Torres, S.S., & Allier González, A.L. 2015. Linear and Nonlinear Drying Behavior in Tuberos Crop Slices. *Drying Technology.* 33 (5), 559-569.
- Traoré, S., Dabiré, C., & Dicko, I. 1994; Insectes du sésame au Burkina Faso Impact de deux importants ravageurs. In *Sci. et Tech.* 21(1), 93-94.
- Tsami, E. 1991. Net isosteric heat of sorption in dried fruits. *Journal of Food Engineering.* vol. 14, 327-335.
- Tsubouchi, H., Terada, H., Yamamoto, K., Sakake, Y. 1988. Ochratoxin A found in commercial roast coffee. *J. Agric. Food chem.* 36, 540-542
- Tunde-Akintunde, T.Y., Akintunde, B.O. 2004. Some Physical Properties of Sesame Seed, *Biosystems Engineering.* 88 (1), 127-129
- Turkmen, N., Sari, F., and Velioglu, Y. S. 2005. The effect of cooking methods on total phenolics and antioxidant activity of selected green vegetables. *Food Chemistry.* 93, pp.713-718.
- Uzun, B., Ulger, S., Cagiran, M.I. 2002. Comparison of determinate and indeterminate types of sesame for oil content and fatty acid composition. *Turkish Journal of Agriculture and Forestry.* 26(5), 269-274.

- Uzun, B., Cagiran, M.I. 2009. Identification of molecular markers linked to determinate growth habit in sesame. *Euphytica*. 166(3), 379-384.
- Vagi, E., Rapavi, E., Hadolin, M., Peredi, K. V., Balazs, A., Blazovics, A. 2005. Phenolic and triterpenoid antioxidants from *Origanum majorana* L. herb and extracts obtained with different solvents. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 53, pp.17–21.
- Vander Vorst, A. 1997. Biological effects. Proc. Workshop II, Eur. Microwave Conf., Jerusalem. pp. 1-13.
- Vander Vorst, A. 2003. La protection contre les rayonnements des radiofréquences et des micro-ondes. *BTS Newsletter*. (21), 12-17.
- Berg, V., D. 1984. The Multi-Energy Method, a framework for vapour cloud explosion blast prediction, Rapport TNO-PML. C72.
- Valko, M., Rhodes, C. J., Moncol, J., Izakovic, M., Mazur, M. 2006. Free radicals, metals and antioxidants in oxidative stress-induced cancer. *Chemico-Biological Interactions*. 160(1), 1-40.
- Vela, G.R. Wu, J.F. 1979. Mechanism of lethal action of 2.450-MHz radiation on microorganism. *Appl. Environ. Microbiol.* 37 (3): 550-553.
- Villamiel, M., Lopez-Fandino, R., Corzo, N. Martinez-Castro, I. Olano, A. 1996. Effects of continuous flow microwave treatment on chemical and microbiological characteristics of milk. *Z. Lebensm Unters. Forch.* 202 (1):15-18.
- Virot, S. 2004. Les petites protéines de stress et leur rôle dans la mort cellulaire. Etude de leur fonction chaperon à travers l'exemple de la mutation R120G de l' α - β - cristalline. Thèse de doctorat, Université Claude Bernard-Lyon 1.
- Visavadiya, N.P., Narasimhacharya, A.V.R.L. 2008. Sesame as a hypocholesteremic and antioxidant dietary component. *Food Chem. Toxicol.* 46, 1889-1895.
- Vishwanath, H.S., Anilakumar, K.R., Harsha, S.N., A, Farhath Khanum., Bawa, S. 2011. In vitro antioxidant activity of *Sesamum indicum* seeds. *Asian Journal of Pharmaceutical and Clinical Research*. 0974-2441.
- Vivas De Gaulejac, N. 2001. Vin et santé. Les bases scientifiques du French Paradox. Editions Féret.p.198.
- Wang, J., Chao, Y. 2002. Drying characteristics of irradiated apple slices. *Journal of Food Engineering*. Vol.52, pp.83–88.
- Wang, J.N., Chen, Y.J., Hano, Y., Taro, N., Tan, R.X. 2000. Antioxidant activity of polyphenols from seeds of *Vitis amurensis* in vitro. *Acta Pharm. Sinic.* 21, 633-636.
- Wang, L.H., Wang, H. 2009. Polyphenolic compounds and antioxidant properties of selected China wines. *Food Chemistry*. 112, 454–460
- Wang, C.C., Lu, C.C., Chen, Y.L., Cheng, H.L., Wu, S.M. 2013. Chemometric Optimization of Cation-Selective Exhaustive Injection Sweeping Micellar Electrokinetic Chromatography for Quantification of Ractopamine in Porcine Meat, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 615914-5920.
- Weinheim: Wiley-VCH. ISO 3657: 2002 Animal and vegetable fats and oils – Determination of saponification value
- Weiss, E.A. 1971. Castor, Sesame and Safflower, Edition Leonard Hill Books
- Weiss, E.W. 1983. Sesame. Oil seed crops. Longman (Publisher)
- Were, B.A., Onkware, A.O., Gudu, S., Welander, M., Carlsson, A.S. 2006b. Seed oil content and fatty acid composition in East African sesame (*Sesamum indicum* L.) accessions evaluated over 3 years. *Field Crop. Res.* 97(2-3), 254-260.
- Wettstein, D.V. 1959. Chlorophyll- letate and Der supmkroskopisch fromwecksee Der plastiden. *Exp. Cell Res.* pp. 427

- Whitaker, S. 1980. Heat and mass transfer in granular porous media, Advances in drying I, Hemisphere publication, , 23-16 ; Cited par L. Bennamoun.
- Williams, P.C., Norris, K.H. 1987. Near-infrared technology in agriculture and food industries, American Association of cereal chemists. St. Paul, Minnesota, USA.
- Wold, H.1966. Multivariate Analysis. New York, Academic press. 391-420
- Wold, S. 1995. Chemometrics; what do we mean with it, and what do we want from it?, Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 30, 109-115.
- Wold, S. 2001. Personal memories of the early PLS development. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems. 58, 83–84.
- Wolff, R.L. Bayard, C.C. 1995. Fatty acid composition of some pine seed Oils. J. Am. Oil Chem. Soc. 72 (9) ,1043 – 1046.
- Wolff, J.P. 1968. Manuel d'analyse des corps gras. Azoulay eds. Paris. 114-120.
- Wolff, N., Cogan, U., Admon, A., Dalal, I., Katz, Y., Hodos, N., Karin, N. & Yannai, S. 2003. Allergy to sesame in humans is associated primarily with IgE antibody to a 14 kDa 2S albumin precursor. Food and Chemical Toxicology 41(8), 1165-1174.
- Woo, I.S., Rhee, I.K. Park, H.D. 2000. Differential damage in bacteria cells by microwave radiation on the basis of cell wall structure. Appl. Environ. Microbiol. 66 (5): 2243-1147.
- Wu, Q. 1996. Effect of high-power microwave on indicator bacteria for sterilization. IEEE Trans. Biomed. Eng. 43 (7): 752-754
- Yang, J., Yang, I-Y. 2003. Why can LDA be performed in PCA transformed space ? Pattern Recognition., 36 (2), 563-566.
- Yariwake, J.H., Lanças, F.M., Cappelaro, E.A., Vasconcelos, E.C., Tiberti, L.A., Pereira, M.A.S. 2005. Variabilidade sazonal de constituintes químicos (triterpenos, flavonoides e fenólicos totais) das folhas de *Maytenus aquifolium* Mart. (Celastraceae). Brazilian Journal of Pharmacognosy. 15 (2): p. 162-168.
- Yermanos, D.M., Saleeb, W., Hemstree, S & Huszar, C.K. 1972. Oil content and composition of seed in world collection of sesame introductions. J. Am. Oil Chem. Soc. 49(1), 20-23.
- Yoshida, H., Kajimoto, G., Emura, S. 1993. Antioxidant effects of d-tocopherols at different concentrations in oils during microwave heating. Journal of the American Oil Chemists' Society. 70(10), 989-995.
- Yoshida, H., Takagi, S. 1997. Effect of roasting temperature and time on the quality characteristics of sesame (*Sesame indicum* L.) oil. Journal of Science and Food Agricultural. 75, 19–26
- Yochida, H., Takagi, S., Mitsuhashi, S. 1999. Tocopherol distribution and oxidative stability of oils prepared from the hypocotyl of soybeans roasted in microwave oven. Journal of the American Oil chemist's society. 76, 915-920.
- Yokota, T., Matsuzaki, Y., Koyama, M., Hitomi, T., Kawanaka, M., Enoki-Konishi, M., Okuyama, Y., Takayasu, J., Nishino, H., Nishikawa, A., Osawa, T., Sakai, T. 2007. Sesamin, a lignan of sesame, down-regulates cyclin D1 protein expression in human tumor cells. Cancer Sci. 98, 1447-1453.
- Zhang, H., Datta, A.K., Taub, I. et Doona, C. 1999. Experimental and numerical investigation of microwave sterilization of solid foods. Accepted pending version in AIChE Journal.
- Zheng, W., Wang, S.Y. 2001. Antioxidant activity and phenolic compounds in selected herbs. J. Agric Food Chem. pp. 5165-5170.
- Zhou, K., Yu, L. 2004. Effects of extraction solvent on the wheat bran antioxidant activity estimation. LWT Food Sci. Technol. pp. 717-721.
- Zebid, H., Bultosa, G., & Abera, S. 2015. Physico-chemical properties of sesame (*Sesamum Indicum* L.) varieties grown in northern area, Ethiopia. Agriculture Science. 6, 238-246.
- Zlatanović, I., Komatina, M., Antonijević, D. 2013. Low-temperature convective drying of apple cubes. Applied Thermal Engineering, 53(1), 114-123.

Annexes

ANNEXE 1



Carte de la zone d'échantillonnage

ANNEXE 2

Description de la cellule d'ionisation et les systèmes d'expositions utilisés.

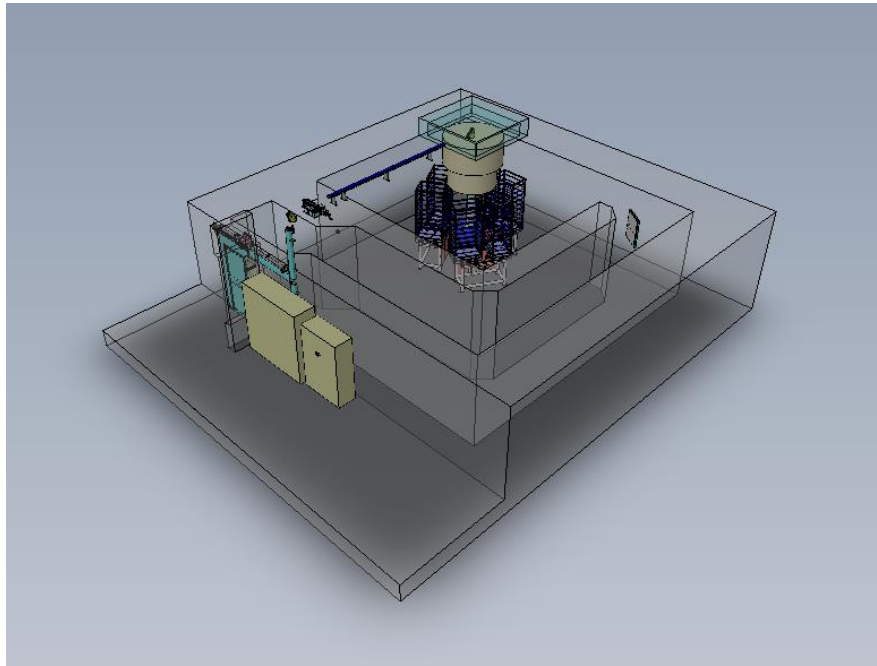


Figure: La cellule d'ionisation SIBO

La salle d'ionisation a une forme parallélépipède, de 6,1 m de longueur, 5,8 m de largeur et 2,6 m de hauteur (figure I.1). La source de rayonnement est stockée dans un conteneur de plomb servant également à son transport.

Les échantillons à ioniser sont positionnés sur trois systèmes de tables tournantes :

- Six grands plateaux GP1, GP2, GP3, GP4, GP5 et GP6 destinés aux applications semi - industrielles.
- Deux petits plateaux TT1 et TT2 mobile autour de deux axes destinés pour les doses moyennes et fortes
- Une table tournante pour les faibles dose TT
- Deux points calibrateur PC pour la calibration des systèmes dosimétriques utilisés.

Au cours de cette année, les activités dosimétriques et techniques dans l'irradiateur ont été effectuées en continu et cela pour améliorer le fonctionnement de la station et l'uniformité de l'ionisation des produits à étudier.

En outre, des opérations dosimétriques sont effectuées pour déterminer les débits de dose dans les différents produits et dans différents emballages traités dans la cellule d'ionisation.

Chaque opération dosimétrique est représentée par un tableau spécifiant les résultats sous la rubrique liée au traitement de ce produit.

Avant de procéder à l'ionisation des produits il est indispensable de passer par une étude de position et d'emballage de ce produit. Ceci afin de d'avoir une uniformité de dose la meilleure possible.

Fiche de dosimétrie des graines de sésame

dosimetrie sesam bnmellal conservation sur TT2 R=47 cm H = 5cran voir photos					
Date	05/04/2016	FileN°:	1		
Operateur:	M. Mouhib			C5=	
Dosimeter Type:	Gamma Chrome			C4=	-0,000024417
Batch:	YR 3			C3=	0,00068506
Dose range:	0,1 - 3 kGy			C2=	0,0019875
Wavelength:	530 nm			C1=	0,081116
BGD:	0			C0=	-0,051356
		Durée =	60,000	mn	
N°	Abs	Thickness	(Abs-BGD)/T	Dose	Debit Gy/mn
		mm	(1/cm)	(kGy)	
1	1,13	1,35	8,370	1,05	17,48
2	1,009	1,327	7,604	0,90	15,00
3	1,423	1,673	8,506	1,08	17,94
4	1,114	1,494	7,456	0,87	14,54
5	1,299	1,526	8,512	1,08	17,96
	Dose kGy	Débit Gy/mn			
Maximum	1,08	17,96			
Minimum	0,87	14,54			
Uniformité	1,23	1,23			

Chaque opération dosimétrique est représentée par un tableau spécifiant les résultats sous la rubrique liée au traitement de ce produit.

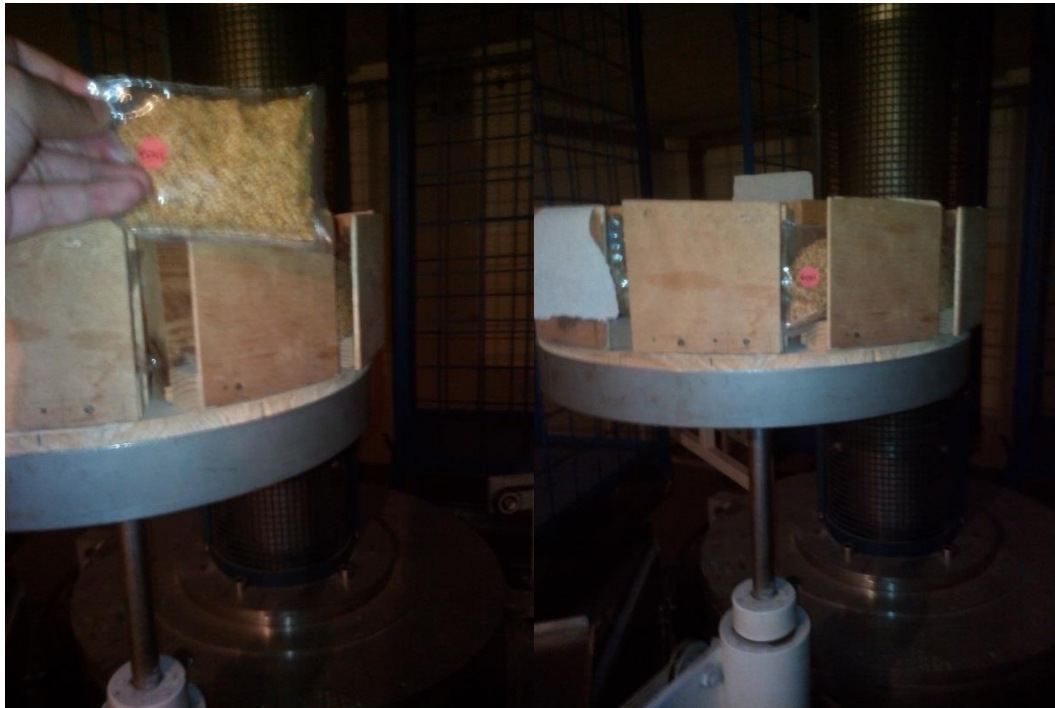


Photo des échantillons sur le dispositif pour irradiation

Fiche ionisation sésame bimellal conservation sur TT2 R=47 cm H = 5cran

Date	09/04/2016	
Facteur K	0,99855817	
Débit de dose	14,52	
Dose	Temps traitement	
Gy	mn	heure
3000	207	3,44328979
6000	413	6,88657957
9000	620	10,3298694
12000	826	13,7731591