

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



جامعة الإخوة منتوري قسنطينة I
Frères Mentouri Constantine I University
Université Frères Mentouri Constantine I

Faculté des sciences de la nature et de la vie

كلية علوم الطبيعة والحياة

Département : Biochimie et Biologie cellulaire et Moléculaire

قسم الكيمياء الحيوية والبيولوجيا الخلوية والجزيئية

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de Master

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Sciences biologiques

Spécialité : Biochimie

N° d'ordre :

N° de série :

Intitulé :

Etude de la stabilité oxydative d'une huile de tournesol après enrichissement par les polyphénols des feuilles de *Pistacia lentiscus* L.

Présenté par : GRINI Chaima

Le 19/06/2022

OUTILI Maroua

Jury d'évaluation :

Encadreur : MOUSSAOUI Samira (M.C.B -Université Frères Mentouri, Constantine 1).

Examinatrice 1 : BENCHIHEB Meriem (M.C.B -Université Frères Mentouri, Constantine1).

Examinatrice 2 : BENSARI Souheir (M.A.B -Université Frères Mentouri, Constantine 1).

Année universitaire 2021 - 2022

Remerciements

Nous tenons à remercier en tout premier lieu ALLAH le tout puissant de nous avoir donné la santé, le courage et la patience pour mener à terme notre formation et pouvoir réaliser ce travail

Nous tenons particulièrement à adresser nos remerciements à : notre encadreur **Dr. MOUSSAOUI Samira**, pour ses orientations et ses conseils tout au long de notre travail.

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire d'obtention de substances thérapeutiques (LOST, Constantine). Nous tenons également à remercier **Pr. KABOUCHE Z**, directrice du laboratoire LOST qui nous a offert l'occasion de réaliser la partie pratique de notre mémoire au niveau de son établissement, sous sa direction, nous avons trouvé toute l'aide nécessaire pour finaliser le présent travail

Un grand merci aux membres de jury, **Dr. BENCHIHEB Meriem** et **Dr. BENSARI Souheir** pour l'honneur qu'ils nous ont fait d'évaluer et de juger notre travail. Leurs remarques et suggestions ne feront que parfaire ce travail,

Je remercie tous les enseignants et le cadre administratif du département des sciences biologiques.

Nous remercions également **MAADADI R.** et **CHECHOUB S.** pour leurs aides, leurs soutiens et le temps qu'ils ont bien voulu consacrer pour nous au cours de notre travail,

Nous ne pouvons pas oublier de remercier notre collègue M^{elle} **MILES S.** de nous avoir soutenu dans notre travail et nous faciliter l'obtention des feuilles de lentisque.

Enfin, nous adressons nos remerciements les plus sincères à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin à la réalisation de ce mémoire.



Dédicace

Tout d'abord, je voudrais remercier Dieu. De m'avoir donné la force
et le Courage.

A mes très chers parents ♥ Que Dieu les protège ♥
pour l'amour qu'ils m'ont toujours donné, leurs encouragements et
toute l'aide qu'ils m'ont apportée durant mes études.

Aucun mot, aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma
considération, et mon amour pour les sacrifices qu'ils ont consentis pour
mon instruction et mon bien-être.

à ♥ma seule et chère sœur♥, à moi avant tout, à tous ceux qui ont cru en
mes capacités, à tous ceux qui m'ont soutenu dans
tous mes cas , à ma famille et mes amis,
à mon ♥ grand-père ♥, que Dieu ait pitié de lui tu resteras toujours
dans ma mémoire.



Maroua



Dédicace

Au nom d'Allah, Louanges à Dieu, le seul et unique

Sans lui rien de tout cela n'aurait pu être.

Je tiens vivement, à dédier ce travail en signe

De respect et de reconnaissance à : Deux

Personnes très chères qui ont partagé mes joies

Et mes peines, qui ont été toujours à mes côtés,

Qui ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui :

Ma mère et mon père.

A toute ma famille pour leur soutien tout

Au long de mon parcours universitaire.

Aux circonstances qui ont fait de moi la personne que je suis
actuellement.



Chaïma



Liste des abréviations

AA : Acide aminé.

AFNOR : Association française de normalisation.

AGMI : Acides gras monoinsaturés.

AGPI : Acide grasse polyinsaturé.

AGS : Acide grasse saturé.

ALA ou LA : Alanine.

av. J.-C : Avant Jésus-Christ.

BHA : Hydroxyanisole butylé.

BHT : Hydroxytoluène butylé.

CAT : Catalase.

CEE : Communauté économique européenne.

CODEX : Centerband only detection of exchange.

COI : Conseil Oléicole International.

DETAPAC : Diethylenetriaminepentaacetic acid.

EDTA : Acide éthylène diamine tétra-acétique.

ERO : Espèces réactives d'oxygène.

GPx : Glutathion peroxydase.

H° : Atome d'hydrogène.

HDL : High density lipoproteins.

IP : Indice de peroxyde.

J : Jours.

KOH : Hydroxyde de potassium.

L : Radical lipidique.

LDL : Low density lipoproteins.

LH ou RH : Acide gras insaturé.

LPS : Lipopolysaccharides.

Méch : Masse sèche de l'échantillon végétal en mg.

Meq : Milliéquivalent.

meq O₂/kg : Milliéquivalent d'oxygène par kilogramme.

MS : Matière sèche.

Mxt : Masse de l'extrait après évaporation du solvant en mg.

NO : Monoxyde d'azote.

O₂ : Anion superoxyde.
PPM : Partie par million.
R : Rendement en %.
R° : Radical lipoylé.
ROOH : Hydro peroxydes lipidiques.
T : Tonne.
TBHQ : Tert-butylhydroquinone.
UHP : Ultrason de haute puissance.
URSS : Union of soviet socialist republics.
US : Ultrasons.
W3/W6 : Oméga-3/oméga-6.
μL : Microlitre.

Liste des figures

Figure 01 : Taxonomie de tournesol.....	03
Figure 02 : Répartition géographique de la production de tournesol dans le monde.....	04
Figure 03 : Etapes d'extraction de l'huile de tournesol	07
Figure 04 : Opérateurs d'huile de table en Algérie	10
Figure 05 : Aire de répartition du genre pistacia	12
Figure 06 : Branche, feuilles et arbuste de <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	13
Figure 07 : Résine et fruits de <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	13
Figure 08 : Mécanismes d'oxydation des lipides.....	18
Figure 09 : Excitation d'un photo-sensibilisateur par irradiation lumineuse, schématisée par un photon	20
Figure 10 : Mécanismes de type I (radicalaire) et de type II (non radicalaire) de la photo-oxydation des lipides.....	20
Figure 11 : Exemple de la réaction ène mise en application dans les mécanismes non radicalaires de la photo-oxydation	21
Figure 12 : Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique.....	21
Figure 13 : Feuilles séchées de <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	26
Figure 14 : Origine géographique de l'échantillon.....	26
Figure 15 : Stockage de poudre à l'abri de la lumière.....	27
Figure 16 : Huile de table fleurial	27
Figure 17 : Etape de macération des polyphénols au niveau du laboratoire LOST	28
Figure 18 : Filtration sous vide et évaporation à l'aide du rotavapor au niveau du laboratoire LOST.....	29
Figure 19 : Analyse spectrophotométrique au niveau du laboratoire LOST.....	31

Figure 20 : Mesure de l'indice de peroxyde au niveau du laboratoire LOST.....	33
Figure 21 : Mesure de l'acidité au niveau du laboratoire LOST.....	35
Figure 22 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.....	37
Figure 23 : Evolution de l'acidité libre des cinq types d'huile au cours du stockage à 60°	41
Figure 24 : Evolution de l'indice de peroxyde au cours du stockage à 60°C	44
Figure 25 : Evolution de l'indice de peroxyde au cours du stockage à 60°C	46
Figure 26 : Evolution de l'indice d'extinction (270nm) au cours du stockage à 60°C	48

Liste des tableaux

Tableau 01 : Taxonomie de <i>Pistacia lentiscus</i> L. d'après Linné.....	11
Tableau 02 : Différentes activités biologiques de <i>Pistacia lentiscus</i> L	16
Tableau 03 : Gamme d'étalon de l'acide gallique.....	30
Tableau 04 : Rendement d'extraction des polyphénols <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	37
Tableau 05 : Indices de qualité d'huile de tournesol	38
Tableau 06 : Moyennes et écarts- type de l'acidité obtenue au cours du stockage à 60°C.....	42
Tableau 07 : Moyennes et écarts- type de peroxyde obtenue au cours du stockage à 60°C.....	44
Tableau 08 : Moyennes et écarts- type d'extinction obtenue au cours du stockage à 60°C	47
Tableau 09 : Moyennes et écarts- type d'extinction obtenue au cours du stockage à 60°C	49

TABLE DES MATIERES

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale01

Synthèse bibliographique

Chapitre I : Du tournesol à l'huile de tournesol

1. Généralités sur le tournesol	03
2. Tournesols, des origines à nos jours « historique »	03
3. Composition et caractéristiques d'huile de tournesol	04
3. 1. Composition de l'huile de tournesol.....	04
3. 2. Caractéristiques chimiques de l'huile de tournesol.....	05
4. Production d'huile de tournesol	05
4. 1. Pressage.....	06
4. 2. Raffinage.....	06
5. Enrichissement des huiles végétales	07
5. 1. Extraction solide liquide.....	07
5. 2. Extraction liquide liquide.....	07
5. 3. Combinaison des deux méthodes.....	08
5. 4. Enrichissement assisté par ultrasons.....	08
6. Utilisation des tourteaux de tournesol	09
7. Oléagineux en Algérie	09
7. 1. Consommation des oléagineux en Algérie.....	09
7. 2. Industrie des oléagineux en Algérie.....	10

Chapitre II : Généralités sur *Pistacia Lentiscus*

1. Généralités sur <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	11
1. 1. Taxonomie.....	11
1. 2. Répartition géographique de <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	11
1. 3. Description botanique de <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	12
2. Composition chimique de <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	13
3. Activités biologiques de <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	14
3. 1. Activité antibactérienne.....	14
3. 2. Activité anticancéreuse.....	15
3. 3. Activité antioxydante.....	15
3. 4. Activité anti-inflammatoire.....	15

Chapitre III : Oxydation des lipides et antioxydants

1. Introduction.....	17
2. Oxydation des lipides.....	17
2. 1. Types d'oxydation.....	17
2. 1. 1. L'auto-oxydation.....	18
2. 1. 2. La photo-oxydation.....	19
2. 1. 3. Oxydation enzymatique.....	21
3. Mécanismes de l'antilipoperoxydation.....	22
3. 1. Mécanismes d'action des antioxydants préventifs.....	22
3. 1. 1. Chélateurs des métaux de transition.....	22
3. 1. 2. Désactivateurs (quencher) de l'oxygène singulet.....	22
3. 1. 3. Elimination des hydroperoxydes.....	23
3. 1. 4. Piégeurs d'oxygène.....	23

3. 2. Mécanismes d'action des antioxydants « chain breaking »	23
3. 2. 1. Donneurs d'hydrogène.....	24
3. 2. 2. Antioxydants « sacrifiés »	24
3. 3. Mécanismes d'action mixtes.....	25

Matériel et Méthodes

1. Matériel végétal.....	26
1. 1. Feuilles de <i>Pistacia Lentiscus</i> L.....	26
1. 2. Huile de tournesol.....	27
2. Extraction assistée par macération des feuilles de <i>pistacia Lentiscus</i> L.....	28
3. Calcul du rendement d'extrait	29
4. Dosages des polyphénols totaux.....	29
4. 1. Principe.....	29
4. 2. Mode opératoire.....	30
4. 3. Procédure.....	30
4. 4. Préparation de la gamme d'étalon d'acide gallique.....	30
5. Indices de qualité d'huile de tournesol.....	31
5. 1. Détermination du coefficient d'extinction spécifique dans l'ultraviolet....	31
5. 1. 1. Principe.....	31
5. 1. 2. Matériel et réactifs utilisés.....	31
5. 1. 3. Mode opératoire.....	31
5. 2. Indice de peroxyde.....	32
5. 2. 1. Principe.....	32
5. 2. 2. Matériel et réactifs.....	33
5. 2. 3. Mode opératoire.....	33
5. 3. Acidité libre.....	34

5. 3. 1. Principe.....	34
5. 3. 2. Matériel et réactifs utilisés.....	34
5. 3. 3. Mode opératoire.....	34
6. Procédure d'enrichissement de l'huile de tournesol.....	35

Résultats et discussion

1. Rendement d'extraction des polyphénols <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	37
2. Dosage des polyphénols totaux des feuilles de lentisque.....	37
3. Détermination des indices de qualité initiale de l'huile de tournesol.....	38
3. 1. Acidité libre.....	39
3. 2. Indice de peroxyde.....	39
3. 3. Coefficients d'extinction.....	39
4. Détermination des indices de qualité de l'huile de tournesol après enrichissement et stockage à 60°C.....	41
4. 1. Acidité libre.....	41
4. 2. Indice de peroxyde.....	43
4. 3. Coefficients d'extinction.....	46
4. 3. 1. Coefficient d'extinction 232nm.....	46
4. 3. 2. Coefficient d'extinction 270nm.....	48

Conclusion

Références bibliographiques

Résumé

INTRODUCTION



Introduction générale

Les huiles végétales jouent un rôle essentiel dans notre alimentation, en effet elles assurent une fonction nutritionnelle en contribuant à l'apport d'énergie, mais sont également considérées comme une source d'acides gras indispensables, en particulier l'acide linoléique (**Meziani S. et al., 2021**). L'huile de tournesol est une huile comestible de haute qualité, qui se compose de triacylglycérols (98-99%) et une faible fraction de phospholipides, tocophérols, caroténoïdes, stérols, et des cires. Cette huile se caractérise par une forte concentration d'acide linoléique, suivie d'acide oléique, qui présente un bon profil nutritionnel, avec une mauvaise stabilité à l'oxydation et est donc sujet à une détérioration des arômes (**White J.P. et al., 2000**), la vitesse d'oxydation dépend de la qualité initiale de l'huile, en particulier de sa concentration en hydro peroxydes, qui exercent une fonction d'initiateurs de radicaux, surtout s'ils sont en contact avec des ions métalliques. (**Cuvelier M. et al., 2020**).

Les plantes représentent une source inépuisable de principes actifs tels que les polyphénols qui sont des antioxydants naturels non agressifs et bien acceptés par l'organisme en comparaison aux antioxydants synthétiques qui sont susceptibles de causer des effets indésirables (**Adida H. et al., 2016**).

La dégradation oxydative des lipides est des huiles végétales est l'un des principaux facteurs limitant la durée de conservation des produits alimentaires. La maîtrise de l'oxydation est indispensable pour gérer l'évolution des aliments dont la dégradation peut avoir des conséquences indésirables en sécurité alimentaire. Parmi les diverses solutions technologiques possibles, l'addition d'agents antioxydants aux huiles et aux aliments riches en lipides qui est pratiquée depuis longtemps.

Toutefois, les antioxydants synthétiques ont des effets négatifs sur la santé humaine et sont facilement volatiles à haute température ; l'ampleur de ce problème a fait que les antioxydants naturels sont de plus en plus recommandés pour remplacer les antioxydants synthétiques (**Kahouli I., 2010**).

Par sa richesse floristique et son climat, l'Algérie est une plate-forme géographique très importante qui mérite d'être explorée dans le domaine de la recherche de molécules antioxydants et/ou thérapeutiques originaires de plantes, qui ont pour longtemps servi à une grande tranche de population comme moyen incontournable de médication (**Laraba M. et al., 2016**).



Parmi les plantes aux propriétés antioxydantes que compte la flore algérienne, figure le pistachier lentisque *Pistacia lentiscus* L. qui est connu pour ses vertus thérapeutiques (Abdeldjelil M., 2016). En effet, un large éventail d'études a montré la richesse de ses feuilles en métabolites secondaires notamment les polyphénols qui lui procurent ses différentes activités biologiques à savoir l'activité antioxydante (Salhi A. et al., 2019).

De ce fait les objectifs assignés à ce travail consistent à étudier la capacité antioxydante de l'extrait phénolique des feuilles de *Pistacia lentiscus* L. contre l'oxydation des lipides dans l'huile de tournesol, contrôler l'évolution de l'oxydation qui se produit pendant le stockage, et enfin comparer les effets des produits de synthèse obtenus par action antioxydante.

Notre manuscrit est divisé en deux principales parties qui sont la synthèse bibliographique et la partie expérimentale

- La première partie qui est consacrée à la synthèse bibliographique est-elle-même subdivisée en trois chapitres :

Chapitre 1 : ce dernier regroupe un bref aperçu sur les données bibliographiques sur l'étude du tournesol *Helianthus Annuus* L., origine, composition, caractéristique, techniques d'extraction et d'enrichissement des huiles végétale et oléagineux en Algérie.

Chapitre 2 : porte sur des généralités de l'espèce *Pistacia lentiscus* L., et ses activités biologiques.

Chapitre 3 : comporte tous ce qui concerne l'oxydation des lipides et les mécanismes de l'anti-lipoperoxydation.

- La partie expérimentale, quant à elle regroupe la présentation du matériel végétale (localisation, collecté et différente étapes d'extractions) et de l'huile de tournesol utilisée dans cette étude, suivie des méthodes employées dans notre investigation et enfin la partie résultats et discussion qui est consacrée à l'explication des résultats qui sont discutés avec ceux édités dans la littérature.

Notre travail sera finalisé par une conclusion qui mettra en avant l'essentiel de nos résultats avec des perspectives.



***SYNTHESE
BIBLIOGRAPHIQUE***



Chapitre I

Chapitre I : Du tournesol à l'huile de tournesol

1. Généralités sur le tournesol

Le tournesol également connu sous les noms « Grand-Soleil » ou encore « Soleil des Jardins » ; *Helianthus Annuus L.* ; évidemment le soleil mais aussi l'amour dans la mythologie grecque (MNHN et OFB., 2003), il s'agit d'une plante de la famille des Asteraceae (Figure 01).



Figure 01 : Taxonomie de tournesol (MNHN et OFB., 2003).

2. Tournesols, des origines à nos jours « historique »

Le tournesol est une plante oléagineuse annuelle (Kartika I., 2005), les archéologues estiment que l'homme la cultive depuis environ 3.000 av. J.-C. en effet les premières traces de la plante de tournesol ont pu être retrouvées sur le continent américain. Les amérindiens et les mexicains seraient les premiers cultivateurs à avoir domestiqué cette plante, ces derniers l'utilisaient notamment pour ses propriétés alimentaires très nutritive mais aussi pour des fins thérapeutiques. Au 16^{ème} siècle, la plante est importée en Europe et plus particulièrement en Espagne où elle sera utilisée comme plante ornementale (www.Atelier-fleuri.fr.com).

À la fin du 19^{ème} siècle, le tournesol est devenu une production agricole majeure en Russie, avec le développement de variétés adaptées localement. Réintroduit en Amérique du Nord, il y connaît un grand succès en Europe, et particulièrement en France, il faudra attendre l'introduction des variétés précoces provenant de la Russie en 1960 et les résultats des programmes de sélection pour l'amélioration des rendements de la précocité



et de la résistance aux maladies pour voir le développement spectaculaire des surfaces cultivées (Kartika I. A., 2005) (Figure 02).

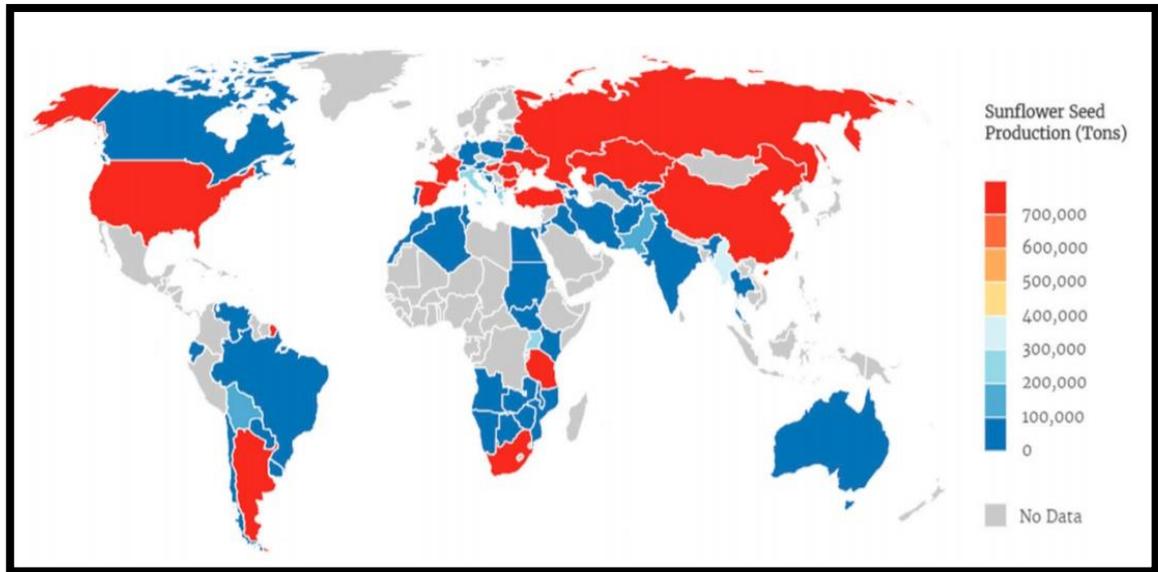


Figure 02 : Répartition géographique de la production de tournesol dans le monde (Perea M. *et al.*, 2018).

3. Composition et caractéristiques d'huile de tournesol

3. 1. Composition de l'huile de tournesol

Le tournesol est essentiellement cultivé pour son huile, bien qu'une petite partie des graines soit directement consommée en alimentation humaine ou animale. Les graines, ou akènes, du tournesol contiennent de l'ordre de 45% d'huile, essentiellement utilisée en alimentation humaine mais aussi dans l'industrie, particulièrement pour la production de biocarburants. Après les pays de l'ex-URSS, la France et l'Espagne en sont les principaux consommateurs. L'huile de tournesol contient 98% d'acides gras et une fraction dite « insaponifiable » composée majoritairement de tocophérols (vitamine E) et de phytostérols.

Seule ou combinée à d'autres, cette huile est capable de répondre à de nombreuses exigences du secteur de l'agroalimentaire. Elle est le plus souvent utilisée comme huile de table pure ou en mélange et pour la fabrication d'assaisonnements, de sauces, de margarines où sa composition permet de limiter l'usage de l'hydrogénation, génératrice d'acides gras trans, de plus sa teneur élevée en tocophérols et en phytostérols apporte un argument de santé supplémentaire.



Elle est composée en moyenne de 67% d'acide linoléique (C18 :2), 20% d'acide oléique (C18 :1), 7% d'acide palmitique (C16 :0) et 5% d'acide stéarique (C18 :0), le reste (acides gras mineurs) étant surtout constitué d'acides gras saturés à longue chaîne : acide arachidique (C20 :0) ; béhénique (C22 :0) et lignocérique (C24 :0) (**Salas J. et al., 2005 ; Zheljzkov V. et al., 2009**). Cependant, de nombreux travaux ont montré qu'il était possible de modifier le profil des acides gras et des composés mineurs en utilisant des mutations dans un petit nombre de gènes (**Skoric D. et al., 2008**).

3. 2. Caractéristiques chimiques de l'huile de tournesol

Le tournesol est un capteur photosynthétique pouvant absorber plusieurs tonnes de CO₂ à l'hectare, il s'agit d'une plante qui croît sous beaucoup de climats différents, dont il existe de nombreuses variétés (67 espèces différentes), nécessitant peu d'eau (c'est une culture sèche).

L'huile de tournesol est un mélange composé à 95% de triglycérides et de 5% d'acides gras libres, ajouté à cela les stérols, les cires et diverses impuretés. Il s'agit d'une huile di-insaturée (dite semi-siccative), caractérisée par un indice d'iode de 132 et d'acidité de 0,05. Elle ne contient pas de polluants dangereux comme le benzène, le plomb et les métaux lourds. Son indice de cétane (mesure d'aptitude à l'auto-inflammation) est très faible et son indice de cétane augmente lors d'un stockage prolongé ce qui reste un avantage.

Elle ne subit pas de raffinage, de dégommeage, de neutralisation, ni de décoloration et sa miscibilité est excellente avec le gasoil, et on peut à tout moment s'approvisionner avec ce dernier (www.onpeutlefaire.com).

4. Production de l'huile de tournesol

L'huile de tournesol représente l'une des plus importantes productions d'oléagineux au niveau mondial. Comme les autres huiles, elle était obtenue dans le passé par pressage hydraulique. Aujourd'hui, en tant que produit industriel, elle est principalement pressée dans des presses à vis puis elle est raffinée afin d'améliorer sa qualité et sa conservation. L'huile de tournesol est intéressante à la fois sur le plan nutritionnel, car elle est riche en acides gras essentiels, mais aussi sur le plan alimentaire, car elle est stable à la cuisson et neutre au goût.



Pour obtenir l'huile, la presse hydraulique a pendant longtemps été utilisée. De nos jours, l'huile est notamment produite à l'aide de presses à vis dans la production industrielle. Celle-ci nécessite deux principales étapes : **(Figure 03)**.

- ✚ Le pressage : qui permet d'extraire l'huile des graines.
- ✚ Le raffinage : qui élimine les composés ayant affecté l'odeur, le goût et l'aspect de l'huile lors du pressage.

4. 1. Pressage

Pour apprêter les graines au pressage, une série d'opérations est nécessaire, les graines sont d'abord nettoyées par tamisage (tamis rotatifs ou vibrants) et par séparation magnétique, afin d'éliminer les impuretés (tiges, feuilles, cailloux, pièces métalliques). Les graines sont généralement broyées avec les cosses, celles-ci ne pouvant être réutilisées, dans un broyeur à marteau ou à cylindres cannelés. Une fois broyées, les graines sont écrasées entre des cylindres lisses, puis chauffées dans des cuiseurs à 88°C pour les stériliser. Après cuisson, les graines sont séchées à 110°C pour les déshydrater et durcir leur structure. Prêtes pour le pressage, elles sont mises sous une presse à vis et chauffées entre 80° et 120°C pour en extraire l'huile. Les résidus appelés tourteaux sont traités avec un solvant ou de l'eau pour aussi en extraire de l'huile. À la différence du pressage à chaud dans l'industrie, le pressage à froid est un procédé purement mécanique sans ajout de chaleur ni raffinage. La température du pressage ne dépasse pas 60°C. Il en résulte une huile plus intense au goût et à l'odeur **(Kartika A., 2005)**.

4. 2. Raffinage

L'huile une fois obtenue, le processus de raffinage entraîne plusieurs traitements : dégommeage, neutralisation, décoloration, désodorisation et traitement contre l'oxydation. Le dégommeage permet d'enlever les composés qui sont susceptibles de perturber le goût et qui améliore la stabilité de l'huile à la cuisson. Pour cela divers traitements existent : à l'eau, à l'acide et à sec. La neutralisation vise à supprimer les acides gras libres en ajoutant le plus souvent de la soude qui les transforme en savon. Une fois neutralisée, l'huile est lavée à l'eau pour éliminer les traces de savon. Les pigments quant à eux sont enlevés avec du charbon actif, des silices ou des oxydants, l'huile est ensuite filtrée ou centrifugée pour supprimer les cires. Finalement, de l'eau sous forme de gaz (vapeur sèche) est injectée dans l'huile maintenue sous vide à haute température (220 à 275°C) entre 1h30 et 3h afin d'atteindre une meilleure conservation de celle-ci **(Pages X. et al., 2010)**.



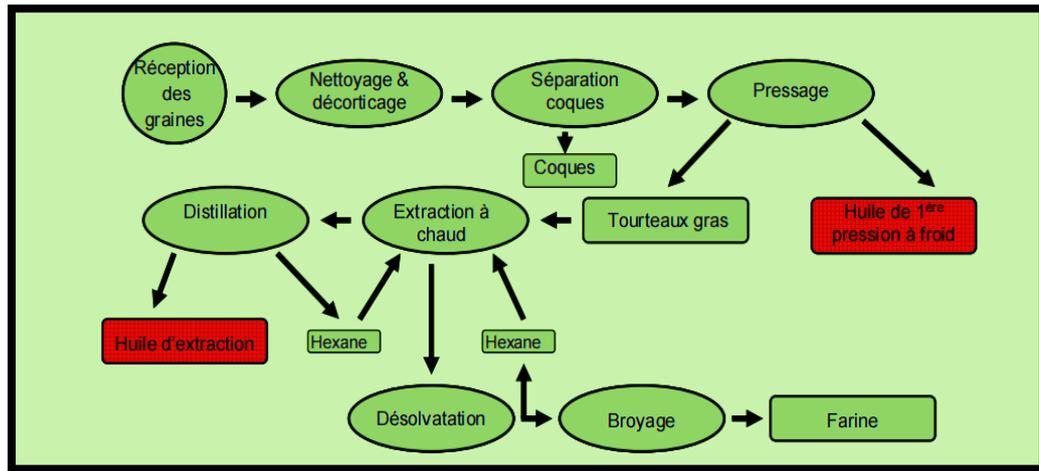


Figure 03 : Etapes d'extraction de l'huile de tournesol (Gotor A., 2008).

5. Enrichissement des huiles végétales

L'enrichissement des huiles par des composés phénoliques, l'europeïne et ses métabolites (tyrosol et hydroxytyrosol), qui sont des inhibiteurs puissants des radicaux générés lors de l'oxydation (Lkrik A. *et al.*, 2005) ainsi que l'enrichissement par les flavonoïdes, les chlorophylles et les composés aromatiques qui possèdent souvent des activités antioxydantes non négligeables assurent la stabilité antioxydante et améliorent la qualité des huiles (Gharby S. *et al.*, 2014).

L'enrichissement est assuré par différents procédés :

5. 1. Extraction solide liquide

Dans ce type d'enrichissement, une quantité de poudre de la matière végétale (solide) est partiellement dissoute dans l'huile. Le passage des substances actives dans la phase huileuse est en fonction de la solubilité de chaque composé (Xiuzhen H. *et al.*, 2007).

5. 2. Extraction liquide liquide

Elle consiste à fabriquer une huile au contact d'une solution alcoolique de phénols, ainsi ces molécules seront transférées dans la phase huileuse en fonction de leur facteur de distribution et la phase alcoolique est éliminée par centrifugation (Xiuzhen H. *et al.*, 2007).



5. 3. Combinaison des deux méthodes

Dans cette méthode, il faut procéder par l'extraction des polyphénols d'une matrice végétale puis les ajouter à l'huile et le tout est mélangé. La séparation des deux phases obtenues est effectuée sous vide par élimination d'alcool (**Xiuzhen H. et al., 2007**).

5. 4. Enrichissement assisté par ultrasons

Ces dernières années, différentes études ont utilisé l'huile comme solvant pour l'extraction des substances d'intérêt issues de différentes matrices végétales. Cette extraction est favorisée et accélérée par l'application d'ultrasons (**Li Y. et al., 2013 ; Penalvo G. et al., 2016**).

Les ultrasons (US) considérés comme une technologie respectueuse de l'environnement car ils ne génèrent pas de déchets et ne sont pas toxiques pour l'homme (**José J., 2012**). En effet, l'ultrason de haute puissance (UHP) a été appliquée dans divers secteurs industriels, notamment ceux liés à la transformation et à la sécurité des aliments. Au cours de la dernière décennie, le traitement US est devenu une technique alternative de traitement non thermique des aliments avec un nombre croissant d'applications potentielles dans l'industrie alimentaire.

L'effet de l'UHP sur les caractéristiques sensorielles a été décrit la première fois par Jiménez (**Jiménez A. et al., 2007**), qui a constaté que les huiles obtenues étaient nettement moins amères que les huiles non traitées, et qu'aucun volatile au goût désagréable n'était détecté.

Un panel sensoriel a décrit les huiles traitées aux États-Unis comme étant plus fruitées, vertes et piquantes, et moins amères que le témoin. Des résultats similaires ont été trouvés par Clodoveo (**Clodoveo M. et al., 2013**). En revanche (**Almeida B. et al., 2017**) ont conclu que l'application de l'US au traitement de l'HOVE (huile d'olive vierge extra) avait amélioré ses principaux attributs sensoriels positifs (fruité, amer et piquant) en augmentant de manière significative la teneur en phénols (principalement des sécoiridoïdes) et en composés volatils (aldéhydes en C6, alcools en C6, alcools en C5, dimères en C5).

Dans une autre étude, l'analyse sensorielle n'a montré aucune différence entre les échantillons d'huiles disponibles dans le commerce et ceux traités par UHP (**Iqdiem B. et al., 2018**).



(Bejaoui M. *et al.*, 2018), ont rapporté que les composés volatils liés à des attributs sensoriels positifs avaient des niveaux similaires à ceux des huiles produites par malaxage conventionnel, alors que ceux liés aux mauvais goûts ne se sont pas développés.

6. Utilisation des tourteaux de tournesol

Les graines de tournesol sont une source de matières premières recherchées par l'industrie pour l'alimentation humaine et animale et pour des applications non alimentaires (Roche J., 2005).

La farine de tournesol contient moins de protéines et plus de fibres que la farine de soja, et elle reste un aliment précieux pour le bétail.

Le tourteau de tournesol est le coproduit d'extraction de l'huile à partir des graines de tournesol *Helianthus annuus L.* C'est le quatrième tourteau d'oléagineux (en termes de production mondiale) après les tourteaux de soja, colza et coton (Oil world., 2011) et l'une des matières premières classiques utilisées en alimentation animale dans de nombreux pays. De nombreux types de tourteaux de tournesol sont disponibles sur le marché, allant de produits très fibreux jusqu'à des « farines » de haute qualité nutritionnelle. Les tourteaux de tournesol peuvent être fabriqués à partir de graines entières ou décortiquées, et peuvent être extraits mécaniquement ou par un solvant. La qualité des tourteaux de tournesol dépend des caractéristiques de la plante (composition de la graine, ratio coques/amandes, aptitude au décorticage, conditions de culture et de stockage) et du procédé d'extraction (décorticage, extraction mécanique ou solvant). S'il contient moins de protéines et beaucoup plus de fibres que le tourteau de soja, le tourteau de tournesol est un aliment bien valorisé en ruminants et en lapins et sous certaines conditions en porcs et volailles. (Golob P. *et al.*, 2002).

7. Oléagineux en Algérie

7. 1. Consommation des oléagineux en Algérie

En 2009, la consommation d'huiles végétales s'établissait à un peu plus de 12 kg/personne en Algérie (contre 17 kg en Tunisie et 12 kg au Maroc). L'huile d'olive, produit traditionnel ne représente que 13% de cette consommation. Elle est largement supplantée aujourd'hui par l'huile de soja (49%), de tournesol (13%), de colza (7%) et d'arachide (5%). À l'exception de l'huile d'olive, la quasi-totalité des huiles est importée, le marché intérieur représenterait en effet environ 430 000 tonnes (t) (Belaid D., 2015).



7. 2. Industrie des oléagineux en Algérie

L'industrie des oléagineux a pour objet de triturer des graines ou des fruits en vue d'en extraire de l'huile, avec en co-produit des tourteaux destinés à l'alimentation animale dans le cas des graines (première transformation), puis de raffiner les huiles brutes pour les rendre comestibles (deuxième transformation). L'Algérie ne dispose pas à ce jour d'unités industrielles de trituration de graines oléagineuses, on note une petite production à caractère artisanal d'huile d'olive, d'arachide, de colza et de tournesol, pour un total de 70 000 t d'huiles végétales brutes en moyenne 2008.

Le groupe Cevital (premier groupe agroalimentaire algérien, avec un chiffre d'affaires de 3,5 milliards d'euros en 2012) a déposé auprès des autorités algériennes un projet de construction d'une importante usine de trituration de graines oléagineuses (3,3 millions de t/an) sur son site de Bejaia qui bénéficie d'un terminal portuaire et dispose déjà de raffineries d'huile et de sucre. Ce projet, qui présente l'avantage de comporter un volet agricole (développement de la production nationale de graines oléagineuses et de tourteaux pour l'alimentation animale), est en stand-by. En revanche, l'industrie du raffinage d'huiles est solidement implantée en Algérie, avec 5 opérateurs :

- Cevital (Bejaia, marques Elio et Fleurial, entre 50 et 60% du marché algérien des huiles de table) (**Figure 04**).
- Prolipos (société de production des corps gras, Aïn M'lila, filiale du groupe Bareche, 6%).
- Safia (division agroalimentaire du groupe Cogral, 4 unités de raffinerie d'huile, marque Safia). (**Belaid D., 2015**).



Figure 04 : Opérateurs d'huile de table en Algérie (Cevital, 2016 ; Zegrir, 2020)



Chapitre II

Chapitre II : Généralités sur *Pistacia Lentiscus* L.

1. Généralités sur *Pistacia lentiscus* L.

1. 1. Taxonomie

Le lentisque, ou pistachier lentisque *Pistacia lentiscus* L. Darou en arabe local et Amadagh en kabyle, est un arbrisseau du genre *Pistacia* appartenant à la famille des Anacardiaceae qui est une famille cosmopolite contenant environ 70 genres et plus de 600 espèces (Bozorgi M. *et al.*, 2013) (Tableau 01). Le lentisque est également appelé arbre à mastic en référence à la résine appelée mastic qui coule des troncs et branches de la plante (Seigue A., 1985).

Tableau 01 : Taxonomie de *Pistacia lentiscus* L. d'après Linné (Maameri Z., 2014).

Règne	Végétal
Embranchement	Spermaphytes
Sous embranchement	Angiospermes
Classe	Dicotylédones
Ordre	Sapindales
Famille	Anacardiaceae
Genre	<i>Pistacia</i>
Espèce	<i>Pistacia Lentiscus</i> L.

1. 2. Répartition géographique de *Pistacia lentiscus* L.

Pistacia lentiscus L. est un arbrisseau que l'on trouve couramment dans les sites arides Asie et région méditerranéenne de l'Europe et d'Afrique, jusqu'aux Canaries (Bellakhdar J., 2003). *Pistacia lentiscus* L. pousse à l'état sauvage dans la garrigue et sur les sols en friche. On le retrouve sur tout type de sols, dans l'Algérie subhumide et semi-aride (SmailSaadoun N., 2002), plus précisément dans le bassin du Soummam en association avec le pin d'Alpe, le chêne vert et le chêne liège (Belhadj S., 2000 ; Quezel P, Santa S., 1962). (Figure 05).



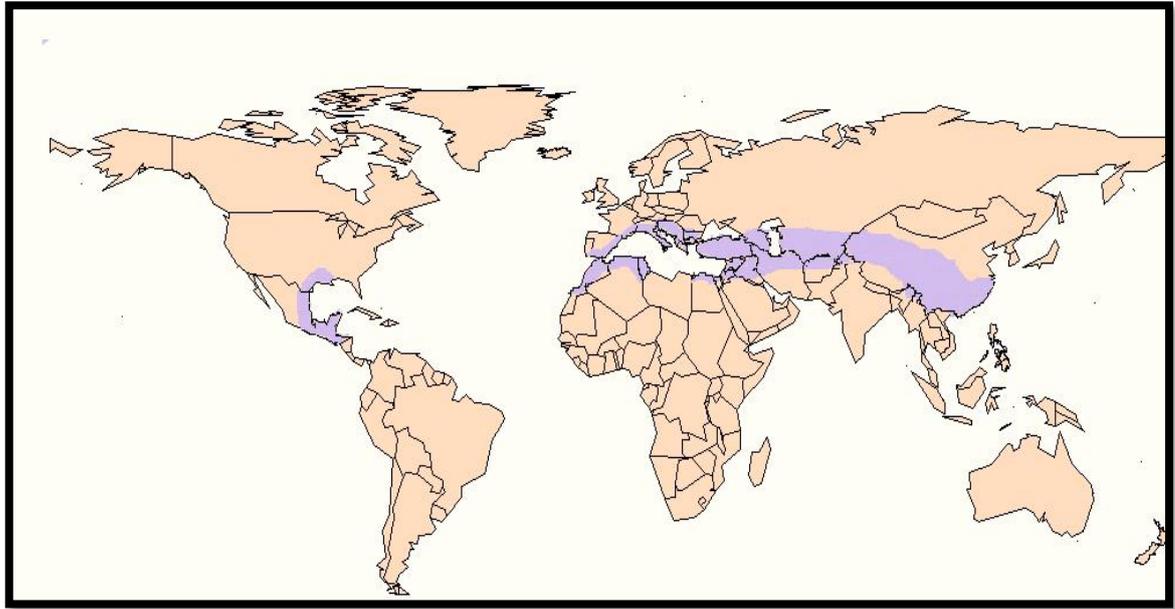


Figure 05 : Aire de répartition du genre *pistacia* (Belfadel F., 2009).

1. 3. Description botanique de *Pistacia lentiscus* L.

Pistacia lentiscus L. est un arbrisseau ramifié, vivace, thermophile, mesurant 1 à 3 mètres de hauteur, il s'agit d'une espèce dioïque présentant des pieds mâles et femelles distincts, dégageant une odeur résineuse forte.

Pistacia lentiscus L. est caractérisé par :

- **Ecorce :** de couleur rougeâtre sur les jeunes branches, qui vire au gris avec le temps.
- **Branches :** tortueuses et pressées, qui forment une masse serrée (**Figure 06**).
- **Feuilles :** persistantes, composées, possédant un nombre pair de folioles (4 à 10), d'un vert sombre, elliptiques, obtuses, luisantes en dessus, glabres, coriaces et dont le pétiole est bordé d'une aile verte (**Figure 06**).
- **Fleurs :** unisexuées d'environ trois mm de large qui apparaissent au printemps (Mars à Mai). Elles sont très aromatiques et se présentent sous forme de racèmes (grappe) de petite taille. Les fleurs femelles sont, vert jaunâtre, alors qu'elles sont de couleur rouge foncé pour les fleurs mâles.



- **Fruits** : sous forme d'une drupe arrondie de 2 à 3 mm de diamètre, monosperme, contenant un nucléole de la même forme ; le fruit est d'abord rouge puis devient noirâtre à sa maturité (l'automne) (**Figure 07**).

- **Résine** : appelée également mastic, c'est le produit le plus connu de cette plante ; il s'agit d'une substance aromatique et résineuse qui suinte du tronc et des branches principales. Cette sécrétion peut être favorisée par des éraflures pratiquées dans le tronc et les branches. Les petites « larmes » qui s'écoulent de la plante sont séchées au soleil pour les faire durcir en gouttes translucides ; une variété célèbre de cette résine provient des arbustes retrouvés au sud de l'île grecque de Chios en mer Égée (**Figure 07**) (**Seigue A., 1985 ; Quezel P, Santa S., 1963**).



Figure 06 : Branches, feuilles et arbuste de *Pistacia lentiscus* (**Belfadel F., 2009**).



Figure 07 : Résine et fruits de *Pistacia lentiscus* L. (**Anonyme, 2011 ; Anonyme, 2007**).

2. Composition chimique de *Pistacia lentiscus* L.

En raison de sa large utilisation en médecine traditionnelle, les différentes parties du *pistachier* ont fait l'objet de plusieurs études phytochimiques afin d'identifier leurs métabolites secondaires. La plante est connue surtout par sa composition en :

- Huile essentielle et fixe et une huile grasse (**Grosjean N., 2007**).
- Tanins condensés et hydrolysables (**Abbas M et Boudriche D., 2007**).



- Glycosides flavonoïques (**Vaya J et Mahmood S., 2006**).
- Anthocyanes (**Longo L. et al., 2007**).
- Résine « mastic de chio » (**Leonti M. et al., 2001**).
- Triterpènes (**Atmani D. et al., 2009**).

La composition chimique des feuilles de *Pistacia lentiscus* L. est caractérisée par la présence de plusieurs types de flavonoïdes, comme la quercétine glycosylé, la myricétine glycosylé, la lutéoline, la catéchine ainsi que l'isoflavone genisteine. Elles contiennent 6 à 7 % de gallo-tannins de faible poids moléculaire, à savoir l'acide gallique et les dérivés d'acide quinique 5-O-, 3,5-O-di- et 3, 4,5-O-trigalloyl (**Romani P. et al., 2002**).

L'huile essentielle représente 0,14- 0,17% du poids des feuilles de *Pistacia lentiscus* L. Les études phytochimiques effectuées sur cette huile ont montré la présence de longifolène, α -pinène, β -pinène, γ -cadinène, trans- β terpinéol, α -acomeol, γ -muurolène, Sabinène et terpinén-4-ol (**Dob T. et al., 2006**).

3. Activités biologiques de *Pistacia lentiscus* L.

Les études expérimentales effectuées sur cette plante ont mis en évidence différentes activités biologiques et pharmacologiques tels que l'activité anti-ulcéreuse, antibactérienne, et hépatoprotectrice (**Al-said M. et al., 1986 ; Iauk L., 1996 ; Al-Merie H., 2002**). Ces activités biologiques sont dues à la présence de composés phytochimiques possédant des cibles moléculaires précises pouvant atteindre différents processus physiologiques (**Stangl V. et al., 2007**).

3. 1. Activité antibactérienne

Les extraits végétaux ont un large spectre d'activités. Leur action antibactérienne a largement été démontrée. Il en ressort que les bactéries Gram – sont moins sensibles que les bactéries Gram + car leur membrane externe contient des lipopolysaccharides (LPS), qui créent une barrière contre les macromolécules et les composés hydrophobes (**Walsh E. et al., 2003 ; Starniper C. et al., 2015**). Ces composés naturels renferment un grand nombre de principes actifs et leur principale cible est la membrane cytoplasmique (**Hyldgaard M. et al., 2012**). Les composés phénoliques (acide gallique, acide di gallique



et 1,2,3,4,6-pentagalloylglucose) de *Pistacia lentiscus* L. sont un moyen de défense contre les micro-organismes.

Le nombre de groupement hydroxyle augmente la toxicité contre les micro-organismes soit par la chélation des ions métallique, soit par des interactions non spécifiques, telles que l'établissement des ponts hydrogènes avec les protéines des parois cellulaires, afin d'inactiver l'adhésion des microorganismes (**Cowan M., 1999 ; Lin Y. et al., 2005**).

3. 2. Activité anticancéreuse

La gomme du mastic de *Pistacia lentiscus* L. contient des composés qui inhibent la prolifération et induisent l'apoptose des cellules cancéreuses du côlon chez les humains (**Balan K. et al., 2007**).

3. 3. Activité antioxydante

La richesse des différentes parties de *Pistacia lentiscus* L. en polyphénols et en flavonoïdes lui permettent d'exercer une activité antioxydante via divers mécanismes d'action à savoir : le piégeage direct des espèces réactives d'oxygène (ERO), l'inhibition des enzymes génératrices d'ERO, la chélation des ions de métaux de transition, responsables de la production des ERO et l'induction de la biosynthèse d'enzymes antioxydantes (**Bozorgi M. et al., 2013**).

3. 4. Activité anti-inflammatoire

La présence de flavonoïdes dans les différentes parties de *Pistacia lentiscus* L. lui confère une activité anti-inflammatoire. En effet, certains flavonoïdes sont de puissants inhibiteurs de la production des prostaglandines, des molécules pro-inflammatoires très actives. Cet effet serait dû à la réduction du métabolisme de l'acide arachidonique par l'inhibition de la lipoxycgénase, de la cyclooxygénase et de la phospholipase A2 (**Manthey J., 2000 ; Bozorgi M. et al., 2013**).

Les différentes activités de l'espèce *Pistacia lentiscus* L. se résument dans le **tableau 02**.



Tableau 02 : Différentes activités biologiques de *Pistacia lentiscus* L. (Chaabani E., 2020).

Activités Biologiques	Parties utilisées	Métabolites/ Extraits
Anti-oxydante	Fruits	Acide digallique
		Extrait hydro-alcoolique
	Feuilles	Huile essentielle
		Fractions aqueuses du chloroforme et d'hexane
Mastic	Extrait aqueux de résine	
Antimicrobienne et Antivirale	Feuilles	Huile essentielle
		Extrait méthanolique
	Fruits	Huile végétale
		Extrait phénolique
Mastic liquide	Extrait aqueux de mastic	
Antifongique	Feuilles	Huile essentielle
Anti-inflammatoire	Feuilles	Extraits aqueux, chloroforme, éthyl acétate et méthanol
	Fruits	Huile végétale
		Extrait hydro-alcoolique
		Huile végétale
Antidiabétique	Fruits	Huile végétale
		Extrait éthanolique, fractions aqueuse et organique
	Feuilles	Extrait éthanolique, fractions aqueuse et organique
Anticancéreuse	Feuilles	Extrait hydro-alcoolique
Hépatoprotectrice	Feuilles	Extrait éthanoïque, fractions aqueuse et organique
Anticholinestérasique	Feuilles	Extrait aqueux
Insecticide	Feuilles	Huile essentielle
Antimutagène	Feuilles	Huile essentielle
		Extrait aqueux
		Extrait enrichi en flavonoïdes
Anti-ulcère	Fruits	Huile végétale
Anti cicatrisation	Fruits / feuilles	Huile végétale



Chapitre III

Chapitre III : Oxydation des lipides et antioxydants

1. Introduction

Les lipides sont présents dans toutes les matières premières animales (viande, poisson, lait, œuf) et végétales (grains, graines, fruits et légumes). Ils représentent les constituants majeurs des matières grasses et huiles alimentaires. Que les aliments soient bruts ou transformés, les lipides y ont des fonctions nutritionnelles, sensorielles et technologiques. Les lipides sont aussi une matière première susceptible d'être vectrice d'innovations dans des domaines aussi variés que la formulation d'aliments fonctionnels et/ou enrichis pour des cibles nutritionnelles spécifiques (alimentation infantile, personnes âgées, pathologies chroniques, etc.), pour la nutrition entérale voire dans les domaines de la cosmétique (**Genot C et Michalski M., 2020**).

2. Oxydation des lipides

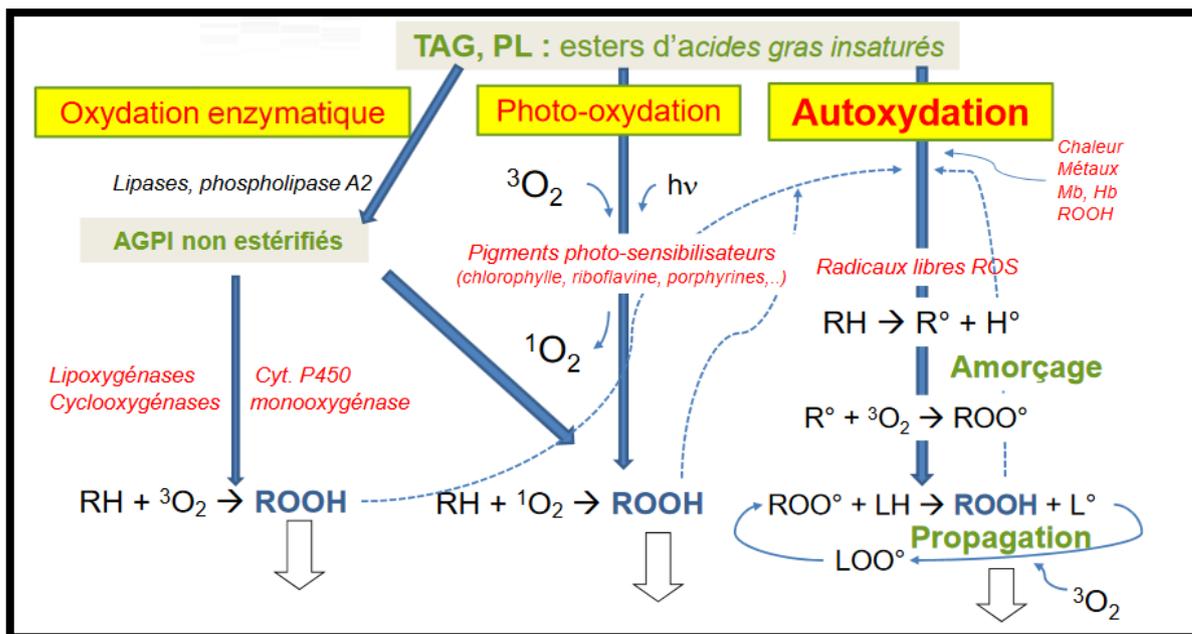
L'oxydation des lipides est un phénomène purement chimique et spontané (**Judde A., 2004**), est une cause majeure de dégradation des aliments lors de leur fabrication et de leur conservation (réaction irréversible et altérative), elle affecte les acides gras insaturés présents dans les huiles, les graisses ou les lipides de structure. Les recommandations nutritionnelles conseillent d'augmenter la part relative des acides gras poly-insaturés (AGPI) dans la ration en raison notamment de leur rôle dans la prévention de pathologies du système cardiovasculaire et l'obésité (**Martin A., 2001**). Or, la présence dans les aliments de ces AGPI particulièrement sensibles à l'oxydation pose le problème de la maîtrise de la stabilité de tels systèmes. Les produits non alimentaires tels que les cosmétiques sont également concernés par ce phénomène (**Villière A., 2006**).

2. 1. Types d'oxydation

L'oxydation des lipides peut résulter de plusieurs voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs (**Figure 08**) :

- L'auto-oxydation catalysée par la température, les ions métalliques, les radicaux libres.
- La photo-oxydation, initiée par la lumière en présence de photosensibilisateurs.
- L'oxydation enzymatique initiée par la lipoxigénase (**Eymard S., 2003**).





LH ou RH = Acide gras insaturé/ R° = Radical lipolyse/ H° = Atome d'hydrogène
 ROOH = hydro peroxydes lipidiques = produits primaires de l'oxydation

Figure 08 : Mécanismes d'oxydation des lipides (Genot C., 2020).

2. 1. 1. Auto-oxydation

L'auto-oxydation est un phénomène d'oxydation radicalaire en chaîne. La génération du premier radical lipidique correspond à l'étape dite de l'initiation (eq.1). La génération de ce radical lipidique (L°) est obtenue suite au départ d'un atome d'hydrogène directement sur le lipide de départ (LH). La rupture homolytique s'effectue avec un hydrogène adjacent à une double liaison, un hydrogène allylique. L'initiation est l'étape d'amorçage de l'auto-oxydation, en produisant la première espèce radicalaire (Dagmey A., 2021).



La génération de ce radical (L1) entraîne l'établissement de la réaction en chaîne. Le radical alkyle est capable de fixer l'oxygène triplet (3O₂) présent dans l'huile (eq.2).



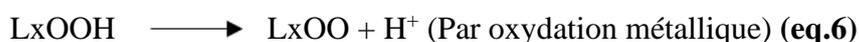
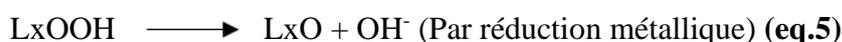
Le peroxyde (L1OO.) qui vient de se former est capable lui aussi d'arracher un hydrogène d'un autre acide gras insaturé (eq.3). Les produits formés sont alors un hydro peroxyde et un nouveau radical alkyle.



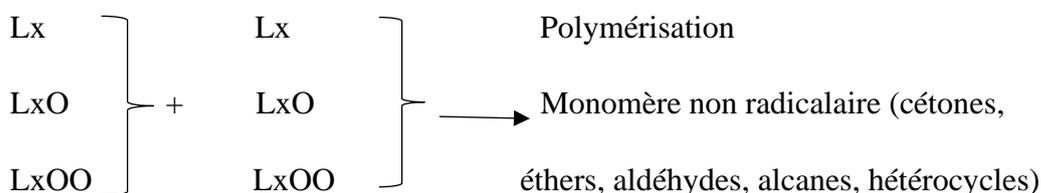
La génération d'un nouveau radical à partir du premier est considérée comme l'étape de **propagation** des réactions d'oxydation. Ce phénomène conduit à la production de nouveaux radicaux à partir du premier de manière autonome et ces derniers pourront réagir avec le dioxygène triplet présent dans l'huile (**eq.4**).



Lors des processus de propagation, les hydro peroxydes qui sont formés (**eq.3**) ; (**eq.4**) peuvent réagir avec leur environnement proche et être réduits (**eq.5**) ou oxydés (**eq.6**) par des métaux ou simplement subir une rupture homolytique de la liaison oxygène-oxygène du peroxyde (**eq.7**).



L'étape de **terminaison**, concerne le réarrangement des espèces radicalaires entre-elles et conduit à la synthèse d'autres espèces oxydées non radicalaires, l'hydroperoxyde va soit être neutralisé ou continu de s'oxyder pour donner par exemple des aldéhydes toxiques.



2. 1. 2. Photo-oxydation

Le phénomène de photo-oxydation intervient dans l'oxydation des acides gras lorsque les lipides sont en présence de photo-sensibilisateur, d'une source d'énergie suffisante (lumière UV) et d'oxygène. Une espèce est photo-sensibilisatrice lorsqu'elle est capable d'emmagasiner l'énergie par excitation lumineuse (**Figure 09**). Les potentiels photo-sensibilisateurs dans les huiles et les aliments sont les hémoprotéines ou certains pigments comme la chlorophylle (**Dagmey A., 2021**).



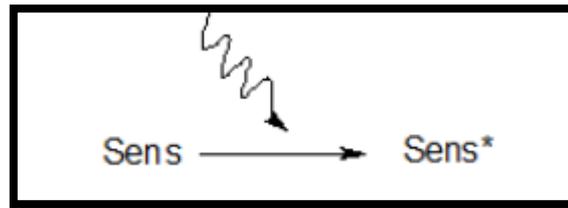


Figure 09 : Excitation d'un photo-sensibilisateur par irradiation lumineuse, schématisée par un photon (Dagmey A., 2021).

L'excitation lumineuse entraîne le passage du photo-sensibilisateur d'un état singulet fondamental (Sens) à un état singulet excité (Sens*). Afin de revenir à son état fondamental plusieurs voies sont possibles :

- Émettre de la lumière en produisant de la fluorescence
- Émettre de la chaleur par convection interne
- Transférer cette énergie à une autre espèce.

Le transfert d'énergie est le résultat du passage du photo-sensibilisateur de l'état singulet peut réagir selon deux types présentés à la **Figure 10** (Hamilton R., 1997).

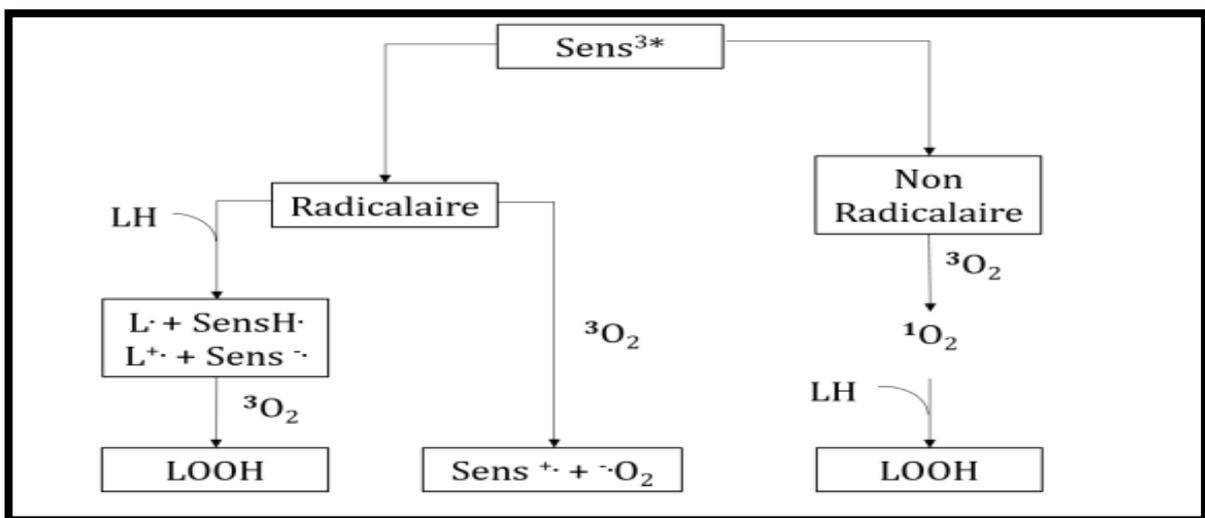


Figure 10 : Mécanismes de type I (radicalaire) et de type II (non radicalaire) de la photo-oxydation des lipides (Dagmey A., 2021).

Le premier type fait intervenir un intermédiaire radicalaire. En comparaison, tandis que le second type ne nécessite pas d'intermédiaire radicalaire, il transfère son excès d'énergie au dioxygène triplet afin de former du dioxygène singulet, qui est une molécule très réactive. La génération des hydro peroxydes à partir du mécanisme de type I est commune à celle de l'auto-oxydation puisqu'il y a formation d'un intermédiaire



radicalaire. Dans le mécanisme de type 2, le dioxygène singulet est capable de réagir directement sur les lipides insaturés selon une réaction de type ène (**Figure 11**).

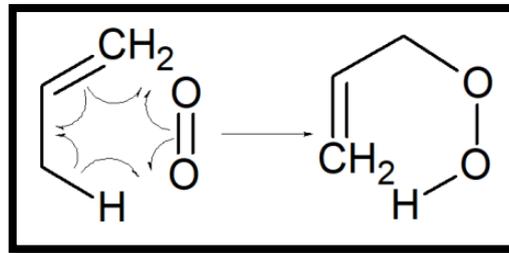


Figure 11 : Exemple de la réaction ène mise en application dans les mécanismes non radicalaires de la photo-oxydation (**Dagmey A., 2021**).

2. 1. 3. Oxydation enzymatique

Le phénomène d'oxydation des acides gras insaturés des fruits oléagineux peut être d'origine enzymatique. L'enzyme principalement impliquée est la lipoxygénase (**Figure 12**) qui catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique, et aboutit à la formation d'hydro-peroxyde, cette dernière agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés (**Aissi M. et al., 2011**).

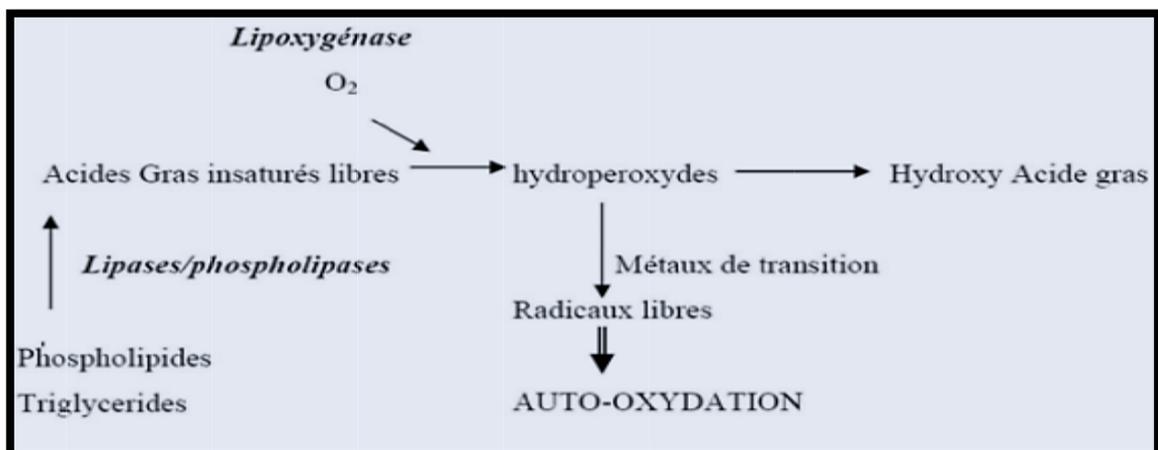


Figure 12 : Mécanisme d'initiation de la peroxydation des lipides par l'activité lipoxygénasique (**German J et Kinsella J., 1985**).



3. Mécanismes de l'anti-lipoperoxydation

Le terme antioxydant désigne une large du terme antioxydant est « toute substance qui est présente à faible concentration comparée à celle du substrat oxydable, retarde ou prévient de manière significative l'oxydation de ce substrat (Halliwell B., 1990). En effet, les antioxydants sont des composés très divers il peut s'agir d'antioxydants enzymatique tels que : superoxyde dismutase, glutathion peroxydase, catalase ou non enzymatique (sequestrant des métaux) et des petites molécules liposolubles (vitamine E, b-carotène) ou hydrosolubles (vitamine C, acide urique).

Les antioxydants susceptibles de protéger les lipides de l'oxydation peuvent être répartis en deux types : les antioxydants préventifs qui empêchent la formation d'espèces réactives de l'oxygène ou interceptent les espèces responsables de l'initiation de la lipoperoxydation et les antioxydants « chain breaking » qui interceptent les radicaux propagateurs de la peroxydation lipidique et retardent la peroxydation (période d'induction).

3. 1. Mécanismes d'action des antioxydants préventifs

3. 1. 1. Chélateurs des métaux de transition

Comme le fer et le cuivre sont impliqués dans la génération de radicaux libres ils peuvent dans ce cas prévenir les oxydations. Ces chélateurs forment des complexes ou des composés de coordination avec les métaux. Inhibant ainsi le cycle redox du métal ou forment des complexes métalliques insolubles. Ce sont des protéines telles que la transferrine, la ferritine, la lactalbumine qui sequestrent le fer, la céruloplasmine et l'albumine qui sequestrent le cuivre (Muggli R., 1993). De nombreuses petites molécules peuvent également chélater ou complexer le fer, c'est le cas des acides phosphorique, citrique, succinique, ascorbique, nitrilotriacétique, phytique (plantes), la desferrioxamine, l'EDTA, et le DETAPAC, certains de ces complexes peuvent être prooxydants. Les flavonoïdes sont de bons chélateurs du fer et qui représente un des mécanismes de leur activité antioxydante (Van acker S., 1998).

3. 1. 2. Désactivateurs (quencher) de l'oxygène singulet

Selon Buettner G., (1999), ils peuvent agir par désactivation chimique en se fixant sur une molécule telle qu'un acide gras pour donner un hydroperoxyde : $^1\text{O}_2 + \text{LH} \rightarrow \text{LOOH}$.



Ou encore par désactivation physique en éliminant l'énergie d'excitation sans changement chimique : $^1\text{O}_2 + \beta\text{-carotène} \rightarrow \text{O}_2 + \beta\text{-carotène}^*$.

Les caroténoïdes sont particulièrement efficaces, le lycopène est le plus réactif, comparé avec sa vitesse de réaction avec l' O_2^- est particulièrement élevée (Di Mascio P., 1990), le β carotène qui réagit avec l' O_2^- avec une vitesse de réaction 6 fois plus faible. Les tocophérols, les thiols, l'acide ascorbique sont moins efficaces vis à vis de la désactivation de l' O_2^- . Néanmoins ces composés ont des concentrations élevées dans les systèmes biologiques et contribuent à égalité avec les caroténoïdes à la désactivation de l' O_2^- . Un acide aminé comme l'histidine est aussi un bon « quencher » d' O_2^- .

3. 1. 3. Elimination des hydroperoxydes

Générateurs de radicaux libres est une autre voie de prévention des oxydations. Les hydroperoxydes peuvent être réduits par des enzymes. La glutathion peroxydase qui est une enzyme présente au niveau du cytoplasme, (GPx) éliminent les hydroperoxydes organiques et le peroxyde d'hydrogène à faible concentration, elle élimine également les peroxydites qui sont des oxydants très puissants. Elle est présente dans les cellules (cytoplasme, mitochondrie, membranes). Une GPx intestinale a été identifiée récemment, est également capable d'éliminer les hydroperoxydes provenant des aliments oxydés. Une autre enzyme, la catalase (CAT) a pour unique substrat le peroxyde d'hydrogène qu'elle réduit en eau. L'inconvénient de cette enzyme est qu'elle est localisée uniquement dans les peroxysomes et ne peut donc pas agir dans les autres compartiments cellulaires (cytoplasme, mitochondrie, lysosome, noyau) où le peroxyde d'hydrogène est également présent, ce dernier diffuse très facilement à travers les membranes et peut donc agir à distance de son lieu de production.

Outre les enzymes, une molécule comme l'acide pyruvique élimine le peroxyde d'hydrogène pour donner de l'acétate et du dioxyde de carbone (Florians G., 2001).

3. 1. 4. Piégeurs d'oxygène

Ce sont des molécules telles que les sulfites ou l'acide ascorbique (Cillard J. et Cillard P., 2006).

3. 2. Mécanismes d'action des antioxydants « chain breaking »

Cette catégorie d'antioxydants va réagir le plus souvent avec les radicaux peroxydes ou alcoxydes, interrompant ainsi la réaction de propagation de la peroxydation.



Il est à noter que ces antioxydants n'inhiberont pas par conséquent l'autoxydation des lipides par l'oxygène singulet. Ces antioxydants peuvent agir selon deux mécanismes :

3. 2. 1. Donneurs d'hydrogène

C'est le cas le plus fréquent. Ces antioxydants sont principalement des composés phénoliques mono- ou polyhydroxylés (tocophérols, tocotriénols, BHT, BHA, flavonoïdes...) avec diverses substitutions sur les noyaux. Après la réaction d'oxydation, l'antioxydant est transformé en un radical qui doit être suffisamment stable pour inhiber la formation d'un autre radical et arrêter ainsi la propagation de la chaîne radicalaire, il doit ensuite évoluer vers un produit d'oxydation stable, ce qui conduit à la consommation de l'antioxydant. En prenant comme exemple le tocophérol, ce dernier donnera un radical tocophéroxyle qui évoluera vers un composé d'oxydation non radicalaire tel que la tocophérylquinone ou un composé de dimérisation ou de polymérisation supérieure. Ces antioxydants introduisent une phase de latence ou « lag phase » pendant laquelle la peroxydation lipidique est très faible et qui persiste tant que l'antioxydant n'est pas consommé par les radicaux peroxydes. Après la disparition complète de l'antioxydant, la vitesse de la peroxydation augmente très rapidement. Il existe un système de recyclage des antioxydants entre eux en fonction de leur potentiel d'oxydo-réduction. Ainsi l'acide ascorbique est bien connu pour recycler le tocophérol (Cillard J et Cillard P., 1980).

3. 2. 2. Antioxydants « sacrifiés »

Le qualificatif de « chain breaking antioxidant sacrificial » concerne des molécules, elles-mêmes radicalaires, qui réagissent avec les radicaux peroxydes ou alcoxydes pour donner des produits non radicalaires interrompant ainsi la propagation de la peroxydation.

Deux radicaux sont connus pour se combiner avec les radicaux peroxydes : le monoxyde d'azote (NO) et l'anion superoxyde (O_2^-).

Le NO est produit par voie enzymatique dans les cellules grâce à une NO synthase mais il peut se former également à partir des nitrites et des nitrates. Le radical NO réagit avec les radicaux peroxydes et alcoxydes pour donner des composés d'addition non radicalaires.

Récemment il a été montré que l'ingestion alimentaire de petites quantités de nitrates (2mmoles, ce qui est une quantité normalement présente dans une laitue) produisait une quantité importante de NO dans l'estomac et que ce radical NO avait un effet protecteur dans les gastrites dû à ses effets antioxydants, ce dernier peut aussi agir



comme antioxydant préventif en formant des complexes inactifs avec le fer hémique et le fer de bas poids moléculaire (Mcknight G., 1997 ; Laroche M., 2003).

Une inhibition de la lipoperoxydation par formation de ces complexes a été mise en évidence dans les hépatocytes soumis à un stress oxydant par le fer.

L'anion superoxyde peut aussi interrompre la propagation de la peroxydation en réagissant avec les radicaux peroxydes et alcoxydes (Sergent O. *et al.*, 1997).

Ces réactions de terminaison de la lipoperoxydation par l'anion superoxyde expliqueraient le rôle prooxydant des fortes concentrations de superoxyde dismutase (Nelson S., 1994).

3. 3. Mécanismes d'action mixtes

De nombreux antioxydants ont des modes d'action mixtes ce qui complique leur classification. Deux exemples peuvent illustrer ces mécanismes multiples :

- L'acide ascorbique : est un désactivateur de l'oxygène singulet, qui élimine aussi l'oxygène moléculaire, il est également considéré comme un donneur d'hydrogène aux radicaux lipidiques et aux radicaux tocophéroxydes pour régénérer le tocophérol.
- Les flavonoïdes : tels que les anthocyanines, les catéchines, les flavones, les flavonols, les isoflavones et les proanthocyanidines qui sont chélateurs de métaux, piègeurs d'anions superoxyde et donneurs d'hydrogène (Cillard J et Cillard P., 2006).



***MATERIEL ET
METHODES***



Le présent travail a été réalisé au laboratoire pédagogique de biochimie de la faculté des sciences de la nature et de la vie, et au laboratoire d'obtention de substances thérapeutiques (LOST) à l'université Frères Mentouri Constantine 1.

1. Matériel végétal

1.1. Feuilles de *Pistacia Lentiscus* L.

Le choix de la plante *Pistacia lentiscus* L. comme sujet d'étude dans le présent travail a été guidé non seulement par les nombreuses utilisations traditionnelles qui en sont répertoriées, mais aussi par le fait qu'il s'agit d'une plante très abondante localement en Algérie (Chouiteh B et Roubache L., 2019).

Les feuilles de *Pistacia Lentiscus* L. ont été récoltées au mois de Novembre 2021, de la Daïra d'EL Ancer à la wilaya de Jijel (figure 14). Les feuilles ont été séchées à l'air libre dans un endroit à l'abri de la lumière et l'humidité (Figure 13).

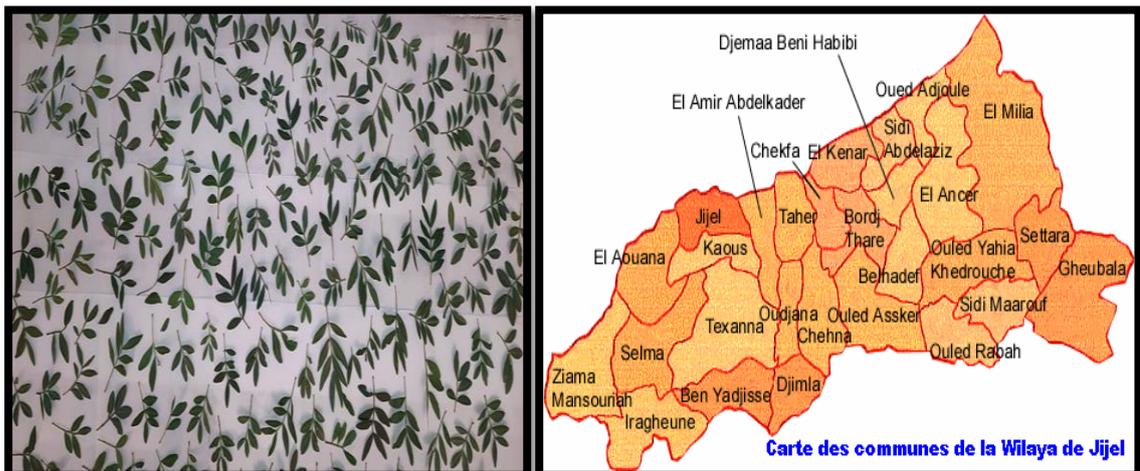


Figure 13 : Feuilles séchées de *Pistacia lentiscus*. (Originel, 2022).

Figure 14 : Origine géographique de l'échantillon (www.berthoalain.com).



Le séchage a pour but d'abaisser la teneur en eau des feuilles récoltées afin d'éviter toute réaction d'altération et de prolifération des microorganismes.

Les feuilles de *Pistacia lentiscus* L. sont ensuite broyées à l'aide d'un broyeur électrique à hélice, ensuite tamisées jusqu'à leur réduction en poudre très fine, cette dernière a été stockée dans un bocal en verre à l'abri de la lumière (**Figure 15**).



Figure 15 : Stockage de poudre à l'abri de la lumière (**Originel, 2022**).

1. 2. Huile de tournesol

L'huile de table Fleurial de la marque Cevital ; a été utilisée dans notre étude ; il s'agit de la première huile végétale 100% tournesol en Algérie. Légère et avec une texture fine, elle est garantie sans cholestérol et est riche en vitamines A, D, E ainsi qu'en oméga 6.

Fleurial est la meilleure huile de table sur tous les points, sa composition unique lui garantit sa place d'huile la plus fine et la plus légère ce qui la rend parfaitement multi usage (www.cevital-agro-industrie.com) (**Figure 16**).



Figure 16 : Huile de table Fleurial (www.cevital-agro-industrie.com).



2. Extraction assistée par macération des feuilles de *pistacia lentiscus* L.

L'extraction a été réalisée selon le protocole décrit par **Diallo D. et al., (2004)**. 40g de la poudre des feuilles ont été mises à macérer dans 200 ml de méthanol sous agitation magnétique pendant 24 h à l'abri de la lumière pour extraire les principes actifs, puis filtré sous vide.

Le filtrat est récupéré alors que le précipité subi une deuxième et une troisième macération dans les mêmes conditions pour extraire le maximum des principes actifs (polyphénols) (**Figure 17**).

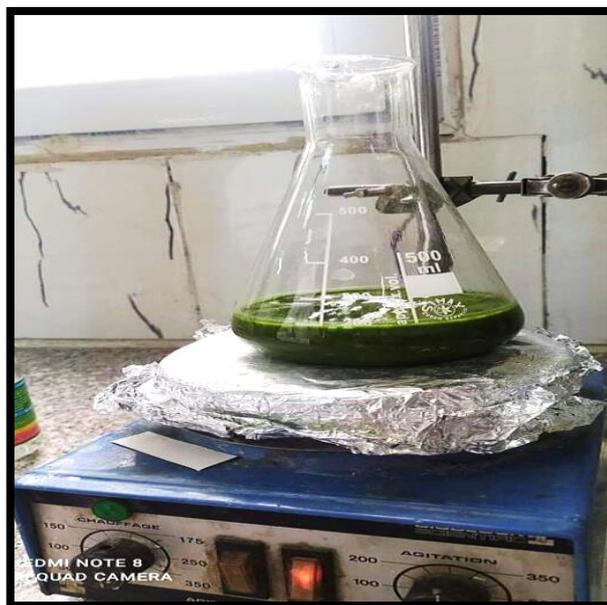


Figure 17 : Macération de macération des feuilles de *pistacia lentiscus* L. au niveau du laboratoire LOST, 2022.



Les trois filtrats sont regroupés et évaporés à l'aide du rotavapor à une température de 40°C. L'extrait obtenu est récupéré sous forme d'une pâte dans une boîte de pétri en verre, qui sera placée sous la hotte à l'air libre et à l'abri de la lumière pour bien s'assurer que les résidus du solvant vont s'évaporer (**Figure 18**).



Figure 18 : Filtration sous vide et évaporation à l'aide du rotavapor au niveau du laboratoire LOST, 2022.

3. Calcul du rendement d'extrait

Le rendement d'extraction est calculé par la formule donnée par (**Falleh R. et al., 2008**).

$$R (\%) = 100 M_{ext} / M_{éch.}$$

R : est le rendement en %.

M_{xt} : est la masse de l'extrait après évaporation du solvant en mg.

Méch : est la masse sèche de l'échantillon végétal en mg.

4. Dosages des polyphénols totaux

4.1. Principe

Cette technique est basée sur l'interaction des polyphénols avec le réactif de F.C qu'est un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique de couleur jaune et qui après oxydation par les composés phénoliques est réduit en un mélange d'oxyde de tungstène et d'oxyde de molybdène de couleur bleu dont l'absorbance est proportionnelle à la qualité de polyphénols (**Li H.B. et al., 2007**).



4. 2. Mode opératoire

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé en suivant la méthode décrite par (Muller L. *et al.*, 2010), qui possède une absorption maximale aux environs de 750 - 765nm.

4. 3. Procédure

- ✚ Prendre 200 µl de chaque échantillon.
- ✚ Ajouter 1ml du réactif de Folin-Ciocalteu dilué au 1/10^{ème}.
- ✚ Ajouter 800 µl de la solution de Na₂CO₃ (7,5%).
- ✚ Incuber à l'obscurité pendant 2 heures à température ambiante, l'intensité de la coloration évolue lentement avec le temps, c'est pour cette raison qu'on laisse le mélange reposer, jusqu'à ce que l'oxydation de tous les composés phénoliques soit complétée.
- ✚ Lire à l'absorbance 765nm.

4. 4. Préparation de la gamme d'étalon d'acide gallique

On prend 1 mg de l'acide gallique et on le dissolvé dans 5 ml de méthanol pour obtenir la solution S1 (0,2mg/ml). Les dilutions sont préparées dans des tubes secs comme suit (Tableau 03) :

Tableau 03 : Gamme d'étalon de l'acide gallique.

Concentrations de la solution étalon (l'acide gallique)	Dilutions de la solution S1
25 µg/ml	250 µl de S1+ 1750 µl de MeOH
50 µg /ml	500 µl de S1+ 1500 µl de MeOH
75 µg/ml	750 µl de S1+ 1250µl de MeOH
100 µg/ml	1000 µl de S1+ 1000 µlde MeOH
125 µg /ml	1250µl de S1+ 750 µl de MeOH
150 µg /ml	1500 µl de S1+ 500 µl de MeOH
175 µg /ml	1750 µl de S1+ 250 µl de MeOH
200 µg/ml	2000 µl de S1



5. Indices de qualité de l'huile de tournesol

5. 1. Détermination du coefficient d'extinction spécifique dans l'ultraviolet

5. 1. 1. Principe

Cet examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse (**Benabid H., 2009**), ainsi le coefficient d'extinction à K_{270} est un bon révélateur de la teneur de l'huile en peroxyde.

La détermination de l'absorbance à 232nm et au voisinage de 270nm permet la détection des produits d'oxydation des acides gras insaturés. Le principe consiste à dissoudre la matière grasse dans le solvant requis, puis déterminer l'extinction de la solution à la longueur d'onde prescrite, par rapport au solvant pur. Les extinctions spécifiques sont déterminées à partir des lectures spectrophotométriques (**Bouhadjra K., 2011**).

5. 1. 2. Matériel et réactifs utilisés

Le matériel et les réactifs utilisés pour réaliser ce test sont : Spectrophotomètre *nicolet evolution 100*, Cuvette de quartz 1 cm, Cyclohexane.

5. 1. 3. Mode opératoire

Une prise de 0,25 g de l'huile est dissoute dans 25 ml de cyclohexane. Après homogénéisation, l'absorbance de la solution de la matière grasse est mesurée dans une cuve en quartz par rapport à celle du solvant utilisé à l'aide d'un spectrophotomètre visible à des longueurs d'onde spécifiques de 232 et 270 nm (**Figure 19**).



Figure 19 : Analyse spectrophotométrique au niveau du laboratoire LOST, 2022.



Les extinctions spécifiques rapportées aux différentes longueurs d'onde sont calculées comme suit :

$$E = A\lambda / C * l$$

E : Extinction spécifique à la longueur d'onde λ .

A λ : Absorbance mesurée à la longueur d'onde λ .

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

l : Epaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

5. 2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par un kilogramme de corps gras (meq O₂ kg⁻¹ d'huile) (Afnor, 2015). Il est déterminé par le dosage avec une solution d'iodure de potassium (Gharby S. *et al.*, 2013).

5. 2. 1. Principe

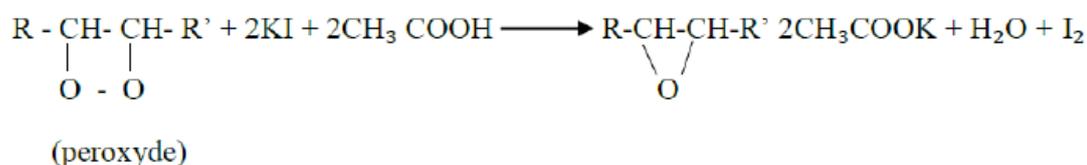
Le principe de cette méthode repose sur le traitement d'une prise d'essai en solution dans un mélange d'acide acétique et le chloroforme puis l'ajout d'une solution d'iodure de potassium.

L'iode libéré par les peroxydes est déterminé visuellement à l'aide d'un indicateur « l'amidon » et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium (Essiari M. *et al.*, 2014).

Les acides gras insaturés s'oxydent en donnant des peroxydes selon la réaction suivante :



Sur une molécule de peroxyde, une molécule d'oxygène est fixée. Sur les deux atomes d'oxygène fixés, un seul est actif et capable d'oxyder les iodures selon la réaction suivante :



5. 2. 2. Matériel et réactifs

Le matériel et les réactifs utilisés pour réaliser ce test sont : balance analytique, burette, erlenmeyer de 250ml, pipette, eau distillée, chloroforme, acide acétique, empois d'amidon, solution aqueuse saturée d'iode de potassium, solution aqueuse de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0.01N.

5. 2. 3. Mode opératoire

2g d'huile d'olive est pesé dans une fiole auxquelles on ajoute :

- ✚ 10ml de chloroforme ; puis agité le tout.
- ✚ 15 ml d'acide acétique glacial ainsi que 1ml d'Iodure de potassium (KI).
- ✚ Le mélange précédent est agité pendant 1 minute et laissé reposer pendant 5 minute à l'abri de la lumière et à une température de 15 à 25°C.
- ✚ 75 ml d'eau distillée sont additionnés suivi d'un titrage de l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium C($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0.01 N en agitant vigoureusement et en employant la solution d'amidon (1g/100 ml) comme indicateur jusqu'à disparition de la couleur (**Figure 20**). Un essai à blanc est effectué simultanément.

Avant titrage

Après titrage



Figure 20 : Mesure de l'indice de peroxyde au niveau du laboratoire LOST, 2022.



L'indice de peroxyde en milliéquivalent d'O₂/kg est calculé selon l'équation suivante :

$$\text{Indice de peroxyde} = (V - V') \times N \times 1000 / m \text{ (még d'O}_2\text{/Kg)}$$

V : volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai.

V' : volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisé.

m : masse de la prise d'essai en grammes.

NB : Chaque essai est répété 2 à 3 fois.

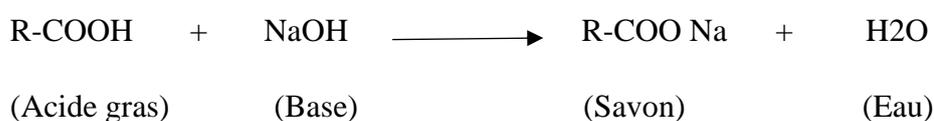
5. 3. Acidité libre

L'acidité est le principal indicateur chimique de la qualité des huiles de tournesol, aussi le plus anciennement utilisé dans les transactions (**Pinatel C. et al., 2014**), elle correspond à la teneur en pourcentage d'acide gras (exprimée en acide oléique). L'acidité est mesurée selon la méthode d'**ISO 660 (2009)**, qui permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides. Ceci est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et di glycérides) (**Orwa J. et al., 2014**).

5. 3. 1. Principe

Il consiste à neutraliser les acides libres par une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium de normalité 0.1 N (**Essiari M. et al., 2014**).

Pour donner des savons selon la réaction suivante :



5. 3. 2. Matériel et réactifs utilisés

Balance analytique, erlenmeyer, pipettes, burette, solution d'éthanol / toluène, solution de phénolphthaléine à 1%, solution d'hydroxyde de potassium KOH.

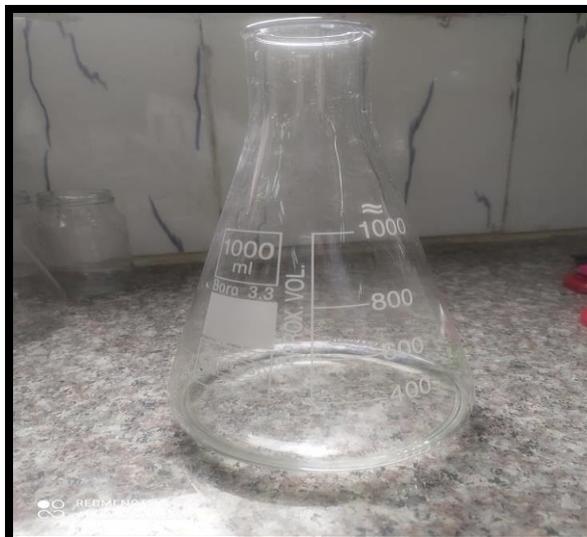
5. 3. 3. Mode opératoire

6g d'huile d'olive sont dissouts dans 100 ml du mélange éthanol/toluène (V/V), puis titré en agitant, avec la solution d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0.1 N en



présence de 0.3ml de la solution de phénolphaléine à 1% dans l'éthanol, jusqu'à virage de l'indicateur (coloration rose) (**Figure 21**).

Avant titrage



Après titrage



Figure 21 : Mesure de l'acidité au niveau du laboratoire LOST, 2022.

L'acidité, exprimée en pourcentage est égale à :

$$\% \text{ Ac.oléique} = (V_{\text{KOH}} \times C \times M) / 10 \times m_{\text{huile}}$$

V : volume en ml de la solution titrée de KOH utilisé.

C : concentration exacte, en moles /litre, de la solution titrée de KOH utilisé.

M : poids molaire, en g/mole, de l'acide adopté pour l'expression du résultat (=282).

m : prise d'essai en grammes.

NB : Chaque essai est répété 3 fois.

6. Procédure d'enrichissement de l'huile de tournesol

Les produits agroalimentaires, riches en fraction lipidique, sont susceptibles de subir des transformations chimiques et des dégradations (oxydation et rancissement des graisses et des vitamines, hydrolyse et polymérisation non contrôlée, modification de textures et perte des propriétés organoleptiques ou nutritionnelles) sous l'influence de différents paramètres : l'oxygène, température et humidité. Ces phénomènes sont réduits ou empêchés par l'ajout d'antioxydants synthétiques (**Ait Mouloud I. et al., 2020**).



La procédure d'enrichissement de l'huile de tournesol est réalisée suivant la méthode décrite par **Bouaziz M. et al., (2008)**. Cependant quelques modifications sont apportées sur cette méthode concernant les quantités de l'extrait, la quantité de l'huile et le standard utilisés pour l'enrichissement.

Une quantité d'extrait des feuilles a été pesée puis dissoute dans un volume approprié d'environ 200 μ l d'éthanol pur afin d'obtenir la concentration de l'huile en extrait désiré. Dans notre étude l'huile est enrichie à différentes concentrations (100 PPM, 150 PPM et 200 PPM).

Après l'ajout de l'extrait, les huiles sont agitées pendant 30 min, ensuite on a procédé à la sonication des mélanges pour une dissolution complète des extraits dans l'huile. La même procédure est suivie pour l' α -tocophérol utilisé comme standard à une concentration de 100 PPM. Les échantillons préparés sont conservés à l'abri de la lumière dans l'étuve à 60°C pendant 45 jours.

Les graisses et les huiles ont tendance à subir une détérioration oxydative entraînant le développement d'un goût et d'une odeur désagréables. La prévention de cette oxydation dépend essentiellement de la présence d'inhibiteurs naturels qui sont les composés phénoliques. C'est dans ce contexte que nous nous sommes intéressés mise en évidence du pouvoir antioxydant de ces composés phénoliques provenant des feuilles de lentisque sur l'huile de tournesol à différentes durées de stockage à une température de 60°C. L'effet de ces antioxydants est comparé à celui de l'alpha-tocophérol utilisé comme antioxydant de référence.

Dans ce contexte, cette partie sera dédiée à l'analyse des résultats obtenus à partir du traitement des différents échantillons d'huile de tournesol en se basant sur les tests suivants : indice d'acidité, indice de peroxyde, et les coefficients d'extinction (K_{232} , K_{270}).



*RESULTATS ET
DISCUSSION*



1. Rendement d'extraction des polyphénols *Pistacia lentiscus* L.

Le résultat du rendement d'extraction des polyphénols après évaporation et séchage à l'air libre ; à partir de 40g de la matière végétale *Pistacia lentiscus* L. est de **23 %** (Tableau 04).

Tableau 04 : Rendement d'extraction des polyphénols *Pistacia lentiscus* L.

L'extrait végétale	Matière végétale	Rendement %
Feuilles <i>Pistacia lentiscus</i> L.	40g	23 %

Le résultat obtenu dans notre étude (23%) est supérieur à celui trouvé dans d'autres études ; notamment celle de **Benzeghiba W. et Hadji K., (2018)** effectuée sur les deux régions de Bordj Bou Arreridj (Gueliaa « 18,5% » et Genzette « 21,2% »), et celle de **Abbas A. et Miloudi S., (2017)** et **Azzouzi Z. et Brahimi H., (2019)** réalisées au niveau des deux villes de Bordj Bou Arreridj « 16,29% » et d'El-Djelfa « 16,91% ».

Ces variations de teneurs peuvent être dues à plusieurs facteurs notamment l'espèce, la région de récolte, la période de récolte, les facteurs climatiques, la technique et le solvant d'extraction (**Hafsé M. et al., 2013**).

2. Dosage des polyphénols totaux des feuilles de lentisque

Les résultats sont exprimés en microgrammes d'équivalents d'acide gallique par milligramme d'extrait ($\mu\text{g EAG}/\text{mg Ext}$). La concentration en polyphénols totaux des feuilles de *Pistacia lentiscus* L. est d'environ 156,69 $\mu\text{g.GAE}/\text{mg}$ d'extrait (**Figure22**).

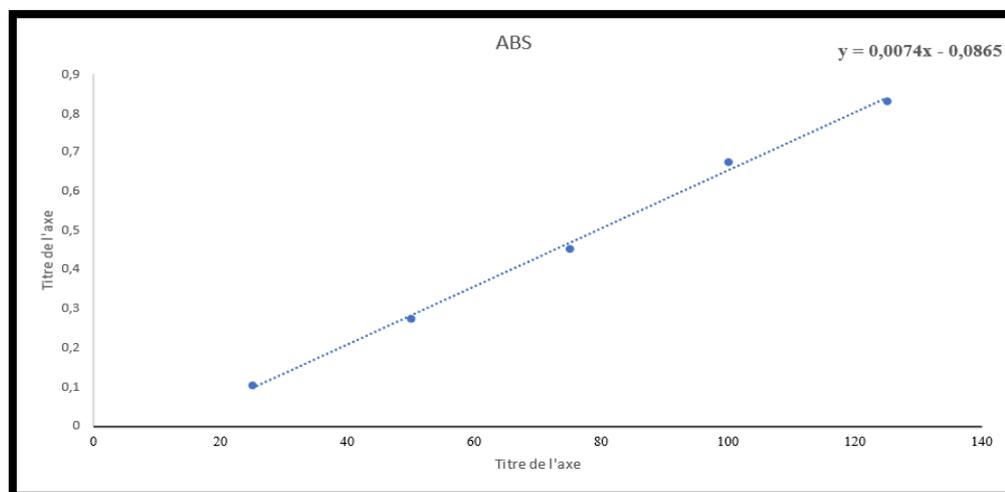


Figure 22 : Courbe d'étalonnage de l'acide gallique.



Plusieurs études effectuées sur les feuilles de *Pistacia lentiscus* ont démontré qu'elles constituent une source majeure de composés phénoliques (**Gardeli C. et al., 2008** ; **Atmani D. et al., 2009**).

La teneur en polyphénols totaux des feuilles est supérieure de celle de **Atmani D. et al., (2009)** ($136.25 \pm 18.9 \mu\text{g.GAE/mg}$) et inférieure au résultat de **Ebrahimzadeh M. et al., (2008)** ($289.5 \pm 5 \mu\text{g.GAE/mg}$).

Les variations des teneurs en composés phénoliques peuvent être due aux conditions thermiques, ou aux techniques d'extractions (solvant utilisé, température et temps d'extraction).

3. Détermination des indices de qualité initiale d'huile de tournesol

L'objectif de cette étude consiste à déterminer l'effet des conditions de stockage et d'enrichissement sur l'oxydation d'huile de tournesol, de la marque « FLEURIAL », commercialisée par le groupe « CEVITAL ».

Pour mener à bien cette détermination le conseil oléicole international (C.O.I, 1996) et le règlement de la commission européenne (C.E.E, 1991) ont déterminé plusieurs indicateurs de la qualité de l'huile végétale (**Tableau 05**). Dont trois paramètres de base choisis dans notre travail : indice de peroxyde, indice d'acidité, coefficients d'extinction spécifiques K_{232} et K_{270} .

Tableau 05 : Indices de qualité d'huile de tournesol.

Indices de qualité	Résultats	Normes internationales		
		COI 2013	CEE 2013	CODEX 2009
Acidité libre	$0,47 \pm 0$	0,16%	0,8 – 2 %	0,3%
Indice peroxyde	$8,33 \pm 3,53$	10 - 15 meq d'O ₂ .kg-1	10 meq d'O ₂ .kg-1	10 meq d'O ₂ .kg-1
K_{232}	$3,09 \pm 0,12$	$\leq 2,6$	$\leq 2,5$	0,25 – 0,30
K_{270}	$2,55 \pm 0,10$	2,01	2,25 – 2,26	$\leq 0,25$



3. 1. Acidité libre

L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique, des chaînes d'acides gras des triglycérides. Qui est à l'origine d'acides gras libres et de glycérides partiels (mono et diglycérides).

Le résultat de l'acidité libre de notre échantillon est égal à $0,47 \pm 0\%$, cette valeur est située dans l'intervalle de référence fixé par le CEE (0,8 – 2 %), et elle est supérieure à la valeur fixée par le COI (0,16%) et le CODEX (0,3%).

Le résultat de notre étude est inférieur à celui de **Bouchair R et Toureche S., (2009)** qui est de 0,93% ; et supérieur aux résultats obtenus par **Bensalem S et Boucherfa K., (2014)** et **Hamouche T. et Sanat T., (2015)** qui sont se « 0,16% » et « 0,11% » respectivement.

3. 2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde (IP) estime l'état d'auto-oxydation d'huile ; c'est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe...). Cette auto-oxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...) (**Tanouti K. et al., 2011**).

Pour l'échantillon étudié, la teneur en peroxyde est égale à $8,33 \pm 3,54$ meq O_2 /kg, ce résultat se rapproche des normes fixées par le COI (10 - 15 meq d' O_2 .kg-1) ; le CEE et le CODEX (10 meq d' O_2 .kg-1).

D'après **Ruiz et al., (2001)**, le taux de formation d'hydro peroxydes est supérieur à leur taux de décomposition pendant l'étape initiale de l'oxydation.

Notre résultat s'est avéré plus élevé que à celui rapporté par **Garbi S et al., (2014)** et **Bensalem S et Boucherfa K., (2014)** qui ont obtenu des valeurs de 2,5 meq d' O_2 .kg-1 et 2,48 meq d' O_2 .kg-1 dans leur étude réalisée sur l'huile de tournesol de la région de (Casablanca, Morocco) et (Akbou, Bejaia).

3. 3. Coefficients d'extinction

La détermination des diènes conjugués (qui sont des hydrocarbures qui contiennent deux doubles liaisons séparées par une seule liaison simple) ; et la formation



des produits d'oxydation secondaires est une bonne mesure de l'état oxydatif des huiles et donc un bon indicateur d'efficacité des antioxydants (**Nevado J. et al., 2012**).

Ils permettent de vérifier le degré d'oxydation d'une huile (**Rodrigues A. et al., 2012**). Ces coefficients d'extinction spécifiques sont indicatifs de la formation du produit primaire (K_{232}) et du produit secondaire (K_{270}) d'oxydation respectivement pendant la contrainte thermique (**Malheiro R. et al., 2013**).

Plus son extinction à 232 nm est forte, plus il est peroxydé ; et plus elle est forte à 270 nm est forte, plus il est riche en produits secondaires d'oxydation. (**Rahmani M., 2005**).

Les résultats obtenus dans notre expérience indiquent que l'absorbance à 232nm (3,09 nm) est supérieure à celle du COI (0,6nm) et de CODEX (0,25 - 0,3nm), et proche aux normes fixées par le CEE ($\leq 2,5$ nm).

La valeur du coefficient d'extinction à 270nm de notre échantillon est égale à 2,54nm, cette valeur est proche aux normes indiquées par le COI (2,01nm) et le CEE (2,25-2,26nm).

Les valeurs obtenues par **Bensalem S. et Boucherfa K., (2014)** sont légèrement inférieures à celles obtenus dans notre étude ($K_{232}= 2,15$ nm ; $K_{270}= 1,53$ nm).

En se référant aux normes établies et portées dans le Codex Alimentarius (Codex Stan 23-1981), le conseil oléicole international (C.O.I) et le règlement de la commission européenne (C.E.E), l'huile analysée dans notre étude expérimentale est de bonne qualité (**Haffaf S. et Lardjane T., 2018**).

L'huile de tournesol bénéficie d'une bonne image en raison de sa composition en acides gras insaturés (acides oléique et linoléique). Sa faible teneur en acide linoléique (0,2 %) en fait une huile stable, classée parmi les huiles de friture, ceci d'autant plus qu'il existe maintenant des variétés contenant plus de 85 % d'acide oléique, monoinsaturé. Son profil en composés mineurs : richesse en tocophérols (vitamine E) et composition originale en phytostérols, apporte un intérêt nutritionnel supplémentaire (**Alicia A. et al., 2008**).



4. Détermination des indices de qualité d'huile de tournesol après enrichissement et stockage à 60°C

4.1. Acidité libre

Les acides gras naturels sont essentiellement présents sous forme de triglycérides 98-99% (Lecerf J., 2011) ; l'hydrolyse de ces derniers libère des acides gras dont le dosage permet d'avoir une idée sur l'état d'avancement de la dégradation et la stabilité oxydative de l'huile.

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaires pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un matière grasse (Houmba G. *et al.*, 2016). Ce dernier est important pour évaluer la qualité d'une huile, il est largement utilisé comme un critère classique de classification commerciale des huiles comme l'huile de tournesol (Richardson T., 1985).

Après 49 jours de stockage des échantillons d'huile de tournesol à une température de 60 °C dans l'étuve ; on a obtenu les résultats présentés dans la **figure 23** et le **tableau 06**.

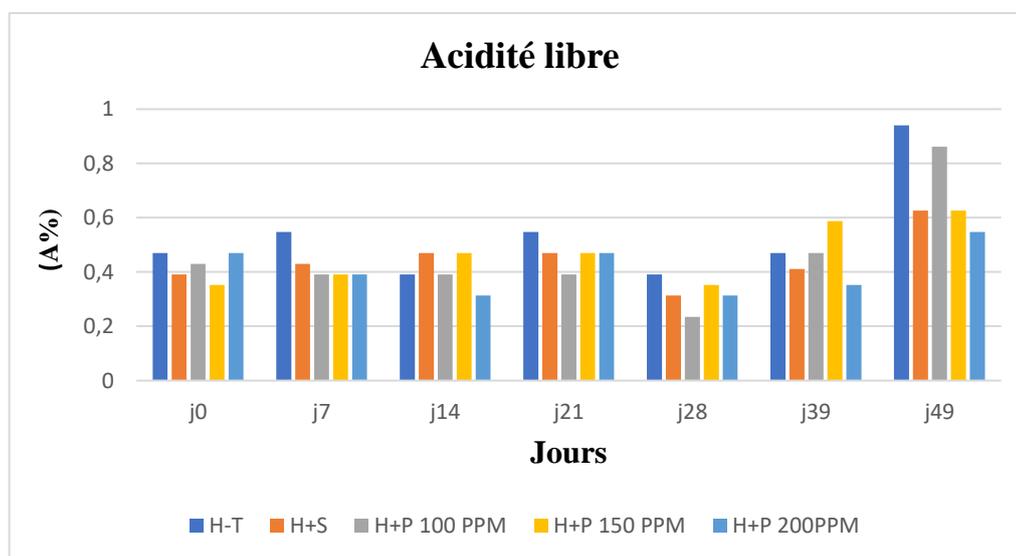


Figure 23 : Evolution de l'acidité libre des cinq types d'huiles au cours du stockage à 60°C.



Tableau 06 : Moyennes et écarts- types de l'acidité obtenus au cours du stockage à 60°C.

Jours	Huile témoin	Indice d'acidité libre			Huile standard
		Huile + polyphénols			
		100 PPM	150 PPM	200 PPM	
Moyenne ± Ecart type	Moyenne ± Ecart type	Moyenne ± Ecart type	Moyenne ± Ecart type	Moyenne ± Ecart type	
0	0,47 ± 0,00	0,43 ± 0,06	0,35 ± 0,00	0,47 ± 0,00	0,39 ± 0,13
7	0,54 ± 0,13	0,39 ± 0,13	0,39 ± 0,13	0,39 ± 0,13	0,43 ± 0,06
14	0,39 ± 0,13	0,39 ± 0,13	0,47 ± 0,00	0,31 ± 0,13	0,47 ± 0,00
21	0,54 ± 0,13	0,39 ± 0,13	0,47 ± 0,00	0,47 ± 0,00	0,47 ± 0,00
28	0,39 ± 0,13	0,23 ± 0,20	0,35 ± 0,11	0,31 ± 0,13	0,31 ± 0,13
39	0,47 ± 0,00	0,47 ± 0,00	0,58 ± 0,16	0,35 ± 0,16	0,411 ± 0,08
49	0,94 ± 0,47	0,86 ± 0,13	0,62 ± 0,27	0,54 ± 0,13	0,62 ± 0,27

L'acidité de l'huile de tournesol témoin à J₀ et l'huile enrichie en polyphénols est égale à 0,47%, ce résultat est un peu plus élevé par rapport à celui des autres types d'huiles (Huile standard = 0,39%) ; (Huile + polyphénols à 100 PPM = 0,43%) ; (Huile + polyphénols à++ 150 PPM = 0,35%).

Après 49 jours de stockage ; l'acidité d'huile témoin augmente légèrement jusqu'à atteindre sa valeur maximale (0,94%), ceci peut être dû aux conditions de stockage et de traitement thermique (60° C) qui augmentent la vitesse d'auto-oxydation.

D'après les résultats obtenus du 7^{ème} jour jusqu'au 39^{ème} jour ; on constate une légère augmentation des valeurs d'acidité pour les quatre types d'huiles enrichies (100 PPM ,150 PPM ,200 PPM et l'huile + standard), ou on a trouvé des résultats qui varient de 0,39 % à 0,5%).

En comparant nos résultats avec ceux de **Gharby S. et al., (2014)**, nous avons constaté que les valeurs d'acidité sont proches à ceux de notre étude après 35 jours de stockage à 60 °C ; en effet l'acidité de l'huile de tournesol témoin est passée de 0,08 % à 0,11 %, pour l'huile de tournesol enrichie par les polyphénols, elle est passée de 0,06 %



à 0,09 % et de 0,06 % à 0,1 % pour l'huile de tournesol enrichie par TBHQ (Tert-butylhydroquinone).

La faible évolution de l'acidité au cours du stockage peut s'expliquer par l'hydrolyse des triglycérides qui n'est pas suffisante pour compenser, voire augmenter les fonctions acides gras libres bloquées par polymérisation ou volatilisées au cours de la phase d'oxydation (**Richardson T., 1985**).

Au 49^{ème} jour ; l'oxydation d'huile témoin (0,94%) est légèrement plus élevée que celles des huiles enrichies par les polyphénols (100PPM = 0,86% ; 150PPM = 0,62% et 200PPM = 0,54%). Ceci peut être due à la présence de polyphénols, qui agissent comme antioxydants, réduisant la présence de radicaux libres, ralentissant ainsi l'apparition de l'oxydation.

Il a été remarqué aussi que l'oxydation d'huile enrichie par alpha tocophérol (vitamine E) est proche à celle des huiles enrichies par les polyphénols. Les tocophérols sont des micro-constituants de la fraction insaponifiable des matières grasses, ils protègent les matières grasses de l'oxydation et présentent un intérêt nutritionnel (**chimactiv.agroparistech.fr**).

4. 2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est un paramètre largement utilisé pour mesurer la quantité des peroxydes formés dans les graisses et les huiles lors de l'oxydation (**Ozkan G. et al., 2007**), cet indice augmente progressivement avec l'oxydation primaire de l'huile jusqu'à ce que le taux de dégradation des hydroperoxydes formés dépasse la formation de nouveaux hydroperoxydes (**Gharby S. et al., 2011**).

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

Après 49 jours de stockage des échantillons d'huile de tournesol à 60 °C dans l'étuve ; on a obtenu les résultats présentés dans la **figure 24** et le **tableau 07**.



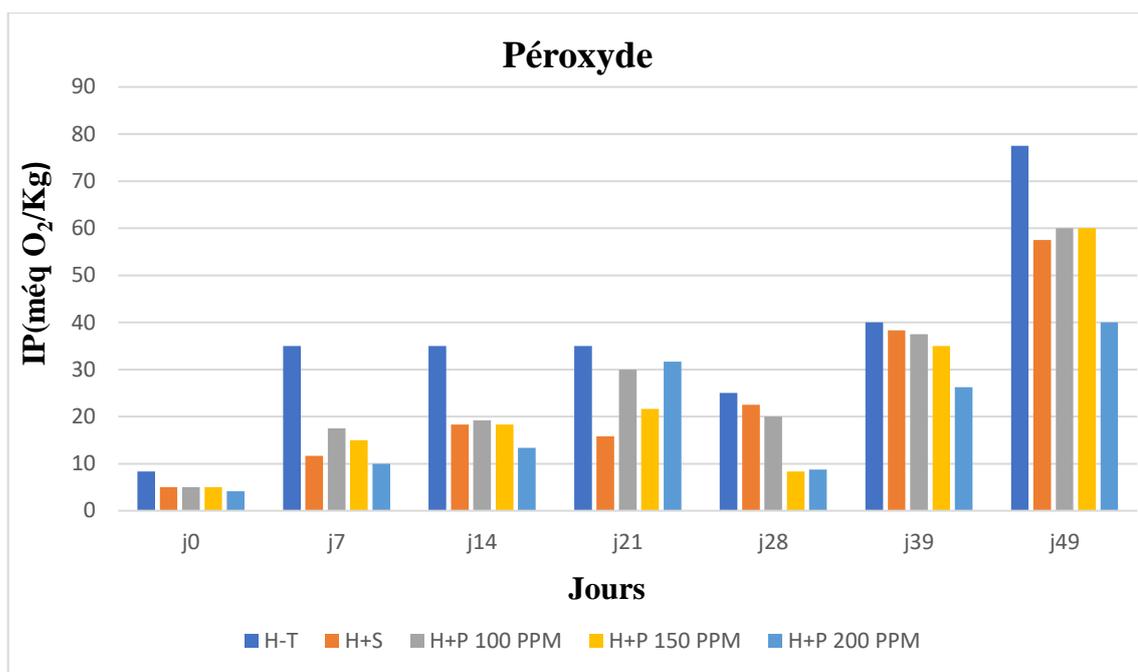


Figure 24 : Evolution de l'indice de peroxyde au cours du stockage à 60°C pour les cinq types d'huiles.

Tableau 07 : Moyennes et écarts- type de peroxyde obtenue au cours du stockage à 60°C.

Jours	Indice de peroxyde				
	Huile témoin	Huile + polyphénols			Huile standard
		100 PPM	150 PPM	200 PPM	
	Moyenne ± Ecart type				
0	8,33 ± 3,53	5 ± 3,53	5 ± 2,5	4,16 ± 1,44	5 ± 0,00
7	35 ± 3,53	17,5 ± 2,5	15 ± 3,53	10 ± 0,00	11,66 ± 2,88
14	35 ± 3,53	19,16 ± 1,44	18,33 ± 2,88	13,33 ± 2,88	18,33 ± 2,88
21	35 ± 0,00	30 ± 7,07	21,66 ± 2,88	31,66 ± 2,88	15,83 ± 3,81
28	25 ± 2,5	20 ± 00	8,33 ± 3,81	8,75 ± 3,75	22,5 ± 2,5
39	40 ± 0,00	37,5 ± 0,00	35 ± 0,00	26,25 ± 1,76	38,33 ± 2,88
49	77,5 ± 3,53	60 ± 0,00	60 ± 3,53	40 ± 0,00	57,5 ± 3,53



L'indice de peroxyde (IP) augmente après le traitement thermique ; l'augmentation est considérablement plus élevée pour l'huile témoin. En effet, son IP est passé de 8,33 meq d'O₂.kg-1 à 77,5 meq d'O₂.kg-1 ; après 49 jours de stockage. Ce résultat montre une oxydation très forte pour l'huile de tournesol par rapport aux huiles enrichies par l'alpha tocophérol et les polyphénols à différentes concentrations (100 PPM, 150 PPM et 200 PPM).

Notre résultat est comparable à celui de **Bouzidi N. et Bouahadi D., (2022)**, lors de son étude sur l'huile de tournesol enrichie à différentes doses d'huile essentielle d'*Artemisia herba alba*. Les auteurs ont remarqué une augmentation considérable de l'oxydation de l'huile témoin avec un IP passant de 6 à 44,98 meq d'O₂.kg-1, après un traitement thermique (180°C).

L'évolution de cet indice pour les huiles enrichies par les antioxydants suit relativement un rythme moins accentué que celle de l'huile témoin (5 à 60 meq d'O₂.kg-1 pour les huiles à 100 PPM et 150 PPM de polyphénols et 4,16 à 40 meq d'O₂.kg-1 pour l'huile enrichie à 200 PPM).

Ceci démontre que l'enrichissement de l'huile de tournesol par les polyphénols semble améliorer la stabilité oxydative de l'huile, cette même explication a été avancée par une autre étude de **Maurizio S. et al., (2002)** confirmant que les polyphénols augmentent la stabilité des huiles.

L'huile enrichie par l'alpha tocophérol « vitamine E » suit presque le même rythme que celle enrichie en polyphénols, la grande stabilité des huiles végétales dans les conditions d'oxydation, est due à la présence d'un taux élevé d'antioxydants naturels dont les plus importants sont les tocophérols. Ces derniers protègent contre l'oxydation naturelle des acides gras, en particulier les acides gras polyinsaturés (AGPI), il a été signalé qu'une molécule de tocophérol peut protéger 103 à 106 molécules d'AGPI. Cependant son activité anti-oxydante repose principalement sur l'existence du système de réduction tocophérol - tocophérylquinone. En effet, une molécule de tocophérol peut réduire deux radicaux lipidiques en formant une molécule d' α tocophérylquinone, aussi deux radicaux tocophéryls peuvent s'associer entre eux pour former des dimères qui peuvent avoir des propriétés antioxydantes (**Sebei K. et al., 2007**).



4. 3. Coefficients d'extinction

L'extinction à 232 et à 270nm d'un corps gras peut être considérée comme une image de son état d'oxydation, plus l'extinction à 232nm est forte, plus l'huile est peroxydée. Et plus l'extinction à 270nm est forte, plus l'huile est riche en produits secondaires d'oxydation (**Bouchair R. et Toureche S., 2009**).

4. 3. 1. Coefficient d'extinction à 232nm

L'auto-oxydation des corps gras (CG) contenant des chaînes hydrocarbonées polyinsaturées s'accompagne d'une conjugaison des doubles liaisons des hydro peroxydes pour donner des systèmes diéniques absorbant au voisinage de 232nm c'est aussi que plus l'absorbance à 232nm est forte plus les CG sont peroxydés (**Karleskind A., 1992**).

Les résultats d'évolution des absorbances à 232nm des cinq types d'huiles après 49 jours de stockage thermique sont présentés dans la **figure 25** et le **tableau 08** suivant :

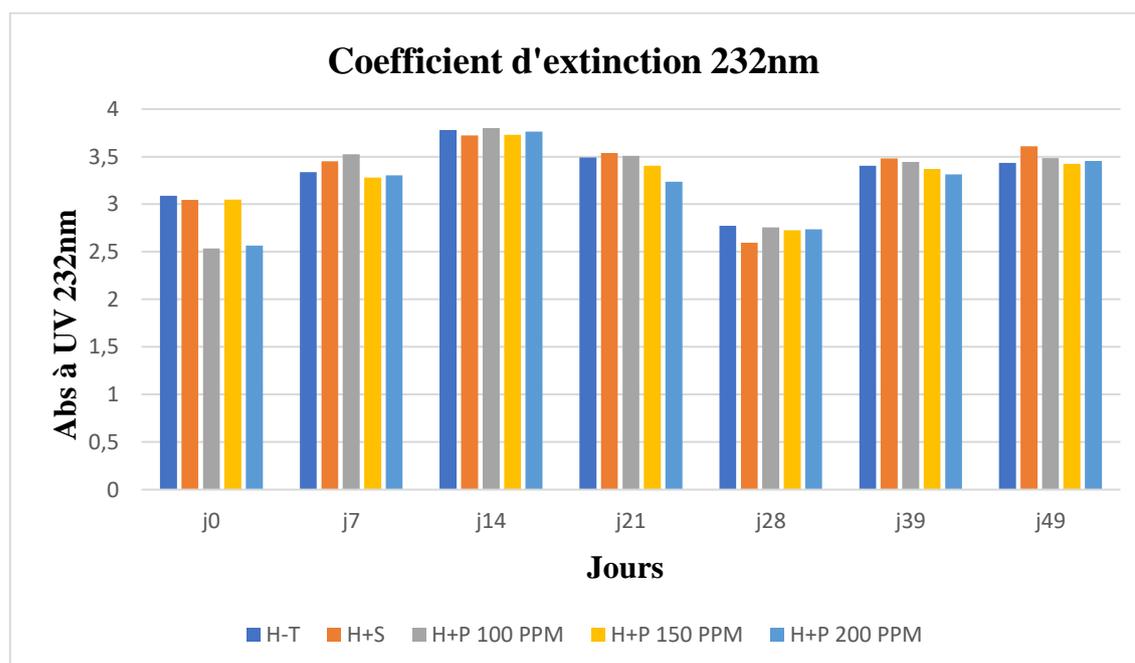


Figure 25 : Evolution de l'indice d'extinction (232nm) au cours du stockage à 60°C pour les cinq types d'huiles.



Tableau 08 : Moyennes et écarts- type d'extinction obtenue au cours du stockage à 60°C.

Coefficient d'extinction K ₂₃₂					
Jours	Huile témoin	Huile + polyphénols			Huile standard
		100 PPM	150 PPM	200 PPM	
	Moyenne ± Ecart type				
0	3,09 ± 0,12	2,53 ± 0,23	3,04 ± 0,24	2,56 ± 0,56	3,04 ± 0,24
7	3,33 ± 0,42	3,52 ± 0,07	3,27 ± 0,09	3,30 ± 0,15	3,45 ± 0,03
14	3,78 ± 0,02	3,80 ± 0,11	3,73 ± 0,07	3,76 ± 0,08	3,723 ± 0,11
21	3,49 ± 0,01	3,51 ± 0,05	3,40 ± 0,12	3,23 ± 0,37	3,54 ± 0,06
28	2,77 ± 0,02	2,75 ± 0,06	2,72 ± 0,04	2,73 ± 0,04	2,59 ± 0,23
39	3,40 ± 0,03	3,44 ± 0,04	3,37 ± 0,14	3,31 ± 0,24	3,48 ± 0,03
49	3,43 ± 0,10	3,48 ± 0,03	3,42 ± 0,01	3,45 ± 0,01	3,61 ± 0,32

Les résultats obtenus montrent une augmentation légère du coefficient d'extinction à la longueur d'onde 232nm au cours de 49 jours de stockage.

Une augmentation d'absorbance est observée pour l'huile témoin ; qui passe de 3,09 nm à 3,78 nm dans les 14 premiers jours d'étuvage, puis elle diminue dans le 28^{ème} jour (2,77nm), ensuite elle augmente à nouveau aux derniers jours de stockage à 60°C pour atteindre une valeur de 3,43nm.

Il n'existe pas de grandes différences entre les valeurs de l'huile standard par rapport à celles des huiles enrichies par les polyphénols, ceci pourrait être dû à la faible sensibilité du spectrophotomètre UV utilisé dans notre étude.

Ce constat a été enregistré par **Belmiloud S. et Boudali H., (2015)** qui ont essayé d'améliorer la résistance auto-oxydative de l'huile « FLEURIAL » par incorporation des feuilles de Romarin et de la lavande. En effet après 15 jours de stockage sous l'ombre, les auteurs n'ont pas trouvé une grande différence entre les valeurs des différentes variétés d'huiles : : huile témoin (0,9nm à 0,88nm) ; huile + romarin (0,9nm à 0,98nm) et l'huile + lavande (0,66nm à 0,99nm).



Les résultats obtenus sont comparables à ceux trouvés par **Bourmad S., (2011)** qui ont pu conclure que les valeurs élevées des diènes conjugué enregistrés, semblent être liée à la forte concentration des acides gras polyinsaturés contenus dans l'huile de tournesol (**Iqbal S. et Bhangar M., 2007**).

4. 3. 2. Coefficient d'extinction 270nm

L'absorbance spécifique à 270nm est un critère permettant de juger la présence de composés secondaires d'oxydation ; qui correspondent aux produits de la dégradation des hydro peroxydes, des cétones α -insaturés, des α -dicétones et des triènes conjugués qui peuvent résulter de la décomposition terminale des peroxydes de l'acide linoléique (**Belmiloud S et Boudali H., 2015**).

Les résultats d'évolution des absorbances à 270nm des cinq huiles après 49 jours de stockage thermique sont présentés dans la **figure 26** et le **tableau 09** :

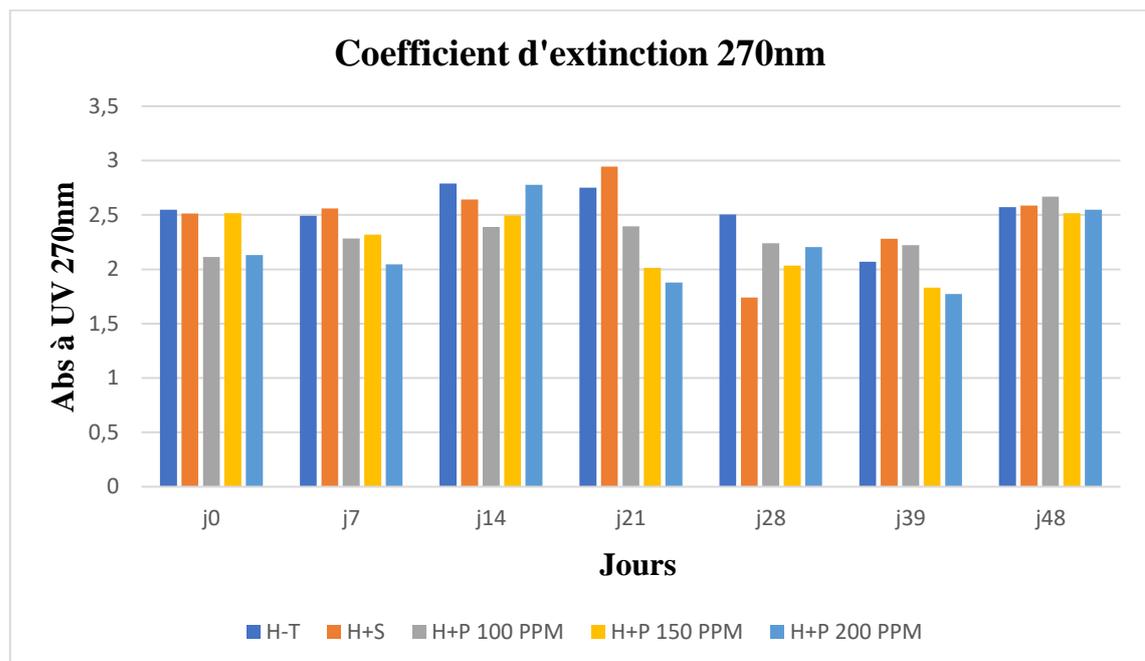


Figure 26 : Evolution de l'indice d'extinction (270nm) au cours du stockage à 60°C pour les cinq types d'huiles.



Tableau 09 : Moyennes et écarts- type d'extinction obtenue au cours du stockage à 60°C.

Coefficient d'extinction K ₂₇₀					
Jours	Huile témoin	Huile + polyphénols			Huile standard
		100 PPM	150 PPM	200 PPM	
	Moyenne ± Ecart type				
0	2,54 ± 0,10	2,11 ± 0,17	2,51 ± 0,19	2,13 ± 0,45	2,51 ± 0,20
7	2,49 ± 0,57	2,28 ± 0,32	2,31 ± 0,43	2,04 ± 0,19	2,56 ± 0,11
14	2,78 ± 0,25	2,39 ± 0,42	2,49 ± 0,32	2,77 ± 0,42	2,64 ± 0,42
21	2,75 ± 0,21	2,39 ± 0,11	2,01 ± 0,70	1,87 ± 1	2,94 ± 0,19
28	2,50 ± 0,16	2,24 ± 0,18	2,03 ± 0,53	2,20 ± 0,19	2,71 ± 0,48
39	2,06 ± 0,52	2,22 ± 0,44	1,83 ± 0,41	1,772 ± 0,45	2,281 ± 0,29
49	2,57 ± 0,40	2,66 ± 0,17	2,51 ± 0,34	2,54 ± 0,28	2,58 ± 0,28

Au début d'étuvage, l'huile témoin, l'huile standard et l'huile enrichie par les polyphénols (150 PPM) présentaient les valeurs les plus élevées (2,54nm ; 2,51nm ; 2,51nm) respectivement, alors que les deux huiles enrichies par les polyphénols (100 PPM et 200 PPM) présentent des valeurs plus faibles (2,11nm ; 1,13nm).

Le coefficient d'extinction évolue avec le temps d'étuvage à 60°C qui augmente faiblement du 7^{ème} jour jusqu'au 14^{ème} jour pour les cinq échantillons huile témoin = 2,77nm ; huiles enrichies à différentes concentrations (100 PPM= 2,39nm ; 150 PPM= 2,49nm ; 200 PPM= 2,77nm) ; huile standard= 2,64nm.

L'évolution de l'extinction spécifique à 270nm au cours du stockage nous renseigne sur l'accumulation des produits primaires d'oxydation, plus l'extinction à 270nm est élevée plus l'huile est oxydée (Moussaoui R., 2007).

Les résultats montrent une augmentation légère des absorbances en fonction du temps pour tous les échantillons d'huile de tournesol additionnées ou non à des antioxydants naturels et synthétiques ; ce qui prouve une faible formation des triènes conjugués (produits secondaires d'oxydation).



Du 21^{ème} jour jusqu'au 39^{ème} jour de stockage ; les résultats obtenus montrent une diminution de l'absorbance des échantillons : huile témoin = 2,069 nm ; huile enrichie en polyphénols à différentes concentrations (100 PPM= 2,22nm ; 150 PPM=1,830 nm ; 200 PPM= 1,77nm) ; huile standard= 2,28nm.

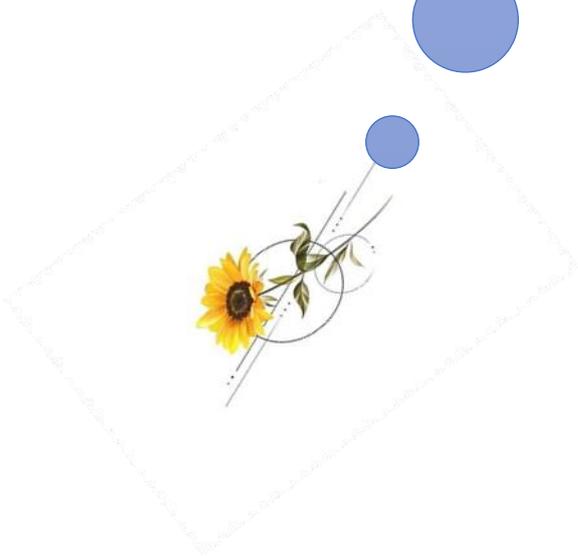
Il a été prouvé que la formation des produits primaires d'oxydation de l'acide linoléique, à savoir les hydro-péroxydes est instable ; ils se convertissent en produits secondaires d'oxydation volatils **Belmiloud S et Boudali H., (2015)**, ce qui confirme les résultats obtenus dans notre étude.

Au 49^{ème} jour une augmentation légère dans tous les échantillons, huile témoin = 2,57nm ; (huile enrichie en polyphénols à différentes concentrations 100 PPM= 2,66nm ; 150 PPM= 2,51nm ; 200 PPM= 2,54nm) ; huile standard= 2,58nm ; ce qui signifie que les produits d'oxydation se forment à nouveau.

L'analyse des différents paramètres d'oxydation (indice peroxyde, indice d'acidité et coefficients) montre une oxydation lente d'huile de tournesol de la marque « FLEURIAL » qui est fortement lié à la richesse de cette huile en antioxydant synthétique à savoir la vitamine E (**Bouchair R. et Toureche S., 2009**).



***COCLUSION ET
PERSPECTIVES***



Conclusion

Ce présent travail a été mené en vue d'étudier la stabilité oxydative d'une huile de tournesol de la marque « FLEURIAL » après enrichissement par les polyphénols des feuilles de l'espèce *Pistacia Lentiscus* L. de la plante Darou à différentes doses (100PPM, 150PPM et 200PPM).

Ce travail a été initié par une étude des caractéristiques physico-chimique de l'huile de tournesol à savoir l'acidité libre, l'indice de peroxyde et les coefficients d'extinction (K_{232} et K_{270}). Les résultats obtenus prouvent que l'huile faisant l'objet de notre étude respecte les valeurs préconisées par la norme du C.O.I.

Les résultats du dosage des composés phénoliques totaux par la méthode de Folin-ciocalteu a révélé sa richesse en composés phénoliques.

D'après l'étude de la stabilité oxydative de l'huile après un stockage de 49 jours à 60°C ; nous pouvons conclure qu'il existe une amélioration de la qualité d'huile comestible « FLEURIAL » enrichie avec des feuilles de *Pistacia lentiscus* L., mais elle reste peu considérable.

Donc ; il serait judicieux de compléter cette étude en utilisant d'autres analyses comme suit :

- Détermination de la composition en AG de l'huile de tournesol ainsi que la teneur en α -tocophérol (vitamine E) en faisant appel à des technique d'identification plus préfermentes à savoir la chromatographie à haute performance (HPLC) et la chromatographie en phase gazeuse (CPG) ;
- Enrichissement avec d'autres polyphénols d'origine naturelle afin de pouvoir comparer les résultats.
- Proposer d'autres méthodes d'extraction et d'enrichissement plus innovantes.
- Utilisant d'autres méthodes d'analyses comme : l'analyse spectrophotométrique infrarouge ; la densité, la couleur, la viscosité, l'analyse sensorielle, l'indice d'iode et l'indice saponification.



REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A

- **Abas A, Miloudi S.** Evaluation de l'activité antioxydante et antifongique d'une plante médicinale : *Pistacia lentiscus*. 2017.
- **Abbas M, Boudriche D.** Identification et extraction des molécules bioactives de *Pistacia lentiscus L.* et détermination de Quelques Effets Pharmacologiques, Centre de recherche et de développement, Saidal, Alger.2007.
- **Abdeldjelil M.** Effets cicatrisants de produits à base d'huile de lentisque (*Pistacia lentiscus L.*) sur les brûlures expérimentales chez le rat. 2016.
- **Adida H, Benariba N, Bechiri A, Chekroun E, Djaziri R.** Étude phytochimique et évaluation du pouvoir antiradicalaire des extraits de *Pituranthos scoparius*. *Phytothérapie*. 2016; 14(4), 207-212.
- **Afia huile de table.**
<https://market.toutdunet.fr/boutique/epicerie/condiments/huiles/afia-huile-5l/>. Consulté le 21-02-2022.
- **AFNOR.** Association française de normalisation. Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'indice de peroxyde. 2015 ; norme ISO 18321.
- **Aissi M.** Effet des prétraitements post-recolte des amandes de *Pentadesma butyracea* (Sabine) sur la technologie d'extraction en milieu réel et la qualité du beurre. *Oleagineux Corps Gras Lipides*. 2011 ; 6, 384-392.
- **Ait Mouloud I.** Effets des conditions de stockage sur la qualité de certaines huiles végétales. 2020.
- **Almeida B, Valli E, Bendini A, Toschi T.G.** Semi-industrial ultrasound-assisted virgin olive oil extraction: Impact on quality. *European Journal of Lipid Science and Technology*.2017 ; 119 : 160-230.
- **Al-Merie H.** Evaluation of hepatoprotective effect of *Pistacia lentiscus*, *Phillyrealatifolia* and *Nicotianaglauca*. *JEthnopharmacol*. 2002; 83, 135-138.
- **Al-Said M.S, Ageel A.M, Parmar N.S, Tariq M.** Evaluation of mastic, a Crude Drug obtained from *Pistacia lentiscus* for Gastric and Duodenal Antiulcer Activity, *Ethnopharmacol*. 1986 ;15(3), 271- 8.

- **Amhamdi H., Zarrouk A., & Hammouti B. (2019).** Total phenolic content, antioxidant and antimicrobial activities of extracts from *Pistacia lentiscus* leaves.
- **Anonyme.** *Pistacia lentiscus*. 2007. (<https://www.flickr.com/photos/11299883@N08/2020072563/in/photostream/>) Consulté le 21-11-2014.
- **Anonyme.** Mastic a "gift from God" from the island of Chios. 2011. http://www.xpatathens.com/food_and_dining/mastice-gift-from-god-from-islandchios/ Consulté le 21-11-20.
- **Atmani D, Chafer N, Berboucha M, Ayouni K, Lounis H, Boudaoud H, Debbache N.** Antioxidant capacity and phenol content of selected Algerian medicinal plants. *Fond Chemisiry*. 2009 ;112, 303-309.
- **Ayerdi-Gotor A.** Variabilité des teneurs et compositions des composés mineurs dans l'huile de tournesol au cours du développement du capitule. 2008.
- **Azzouzi Z, Brahimi H.** Contribution à l'étude de l'activité antibactérienne des extraits du *Pistacia lentiscus*. 2019.



- **Balan K. V, Prince J, Han Z, Dimas K, Cladaras M, Wyche J. H, Pantazis P.** Antiproliferative activity and induction of apoptosis in human colon cancer cells treated in vitro with constituents of a product derived from *Pistacia lentiscus L. var. chia*. *Phytomedicine*. 2007 ; 14(4), 263-272.
- **Bau H.M, Mohtadi-Nia D.J, Mejean L, Debry G.** Preparation of colorless sunflower protein products : effect of processing on physicochemical and nutritional properties. *Journal of the American Oil Chemist's Society*.1983 ; 60, 6 : 1141-1148.
- **Bejaoui M.A, Sánchez-Ortiz A, Aguilera M.P, Ruiz-Moreno M.J, Sánchez S, Jiménez A, Beltrán G.** High power ultrasound frequency for olive paste conditioning : Effect on the virgin olive oil bioactive compounds and sensorial characteristics. *Innov Food Science Emerging Technologies*. 2018 ;47 : 136–145.
- **BELAID D.** La production D'oléagineux en Algérie .2015 ; 5.
- **Belaid D.** Production et transformation de tournesol en algérie (tome1) .2016 ; 6.

- **Belfadel F.Z.** Huile de fruits de *Pistacia lentiscus* caractéristiques physicochimiques et effets biologiques (effet cicatrisant chez le rat). Mémoire de magister en chimie organique. Université de Constantine (Algérie). 2009 ; 136.
- **Belhadj S.** Les pistacheraies algériennes : Etat actuel et dégradation, Centre Universitaire de Djelfa, Algérie. 2000 ; 108.
- **Bellakhdar J.** Le Maghreb à travers ses plantes : plantes, productions végétales et traditions au Maghreb. Eds. Le fennec.2003.
- **Belmiloud S, Boudali H.** Essai d'amélioration de la résistance auto-oxydative et photo oxydative de l'huile « FLEURIAL » par incorporation des feuilles de Romarin et de la lavande. 2015.
- **Benabid H.** Caractérisation de l'huile d'olive algérienne apports des méthodes chimio métriques. (Institut de la nutrition, de l'alimentation et des technologies agroalimentaires, inataa). 2009.
- **Bensalem G.** L'huile de lentisque (*Pistacia lentiscus L*) dans l'Est algérien : caractéristiques physico-chimiques et composition en acides gras. Thèse de magister. Université de Constantine 1. 2015 ; 117.
- **Bensalem S, Boucharfa K.** Activité antioxydante de l'huile d'oléastre, huile d'olive commerciale Ifri et l'huile de tournesol ainsi que leurs coupages. 2014.
- **Benzeghiba W, Hadji K.** contributions à l'étude photochimique, évaluation de l'activité antioxydante et l'analyse pédologique d'extraits de la plant *pistacia lentiscus L*. Récoltée de trois régions. 2018.
- **Berger M, Ayerdi-Gotor A, Sarrafia A, Maury P, Daydé J, Calmon A.** Que sait-on du déterminisme de la qualité des huiles du tournesol face aux nouvelles attentes ? 2010 ; Volume 17, Numéro 3 : 171 – 184.
- **Berot S, Briffaud J.** Parameters for obtaining concentrates from rapeseed and sunflower meal. Plant Foods Hum Nutr.1983 ; 33 : 237–242.
- **Bouaziz M, Fki I, Jemai H, Ayadi M, Sayadi S.** Effect of storage on refined and husk olive oils composition: Stabilization by addition of natural antioxidants from Chemlali olive leaves. Food Chemistry.2008 ; 108 : 253-262.
- **Bouchair R, Toureche S.** Physicochimie des huiles thermooxydées impacts sur la santé et rôle des alicaments.2009.

- **Bougherara-Merzougui I.** Caractérisation physicochimique et biochimique d'un extrait de Pistacia Lentiscus et détermination de ses effets sur certains paramètres biologiques. Thèse de doctorat. Université d'Annaba. 2015 ; 136p.
- **Bouhadjra K.** Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Thèse pour l'obtention du diplôme de magister. Université Mouloud Mammeri. Tizi-Ouzou. 2011.
- **Bourmad S.** Extraction des polyphénols à partir des margines et valorisation en tant qu'antioxydant naturel dans les huiles végétales. 2011.
- **Bouzidi N, Bouahadi D.** Évaluation de la stabilité oxydative de l'huile de tournesol aromatisée par l'huile essentielle d'Artemisia herba alba Asso.2022.
- **Bozorgi M, Memariani Z, Mobli M, Surmaghi M. H. S, Shams-Ardekani M. R, Rahimi R.** Five Pistacia species (P. vera, P. atlantica, P. terebinthus, P. khinjuk, and P. lentiscus): A Review of Their Traditional Uses, Phytochemistry, and Pharmacology ; Scientific World Journal. 1985 ; Volume 2013, Article ID 219815, 33 pages.
- **Buettner GR.** Singlet oxygen toxicity is cellline-dependant : à study of lipid peroxidation in nine leukemia cell lines. Photochem Photobiol. 1999 ; 70 : 858-67.



- **Chaabani E.** Eco-extraction et valorisation des métabolites primaires et secondaires des différentes parties de Pistacia lentiscus.2020.
CHIM, 7. 2004 ; 1073–1080.
- **Chimactiv.** <http://chimactiv.agroparistech.fr/fr>, Consulté le 6-05-2022.
- **Cillard J, Cillard P.** Behavior of alpha, gamma and delta tocopherols with linoleic acid in aqueous media. J Am Oil Chem Soc. 1980 ; 57 : 39-42.
- **Cillard J, Cillard P.** Mécanismes de la peroxydation lipidique et des antioxydations. Oléagineux, Corps gras, Lipides. 2006 ; 13(1) : 24-29.
- **Clodoveo M.L, Durante V, Notte D, Punzi R, Gambacorta G.** Ultrasound-assisted extraction of virgin olive oil to improve the process efficiency. European Journal of Lipid Science and Technology.2013 ; 115 : 1062–1069.
- **CODEX.** (Centerband Only Detection of Exchange). Alimentarius Commission. 1981 ; Stan 33, revised 2, 2009.

- **Connor D.J et Hall A.J.** Sunflower physiology. In : Sunflower Technology and Production, Agronomy Monograph, ed.A.A.Schneiter and A.A.Seiler, American Society of Agronomy. 1997 ; p.113 -182.
- **Cowan M. M.** Plant products as antimicrobial agents. Clin. Microb. Rev. 1999 ;12, 564-582.
- **Cuvelier M.** Maillard Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. 2020.
- **Dagmey A.** Enrichissement d'huiles alimentaires riches en acides gras polyinsaturés, par des composés phénoliques d'origine naturelle, afin de les protéger de la peroxydation lipidique, en vue d'une encapsulation pour augmenter la durée de conservation de ces huiles. Thèse de doctorat en Biotechnologie Université de Technologie de Compiègne. 2020 ; 2.

D

- **Debbache N, Atmani D.** Antioxydant Capacity and Phenol Content of Selected Algerian Medicinal Plants, J.Elsevier, Food Chemistry . 2009 ; 112 : 303–309.
- **Di Mascio P, Devasagayam T, Kaiser S, Sies H.** Carotenoids, tocopherols and thiols as biological singlet molecular oxygen quenchers. Biochem Soc Trans. 1990 ; 18 : 1054-6.
- **Diallo D, Sanogo R, Yasambou H, Traoré A, Coulibaly K, Maïga A.** Étude des constituants des feuilles de *Ziziphus mauritiana* Lam. (Rhamnaceae), utilisées traditionnellement dans le traitement du diabète au Mali. Comptes Rendus Chimie - C R en sciences vétérinaires Option.Université des Frères Mentouri Constantine 1. :1-
- **Dob T, Dahmane D, Chelghoum C.** Chemical Composition of the Essential Oils of *Pistacia lentiscus* L. from Algeria. Journal of Essential Oil Research. 2006 ;17, 642-644.

E

- **Ebrahimzadeh M. A, Hosseinimehr S. J, Hamidinia A, Jafari M.** Antioxidant and free radical scavenging activity of feijoa *Sellowiana* fruits peel and leaves,
- **Essiari M.R, Zouhair H.** Contribution à l'étude de la typicité des huiles d'olive vierges produites dans la région de Sais (Maroc). Journal officiel du Conseil oléicole international. 2014 ; Édition française : N° 119.

- **Evolution de la production des graines oléagineuses en Algérie** .2022.
- **Eymard S.** Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*) : choix des procédés. 2003.

F

- **Falleh H, Ksouri R, Chaieb K, Karray-Bouraoui N, Trabelsi N, Boulaaba M, Abdelly C.** Phenolic composition of *Cynara cardunculus* L. organs, and their biological activities. *Compt. Rend. Biol.* Vol. 2008 ; 331 : 372-379.
- **Ferradji A.** Activités antioxydante et antiinflammatoire des extraits alcooliques et aqueux des feuilles et des baies *Pistacia lentiscus*. Mémoire de Magister en Biochimie, option : biochimie appliquée, Université Ferhat Abbas, Sétif, Algérie, 68p.2011.
- **Florians G, Wingle K, Schmehl K.** Cellular and subcellular localization of gastro intestinal glutathione peroxidase in normal and malignant human intestinal tissue. *Free Radic Res.* 2001 ; 35 : 655-63.
- **Fuhrer F, Limacher A, Mikle H, Truttmann M, Friedli R, Pasquier M, Pfefferli H, Schneller R, Gremaud G.** Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses.

G

- **Gardeli C, Vassiliki P, Athanasios M, Theodosios T.** Essential oil composition of *Pistacia lentiscus* L. and *Myrtus communis* L. Evaluation of antioxidant capacity of methanolic extracts. *Food Chemistry.* 2008 ; 107 : 1120-1130.
- **Genot C, Michalski M.C.** Impact métabolique des structures et de l'oxydation des lipides dans les aliments. 2020.
- **Genot C.** Oxydation (des lipides) dans les matières grasses et les aliments : mécanismes et évaluation. 2020.
- **German J.B, Kinsella, J.E.** Lipid oxidation in fish tissue. enzymatic initiation via lipoxygenase. *Journal of Agricultural and Food Chemistry.* 1985 ; 33, 680-683.
- **Gharby S, Harhar H, Bouzoubaâ Z, Elmadani N, Charrouf Z.** The Effect of Storage Conditions and Roasting Kernels on Extra Virgin Argan Oil Quality. *J.Mater. Environ. Sci.*2015 ; 6 : 254-263.

- **Gharby S, Harhar H, Guillaume D, Haddad A, Charrouf Z.** The Origin of Virgin Argan Oil's High Oxidative Stability Unraveled. 2012 ; 621-624.
- **Gharby S, Harhar H, Kartah B, Chafchaoui I, Bouzoubaâ Z, Guillaume D, Charrouf Z.** Contrôle de la qualité de l'huile d'argan, Maroc. Actes du 2ème congrès international de l'arganier. Agadir. 2013 ; 9 - 11.
- **Gharby S, Harhar H, Kartah B, El Monfalouti H, Haddad H, Charrouf Z.** Les Technologies des Laboratoires. 2011 ; 13-23, 22.
- **Gharby S, Harhar H.Z, Bouzouba A, Roudini A, Chafchaoui I. Kartah B, Charrouf Z.** Effet des Polyphénols extraits des margines sur la stabilité de l'huile de tournesol (Effect of Polyphenols extracts from margins on the stability of sunflower oil).2014 ; Journal of J. Mater. Environ. Sci, 7.
- **Golob, P, Farrell G, Orchard J. E. Crop Post-harvest.** Principles and practice. Crop Post-harvest : Science and Technology. John Wiley & Sons.2002 ; volume 1.
- **Gotor A.** Étude des variations des teneurs et de la variabilité des compositions en tocophérols et en phytostérols dans les akènes et l'huile de tournesol (*Helianthus annuus L.*).2008 ; 15.
- **Grosjean N.** L'Aromathérapie, édition Eyrolles. 2007 ; 163.
- **Groupe La Belle.**2019 – 2022.

H

- **Haffaf S, Lardjane T.** Effet des conditions de stockage sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile « FLEURIAL ». 2018.
- **Hafsé M, Benbrahim K.F, Abderrahim Saidi A, Farah A.** Volatile Components and Antibacterial Profile of Essential Oils Extracted from Leaves and Twigs of Pistacia lentiscus L. British Microbiology Research Journal 3(4). 2013.
- **Halliwell B.** Free radicals and antioxidants: à personal view. Nutrition reviews. 1994 ; 52(8), 253-265.
- **Halliwell B.** How to characterize a biological antioxidant. Free Radic Res Commun. 1990 ; 13 : 1-32.
- **Hamilton R, Kalu C, Prisk E, Padley F, Pierce H.** Chemistry of free radicals in lipids, 177 Food Chem.1997. vol. 60, no. 2, 193–199.

- **Hamouche T, Sanat T.** Evaluation de la stabilité de l'huile « ELIO » au cours des fritures répétées avec incorporation de l'huile fraîche. 2015.
- **Houmba G, GANDONOU C, Houssou A, Capo-Chichi M, Houngbeme A, Gbaguidi F.** Evolution des caractéristiques physico-chimiques de la graine et de l'huile de pourghère (*Jatropha curcas*) en fonction du degré de maturité des fruits. 2016.
- **Introduction glucides lipides et protéines huiles graisses alimentaires.**
<https://docplayer.fr/86258520-1-introducton-glucides-lipides-et-proteines-huiles-graisses-alimentaires.html>. Consulté le 25-03-2022.
- <https://www.collectionscanada.gc.ca/obj/thesescanada/vol2/QQLA/TC-QQLA26891.pdf> (accédé le 30/02/2021).
- **Huile – Tournesol.** Les procédés industriels de production de l'huile de tournesol.
<http://www.onpeuplefaire.com/articles/a-huile-vegetale-2.php>.
- **Huile de table cevital.**2016. <https://zegrir.com/ar/la-belle>.
- **Hyldgaard M, Mygind T, Meyer R. L.** Essential oils in food preservation: mode of action, synergies, and interactions with food matrix components. *Frontiers in Microbiology Antimicrobials, Resistance and Chemotherapy*. 2012 ; 3(12), 1-24.

I

- **Iauk L, Ragusa S, Rapisarda A, Franco S, Nicolosi V.M.** In vitro Antimicrobial Activity of *Pistacia lentiscus* L. Extracts : Preliminary Report, *Chemother*. 1996 ; 8(3), 207-9. PubMed PMID : 8808717.
- **Iqbal S, Bhanger M. I.** Stabilization of sunflower oil by garlic extract during accelerated storage. *Food Chemistry*. 2007 ; 100 : 246–254.
- **Iqdam B.M, Mostafa H, Goodrich-Schneider R, Baker, G.L, Welt B, Marshall M.R.** High Power Ultrasound : Impact on Olive Paste Temperature, Malaxation Time, Extraction Efficiency, and Characteristics of Extra Virgin Olive Oil. *Food Bioprocess Technol*. 2018 ; 11 : 634–644.
- **ISO 660.** Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité (International Organization for Standardization).2009.

J

- **Jiménez A, Beltrán G, Uceda M.** High-power ultrasound in olive paste pretreatment. Effect on process yield and virgin olive oil characteristics. *Ultrason. Sonochem.*2007 ; 14 : 725–731.
- **José J.F.B.S, Vanetti M.C.D.** Effect of ultrasound and commercial sanitizers in removing natural contaminants and *Salmonella enterica* Typhimurium on cherry tomatoes. *Food Control.*2012 ; 24 : 95–99.
- **Judde A.** Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique:mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications ?. 2004.

K

- **Kahouli I.** Effet antioxydant d'extraits de plantes (*Laurus nobilis* L., *Rosmarinus officinalis*, *Origanum majorana*, *Oléa europea* BOUHADI D. et al. 21
- **Karleskind A.** Manuel des corps gras. Tec, Doc,Lavoisier Ed. Paris.1992 ; 1-46.
- **Kartika I. A.** Nouveau procede de fractionnement des graines de tournesol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. 2005.

L

- **L'huile de tournesol Bio-carburant.** Aspects alimentaire, bio-matériaux 2ème édition 2003.
- **Laisney J.** L'huilerie moderne. Ed. Masson.1984 ; 79-86.
- **Laraba M, Ouassaa G, Serrat A.** Etude in vitro de l'activité antioxydante des polyphénols. 2016.
- **Laroche M, Anton P, GARCIA-Varcia-Villar R.** Protective effect of dietary nitrate on experimental gastritis in rats. *Br J Nutr.* 2003 ; 89 : 777-86.
- **L'Atelier Fleuri.** Tournesol : origine, semis et entretien [archive], sur atelier-fleuri.fr. 2021 consulté le 23 août 2021.

- **Lecerf J.M.** Médecine des maladies Métaboliques 3. 2011 ; 257-262, 3.
- **Leonti M, Casu L, Sanna F, Bonsegnore L.** A Comparison of Medicinal Plant Use in Sardinia and Sicily, De Materia Medica. 2001 ; 72, 09 -122.
- **Li H.B., Cheng K.W, Wong C.C, Fan K.W, Chen F, Tian Y.** Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fraction of selected microalgae. Food Chemistry. 2007 ; 102 : p771-776.
- **Li P, Anu H, Jari S, Teijo Y, Heikki V.** TLC method for evaluation of free radical scavenging activity of rapeseed meal by video scanning technology, Chemistry and Nutrition. 1999 ; 10 : 123-187.
- **Li Y, Fabiano-Tixier A, Tomao V, Cravotto G, Chemat F.** Green ultrasoundassisted extraction of carotenoids based on the bio-refinery concept using sunflower oil as an alternative solvent. Ultrasonicsonochemistry.2013 ; 20(1) : 12-18.
- **Lin Y. T, Vattem D, Labbe R. G, Shetty K.** Enhancement of antioxidant activity and inhibition of Helicobacter pylori by phenolic phytochemicalenriched alcoholic beverages. Process Biochemistry. 2005 ; 40(6), 2059-2065.
- **LKRIK, A., SOUIDI, K. & MARTIN, P.** Effets des polyphénols extraits à partir des tourteaux et feuilles de l'olivier (*Olea europaea* L) sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive. ResearchGate.2005.
- **Longo L, Scardino A, Vasapollo G.** Identification and Quantification of Anthocanins in The Berries of *Pistacia lentiscus* L. Elsevier, Italy.2007.



- **Maameri-Habibatni Z.** *Pistacia lentiscus* L : Evaluation pharmacotoxicologique. Thèse de Doctorat en Sciences. Université Constantine 1, Algérie. 2014 ; 102.
- **Malheiro R, Rodrigues N, Manzke G, Bento A, Pereira J. A, Casal S.** The use of olive leaves and tea extracts as effective antioxidants against the oxidation of soybean oil under microwave heating. Industrial crops and Products.2013 ; 44 : 37-43.
- **Manthey J. A.** Biological properties of flavonoids pertaining to inflammation. Microcirculation, 7(S1). medicinales utilisees dans la region de Zaër (Maroc Occidental). Lejeunia, Revue de botanique.2000.
- **Martin A.** Apports nutritionnels conseillés pour la population française. Paris : Technique et documentation, Lavoisier. 2001.

- **Maurizio S, GianFrancesco-Montedoro-Eur J.** Lipid Sci. Technol.2002 ; 104 : 602–613.
- **Mcknight G, Smith L, Drumond R.** Chemical synthesis of nitric oxide in the stomach from dietary nitrate in humans. Gut. 1997 ; 40 : 211-4.
- **Meziani S, Menadi N, Haoud K, Mehidda H, Benattouche Z, Benali M.** Inhibition de l'oxydation de l'huile de Tournesol produite en Algérie par les produits de Maillard. 2021.
- **MNHN & OFB.** Inventaire national du patrimoine naturel (INPN). 2003-2022. <https://inpn.mnhn.fr>. Consulté le 27 juin 2022.
- **Moussaoui R.** Valorisation des sous-produits de l'huilerie d'olive : grignons et mrgines. Thèse de doctorat. Université Mouloud Mammri, Tizi Ouzou, Algérie. 2007 ; 113.
- **Muggli R.** Free radical tissue damage : the protective rôle of antioxidant nutrients. In : Conrongiu F, Banni S, Dessi MA, Rice-Evans C, eds. Free Radicals and Antioxidants in Nutrition. London : Richelieu press. 1993 ; 189-204.
- **Müller L, Gnoyke S, Popken A.M. V, Böhm V.** Antioxidant capacity and related parameters of different fruit formulations. LWT - Food Science and Technology. 2010 ; 43 : 992-999.

N

- **Nelson S, Bose S, Mccord J.** The toxi-city of high-dose superoxide dismutase suggests that superoxide can both initiate and terminate lipid peroxidation in the reperfused heart. Free Radic Biol Med. 1994 ; 16 : 195-200.
- **Nevado J. J, RobledoV. R, Callado C. S.** Monitoring the enrichment of virgin olive oil with natural antioxidants by using a new capillary electrophoresis method. Food chemistry. 2012 ; 133(2) : 497-504.
- **NRC.** Alternative sources of protein for animal production : proceedings of a symposium. National Research Council, Committee on Animal Nutrition and American Society of Animal Science, USA. 1973.

O

- **Oil World.** Composition de la graine de tournesol (*Helianthus annuus L*) sous l'effet conjugué des contraintes agri-environnementales et des potentiels variétaux. Major meals, World summary balances. Oil World Weekly. 2011, 54 (8) : 95-104.
- **Orwa J, Housia O, Hazem S, Motasem Z, Nashida F, Reeman B,** Effect of Olive Oil Adulteration on Peroxide Value, Delta-K and on the Acidity Nabali-Baladi Olive Oil Quality, Advances in Life Sciences.2014 ; 235-244 : 4, 5.
- **Ozkan G, Simsek B, Kuleasan H.** Antioxidant activities of Satureja Cilicica essential oil in butter and in vitro, J. Food Eng. 2007 ; 79 :4, 1391-1396.<https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2006.04.020>.

Ð

- **Pages X, Morin O, Birot C, Gaud M, Fazeuilh S, Gouband M.** Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants. OCL | Oilseeds and fats, Crops and Lipids. 2010 ; Vol. 17, n° 2. pp. 86-99.2010.
- **Peñalvo G, Robledo V. R, Callado C. S. C, Santander-Ortega M. J, CastroVázquez L, Lozano M. V, Arroyo-Jiménez M. M.** Improving green enrichment of virgin olive oil by oregano. Effects on antioxidants. Food chemistry.2016 ; 197 : 509- 515.
- **Perea M, Manzano A, Hernandez E, Alberto J.** Peanut Shell for Energy : Properties and Its Potential to Respect the Environment. 2018.
- **Pinatel C, Jacques A.** Les huiles d'olive vierges françaises : évolution, état des lieux. OCL. 2014 ; 21(5), D505.

Q

- **Quezel P, Santa S.** Nouvelle flore d'Algérie et des régions désertiques méridionales. 1962, 1963 ; 2 Tomes : Editions CNRS, Paris, 1170.

R

- **Rahmani M.** composition chimique de l'huile d'argane vierge. Cahier agriculture.2005 ; 5 : 461-465.

- **Richardson T, Finley J. W.** Wesport, Connecticut : AVI Publishing Company, INC.1985 ; 205-217.
- **Roche J.** Composition de la graine de tournesol (*Helianthus annuus L*) sous l'effet conjugué des contraintes agri-environnementales et des potentiels variétaux. 2005 ; 13 -14.
- **Rodríguez-Pérez C, Quirantes-Piné R, Amessis-Ouchemoukh N, Khodir M, Segura-Carretero A, Fernández-Gutierrez A.** A metabolite-profiling approach allows the identification of new compounds from *Pistacia lentiscus* leaves. 2013 ; PMID : 23434494.
- **Romani P, Pinelli C, Galardi N, Mulinacci M, Tattini L.** Identification and quantification of galloyl derivatives, flavonoid glycosides and anthocyanins in leaves of *Pistacia Lentiscus L.* *Phytochem Anal.* 2002 ;13(2), 79-86.
- **Ruiz A, Ayora - Cañada M. J, Lendl B 2001.** A rapid method for peroxide value determination in edible oils based on flow analysis with Fourier transform infrared spectroscopic detection. *The Analyst.* 2001. 126 ; 242-246.

§

- **Salas J.J, Martinez-Force E, Garcés R.** Biochemical characterization of a high palmitoleic acid *Helianthus annuus* mutant.2004 ; *Plant Physiol. Biochem.* 42 :373-381.
- **Salhi A., Bellaouchi R., Barkany S., El, Rokni Y., Bouyanzer A., Asehraou A.,**
- **Schaich K.** Lipid oxydation theoretical aspects. 2020.
- **Sebei K, Boukhchina S, Kallel H.** Évolution des tocophérols en relation avec les acides gras insaturés au cours de la maturation des graines de colza de printemps (*Brassica napus L.*). *Comptes Rendus Biologies.* 2007 ; 330(1) : 55-61.
- **Seigue A.** La forêt circumméditerranéenne et ses problèmes ; Edition G.P.Maisonneuve & Larose, Paris. 1985 ; 502.
- **Sergent O, Griffon B, Morel I.** Effect of nitric oxide on iron-mediated oxidative stress in primary rat hepatocyte culture. *Hepatology.* 1997 ; 25 : 122-7.
- **Škorić D, Jocić S, Sakač Z, Lečić N.** Genetic possibilities for altering sunflower oil quality to obtain novel oils.2008.
- **Smail-Saadoun N.** Types stomatiques du genre *Pistacia* : *Pistacia atlantica* Desf.ssp. *Atlantica et Pistacia lentiscus L.* 2002 ; 369.

- **Stangl V, Dreger H, Stangl K, Lorenz M.** Molecular targets of tea polyphenols in the cardiovascular system. 2007 ; Volume 73, Issue 2, 348–358.
- **Starliper C. E, Ketola H. G, Noyes A. D, Schill W. B, Henson F.G, Chalupnicki M. A, Dittman D. E.** An investigation of the bactericidal activity of selected essential oils to *Aeromonas* spp. Journal of Advanced Research. 2015 ; 6(1), 89-97.

T

- **Tanouti K.** Amelioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le marocoriental Quality Improvement of Olive Oils Produced In The Eastern Morocco. 2011.

V

- **Van Aacker S, Bast A, Van Der Vijgh W.** Structural aspects of antioxidant activity of flavonoids. In : Rice-Evans C, Packer L, eds. Flavonoids in health and disease. Marcel Dekker New York. 1998 ; 221-51.
- **Vaya J et Mahmood S.** Flavonoid Content in leaf Extracts of The fig (*Ficus carica L.*), Carob (*Ceratonia siliqua L.*) and Pistachio (*Pistacia lentiscus L.*), Biofactors. 2006 ; 28(3-4), 169-75.
- **Villière A.** Approche physico-chimique et sensorielle de l'oxydation des lipides en émulsions. 2006.
- **Visioli F, Romani A, Mulinacci N, Zarini S, Conte D, Vincieri F, Galli C. J.** Recovery and Removal of Phenolic Compounds from Olive Mill Wastewater. 1999 ; 47 : 3397.
- **Viuda-Martos M, Ruiz-Navajas Y, Fernandes-Lopes J, Sendra E, Sayas-Barbera E, Pérez-Alvarez José A.** Antioxidant properties of pomegranate (*punicagranatum L.*) bagasses obtained as co-product in the juice extraction. Food Research International 44. 2011 ; 1217-1223.

W

- **Walsh S. E, Maillard J. Y, Russell A. D, Catrenich C. E, Charbonneau D. L, Bartolo R. G.** Activity and mechanisms of action of selected biocidal agents on Gram-positive and negative bacteria. *Journal of Applied Microbiology*. 2003 ; 94(2), 240-247.
- **White JP.** Fatty Acids in Oilseeds. In : C K Chow (Ed.) : *Fatty Acids in Foods and Their Health Implications*. New York : Marcel Dekker Inc. 2000 ; 209-238.
- **Huile de tournesol** www.alimentarium.org/fr/savoir/huile---tournesol. Consulté le 6-04-2022.
- **Atelier fleuri** www.Atelier-fleuri.fr.com. Consulté le 1-03- 2022.
- **Cevital** www.cevital.com. Consulté le 8-03- 2022.

X

- **Xiuzhen H, Tao S, Hongxiang L.** Dietary polyphenols and their biological significance. *International Journal of Molecular Science*. 2007 ; 8 : 950-988.

Z

- **Zheljazkov VD, Vick BA, Baldwin NB, Astatkie T, Johnson B.** Oil content and saturated fatty acids in sunflower as a function of planting date, nitrogen rate and hybrid. *Agron J* 101.2009 ; 1003–1011. Doi : 10.2134/agronj2009.0011.

Résumé

Les huiles végétales riches en acides gras polyinsaturés de la série des omégas 3 et 6 ont des avantages nutritionnels, mais ces huiles peuvent s'avérer toxiques et compromettre la santé du consommateur lorsqu'elles subissent des réactions d'auto-oxydation et de photo-oxydation qui sont considérées comme des processus d'oxydation naturelle et chimiques des huiles alimentaires.

L'objectif de cette étude était d'évaluer la stabilité oxydative de l'huile de tournesol de la marque « FLEURIAL » en présence des feuilles de *Pistacia lentiscus* L. à différentes doses (100 PPM ;150 PPM ;200 PPM).

L'analyse quantitative des polyphénols totaux par la méthode de Folin-Ciocalteu a révélé une teneur considérable de ces composés dans l'extrait des feuilles (156,69 µg.EAG/mg d'extrait).

L'analyse des paramètres de qualité d'huile de tournesol a donné les résultats suivants : l'indice de peroxyde = $8,33 \pm 3,53$ meq d'O₂.kg⁻¹, l'acidité libre = $0,47 \pm 0,00$ % et le coefficient d'extinction $K_{232} = 3,09 \pm 0,12$ nm ; $K_{270} = 2,55 \pm 0,10$ nm, ces résultats respectent les valeurs préconisées par la norme du C.O.I.

La stabilité oxydative est évaluée en réalisant un stockage de 49 jours dans l'étuve à une température de 60°C. L'évolution de l'état d'oxydation a été mesurée par l'indice de peroxyde, l'acidité, et l'extinction spécifique (K_{232} et K_{270}) pour cinq types d'huiles : l'huile témoin (sans additifs), l'huile enrichie à une concentration de 100 ppm d' α -tocophérols (standard) et l'huile enrichie à différentes concentrations des polyphénols (100 PPM, 150PPM et 200PPM).

Les résultats obtenus ont montré que tous les échantillons d'huiles contenant des antioxydants ont subi une détérioration oxydative moins accentuée que celle du témoin, cela prouve que l'enrichissement de l'huile de tournesol lui procure une meilleure stabilité oxydative et que les feuilles de lentisque étudiée diminuent la formation de produits d'oxydation après le traitement thermique.

Les résultats de cette étude marquent l'intérêt accordé aux antioxydants naturels qui peuvent remplacer les produits synthétiques dont les effets indésirables sur la santé ont été signalés.

Mots-clefs : *Pistacia lentiscus* L. huile de tournesol, antioxydants, polyphénols, indice d'acidité, Indice de peroxyde, coefficient d'extinction, stabilité oxydative, enrichissement, stress oxydatif.

الملخص

الزيوت النباتية الغنية بالأحماض الدهنية المتعددة غير المشبعة من سلسلة أوميغا 3 و 6 لها فوائد غذائية. ومع ذلك، يمكن أن تكون هذه الزيوت سامة وتضر بصحة المستهلك عندما يخضع لتفاعلات الأكسدة الذاتية والأكسدة الضوئية، اللذان يمثلان عمليات أكسدة طبيعية وكيميائية لزيوت الطعام.

الهدف من هذه الدراسة هو تقييم الاستقرار التأكسدي لزيوت عباد الشمس الذي يحمل علامة FLEURIAL في وجود أوراق المصطكي بجرعات مختلفة (100 PPM; 150 PPM; 200 PPM) كشف التحليل الكمي للمركبات الفينولية باستخدام طريقة Folin-Ciocalteu عن محتوى كبير في مستخلص الأوراق (156.69 µg. EAG/mg extract).

أسفر تحليل معلمات جودة زيت عباد الشمس عن النتائج التالية: "مؤشر بيروكسيد = $3,53 \pm 8,33$ ميكروميتر من $O_2.kg^{-1}$ ، حموضة حرة = $0,00 \pm 0,47$ %، معامل انقراض $K_{232} = 3,09 \pm 0,12$ نانومتر؛ $K_{270} = 2,55 \pm 0,10$ نانومتر"، و التي تحترم المعايير التي أوصت بها C.O.I.

يتم تقييم استقرار الأكسدة عن طريق إجراء تخزين لمدة 49 يوماً في الفرن عند درجة حرارة 60 درجة مئوية. تم قياس تطور حالة الأكسدة من خلال مؤشر البيروكسيد والحموضة والانقراض المحدد (K_{270} و K_{232}) لخمس أنواع من الزيوت: زيت الشاهد (بدون إضافات)، والزيت المخصب بتركيز 100 جزء في المليون α -tocopherols (المعيار)، والزيت المخصب بتركيزات مختلفة من البوليفينول (100 PPM، 150 PPM و 200 PPM).

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن جميع عينات الزيوت التي تحتوي على مضادات الأكسدة عانت من تدهور تأكسدي أقل حدة من ال. هذا يثبت أن إثراء زيت عباد الشمس يوفر ثباتاً تأكسدياً أفضل وأن أوراق المصطكي التي تمت دراستها تقلل من تكوين منتجات الأكسدة بعد المعالجة الحرارية.

تؤكد نتائج هذه الدراسة الاهتمام بمضادات الأكسدة الطبيعية التي يمكن أن تحل محل المنتجات الاصطناعية التي لها آثاراً جانبية ضارة.

الكلمات الرئيسية: *Pistacia lentiscus L.*، زيت عباد الشمس، مضادات الأكسدة، المركبات الفينولية، مؤشر الحموضة، مؤشر البيروكسيد، معامل الانقراض، استقرار الأكسدة.

Abstract

Vegetable oils rich in polyunsaturated fatty acids of the omega 3 and 6 series have nutritional benefits. However, these oils can be toxic and compromise the health of the consumer when they undergo oxidation reactions. These are auto-oxidation and photo-oxidation, which are respectively natural and chemical oxidation processes of edible oils.

The objective of this study was to assess the oxidative stability of FLEURIAL brand sunflower oil in the presence of *Pistacia lentiscus* L. leaves at different doses (100 PPM;150 PPM;200 PPM).

Quantitative analysis of total polyphenols using the Folin-Ciocalteu method revealed a considerable amount of these compounds in leaf extract (156.69 $\mu\text{g.EAG/mg}$ extract).

Analysis of the sunflower oil quality parameters yielded the following results: "Peroxide index = 8.33 3.53 meq of O₂.kg⁻¹, free acidity = 0.47 0.00%, extinction coefficient $K_{232} = 3.09$ 0.12nm; $K_{270} = 2.55$ 0.10nm", these results respect the values recommended by the C.O.I.

The oxidative stability is assessed after 49-days of storage in the oven at a temperature of 60°C. The evolution of the oxidation state was measured by the peroxide index, acidity, and specific extinction (K_{232} and K_{270}) for five oils types: the control oil (without additives), enriched oil at a concentration of 100 ppm α -tocopherols (standard), the and enriched oil at different concentrations of polyphenols (100 PPM, 150PPM and 200PPM).

The results obtained showed that all of oils samples containing antioxidants had less severe oxidative deterioration than the control. Wish proves that the enriched sunflower oil gives better oxidative stability and that lentisque leaves decrease reduce the generation of oxidation products after thermal treatment.

Results of present study high light the importance of natural antioxidants that can be an alternative to synthetic products that have been reported as having undesirable health effects.

Keywords : *Pistacia lentiscus* L., sunflower oil, antioxidants, polyphenols, acidity index, peroxide index, extinction coefficient, oxidative stability, enrichment, oxidative stress.

Etude de la stabilité oxydative d'une huile tournesol Après enrichissement par les polyphénols des feuilles de *Pistacia lentiscus* L.**Mémoire pour l'obtention du diplôme de Master en Biochimie****Résumé**

Les huiles végétales riches en acides gras polyinsaturés de la série des omégas 3 et 6 ont des avantages nutritionnels, mais ces huiles peuvent s'avérer toxiques et compromettre la santé du consommateur lorsqu'elles subissent des réactions l'auto-oxydation et de photo-oxydation qui sont considérées comme des processus d'oxydation naturelle et chimiques des huiles alimentaires.

L'objectif de cette étude était d'évaluer la stabilité oxydative d'huile de tournesol de la marque « FLEURIAL » en présence des feuilles de *Pistacia lentiscus* L. à différentes doses (100 PPM ;150 PPM ;200 PPM).

L'analyse quantitative des polyphénols totaux par la méthode de Folin-Ciocalteu a révélé une teneur considérable de ces composés dans l'extrait des feuilles (156,69 µg.EAG/mg d'extrait). L'analyse des paramètres de qualité d'huile de tournesol a donné les résultats suivants : l'indice de peroxyde = $8,33 \pm 3,53$ meq d'O₂.kg⁻¹, l'acidité libre = $0,47 \pm 0,00$ % et le coefficient d'extinction $K_{232} = 3,09 \pm 0,12$ nm ; $K_{270} = 2,55 \pm 0,10$ nm, ces résultats respectent les valeurs préconisées par la norme du C.O.I.

La stabilité oxydative est évaluée en réalisant un stockage de 49 jours dans l'étuve à une température de 60°C. L'évolution de l'état d'oxydation a été mesurée par l'indice de peroxyde, l'acidité, et l'extinction spécifique (K_{232} et K_{270}) pour cinq types d'huiles : l'huile témoin (sans additifs), l'huile enrichie à une concentration de 100 ppm d' α -tocophérols (standard) et l'huile enrichie à différentes concentrations des polyphénols (100 PPM, 150PPM et 200PPM).

Les résultats obtenus ont montré que tous les échantillons d'huiles contenant des antioxydants ont subi une détérioration oxydative moins accentuée que celle du témoin, cela prouve que l'enrichissement de l'huile de tournesol lui procure une meilleure stabilité oxydative et que les feuilles de lentisque étudiée diminuent la formation de produits d'oxydation après le traitement thermique.

Les résultats de cette étude marquent l'intérêt accordé aux antioxydants naturels qui peuvent remplacer les produits synthétiques dont les effets indésirables sur la santé ont été signalés.

Mots-clefs : *Pistacia lentiscus* L., huile de tournesol, antioxydants, polyphénols, indice d'acidité, Indice de peroxyde, coefficient d'extinction, stabilité oxydative, enrichissement, stress oxydatif.

Laboratoires de recherche : Laboratoire d'obtention de substances thérapeutiques (LOST) (Université Frères Mentouri, Constantine 1).

Encadreur : MOUSSAOUI Samira (MCB - Université Frères Mentouri, Constantine 1).

Examinatrice 1 : BENCHIHEB Meriem (MCB - Université Frères Mentouri, Constantine 1).

Examinatrice 2 : BENSARI Souheir (MAB - Université Frères Mentouri, Constantine 1).