

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

جامعة عمّار تليجي بالأغواط

UNIVERSITE AMAR TELIDJI, LAGHOUAT



كلية العلوم

Faculté des Sciences

قسم: علوم المادة

Département : Sciences de la Matière

MEMOIRE DE MASTER

Domaine: Sciences de la Matière

Filière : Chimie

Option : Chimie organique appliquée

Présenté par

BELKACEMI Amina

THEME

Analyses physico-chimiques des huiles du Pistacia lentiscus

Soutenu Publiquement devant la commission d'examen composée de :

Mr. BENALIA Mohamed	M.C.B	U.A.T.L	Président
M ^{me} . HADBAOUI Zineb	M.C.B	U.A.T.L	Examinatrice
M ^{me} . NOUREDINE Asma	M.A.A	U.A.T.L	Examinatrice
Mr. KORIBA Bakhti	M.A.A	U.A.T.L	Rapporteur

Promotion 2016 / 2017

REMERCIEMENTS

La réalisation de ce travail a été achevée au Laboratoire de chimie de département de sciences de la matière et laboratoire de la médecine à l'université de Laghouat. J'adresse mes vives reconnaissances à tous les membres du laboratoire de médecine et laboratoire de sciences de la matière de l'université de Laghouat.

*Je tiens surtout à adresser mes plus vifs remerciements à mon encadreur M^r **KORIBA Bakhti** qui m'a fait l'honneur de réaliser direction, pour leur disponibilité et ses conseils judicieux,*

*J'adresse aussi mes remerciements à M^r: **BENALIA Mohamed** et M^{me}: **HADBAOUI Zineb** et M^{me}: **NOUREDINE Asma** d'avoir accepté de juger mon travail.*

*Je remercie également le chef département de sciences de matière M^r **HAMDI Ahmed**.*

*J'adresse mes plus hautes significations de remerciements aux M^r **YOUSFI Mohamed** le directeur de Laboratoire de chimie Fondamentale, **HADBAOUI Zineb**, **DJERIDANE Amar**, **BATANA Fatima Zohra**, **NEBEGUE Lazzari**, **KHACHEBA Maria** et **MASNA Fatima** Je les remercie très chaleureusement pour toute l'aide, les conseils et les expériences scientifiques qu'il m'a apportés. Je remercie également tous mes enseignants durant les années des études.*

Enfin, mes remerciements iront à toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à réalisation de ce travail.

Merci infiniment

BELLKACEMI AMINA

Dédicaces

*Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour,
L'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu
Pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour
Et*

*Nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon
éducation et ma formation. À toi mon père.
À la lumière de mes jours, la source de mes efforts,
La flamme de mon
Cœur, ma vie et mon bonheur ma mère que j'adore.
À tous mes frères et mes sœurs:*

Farouk, Assma, et chaima.

Et À Mon Petit ange Djamel dîne.

Et à toute ma famille : Bellkacemi et khennous.

Source sensibilité et tendresse par grande et petite

Et à toutes mes chères aimées

Spécialité et généralité par EL Meniaa et Laghouat

À tous les étudiants de la promotion 2016/2017

CHIMIE Organique ET Inorganique

À tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer...



AMFNA

Liste des abréviations

AG	Acides Gras
AGS	Acides Gras Saturés
AGM	Acides Gras Mono-saturés
AGI	Acides gras insaturés
AGPI	Acide Gras Poly Insaturé
A%	Acidité libre
A_λ	Absorbance à la longueur d'onde λ
AFNOR	Association Française de NORmalisation
COI	Conseil Oléicole International
K	L'extinction spécifique aux longueurs d'ondes spécifique
meq d'O₂ /kg	Miliéquivalent d'O ₂ par kg
ISO	International Standard Organisation
I.A	Indice d'acide
I.R	Indice de Réfraction
I.S	Indice de Saponification
IP	Indice de peroxyde
C°	Degré de Celsius
Δk	La variation de l'extinction spécifique

Liste Des Figures

Figure I.1 :	Principaux constituants des lipides.....	4
Figure I.2 :	Structure des acides gras.....	4
Figure I.3 :	la structure des différents types des glycérides.....	6
Figure I.4 :	Structure des différents tocophérols et tocotriénols.....	7
Figure I.5 :	Structure de Stérols.....	7
Figure I.6 :	Aire de répartition de <i>Pistacia lentiscus</i> L. autour du bassin Méditerranéen...	8
Figure I.7 :	Arbre de <i>Pistacia lentiscus</i>	9
Figure I.8 :	L'arbre et les fruits de <i>P. lentiscus</i>	10
Figure I.9:	Extraction de l'huile végétale de <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	11
Figure II.1 :	Réfractomètre d'ABBE à la raie «D» du sodium (589,6nm) à la température de référence.....	15
Figure II.2 :	spectrophotomètre U.V / Visible (SP-3000 nano OPTIMA).....	16
Figure III.3:	Spectre d'absorption UV des différentes huiles Pistachier lentisque (E1 à E10).....	24

Liste Des Tableaux

Tableau I.1 :	Principaux acides gras.....	5
Tableau II.1 :	Les réactifs chimiques utilisés.....	13
Tableau III.1 :	La densité de l'huile lentisque des différents échantillons.....	21
Tableau III.2 :	Indice de Réfraction de l'huile de lentisque des différents échantillons.....	22
Tableau III.3 :	Extinction spécifique et variation de l'extinction spécifique de l'huile pistachier lentisque des différents échantillons.....	25
Tableau III.4 :	Indice d'acide d'huile lentisque des différents échantillons.....	27
Tableau III.5:	Pourcentage d'acidité d'huile lentisque des différents échantillons.....	28
Tableau III.6 :	Indice de saponification de l'huile lentisque des différents extraits.....	29
Tableau III.7 :	Indice de peroxyde de l'huile lentisque des différentes Échantillons.....	30

Introduction générale

La région méditerranéenne abrite une diversité biologique de première importance. La plupart des espèces de la flore spontanée sont remarquablement résistantes et bien adaptées à la sécheresse et à la salinité. En Afrique du Nord, elles constituent une part très importante des ressources génétiques locales à valeurs pastorales, fourragères, alimentaires, aromatiques et médicinales [1].

La position géographique particulière de notre pays en région méditerranéenne et de l'impressionnant gradient bioclimatique Nord-Sud, a fait qu'une grande diversité de biotope occupée par une importante richesse floristique le caractérise. Comptant une panoplie d'écosystèmes, dont certains représentent des paysages d'intérêt mondial, l'Algérie est connue par sa diversité en ressources végétales. Parmi lesquelles cet arbre spontané qui pousse sur tout le bassin méditerranéen : porte le nom de pistachier de lentisque (*Pistacia lentiscus* L.) [1].

Le Pistachier lentisque (Le lentisque), ou *Pistacia lentiscus* est un arbre à mastic, au Languedoc il est appelé restinche .Il est nommé par les anglophones. « Mastic tree » ou « Lentisc ». Le nom pistachier vient du grec *pistakê*. Le nom lentisque vient du latin *lentus* (visqueux). Le pistachier est un arbuste dioïque thermophile à l'écorce lisse et grise, plante de la famille des anacardiacees (anacardiaceae) [2]. Cet arbuste des maquis de toute la région méditerranéenne. La vaste utilisation de cette plante de la pharmacopée arabe et européenne depuis les anciens temps en médecine traditionnelle (soigner quelques irritations de la peau, la chute de cheveux et certains maux de ventre) [2].

L'huile de fruit de lentisque est souvent utilisée comme un remède d'application locale externe sous forme d'onguent pour soigner les brûlures ou les douleurs dorsales. Elle est aussi employée par voie orale contre les problèmes respiratoires d'origine allergique et les ulcères de l'estomac [1].

Cette huile vert jaunâtre est utilisée comme médication externe sous forme d'onguent pour soigner les brûlures ou les douleurs dorsales, elle est recommandée aux diabétiques, dans le traitement des douleurs de l'estomac et en cas de circoncision, ainsi elle est en grande partie employée dans le traitement des troubles respiratoires et les brûlures cutanées dans la médecine traditionnelle [1].

En Algérie cette huile est employée par des personnes dans la médecine traditionnelle comme antidiarrhéique

Notre travail a pour objectif principal de caractériser l'huile de fruit du *Pistacia lentiscus* L. à travers études des différents échantillons par la détermination des indices physico-chimiques, cette caractérisation se fait à travers un dosage des paramètres de qualité physico-chimique de l'huile lentisque.

Ce mémoire est constitué de trois parties :

- La première partie constitue des généralités sur les composés lipidiques, et présente aussi une étude caractéristique de la famille, du genre et de l'espèce de *Pistacia Lentiscus* L.
- La seconde partie décrit le matériel et les méthodes d'analyse physico-chimiques de l'huile de lentisque.
- La troisième partie : est consacrée à la description et la discussion des résultats obtenus.

Ce manuscrit commence par une introduction générale et clôturé par une conclusion.

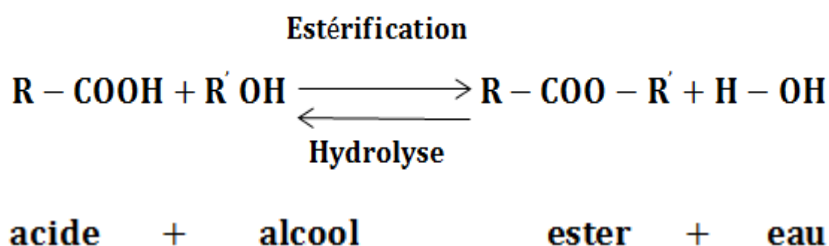
I. Les lipides

I.1. Définition des lipides

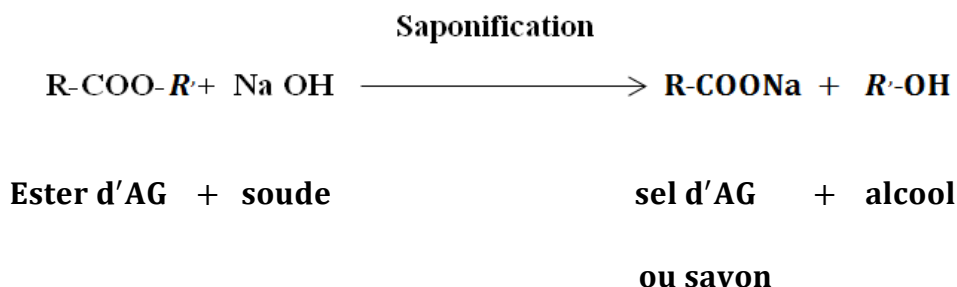
Les lipides constituent un groupe hétérogène de substances insolubles dans l'eau mais soluble dans les solvants organique apolaires (alcool à chaud, éther, chloroforme, benzène...). La structure de base est l'acide gras (AG), composés d'une chaîne hydrocarbonée de diverses longueurs, terminée par un radical acide (COOH). En fait la grande majorité des lipides alimentaires est sous forme de glycérides (ester de glycérol et l'acide gras), qui sont les principaux vecteurs des acides gras. Les autres lipides (phospholipides, Cholestérol, sphingolipides et cérides) sont des molécules plus complexes [5].

I.2. Constituant de lipide

Une réaction importante pour la caractérisation rapide des lipides dans l'aliment est la réaction de la saponification. Les lipides étant en majorité des esters d'alcools et d'acide gras, acides organiques hydrophobes, leur formation et leur dégradation se font selon une réaction lente et réversible.



Pour quantifier les esters lipidiques dans un aliment, la réaction d'hydrolyse est insuffisante puisqu'elle conduit à un équilibre. Par contre, l'action d'une base forte sur les lipides décompose totalement un ester en alcool et en sel d'acide gras, appelé savon. La réaction de saponification est la suivante :



En pratique, en comparant un dosage de lipides totaux d'un aliment et un dosage par saponification, on trouve bien 98 à 99 % de triacylglycérols. Les fractions de 1 et ou 2%

restantes sont « l'insaponifiable », ainsi qualifiée puisqu'elle n'est pas transformée par l'action de base. L'insaponifiable contient essentiellement les alcools libres (glycérol, cholestérol, sistérols chez les végétaux) [11].

I.3. Classification des lipides

On classe les lipides en deux grandes catégories : les lipides à base d'acides gras (lipides saponifiables) et les lipides à base d'isoprène (lipides insaponifiables) (Figure.I.1).

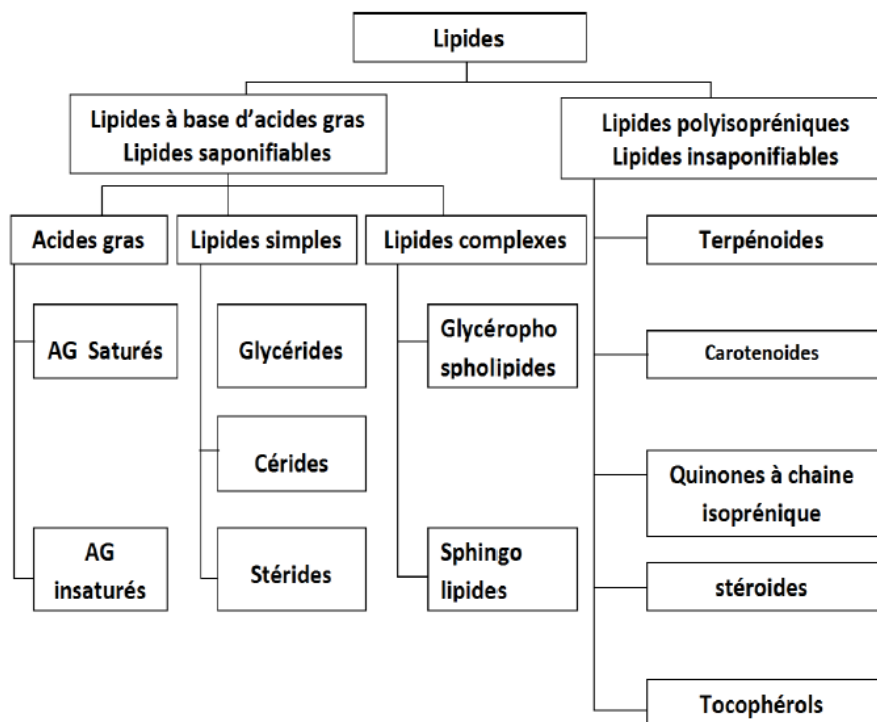


Figure I.1 : Principaux constituants des lipides [3].

✚ Les constituants majeurs des lipides

A. Les acides gras

Les acides gras sont des acides carboxyliques aliphatiques hydrophobes à chaîne carbonée plus ou moins longue dérivant des graisses animales et végétales [11] (Figure I.2). Par extension, le terme « AG » est parfois utilisé pour désigner tous les acides carboxyliques à chaîne carbonée non cyclique. Pratiquement, les AG n'existent pas à l'état libre dans les cellules et les tissus, mais le plus souvent estérifiés à des alcools tel que le glycérol et stérol... [3].



Figure I.2 : Structure des acides gras [3].

Les acides gras (AG) diffèrent donc entre eux, non seulement par la longueur de la chaîne carbonée, mais aussi par le nombre, la position et la structure spatiale (cis ou trans) des doubles liaisons [3]. Donc ces caractères permettent une classification des AG en quatre catégories sont [3] :

- AG volatils (2 à 4 atomes de carbone).
- AG à chaîne courte (6 à 10 atomes de carbone).
- AG à chaîne moyenne (12 à 14 atomes de carbone).
- AG à chaîne longue ($\geq$ à 16 atomes de carbone).

Selon la structure chimique, Les acides gras sont classés en quatre groupes essentiels : AG saturés, AG monosaturés, AG polyinsaturés de la famille $\omega 6$ et AG polyinsaturés de la famille $\omega 3$ [5].

Tableau I.1 : Principaux acides gras.

Acides gras	Dénomination commune	Dénomination simplifiée
Acides gras saturés	Butanoïque	$C_4 : 0$
	Hexanoïque	$C_6 : 0$
	Octanoïque	$C_8 : 0$
	Décanoïque	$C_{10} : 0$
	Dodécanoïque	$C_{12} : 0$
	Tétraanoïque	$C_{14} : 0$
	Hexadécanoïque	$C_{16} : 0$
	Octadécanoïque	$C_{18} : 0$
	Icosanoïque	$C_{20} : 0$
Acides gras monosaturés	Hexadécénioïque	$C_{16} : 1 \omega 7$
	Octadécénioïque	$C_{18} : 1 \omega 9$
	Icosénioïque	$C_{20} : 1 \omega 9$
Acides gras polyinsaturés de la famille $\omega 6$	Octadécadiénioïque	$C_{18} : 2 \omega 6$
	Icosatétraénioïque	$C_{20} : 4 \omega 6$
Acides gras polyinsaturés de la famille $\omega 3$	Octadécatriénioïque	$C_{18} : 3 \omega 3$
	Ecosapentaénoïque (EPA)	$C_{20} : 5 \omega 3$
	Docosahexaénoïque	$C_{22} : 6 \omega 3$

B. Glycérides

Les glycérides (Graisses) sont des lipides simples. Ce sont des esters du glycérol et d'acide gras (un, deux ou trois acides gras). Selon le nombre d'acide gras combinés au glycérol, on distingue les Monoglycérides, Diglycérides et les Triglycérides (Figure I.3) [4]. Les triglycérides sont les constituants principaux des graisses animales et végétales (plus 95 %). Les Mono et Diglycérides sont beaucoup moins abondants que les triglycérides [4].

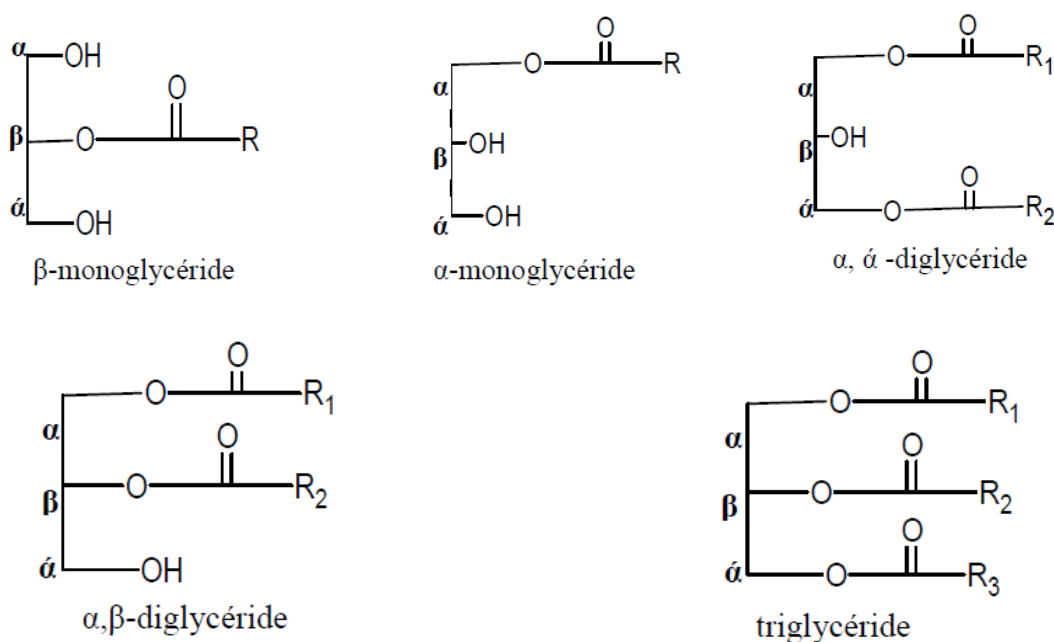
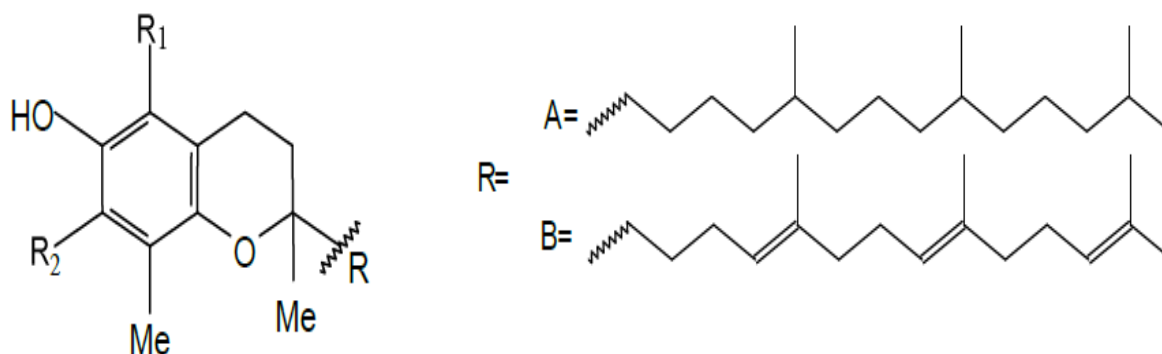


Figure I.3 : Les glycérides [4].

C. Tocophérols

Ces composés sont de 8-méthylchromane-6-ols substitués en position 1 par un groupe méthyle une chaîne de polyisoprénique de seize atomes de carbone saturés tocophérol T ou tri-insaturés tocophérol T₃ (Figure I.4). Cette famille comprend quatre substances α - tocophérol, β - tocophérol, γ - tocophérol, et δ -tocophérol [6], l' α tocophérol est plus fréquent et le plus actif biologiquement et le béta et gamma tocophérol représente une activité vitaminique réduite (respectivement 30 et 15 % environ de l'activité de la forme α tocophérol) [7].



R ₁	R ₂	Composés	
		A	B
CH ₃	CH ₃	α -tocophérol	α -tocotriénol
H	CH ₃	β -tocophérol	β - tocotriénol
CH ₃	H	γ -tocophérol	γ - tocotriénol
H	H	δ -tocophérol	δ - tocotriénol

Figure I.4 : Structure des différents tocophérols et tocotriénols [3].

D. Stérols

Les stérols sont des stéroïdes comprenant au moins un groupement hydroxyle "OH" dans la plupart des cas sur le carbone 3 .Selon l'origine biologique on peut classer les stérols en quatre répartitions, les stérols des animaux (Zoo stérols), stérols des végétaux (Phytostérols), stérols des champignons inférieurs (Mycostérols) et les stérols des algues [8].

Les stérols sont des molécules lipidiques possédant une structure tétracyclique, un groupement hydroxyle sur le troisième carbone et une chaîne aliphatique sur le 17^{ème} carbone [8]. La structure des stérols varie essentiellement au niveau de la nature de la chaîne aliphatique en C₁₇ (nombre de carbone, alkylation et instauration) ainsi qu'au niveau de la position et du nombre d'instauration sur les cycles [8]. La structure chimique de deux stérols majeurs, le sitostérol ou phytostérol (stérol de plantes) et l'ergostérol (stérol de champignons) ont le même noyau (Figure I.5) et il différent par la chaîne latérale. [8].

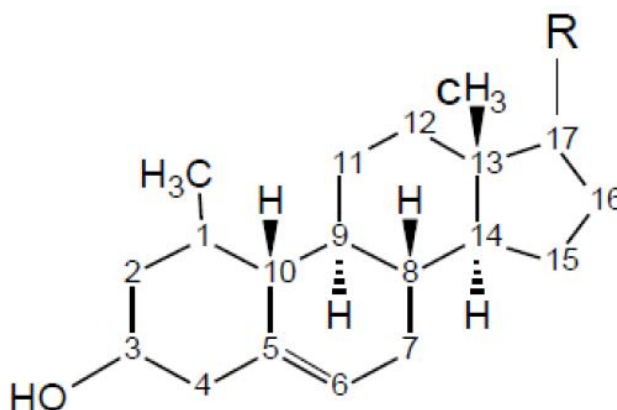


Figure I.5 : Structure de Stérols [3].

I.4. Rôle biologique des lipides

Les lipides jouent un rôle capital pour tous les organismes vivants [9].

- Ils représentent environ 20 % de poids de corps.
- Réserve intercellulaire d'énergie.
- Chaque gramme de lipide peut donner une énergie supérieure ou égale à 9 Kcal/g de lipide. Ils ont un rôle de précurseurs : stéroïdes, vitamines, prostaglandines.
- Les plaques d'athérome constituées de dépôt lipidique entraînent le durcissement des artères (athérosclérose).

I.5. Huile de pistachier lentisque

I.5.1. Pistachier lentisque (*Pistacia lentiscus*)

En Algérie, le genre *Pistacia* est représenté par quatre espèces, en l'occurrence *Pistacia lentiscus*, *Pistacia terebinthus*, *Pistacia vera* et *Pistacia atlantica*. Parmi les espèces du genre *Pistacia*, le *P. lentiscus* L. est un arbrisseau très commun dans notre pays [10].

P. lentiscus est un arbre, de la région méditerranéenne ainsi que le nord algérien, il contribue à constituer les forêts, broussailles, et des maquis, il joue un rôle fondamental dans l'entretien des écosystèmes par sa forte résistance aux changements climatiques. En Algérie, le lentisque se trouve sur le long du Tell et dans les zones forestières (Figure. I.6) [10].

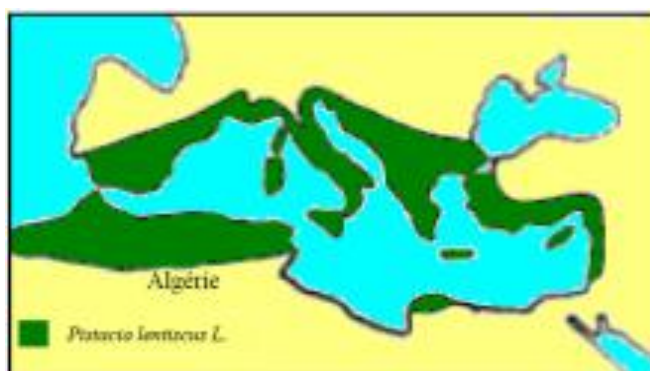


Figure I.6: Aire de répartition de *Pistacia lentiscus* L. autour du bassin Méditerranéen [10].

C'est un arbre de la famille des anacardiées, à feuillage persistant. Elle donne des fruits, au début rouges, et les mûres noirs (Figure I.7). Le pistachier lentisque est connu comme la médecine traditionnelle [1].



Figure I.7 : Arbre de *Pistacia lentiscus* [2].

I.5.2. Classification systématique et description botanique de *P. lentiscus*

Le nom pistachier vient du grec « pistakê ». Le nom lentisque vient du latin « lentus » qui signifie visqueux [12].

- Règne : Plantae.
- Embranchement : Spermatophyta.
- Classe: Dicotyledones.
- Ordre : Sapindales.
- Famille : Anacardiaceae.
- Genre : *pistacia* – pistache.
- Espèce : *Pistacia lentiscus*.

Les noms vernaculaires de *P. lentiscus* sont :

- En anglais : Chios mastic tree.
- En français : Arbre au mastic, Lentisque.
- En arabe : ضرور.

P. lentiscus L. est un arbrisseau dioïque thermophile, vivace ramifié, de 1 à 3 mètres de hauteur (Figure I.8), à odeur de résine fortement âcre. Ses feuilles sont persistantes paripennées, avec 4 à 10 paires de folioles oblongues, elliptiques, obtuses, coriaces, luisantes en dessus, mates et pâles en dessous, elles prennent en hiver une teinte pourprée, pétiole étroitement ailé [13].

Les fleurs sont en grappes spiciformes denses, naissant 1 ou 2 à l'aisselle d'une feuille et égalant au plus la longueur d'une foliole, elles sont unisexuées d'environ trois mm de large et sont très aromatiques, de couleur rougeâtre (Figure I.8) [13]. Le fruit petit (2 à 3 mm) est une drupe sub-globuleuse, apiculée, d'abord rouge, puis noir à la maturité (Figure I.8) pendant l'automne (Octobre- Novembre), Son odeur de térébenthine est forte, et sa saveur est amère, camphrée [13].



Figure I.8 : L'arbre et les fruits de *P.lentiscus* [10].

I.5.3. Huile de fruits de *pistacia lentiscus*

L'Huile de lentisque est extraite à partir du fruit comestible, est de couleur vert jaunâtre elle n'est entièrement liquide qu'à la température de 32 à 34 C°; en-dessous, elle laisse déposer une matière blanche, susceptible de cristallisation, qui bientôt envahit la totalité de l'huile et la solidifie complètement [14].

Cette huile est couramment utilisée pour l'alimentation, l'éclairage et elle entre aussi dans la confection de savons. Cette huile est produite en Algérie, surtout dans le nord du pays où l'espèce est abondant [14].

I.5.4. Extraction de l'huile végétale de *Pistacia lentiscus* L.

Il existe deux méthodes d'extraction de l'huile de lentisque: la méthode traditionnelle artisanale et mécanique. La méthode traditionnelle artisanale est la plus ancienne est la plus répandue, elle utilise la meule en pierre ou par le biais des pieds pour le broyage des fruits de lentisque. La décantation et la séparation de l'huile s'effectuent en bassin. Le ramassage de l'huile s'effectue après filtration manuelle (Figure I.9) [1].



Figure I.9: Extraction de l'huile végétale de *Pistacia lentiscus* L. [13].

I.5.5. Aspects Pharmacologiques de lentisque

Pistachier lentisque est connu pour ses propriétés médicinales depuis l'antiquité. La décoction des racines séchées est efficace contre l'inflammation intestinale et d'estomac ainsi que dans le traitement de l'ulcère [14].

La partie aérienne de *Pistacia lentiscus* L. est largement utilisée en médecine traditionnelle dans le traitement de l'hypertension artérielle grâce à ses propriétés diurétiques, les feuilles ont pourvue d'action anti-inflammatoire, antibactérienne, antifongique, antipyrétique, astringente, hépato-protective, expectorante et stimulante [14].

Elles sont également utilisées dans le traitement d'autres maladies telles que l'eczéma, infections buccales, diarrhées, lithiases rénales, jaunisse, maux de tête, ulcères, maux d'estomac, asthme et problèmes respiratoires [14].

I.5.6. Utilisation thérapeutique traditionnelle

Les médecines traditionnelles pratiquées de part et d'autre des rives de la méditerranée, attribuées au lentisque des vertus dans le traitement des ulcères, des plaies et brûlures légères, et les fruits de lentisque sont utilisés dans le traitement des petites blessures, brûlures légères et érythèmes [10].

L'huile est aussi employée par voie orale contre les problèmes respiratoires d'origine allergique et les ulcères de l'estomac. Ces usages sont surtout répandus à l'Est du pays (région d'El-Milia, Skikda, Guelma). L'huile est également très utilisée pour les mêmes indications en Tunisie [10]. L'huile essentielle de lentisque est connue pour ses vertus thérapeutiques en ce qui concerne les problèmes lymphatiques et circulatoires [14].

II. Matériels et méthodes

II.1. Matériel végétal

Dans ce travail le choix a été retenu sur les huiles de pistachier lentisque extraient par la méthode Soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant organique. Après l'élimination du solvant d'extraction [14], l'extrait obtenu représente la matière grasse contenue dans la prise d'essai. Nous avons choisi 10 échantillons (E1 à E10) d'huile de pistachier lentisque.

II.2. Matériels et l'appareil chimique

Les matériels chimiques utilisés dans ce travail suivants :

Fiole d'ermenmeyer (250 ml) , micro pipettes (100 μ l) , burette(25ml) , bucher (50ml-250ml) , l'zombe jaune et bleu , fiole (25ml) ,ballon à saponifier (250ml) , réfrigérant , Cuve quartz.

Les expériences ont été réalisées, dans leur majorité, dans le laboratoire dès l'appareil utilisés : Balance électrique, ajutateur, bain marie, Réfractomètre, Spectrophotomètre U.V / Visible

II.3. Produits chimiques

Les produits chimiques utilisés dans ce travail, sont d'un grade analytique élevé (Tableau II.1).

Tableau II.1 : Les réactifs chimiques utilisés.

Produits	Marque
Iodure de potassium, Thiosulfate de Sodium.	Sigma-Aldrich
Hydroxyde de potassium	PROLABO
Chloroforme, Acide Acétique.	GPR RECTAPUR
Ethanol, Acide chlorhydrique (36 ,5-38%).	Sigma-Aldrich
Hexane	AnarlaR NORMAPUR
Phénolphtaléine (Ph-Ph)	Riedel-de Haen
Amidon	Gerhard Buchmann GmbH Tuttlingen / Allemagne

II.4. Méthode d'analyse

❖ Caractéristiques physico-chimiques

Nous avons déterminé quelques indices chimiques qui caractérisent les matières grasses, solen les normes **AFNOR** et **ISO**.

Ces indices permettent de faire quelques estimations sur les masses moléculaires moyennes des acides gras et des triglycérides déterminés par l'indice de saponification (I.S), et sur la teneur en acides gras libres par la détermination de l'indice d'acide (I.A). Nous avons également déterminé l'indice de peroxyde pour évaluer le degré d'oxydation des acides gras insaturés et quelques caractéristiques physiques tels que l'indice de réfraction et la densité [16].

II.4.1. Caractéristiques physiques

A. Densité relative

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égale d'eau distillée à la même température [17]. A une température ambiante, un volume précis de corps gras a été pesé. La masse de ce dernier est divisée par la masse du même volume d'eau à la même température [3].

Mode opératoire :

Dans un bécher on mettre une quantité précise d'huile pistachier lentisque à l'aide micro pipette de 100µl.

On prendre même volume d'eau distillée, puis on poser les deux volumes (huile lentisque, l'eau distillée).

La densité relative est donnée par la formule ci-dessous :

$$d = \frac{m_1}{m_2}$$

Où :

m₁ : Masse en (g) d'huile de lentisque.

m₂: Masse en (g) d'eau distillée.

B. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est déterminé dans un réfractomètre à une température proche que possible de la température de référence. La température est choisie de façon que le corps gras soit entièrement liquéfié, la détermination de cet indice est donnée par lecture directe sur le réfractomètre à température ambiante [3].

Le protocole expérimental se fait comme suivant [17] :

- Nettoyer la lame du réfractomètre par le papier joseph.
- Etalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,333.
- Nettoyer la lame du réfractomètre par le papier joseph.
- Déposer quelques gouttes d'huile de lentisque dans la lame du réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié.
- Effectuer la lecture des résultats en prenant compte de la température ambiante.



Figure II.1 : Réfractomètre d'ABBE à la raie «D» du sodium (589,6nm) à la température de référence.

L'indice de réfraction est donné par la formule suivante [17] :

$$n^{20} = n^{\theta} + (\theta - 20) \times 0,0035$$

Où :

n^{20} : L'indice de réfraction à 20°C.

n^{θ} : L'indice de réfraction à θ .

0,0035 : La variation d'indice de réfraction quand la température varie de 1°C.

C. Analyses spectrophotométrique par l'ultra-violet

La détermination de l'absorbance à 232 nm et au voisinage de 270 nm permet la détection des produits d'oxydation des acides gras insaturés, lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée (exp : hydroperoxyde linoléique C18 :2), et des produits secondaires d'oxydation ayant une structure triénique (dans le cas de la présence d'acide gras à trois double liaison) [18].

Mode opératoires [14] :

- On a prisé de 0,25 grammes de l'huile lentisque et solubiliser dans 25 ml de hexane pur.
- Introduire l'échantillon ainsi préparé dans une cuve de quartz de 1cm et procéder à la détermination de son absorbance par rapport à celle de l'hexane dans la cuve de quartz témoin.
- L'absorbance de la solution d'huile lentisque est mesurée dans une cuve de quartz par rapport à celle du solvant utilisé à l'aide d'un spectrophotomètre U.V / Visible (SP-3000 nano OPTIMA) à longueur d'onde spécifiques de 232 et 270 nm.



Figure I.2 : Spectrophotomètre U.V / Visible (SP-3000 nano OPTIMA).

L'extinction spécifique aux longueurs d'ondes précisées est calculée par la formule suivante [17] :

$$\varepsilon = \frac{A_{\lambda}}{C \cdot l}$$

ε : L'extinction spécifique aux longueurs d'ondes spécifique en l^{-1} , mol^{-1} , cm^{-1} .

A_{λ} : Absorbance à la longueur d'onde λ .

C : Concentration de la solution en g/100 ml.

l : l'épaisseur de cuve quartz (1 cm).

Cette analyse prévoit aussi la détermination de la variation de l'extinction spécifique Δk selon l'équation suivante :

$$\Delta k = K_m - \frac{K_{m-4} + K_{m+4}}{2}$$

Où :

K_m : Extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximale m , au environ de 270 nm.

II.4.2. Caractéristiques chimiques

A. Indice d'acide (IA) et Acidité (A%)

- **Indice d'acide (IA)** : est le nombre en milligrammes de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres dans un gramme de corps gras [19].

Donc une quantité de masse bien précise d'huile est solubilisée dans 15 ml de chloroforme (pur). La solution organique est ensuite dosée par une solution éthanœïque d'hydroxyde de potassium 0,2N jusqu'au virage de l'indicateur coloré utilisé. La fin du dosage est marquée par l'apparition d'une couleur légèrement rose [20]. L'indice d'acide est donné par la formule suivante : [20].

$$IA = \frac{V \times N \times 56,1}{m}$$

Où :

V : Volume, en millilitres (ml), de KOH (0,2 N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution potasse (0,2N).

m : Masse en gramme de la prise d'essai.

56,1 : Masse molaire de KOH.

- **L'acidité (A%)** : est l'expression conventionnelle du pourcentage d'acide gras libre [17]. Le principe consiste la mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution titrée d'hydroxydes de potassium (KOH) [2].

Elle correspond à la teneur en pourcentage d'acide gras présent dans l'huile de lentisque et représente un paramètre important dans l'évaluation de sa qualité. Ce dosage nous renseigne sur le degré d'altération de l'huile et d'estimer le taux d'acides gras libres dans l'huile exprimée en acide oléique [20]. L'acidité est mesurée selon la norme (ISO : 660-2003).

Le principe de la détermination de l'acidité d'une huile consiste en un dosage acido-basique correspondant à la neutralisation dont le schéma réactionnel est le suivant : [21]



L'acidité exprimé en % est égale à :

$$A \% = \frac{282,5 \times N \times V \times 100}{m \times 1000}$$

Où :

m : Masse de la prise d'essai en gramme.

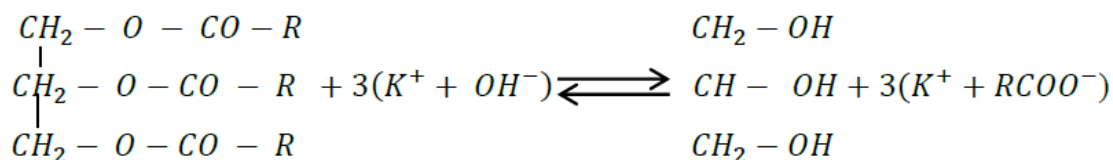
N : Normalité de la solution d'hydroxyde de potassium (0,2 N).

V : Volume de titrage en ml.

282,5 g/ mol : Masse molaire de l'acide oléique.

B. Indice de Saponification (IS)

Il correspond au nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour saponifier à chaud les esters de 1 g de corps gras, suivant la réaction chimique suivante [20]:



- on fait la Saponification de l'huile par une solution alcoolique de potasse 0,5N.
- titrage de l'excès de la potasse par une solution aqueuse d'acide chlorhydrique 0,5N [19].

La détermination de l'indice de saponification est réalisée par la norme (**AFNOR. NF T60-206**) [3]. Une quantité d'un gramme d'huile est saponifiée à reflux par 15 ml de KOH éthanoïque (0,5N) pendant une heure par la suite chauffé à 95° C. L'excès du KOH est neutralisé par d'acide chlorhydrique (0,5N) en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré. Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions sans l'huile [20].

La détermination de l'indice de saponification est réalisée par l'utilisant de norme (**AFNOR. NF T60-206**) et appliquant la relation suivante [3]:

$$IS = \frac{(V_0 - V_1) \times N \times 56,1}{m}$$

Où :

V_0 : Volume de HCl (0,5N) en ml dans le test à blanc en ml.

V_1 : Volume de HCl (0,5N) en ml nécessaire pour neutraliser l'excès de la potasse (0,5N).

m : Masse d'huile prise en gramme.

N : Normalité de la solution potassique.

56,1: Masse molaire de KOH.

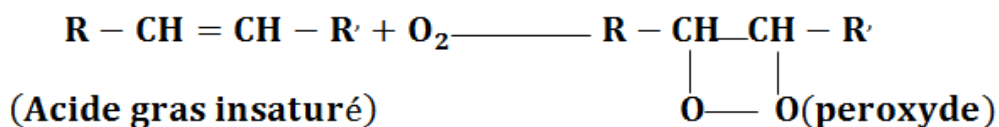
C. Indice de peroxyde (IP)

L'indice de peroxyde d'un corps gras représente le nombre en microgramme d'oxygène actif présent dans 1g de matière grasse. L'oxygène actif est l'oxygène existant sous forme de peroxyde, d'hydroperoxyde ou d'époxyde dans une matière grasse [22].

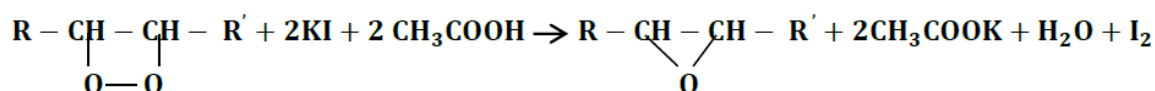
Le principe est basé sur le traitement de l'huile en solution diluée dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), c'est le titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$) [17]. L'indice de peroxyde est mesurée selon la norme (**ISO : 3960-2001**) [22].

Donc on met une quantité d'un gramme d'huile dans une solution d'un mélange d'acide acétique (15ml) et de chloroforme (10ml) pur , traitée ensuite par une solution d'iodure de potassium de 1ml(10%), puis on agite la solution pendant 5 minute après en le conserver dans l'obscurité pendant 5 minute puis on ajoute l'eau(75ml). Puis, on titre par une solution de thiosulfate de sodium (0,01N) par présence d'empois d'amidon (indicateur coloré). Et toujours on réalise un test blanc dans les mêmes conditions [17].

En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés s'oxydent en donnant les peroxydes selon la réaction suivante [22] :



Sur une molécule de peroxyde, une molécule d'oxygène est fixée. Sur les deux atomes d'oxygène fixés, un seul oxygène actif est capable d'oxyder les iodures selon la réaction suivante [22] :



L'indice de peroxyde en milliéquivalent d'O₂/kg est calculé selon l'équation [22] :

$$\text{IP} = \frac{(V - V_0) \times N}{m} \times 1000$$

Où :

V₀: Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

V: Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai en ml.

N: Normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01N).

m: Masse de la prise d'essai en gramme.

III. Résultats et discussion

Pour analyser l'huile de lentisque on a déterminé les caractérisations physico-chimiques (La densité, l'acidité, l'indice de saponification, l'indice de peroxyde et l'indice de réfraction) suivie d'une analyse spectrophotométrie par l'ultra-violet.

Dans notre étude expérimentale, on utilise les normes référentielles AFNOR, COI et ISO.

III.1. Caractéristiques physiques d'huile de pistachier lentisque

III.1.1. Densité relative

La densité des huiles est en fonction non seulement de l'instauration, mais aussi de l'état d'oxydation ou de polymérisation. Les huiles fortement acides ont une densité inférieure à celle des huiles neutres correspondantes et les acides gras ont une densité inférieure à celle de leurs glycérides [2].

Les valeurs des densités des huiles de pistachier lentisque étudiées sont regroupées dans le Tableau III.1.

Tableau III.1 : La densité d'huile lentisque des différents échantillons.

Échantillons	Densité à 20 C°
E1	0,805 ± 0,001
E2	0,9228 ± 0,024
E3	0,8992 ± 0,000
E4	0,8649 ± 0,05
E5	0,8952 ± 0,000
E6	0,9062 ± 0,012
E7	0,9727 ± 0,002
E8	0,9893 ± 0,000
E9	0,9186 ± 0,000
E10	0,9545 ± 0,000

La densité ou masse volumique dépend de la température et de la composition chimique de l'huile. Elle nous renseigne sur la nature de la composante en acides gras, notamment de la longueur de la chaîne, de la présence d'instauration et de fonctionnalité sur la chaîne carbonée [2].

Les résultats qu'on a obtenus (**Tableau III.1**) sont ceux d'essais effectués à une température d'étude de 20°C, les valeurs varient entre 0.805 et 0.9893. Il a été observé que les valeurs de densité des échantillons E1, E3, E4, E5, E6 sont plus faible et leurs densités strictement inférieures à la barre minimale (0.913 pour les huiles non siccatives). Par contre les valeurs des densités des échantillons E2, E9 obtenues sont proches à celles rapporté par Boukeloua (2009) (0,918 à 0,920) dans son étude et par Bouteldj et Kadjoudj (2013) (0.914, 0.915 et 0.920) [1] .

Ces valeurs sont de même ordre que celles trouvées pour certaines huiles grasses [2] :

- huile d'olive qui a une densité située entre 0,910 et 0,916.
- huile de palme, sa densité allant de 0,895 à 0,900.
- huile d'avocat, de densité variante entre 0,910 et 0,920.

Les valeurs des densités d'échantillons E7, E8, E10, ont été élevées, cela peut être expliqué par la présence des insaturations et des corps gras.

III.1.2. Indice de Réfraction (IR)

Les teneurs en indice de Réfraction des échantillons d'huile lentisque de différents échantillons sont illustrées dans le tableau III.2. (Ci-dessous).

L'indice de Réfraction dépend, comme la densité, de la composition chimique de l'huile et de la température. Il croît avec l'insaturation et la présence des chaînes grasses de fonctions secondaires [2] .

Tableau III.2 : Indice de Réfraction d'huile lentisque des différents échantillons.

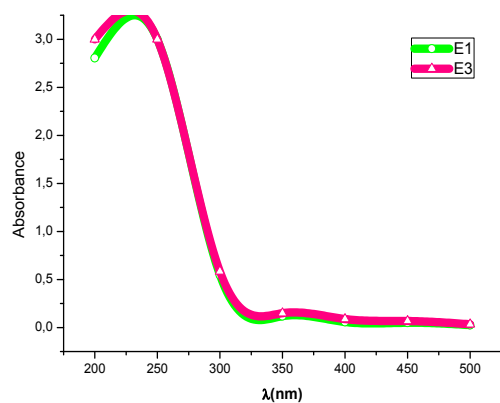
Échantillons	Indice de réfraction (IR) à 20°C
E1	1,4633
E2	1,4662
E3	1,4665
E4	1,4684
E5	1,4677
E6	1,4654
E7	1,4645
E8	1,4671
E9	1,4676
E10	1,4700

- ✓ Les huiles des lentisques montrent des valeurs d'indice de réfraction qui s'échelonnent de 1,4633 à 1,4700 à 20°C (voir **Tableau III.2**), cette valeurs obtenue est proche de celles rapportées par **Karleskind (1992)**, concernant les huiles d'olive, et d'avocat, qui sont respectivement (1,468-1,470) et (1,465-1,474) [14].
- ✓ Nous remarquons que la valeur de l'indice de réfraction de l'échantillon E1 est inférieure à celles des (COI), tandis que les échantillons E2, E3, E6, E7 sont proches à celles publiées par le (COI) [14].
- ✓ Par contre les valeurs des échantillons E4, E5, E8, E9, E10 sont similaires aux celle établies par le (COI) [14].

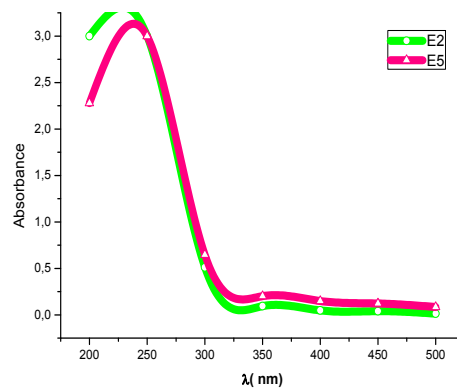
III.1.3. Analyses spectrophotométrique par l'ultra-violet (UV)

L'absorbance de la lumière dans le domaine des UV repose sur la détermination des coefficients d'extinction spécifique, aux radiations de longueur d'onde $\lambda = 232$ nm et $\lambda = 270$ nm.

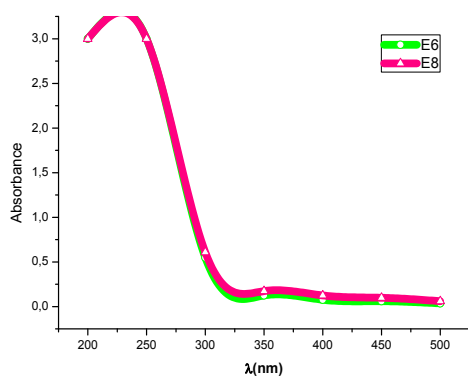
Les figures ci-dessous (**figure III.3.**) représentent les spectres ultra-violets des différentes huiles pistachier lentisque étudiées.



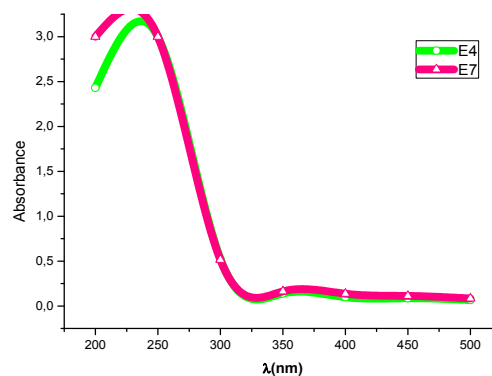
a) E1 et E3



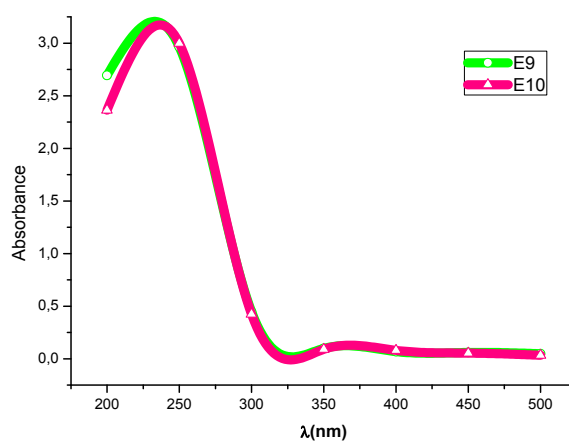
b) E2 et E5



c) E6 et E8



d) E4 et E7



e) E9 et E10

Figure III.3: Spectre d'absorption UV des différentes huiles Pistachier lentisque (E1 à E10).

L'extinction spécifique dans l'UV

L'extinction spécifique des huiles dans l'ultraviolet constitue un paramètre important de leur qualité et l'état d'oxydation de l'huile. En effet, l'absorbance à 232 nm, elle permet d'évaluer la présence de produits primaires d'oxydation des acides gras (hydroperoxydes linoléiques), alors qu'à 270 nm les produits secondaires d'oxydation des acides gras (alcools, cétones,...) sont détectés [17].

Le Tableau ci-dessous nous montre les valeurs obtenues de K_{232} et K_{270} de l'huile lentisque de différents échantillons.

Tableau III.3 : Extinction spécifique et variation de l'extinction spécifique d'huile pistachier lentisque des différents échantillons.

Échantillons	K_{232}	K_{270}	Δk
E1	$2,9880 \pm 0,001$	$1,2948 \pm 0,0009$	$0,0729 \pm 0,0005$
E2	$2,9423 \pm 0,001$	$1,2661 \pm 0,0007$	$0,07063 \pm 0,0005$
E3	$2,9821 \pm 0,003$	$1,2316 \pm 0,0001$	$0,0552 \pm 0,01$
E4	$2,9750 \pm 0,000$	$1,34569 \pm 0,0005$	$0,096195 \pm 0,0002$
E5	$2,9585 \pm 0,001$	$1,3816 \pm 0,000$	$0,069 \pm 0,0005$
E6	$2,9527 \pm 0,001$	$1,3179 \pm 0,000$	$0,08665 \pm 0,0005$
E7	$2,9880 \pm 0,000$	$1,3575 \pm 0,0002$	$0,07315 \pm 0,001$
E8	$2,9609 \pm 0,002$	$1,3028 \pm 0,001$	$0,0558 \pm 0,001$
E9	$2,9785 \pm 0,002$	$1,4297 \pm 0,0001$	$0,09485 \pm 0,001$
E10	$2,9691 \pm 0,000$	$1,4865 \pm 0,0001$	$0,0876 \pm 0,000$

Les valeurs des extinctions spécifiques en ultra-violet K_{232} et K_{270} obtenues pour les échantillons (E1 à E10) indiquent qu'elles excèdent les limites fixées par le Conseil Oléicole International pour les huiles lentisque vierges (**Tableau III.3 et III.4 – III.5**) (Conseil Oléicole International, 2011) [14].

La mesure de l'absorbance à 270 nm montre que les valeurs obtenues étudie à part celles des échantillons (E1 à E10), qui dépassent les limites fixés par le COI (0,25 et 0.3) . Les valeurs de K_{270} varient généralement entre 1,23 et 1,48.

Les valeurs de l'extinction spécifique de à 232 nm (k_{232}) dépassent les normes « COI 2011 », (2,50 et 2,60), puisque toutes les valeurs de (k_{232}) sont limitées entre 2,9423 et 2,988.

Les résultats de cette étude avec huile lentisque par la détermination de l'extinction (k_{232}) et (k_{270}), sont très élevées, et particulièrement (k_{270}). Ce qui montre la présence des produits d'oxydation des acides gras insaturés dans l'huile tels que : Les hydroperoxydes qui absorbent à 232 nm, et les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones qui absorbent au voisinage de 270 nm [14].

Les diènes et les triènes conjugués sont proportionnels au degré d'oxydation des acides gras insaturés en particulier à ses teneurs respectives en acides oléique, linoléique et linolénique [23].

Outre la détermination des extinctions spécifiques aux longueurs d'onde de 232 nm et 270 nm, la méthode officielle d'analyse des huiles prévoit aussi la détermination du ΔK [24].

Quant à la valeur de ΔK , la figure ci-dessous nous renseigne sur les variations de l'extinction spécifique des huiles lentisque étudiées.

Pour les valeurs de ΔK (0,055 à 0,096) que nous avons obtenues, relativement plus élevées par rapport à la norme marocaine pour toutes les catégories d'huiles (la norme recommande un ΔK toujours $\leq 0,01$) [23].

On peut utiliser pour mettre en évidence les triènes conjugués :

- l'aspect caractéristique du spectre UV vers 270 nm.
- l'évaluation des triènes conjugués par la mesure de Δk .

III.2. Caractéristiques chimique de huile pistachier lentisque

III.2.1. Indice d'acide (IA) et Acidité (A%)

III.2.1.1. Indice d'acide (IA)

L'indice d'acide définit la qualité de l'huile. Il caractérise la pureté et la stabilité des huiles à la température ambiante [2].

Les valeurs des indices d'acide d'huile lentisque selon les différents échantillons sont regroupées dans le tableau (III.4).

Tableau III.4 : Indice d'acide d'huile lentisque des différents échantillons.

Échantillons	Indice d'acide (IA)
E1	19,2145 ± 0,000
E2	21,9131 ± 0,2
E3	19,1743 ± 0,0004
E4	13,8027 ± 0,000
E5	19,3869 ± 0,0008
E6	18,3937 ± 0,000
E7	13,0657 ± 0,04
E8	19,6060 ± 0,0004
E9	20,5289 ± 0,01
E10	5,5988 ± 0,01

L'indice d'acide nous renseigne sur le taux d'acides gras libres existant dans l'huile. Les valeurs de l'indice d'acide pour l'échantillon de l'huile de lentisque allant de 5,5988 à 21,9131 mg KOH/g [2].

On remarque que l'échantillons E1, E2, E3, E5, E6, E8, E9, possèdent l'indice d'acide le plus élevé. Tandis que l'indice d'acide moyen d'échantillon pour les échantillons E4, E7, et on remarque que l'indice d'acide (E10) est le plus faible par rapport aux autres indices d'acide.

(CHAREF.2010) reporte des valeurs d'indice acide de 7,7 et de 24 mg KOH/g, pour l'huile de lentisque respectivement extraite des fruits de couleur noire et rouge.

III.2.1.2. Acidité (A%)

L'Acidité libre 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 diglycérides) [1].

Les valeurs de pourcentage d'acidité des échantillons d'huile de lentisque de différents échantillons sont données dans le Tableau ci-dessous.

Tableau III.5: Pourcentage d'acidité d'huile lentisque des différents échantillons.

Échantillons	Acidité (A%)
E1	9,6586 ± 0,000
E2	11,0348 ± 0,2
E3	9,4863 ± 0,0004
E4	6,9383 ± 0,000
E5	9,7449 ± 0,0008
E6	9,2461 ± 0,000
E7	6,5678 ± 0,04
E8	9,8552 ± 0,0004
E9	10,3193 ± 0,01
E10	2,8144 ± 0,01

L'analyse de l'acidité libre des échantillons étudiés a donné les résultats suivants. Ils sont exprimés en pourcentage d'acide oléique. On remarque que l'acidité libre des huiles de lentisque de différents extraits étudiés se situe entre 2,81 et 11,03 %. On remarque que l'acidité libre de l'échantillon E10 existe dans la gamme des normes établies par le Conseil Oléicole International (COI) (0.3-3.3). Par contre les valeurs de l'acidité libre pour les autres échantillons dépassent les limites établies par le (COI). Alors que l'échantillon E2 est largement le plus élevé avec pourcentage de 11,03%.

L'Acidité de l'huile de *Pistacia lentiscus* est élevée comparée aux normes COI et CEE Boukeloua (2009) et Charef et al, (2008). Ont trouvé respectivement 2.955 % et 3.85 %. Sachant que l'acidité est liée directement à l'état de conservation et aux techniques de récolte et d'extraction utilisées. IL est possible d'expliquer ce taux élevé par l'hydrolyse des triglycérides sous l'action de Lipase contenues dans le fruit, entraînant la libération des AG libres [14].

III.2.2.Indice de Saponification (IS)

L'indice de saponification (IS) renseigne sur la longueur des chaînes d'acides gras ; il décroît avec l'augmentation de la longueur de ces chaînes. C'est un indice qui est très utile dans l'industrie des savons. Une huile qui se caractérise par un indice de saponification important, est une huile très commode pour servir dans la fabrication du savon. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant.

Tableau III.6 : Indice de saponification d'huile lentisque des différents extraits.

Échantillons	Indice de Saponification (IS)
E1	185,8965
E2	204,1889
E3	191,2206
E4	204,8319
E5	203,0149
E6	205,3827
E7	174,8367
E8	188,1586
E9	203,2768
E10	200,7114

L'indice de saponification est un indicateur de la masse moléculaire des acides gras et des triglycérides ainsi la longueur de chaîne de carbone qui contient l'huile. Il est inversement proportionnel à la masse moléculaire de l'huile. Les valeurs obtenues de l'indice de saponification des huiles étudiées varient de 174,83 à 205,38 mg KOH/g (Tableau III.6). Les valeurs semblent relativement élevées de celles obtenues par **Charef (2008)** pour la même huile, à savoir un indice de saponification de l'ordre de 147,85 pour l'huile extraite à partir des fruits noirs de *Pistacia lentiscus* tandis que pour les fruits rouge, cet indice est de 154,60.

Les valeurs des indices de saponification de différents échantillons sont beaucoup plus en accord avec des valeurs signalées pour d'autres huiles. Selon Karleskind (1992), les huiles végétales d'olive, de palme et d'avocat ont respectivement des indices de saponification de 184 à 196, de 190 à 205 et de 177 à 198 [10].

Il est noter que les valeurs de saponification les plus élevées correspondent aux échantillons E2, E4, E5, E6, E9, E10 dépassent les limites établie par le COI, montre que l'huile étudiée est moins riche en acide gras à longue chaîne (ce paramètre étant inversement proportionnel à la longueur de la chaîne).

Par contre les valeurs des échantillons E1, E3, E8 sont convenablement aux celle établies par le (COI), et que l'échantillon E7 possède la valeur la plus faible dans l'intervalle établi par les normes (COI), et Charef (2008).

III.2.3.Indice de peroxyde (IP)

L'indice de Peroxyde, nous révèle les premiers degrés d'oxydation de l'huile caractérisés par la présence de peroxydes ou hydro-péroxydes, ces derniers qui évoluent par la suite vers d'autres formes plus stables concrétisées en produits volatiles et non volatiles [1].

Le **Tableau III.7**. Nous dégagent les résultats de l'analyse des indices de peroxyde des différents échantillons.

Tableau III.7 : Indice de peroxyde d'huile lentisque des différentes Échantillons.

Échantillons	Indice de peroxyde (IP)
E1	-
E2	4,2339 ± 0,5
E3	8,6134 ± 0,4
E4	4,9818 ± 0,4
E5	8,4825 ± 0,6
E6	11,4781 ± 0,000
E7	13,7655 ± 0,2
E8	8,4958 ± 1,002
E9	15,3009 ± 0,1
E10	15,9808 ± 0,009

Tous les échantillons analysés avaient des indices de peroxyde sont entrent dans les normes (COI) (≤ 20), les valeurs trouvées varient de 4,23 à 15,98 meq d'O₂/ Kg d'huile lentisque (figure III.10.).De telles valeurs obtenus l'indices des peroxydes d'huile lentisque nous mènent à dire que nos huiles lentisque ne présentent aucun état d'oxydation.

Il est à noter que les valeurs de peroxyde les plus élevées correspondent aux échantillons E10, E9, Légèrement moins élevée que les précédentes, celle dès les échantillons E6 et E7. Les indices de peroxyde pour les échantillons E3, E5, E8, sont encore moins élevés, quant aux huiles E2, E4, ces dernières sont caractérisées par les indices de peroxyde les plus faibles.

Conclusion générale

L'étude que nous avons élaborée tourne autour de l'huile extraite à partir de fruit de l'espèce *Pistacia Lentiscus*. La matière végétale constituant notre corpus d'étude contient dix échantillons, provenant des sites géographiques différents.

Notre travail a pu mettre en évidence certaines informations, notamment sur les aspects physico-chimiques et d'innocuité de l'huile de lentisque. Ce genre de données pourrait contribuer à valoriser ce produit traditionnellement utilisé dans le traitement des petites plaies et brûlures légères.

Actuellement, il y a une découverte que la composition de l'huile de lentisque et ses vertus pharmacologique et thérapeutiques en médecine traditionnelle font d'elle un excellent produit dans la gamme des huiles végétales.

Nous avons déterminé les principales caractéristiques physico-chimiques des huiles extraites des fruits de *pistacia lentiscus*. Les valeurs de ces indices sont proches de celles des huiles végétales alimentaires.

Les résultats obtenus ont montré que les caractéristiques physicochimiques (la densité, l'indice d'acide, l'acidité, l'indice de réfraction, l'indice de saponification, l'indice de peroxyde et l'extinction à $\lambda = 232$ nm (K_{232}) et à $\lambda = 270$ nm (K_{270})) sont conformés aux normes du AFNOR, COI et ISO pour les huiles.

L'étude a permis de mesurer certains paramètres physico-chimiques de l'huile de lentisque, à savoir :

- L'huile de lentisque a une densité relative et un indice de réfraction très proches aux résultats donnés par d'autres huiles végétales.
- L'extinction spécifique à 270nm (K_{270}) qui est de varier généralement entre **1,23 et 1,48**.
- Son acidité (**2,81 et 11,03 %**) et son indice d'acide sont acceptables, comparativement à d'autres valeurs données par d'autres auteurs pour la même huile.
- Les indices de saponification varient de **174,8367 à 205,3827** mg de KOH/g d'huile qui sont dans les normes du AFNOR Alimentaire.

- l'indice de peroxyde (IP) oscille entre **4,2339** pour l'échantillon E₂ et **15,9808** méq O₂ actif / kg pour l'échantillon E₁₀. Ces valeurs restent inférieures à la limite établie par la norme commerciale du Conseil Oléicole International (≤ 20 méq O₂ actif / kg).

L'ensemble des résultats a permis de mettre en valeur cette variété d'huile *pistacia lentiscus*. L'analyse de ses caractéristiques physico-chimiques a montré qu'elle est dans les normes Internationales.

Après l'ensemble des résultats obtenus, nous pouvons conclure que les échantillons des huiles pistachier lentisque sont des qualités acceptables. Notamment pour les échantillons de (**E₄, E₇, E₁₀**) qui sont des bonnes qualités.

De manière générale, nous pouvons dire que les résultats obtenus, lors de cette étude, sont très encourageants.

En effet, nos perspectives se résument comme suit :

- Une recherche approfondie en vue de définir sa composition en fraction saponifiable et mon saponifiable (triglycérides, tocophérols, stérols, etc...).
- Une recherche sérieuse d'une meilleure exploitation de cette huile dans les domaines pharmaceutique, nutritionnel et technologie agro-alimentaire.
- Une recherche de molécules anti-oxydantes pouvant être utilisées dans les procédés de conservation des produits alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques.

Sommaire

Remerciements	
Dédicaces	
Sommaire	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale.....	1

Première partie

Synthèse bibliographique

I. Les lipides	3
I.1. Définition des lipides.....	3
I.2. Constituant de lipide.....	3
I.3. Classification des lipides.....	4
Les constituants majeurs des lipides.....	4
A. Les acides gras.....	4
B. Glycérides.....	6
C .Tocophérols	6
D. Stérols.....	7
I.4. Rôle biologique des lipides.....	8
I.5. Huile de pistachier lentisque.....	8
I.5.1. Pistachier lentisque	8
I.5.2. Classification systématique et description botanique de <i>P. lentiscus</i>	9
I.5.3. Huile de fruits de <i>pistacia lentiscus</i>	10
I.5.4. Extraction de l'huile végétale de <i>Pistacia lentiscus</i> L.....	11
I.5.5. Aspects Pharmacologiques de lentisque.....	11
I.5.6. Utilisation thérapeutique traditionnelle.....	12

Deuxième partie

Matériels et méthodes

II. Matériel et méthodes.....	13
II.1. Matériel végétal.....	13
II.2. Matériels et l'appareil chimique.....	13
II.3. Produits chimiques.....	13

II.4. Méthode d'analyse.....	14
Caractéristiques physico-chimiques.....	14
II.4.1. Caractéristiques physiques	14
A. Densité relative	14
B. Indice de réfraction	15
C. Analyse spectrophotométrique par l'ultra-violet.....	16
II.4.2. Caractéristiques chimiques.....	17
A. Indice d'acide (IA) et Acidité (A%).....	17
B. Indice de Saponification (IS).....	18
C. Indice de peroxyde (IP).....	19

Troisième partie
Résultats et Discussions

III. Résultats et discussion.....	21
III.1. Caractéristiques physiques d'huile de pistachier lentisque.....	21
III.1.1. Densité relative	21
III.1.2. Indice de réfraction (IR).....	22
III.1.3. Analyse spectrophotométrique par l'ultra-violet (UV).....	23
III.2. Caractéristiques chimique de huile pistachier lentisque.....	26
III.2.1. Indice d'acide (IA) et Acidité (A%).....	26
III.2.1.1. Indice d'acide (IA).....	26
III.2.1.2. Acidité (A%).....	27
III.2.2. Indice de Saponification (IS).....	28
III.2.3. Indice de peroxyde (IP).....	30
Conclusion générale.....	31
Références bibliographique.....	33

يعتبر "الضرو" نبات منتشر بكثرة في منطقة البحر الأبيض المتوسط، خاصة في الجزائر. حيث أن ثماره تعطي زيتا يدعى "زيت الضرو" الذي يعرف بفوائده الهامة منذ القدم. و لذلك يتطلب منا القيام بتحليل تسمح بتصنيفه وفقا لمعايير الجودة الدولية. خلال هذه الدراسة تم اختيار عشر عينات من هذا الزيت. حيث قمنا بتحديد الخصائص الفيزيائية و الكيميائية لزيت الضرو. النتائج المتحصل عليها بينت أن زيت الضرو له معامل انكسار و كثافة مقاربة للزيوت النباتية الأخرى مثل زيت الزيتون. نسبة الحموضة تراوحت بين 2,81 % و 11,03 % و هي نسب مقبولة. معامل التصبن لمختلف عينات الزيت موافقة للمعايير AFNOR الغذائية. وجدنا كذلك قيم معامل البيروكسيد محصورة بين 4,2339 و 15,9808 ميلي مكافئ O₂ / كغ . مجمل هذه النتائج يعطي أهمية و قيمة لزيت الضرو، و تشجع على زيادة البحث في هذا الموضوع.

الكلمات الدالة : شجرة الضرو ، زيت الضرو ، المعاملات الكيميائية ، المعاملات الفيزيائية .

RESUME

Pistacia lentiscus L. est un arbre végétal abondant dans toute la région méditerranéenne, notamment en Algérie. Ses fruits nous offrent à travers l'oléiculture l'huile de lentisque, dont les vertus sont importantes et connues depuis très longtemps.

Pour cela, nous oblige à faire des analyses qui permettent de classer cette huile végétale selon les normes internationales de qualité.

Au cours de cette étude, nous avons choisi dix échantillons de cette huile. Où nous avons déterminé les propriétés physico-chimiques d'huile de lentisque. Les résultats obtenus ont montré que l'huile de pistachier de lentisque a un indice de réfraction et une densité plus proche aux autres huiles végétales tels que l'huile d'olive. L'acidité comprise entre 2,81% et 11,03% qui sont des valeurs acceptables. L'indice de saponification de divers échantillons d'huile possède des valeurs compatibles avec les normes AFNOR alimentaire. Nous avons trouvé ainsi que les valeurs d'indice de peroxyde sont illustrées entre 4.2339 et 15.9808 méq O₂ actif / kg.

Ces résultats ont montré l'importance et la valeur de cette huile, et donnent des encouragements à poursuivre les recherches dans ce sujet.

Mots clés: *Pistacia lentiscus* , huile de lentisque , indices chimiques , indices physiques.

ABSTRACT

Pistacia lentiscus L. is an abundant plant species throughout the Mediterranean region, notably in Algeria. Its fruits offer us through olive growing the lentisque oil, whose virtues are important and known for a very long time.

For this reason we are obliged to carry out analyzes which make it possible to classify this vegetable oil according to international quality standards. In this study, we selected ten samples of this oil. Or we determined the physico-chemical properties of lentisk oil.

The results obtained have shown that the lentisk pistachio oil has a refractive index and a density closer to other vegetable oils such as olive oil. The acidity between 2.81% and 11.03% which are acceptable values. The saponification index of various oil samples has values that are compatible with the AFNOR food standards. We have thus found that the peroxide index values are illustrated between 4.2339 and 15.9808 meq O₂ active / kg.

These results have shown the importance and value of this oil, and give encouragement to continue research into this subject.

Keywords: *Pistacia lentiscus*, lentisk oil, chemical indices, physical indices.

- [1] **BENSALEM Ghada** .l'huile de lentisque (*pistacia lentiscus* L.) dans l'est algerien : caracteristiques physico-chimiques et composition en acides gras. Mémoire de Magister, Université Constantine, 2015, PP.16-76.
- [2] **CHAREF Mahmoud** .Contribution à l'étude de la composition chimique et étude des propriétés phytochimiques et nutritionnelles des lipides des fruits de *Pistacia lentiscus* et du *Quercus*. Thèse de Doctorat, Université d'Ouargla, 2011, PP.7-17.
- [3] **BENALIA Mohamed**. Etude de la fraction lipidique de quelques graines de cucurbitacées. Thèse de Doctorat, Université d'Ouargla, 2016, PP.8-22.
- [4] **HADBAOUI Zineb** .Evaluation de l'activité antioxydante des fractions lipidiques, protéiques et phénoliques de Sorgho et de Mil de Ain Saleh. Thèse de Doctorat, Université d'Ouargla, 2013, P.47.
- [5] **BELHADJ S**. Etude Eco-Botanique de *pistacia atlantica* DESF. (ANACARDIACEAE) en Algérie, préalable à la conservation des ressources génétiques de l'espèce et à sa valorisation. Thèse de Doctorat, Université Tizi-Ouzou, 2007, P.200.
- [6] **Naudet M**. Manuel des corps gras .Tomel, Edition : Technique et documentation Lavoisier, Paris, 1992, PP. 42-45.
- [7] **MORDRET M, François**. Etude de l'insaponifiable des huiles de colza, soja et tournesol. Thèse de Doctorat, 1971, PP. 54-55.
- [8] **KHAMED Oussama, BENSEGHIER Kaoutar**. Huiles Alimentaire de graines *Pinus pinea* Extraction et Caractérisation physique-chimique. Mémoire de Fin d'études d'ingénieur, Université d'Ouargla. 2014, p.44.
- [9] **D.G. Cram, G.S Hammoud, VILLARS Quatheir** .Chimie organique. 2^{ème} Edition, 1968, PP. 918-930.
- [10] **BOUKELOUA Ahmed**. Caractérisation botanique et chimique et evaluation pharmacotoxicologique d'une preparation topique à base d'huile de *pistacia lentiscus* L. (anacardiaceae). Mémoire de Magister, Université Constantine, 2009, PP.3-52.
- [11] **Bernard Jacotot, Bernard Campillo**. Nutrition humaine. Edition: Masson, Paris, 2003, PP. 10-14.
- [12] **DJERROU Zouhir**. <http://dictionnaire.sensagent.com/1753/fr-fr/> (Consulté, le 11/02/2017).

- [13] **DJERROU Zouhir.** Etude des effets pharmaco toxicologiques se plantes médicinales d'Algérie : Activité cicatrisante et innocuité de l'huile végétale de *pistacia lentiscus* L. Thèse de Doctorat, Université Constantine, 2011, PP.4-65.
- [14] **BOUGHERARA MERZOUGUI Imane.** Caractérisation physicochimique et biochimique d'un extrait de *Pistacia Lentiscus* et détermination de ses effets sur certains paramètres biologiques. Thèse de Doctorat, Université Annaba, 2015, PP.9-36.
- [15] **AFNOR.** Recueil de normes françaises des corps gras, graines oléagineuse, produits dérivés. 3^{ème} Edition, 1984.
- [16] **RONON Aparicio, JOHN Harword.** Hand book of olive oil, second Edition.
- [17] **CHEIKH Myriam.** Caractérisation des Acides Gras de l'Huile d'Olive de Sabra en corrélation avec l'évaluation Sensorielle et l'Analyse Physico-chimique. Mémoire de Magister, Université de Tlemcen, 2016, PP.33-42.
- [18] **ISO.** Détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet. (2002): 3956.
- [19] **Yousfi. M.** Caractérisation des molécules lipidiques et phénoliques de *Pistacia atlantica*. Thèse Doctorat, Université de Blida, Algérie ,2005.
- [20] **HAMIA Chahrazed.** Contribution à la composition et à l'étude chimique de l'huile du fruit de l'Arganier « *Agraina spinosa* ». Mémoire de Magister Université d'Ouargla, 2007, PP.26-27.
- [21] **AFNOR.** Détermination de l'Acidité libre. Recueil de normes françaises, Paris, (1984).
- [22] **ISO.** Détermination de l'indice de peroxyde. (1996): 3960.
- [23] **V.SCIANCALEPORE.** Utet Olive oil wine and milk industries. Italie, PP. 155-166.
- [24] **KOUIDRI Mohamed .**Extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile d'argan provenant d'arbres cultiyés dans deux régions de l'algérie (Tindouf et Mostaganem). Mémoire de Magister Université de Chleff, 2007-2008.



INTRODUCTION

GENERALE

SOMMAIRE

PARTIE I :

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

PARTIE II :

MATERIELS

ET

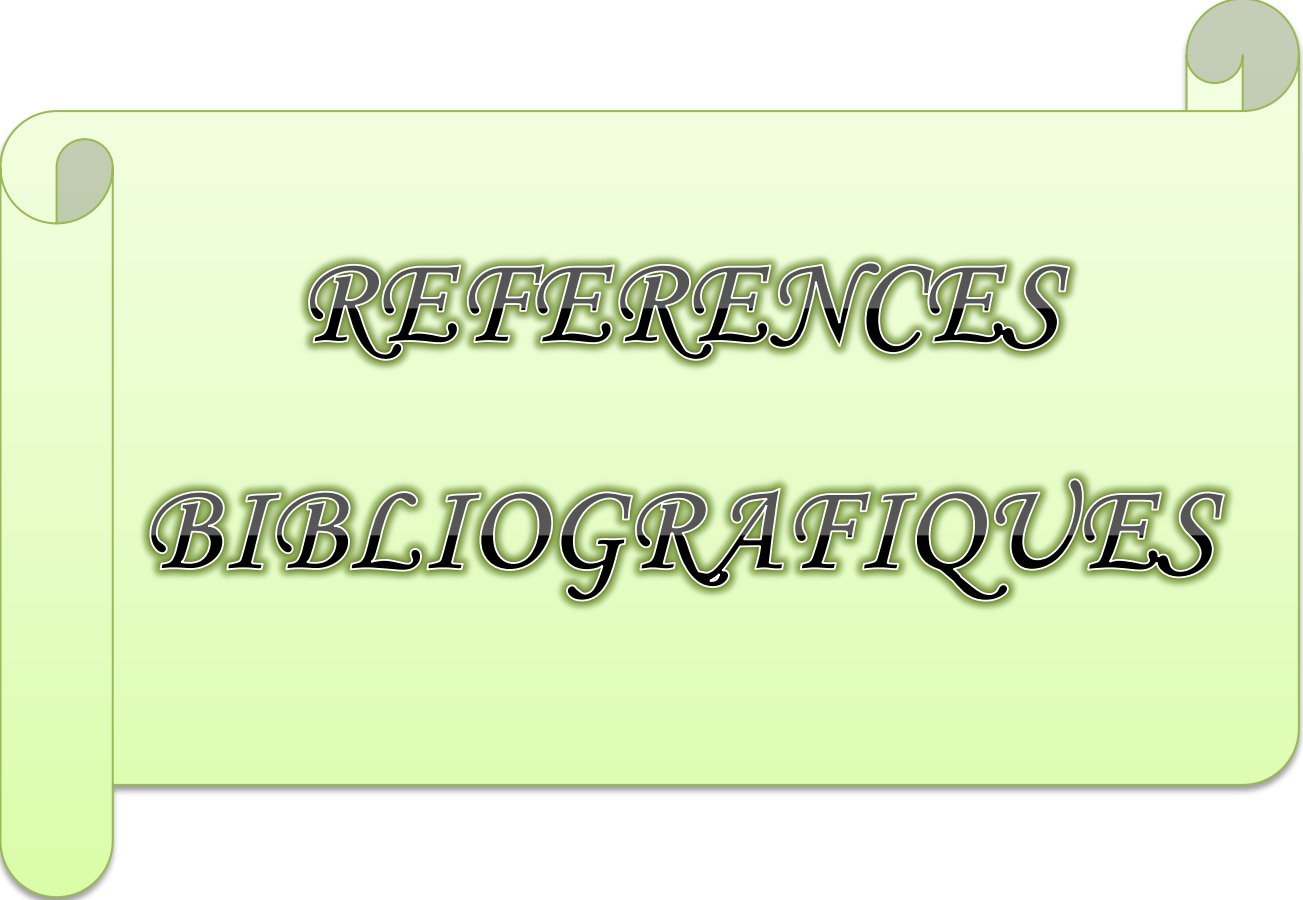
METHODE

PARTIE III :

RESULTATS

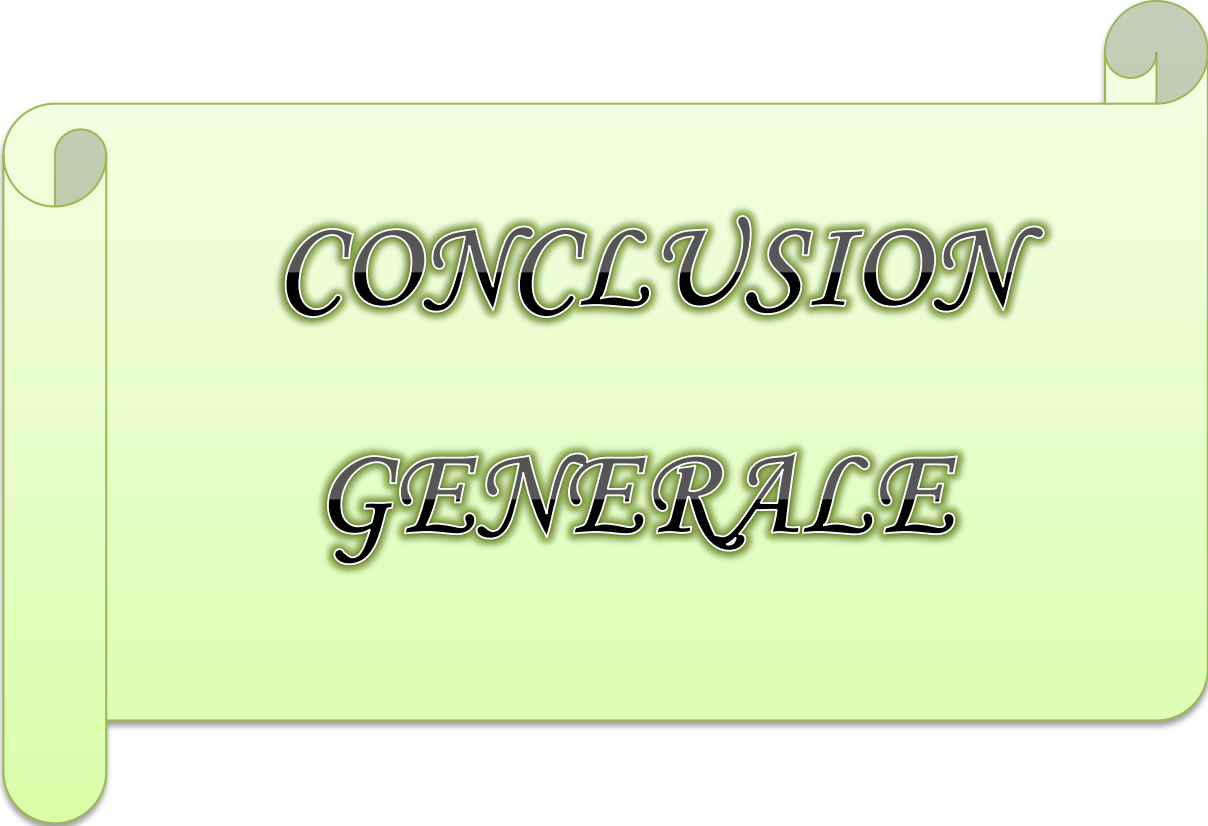
ET

DISCUSSION



REFERENCES

BIBLIOGRAPHIQUES



CONCLUSION

GENERALE