

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE**  
**SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE CONSTANTINE -1-**

**INSTITUT DE LA NUTRITION, DE L'ALIMENTATION ET DES TECHNOLOGIES**  
**AGRO-ALIMENTAIRES (I.N.A.T.A.A.)**



N° d'ordre :  
N° de série :

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme  
de magister en sciences alimentaires

**Option** : Technologies Alimentaires

**Thème** :

---

Effet antioxydant de l'huile essentielle de la plante Guezzah  
(*Pituranthos chloranthus*) incorporée dans des shortenings  
produits au niveau de CEVITAL SPA.

---

Présenté par:

**SABOUNI Rima**

Devant le Jury composé de :

<b>Président :</b>	ZIDOUNE M. N.	Professeur	I.N.A.T.A.A. U.C. -1-
<b>Promoteur :</b>	NAMOUNE H.	Professeur	I.N.A.T.A.A. U.C. -1-
<b>Examineurs :</b>	AGLI A.	Professeur	I.N.A.T.A.A. U.C. -1-
	KHELIFI D.	Professeur	S.N.V. U.C.-1-

Année universitaire 2014-2015.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

*Avant tout j'oriente mon grand remerciement au Dieu le tout puissant « ALLAH » qui nous a créés, soutenu, aidé et surtout il m'a donné la volonté et la patience pour réaliser ce travail qui était un rêve pour moi, mais aussi il m'a accordé mes prières et il m'a réalisé le rêve dans des conditions extraordinaires en disant الحمد لله*

*Trois bougies repoussent les ténèbres : la vérité,  
la connaissance et les lois de la nature.*

---

*Proverbe celtique*

*Tout ce que tu feras sera dérisoire, mais il est essentiel  
que tu le fasses.*

---

*Gandhi*

# Remerciement

*A cette occasion, j'exprime l'honneur que j'ai eu en partageant ce travail avec **Mr NAMUONE H.**, Professeur à l'INATAA, avec ma profonde gratitude de m'avoir donné l'occasion de travailler sur ce thème que j'ai proposé en assurant son encadrement. Je lui serai éternellement reconnaissante pour cette expérience, ses conseils et la confiance qu'il a mise en moi.*

*Je tiens à présenter toute ma gratitude à **Mr ZIDOUNE M. N.**, Professeur à l'INATAA, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider la commission d'examen de ce travail, et je suis tellement reconnaissante de m'avoir donné l'occasion pour expérimenter au sein de son laboratoire et surtout de m'avoir considéré membre de son équipe.*

*Je remercie également les deux examinateurs, **Mr AGLI A.** Professeur à l'INATAA. et **Mr KHELIFI D.** Professeur à l'université Constantine 1, d'avoir accepté le jugement de ce travail. Veuillez trouver ici l'expression de mes sincères reconnaissances.*

*J'exprime mes vifs remerciements à **Mr CHIKHOUNE A.**, enseignant chercheur à l'INATAA, de m'avoir partagé ce travail comme Co-promoteur, de m'avoir guidé, tout au long de ce parcours scientifique et de m'avoir facilité les taches surtout au niveau de l'entreprise **CEVITAL SPA.** dont Je remercie son équipe, Laboratoire de Contrôle de la Qualité et Département de Recherches et Développement ainsi que l'ensemble de leur personnel et tout particulièrement **Mr HADJEDJ, Mr TOUNSI, Mr ALIANE, Mr HADJEL, Mme SONIA et Mme BOUKRARA Zyna** pour m'avoir accueillie et permis d'effectuer les différents tests et analyses nécessaires à la réalisation de certaines parties de ce travail.*

*Des remerciements spéciaux pour **M<sup>me</sup> BARKAT** de m'avoir aidé pour la réalisation d'une étape très importante dans la partie expérimentale de ce travail.*

*Je remercie également tout le personnel administratif de l'INATAA, le personnel du laboratoire L.N.T.A., mes vifs remerciements s'adressent aussi aux ingénieurs et ingénieurs des laboratoires pédagogiques, pour leur aide si précieuse, en tête **M<sup>me</sup> TRAD, Linda et Diaf.***

*Je tiens aussi à remercier sincèrement toute mes collègues et mes amies particulièrement ceux et celles qui m'ont aidé de près ou de loin, surtout **Fatiha, Louiza, Hocine, Alla et Aouatef.***

### *Je dédie ce mémoire:*

*À mes très chers parents, qui ont tout sacrifié pour moi dans toute ma vie et m'ont donné toute la liberté pour mes choix dans la vie et qui seraient très fiers et heureux de me voir réussir, je leur demande de la santé, de la miséricorde et du pardon de dieu et d'atteindre le grade le plus élevé dans le paradis, A travers ce travail je vous témoigne mon amour et ma gratitude.*

*À la mémoire de mes grands parents qui ont m'élevé durant m'enfance et je leur demande toujours de la miséricorde et du pardon de Dieu.*

*A mes chers sœurs et frères : Nadira, Selma, Nasreddine et Ziad, je leur souhaite tout le bonheur, la santé et la réussite à leur vie.*

*A mon neveu Ouassim « chouchou de notre famille » qui a éclairé notre vie familiale par son arrivé qu'Allah t'accordera une longue et très belle vie, et une spéciale reconnaissance à son père et mon beau frère Youcef.*

*A toute ma grande famille, mes cousins et mes cousines et spécialement à mes tantes Zahia et Manouba, oncle Saïd, Maïssa, Fateh et Karima pour leur soutien inestimable. « J'ai apprécié beaucoup leur faveur »*

*A toi Anis la lumière et l'âme de ce travail, pour tous les efforts fournis à la bonne réalisation de ce travail « Mon partenaire de travail j'apprécie beaucoup ton aide si précieuse ».*

*A toi Louiza la fleur de ma vie qui a parfumé mes jours et mes nuits tout au long de ma vie universitaire par sa présence à tout moment près de moi surtout aux moments les plus difficiles. « Ma très cher sœur je te souhaite tout le bonheur et que dieu nous rassemblerait toujours ».*

*A toi Radouan de bien apprécier mon parcours d'étude d'une façon formidable et de m'avoir donné encore de la volonté pour continuer mes études pour des fins honnêtes et sincères « j'apprécier moi-même ton parcours et je prie pour que je puisse te réaliser l'un de tes souhaits, car tu mérite tout le bonheur».*

*A tout mes collègues et Mes chers amis et amies d'enfance et ceux de l'INATAA en citant : Louiza, Fatima, Saïda, Ahlem, Nassima, Madina, Imen, Agena, Farida, Hayat, Hayette, Aouatef, Hayet, Selma, Fouzia, Yamina, Zina, Sara, Btisso, Hocine, Alla et Nafaa. Pour leur aide inestimable, mais aussi pour leur amitié précieuse, qu'ils trouvent ici les plus sincères marques d'affection.*

*A tout le personnel de l'I.N.A.T.A.A surtout notre promotion de Magister, nos enseignants et enseignantes.*

*A toutes celles et à tous ceux qui m'aiment;*

*« Je réitère la protection de DIEU pour que je puisse poursuivre la mission qui m'a été confié ».*

## Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction.....1

### **REVUE BIBLIOGRAPHIQUE**

**Chapitre I. SHORTENING ET OXYDATION** .....3

I.1. Histoire de production de margarine/shortening ..... 3

I.2. Définition du shortening ..... 3

I.3. Composition globale ..... 4

I.4. Schéma général de fabrication ..... 4

I.5. Les fonctions liées aux shortenings ..... 6

I.6. Types de shortenings ..... 6

I.7. Facteurs de détérioration des shortenings ..... 7

II. oxydation des lipides ..... 7

II.1. Etapes et facteurs favorisant l'oxydation des lipides ..... 8

II.2. Activité antioxydante ..... 9

II.3. Types d'antioxydants ..... 9

**Chapitre II. HUILES ESSENTIELLES DE *P.CHLORANTHUS*** .....11

I. Présentation de la famille des Apiacées (Ombellifères) ..... 11

II. Le genre *Pituranthos* ..... 12

III. Description de l'espèce *Pituranthos chloranthus* ..... 13

III.1. Ecologie ..... 13

III.2. Etymologie et Noms communs ..... 13

III.3. Morphologie et description botanique ..... 13

III.4. Médecine traditionnelle et connaissance locale .....	14
III.5. Composition chimique .....	15
III.6. Huiles essentielles de <i>Pituranthos chloranthus</i> .....	16
III.6.1. Définition, localisation et répartition des huiles essentielles.....	16
III.6.2. Emplois des huiles essentielles .....	16
III.6.3. Propriétés physiques des huiles essentielles .....	17
III.6.4. Composition chimique des huiles essentielles .....	17
III.6.5. Facteurs de variabilité des huiles essentielles .....	18
III.6.6. Méthodes d'extraction des huiles essentielles .....	18
III.6.7. Composition chimique de l'huile essentielle de <i>P. chloranthus</i> .....	20
III.6.8. Activités biologiques de l'huile essentielle de <i>P. chloranthus</i> .....	22

## ***PARTIE EXPERIMENTALE***

<b>CHAPITRE I. MATERIEL ET METHODES</b> .....	24
I. Matériel végétal .....	24
I.1. Collecte .....	24
I.2. Détermination du taux d'humidité .....	24
II. Huile essentielle de <i>P.chloranthus</i> .....	25
II.1. Dispositif d'extraction .....	25
II.2. Hydrodistillation .....	25
II.3. Calcul du rendement .....	26
II.4. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle .....	26
II.5. Etude de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de <i>P.chloranthus</i> .....	26
II.5.1. Pouvoir réducteur .....	26
II.5.2. Effet scavenging du radical DPPH' .....	27
II.5.3. Test de blanchiment du $\beta$ -carotène .....	29
III. Elaboration du shortening et incorporation de l'EHS de <i>P.chloranthus</i> .....	29
III.1. Composition du blend .....	29

III.1.1. Formulation à l'échelle laboratoire .....	30
IV. Caractérisation physico-chimique du shortening élaboré .....	31
IV.1. Détermination du taux de solide par RMN (teneur en corps gras solides) ou SFC ...	31
IV.2. Détermination du point de fusion .....	31
IV.3. Détermination des indices de qualité .....	32
IV.3.1. Détermination de l'indice de peroxyde .....	32
IV.3.2. Acidité .....	33
V. Evaluation de la stabilité oxydative du shortening .....	34
V.1. Test d'accélération de l'oxydation ou test Rancimat .....	34
V.2. Test de Shaal ou méthode à l'étuve .....	36
VI. Analyses statistiques .....	36
<b>CHAPITRE II. RESULTATS ET DISCUSSIONS</b> .....	<b>37</b>
1. Taux d'humidité .....	37
2. Rendement en huiles essentielles .....	37
3. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle .....	38
4. Activité antioxydante .....	39
4.1. Pouvoir réducteur .....	39
4.2. Evaluation de l'activité antiradicalaire par le DPPH• .....	40
4.3. Test de blanchiment du $\beta$ -carotène .....	43
5. Physico-chimie et stabilité oxydative du shortening élaboré par incorporation de l'HEs de <i>P. chloranthus</i> .....	44
5.1. Caractéristiques physicochimiques .....	44
5.2. Stabilité oxydative du shortening élaboré .....	46
5.2.1. Test d'accélération de l'oxydation ou test Rancimat .....	46
5.2.2. Test de Shaal modifié .....	48
Conclusions et perspectives .....	50
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	52
ANNEXES	

*Liste des tableaux*

<b>Tableau I.</b> Principaux types de shortening introduits dans les marchés .....	6
<b>Tableau II.</b> Classification des antioxydants .....	10
<b>Tableau III.</b> Composition chimique de <i>P.chloranthus</i> .....	15
<b>Tableau IV.</b> Composition Chimique de <i>P. chloranthus</i> d'après FERHI <i>et al.</i> (2014) .....	16
<b>Tableau V.</b> Avantages et inconvénients de différentes méthodes d'extraction .....	19
<b>Tableau VI.</b> Composition Chimique de l'huile essentielle de <i>P. chloranthus</i> d'après DAHIA (2009). .....	20
<b>Tableau VII.</b> Rendements en HEs de <i>Pituranthos chloranthus</i> de trois régions de la Tunisie .....	37
<b>Tableau VIII.</b> Pouvoir réducteur (PR) et concentration inhibitrice (IC <sub>50</sub> ) de l'huile essentielle de <i>P. chloranthus</i> (HEs) et de $\alpha$ -tocophérol de deux tests (DPPH et pouvoir réducteur).....	42
<b>Tableau IX.</b> Caractéristiques physico-chimiques du shortening élaboré. ....	45
<b>Tableau X.</b> Stabilité oxydative du shortening incorporé de l'huile essentielle de <i>P. chloranthus</i> évaluée par le test Rancimat. ....	47

Liste des figures

<b>Figure 1.</b> Schéma général de fabrication du shortening sur le modèle de la margarine .....	5
<b>Figure 2.</b> Mécanisme d'auto-oxydation des lipides .....	8
<b>Figure 3.</b> <i>Pituranthos chloranthus</i> dans les régions sahariennes .....	14
<b>Figure 4.</b> Les principaux métabolites secondaires constituant le <i>Pituranthos chloranthus</i> . .....	21
<b>Figure 5.</b> Les parties aériennes de la plante <i>Pituranthos chloranthus</i> (b), <i>P.chloranthus</i> coupée (a). .....	24
<b>Figure 6.</b> Structure chimique et réaction du DPPH• avec un donneur d'hydrogène A-H ....	28
<b>Figure 7.</b> Formulation du shortening à l'échelle laboratoire .....	30
<b>Figure 8.</b> Evolution du rendement en fonction du temps d'extraction d'huile essentielle de <i>P.chloranthus</i> . .....	38
<b>Figure 9.</b> Courbe d'étalonnage de $\alpha$ -tocophérol. ....	40
<b>Figure 10.</b> Variation du pourcentage d'inhibition du DPPH• en fonction des concentrations de l'HEs et de l' $\alpha$ -tocophérol (vitamine E). .....	41
<b>Figure 11.</b> Cinétique de blanchiment du $\beta$ -carotène en fonction du temps. ....	43
<b>Figure 12.</b> Evolution de l'indice de peroxyde dans les échantillons de shortenings témoins et incorporés de l'huile essentielle de <i>P. chloranthus</i> . .....	48

*Liste des abréviations*

**$\alpha$ -TOH** :  $\alpha$ -tocophérol

**A•** : Radical d'antioxydant

**Abs** : Absorbance

**ABTS**: radical 2,2-azinobis-éthylbenzothiazoline-6-sulphonate

**AGI** : Acide Gras Insaturé

**AGPI** : Acide Gras Polyinsaturé

**AH** : Antioxydant

**BHA**: Butyl Hydroxy Anisole

**BHT**: Butyl Hydroxy Toluène

**CN** : Control négatif

**DO** : Densité Optique

**DPPH**: Di phenyl Picryl Hydrazyl

**EC<sub>50</sub>**: Concentration Efficace à 50%

**EIE** : Huile interestérifiée par enzyme

**ET** : Equivalent tocophérol

**GC-MS** : Chromatographie en phase gazeuse couplé au spectroscopie de masse

**H %** : Teneur en eau

**HEs** : Huile essentielle

**H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>** : peroxyde d'hydrogène (Eau oxygénée)

**HO°**: radical hydroxyle

**IC<sub>50</sub>** : Concentration Inhibitrice à 50 %.

**ISO**: International Organization for Standardization

**KI** : Iodure de potassium.

**KOH** : Hydroxyde de potassium

**LNTA** : Laboratoire de la Nutrition et Technologies Alimentaires.

**Meq** : Milliéquivalent

**meq.g** : Milliéquivalent gramme

**Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** : Thiosulfate de sodium.

**NaOH** : Hydroxyde de sodium

**nm** : Nanomètre

**NR** : normes référentielles

**PC** : *Pituranthus chloranthus*

**PE** : Prise d'essai

**PI**: Période d'Induction

**PM** : poids moléculaire

**PO** : Huile de Palme (Palm Oil)

**ppm** : partie par million

**R•** : radical alkyle

**RMN**: Résonance Magnétique Nucléaire

**ROS** : Reactive Oxygen Species (espèce réactive de l'oxygène)

**ROO°**: radical peroxy

**ROOH**: Peroxyde

**SFC**: Solid Fat Content

**TIR** : Temps d'Induction au test Rancimat

# INTRODUCTION

## Introduction

La vie des hommes est profondément liée à la vie des plantes, puisqu'ils profitent de tout ce qu'elles produisent : oxygène, matière nutritives, matériaux et substances chimiques, etc (Raynal-Roques, 2001). Ces plantes représentent une source impérisable en composés bioactifs. Elles sont devenues des usines chimiques d'une extraordinaire complexité et d'une formidable efficacité, dépassant en cela la chimie humaine (Brazier, 2010). En effet, les métabolites secondaires restent l'objectif de nombreuses études *in vivo* et *in vitro* en particulier la recherche de nouveaux composants naturels tels que les huiles essentielles qui suscitent l'engouement des industries pharmaceutiques et agroalimentaires (Krifa *et al.*, 2011; Neffati *et al.*, 2009a).

Les graisses, les huiles et les préparations à base de lipides se détériorent par l'intermédiaire de plusieurs réactions de dégradation tant en chauffage et en entreposage à long terme. Les principaux processus de détérioration sont les réactions d'oxydation et la décomposition des produits d'oxydation qui conduisent à une diminution de la valeur nutritive et de la qualité sensorielle. La décélération de ces phénomènes d'oxydation est importante pour le producteur des denrées alimentaires (Pokorny *et al.*, 2001). Parmi ces produits alimentaires, les shortenings ; corps gras par excellence, sont les premières cibles de l'oxydation (Ranken *et al.*, 1997; Karleskind, 1992). Cette oxydation peut être inhibée par divers moyens, parmi lesquels l'utilisation d'additifs appelés inhibiteurs d'oxydation, de nos jours surtout connus sous le nom d'antioxydants (Pokorny *et al.*, 2001).

En outre, l'utilisation d'antioxydants ayant une origine naturelle est devenue plus populaire pour des fins de plus en plus emblématiques : augmenter la durée de conservation des produits alimentaires et ralentir le processus du vieillissement (Yangui *et al.*, 2009). De ce fait, il y a eu beaucoup d'études sur l'utilisation des antioxydants naturels comme alternative aux antioxydants synthétiques, pour minimiser ou éviter l'utilisation des additifs alimentaires de synthèse (Tiwari *et al.*, 2013 ; Charles, 2013).

C'est dans cette thématique que s'inscrit le présent travail qui vise essentiellement à l'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de l'espèce *Pituranthos chloranthus* (Guezzah) et son utilisation comme additif alimentaire naturel dans les shortenings. Cette plante saharienne vivace, endémique et très répandue en Algérie est largement utilisée en médecine traditionnelle. Les parties aériennes du Guezzah sont utilisées pour aromatiser la viande rôtie et les galettes de pain (Boutaghane *et al.*, 2004).

Elle a aussi des utilisations traditionnelles en fromagerie artisanale pour la conservation et l'aromatisation (Hellal, 2001), dont les extraits aqueux sont utilisés pour leurs effets de conservation. Cependant, l'application de son huile essentielle en vue de la conservation d'un corps gras n'a pas été rapportée.

L'objectif de cette incorporation dans un corps gras choisi (shortenings), produit à l'échelle laboratoire au niveau de CEVITAL SPA, est de prolonger la durée de conservation du produit en introduisant des antioxydants d'origine naturelle. Dans ce contexte, ce travail est structuré en trois parties :

- 1) Revue bibliographique mettant l'accent sur l'huile essentielle de *P. chloranthus*, l'oxydation et le produit objet de l'étude (Shortenings),
- 2) Partie méthodologie, subdivisée en deux volets :
  - L'extraction de l'huile essentielle de *P. chloranthus* par hydrodistillation et l'étude de son pouvoir antioxydant ;
  - L'élaboration du shortening témoin et incorporé de l'huile essentielle de *P. chloranthus*, avec une caractérisation physico-chimique du produit élaboré et une évaluation de sa stabilité oxydative ;
- 3) Enfin, une analyse et interprétation des résultats.

# REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

HIQUE

---

**Chapitre I. SHORTENING ET OXYDATION****I.1. Histoire de production de margarine/shortening**

Le développement technologique des margarines et des shortenings sont liés, de sorte que l'un a considérablement influencé l'autre. Les shortenings, largement connus aujourd'hui, ont graduellement évolué en raison d'une combinaison des facteurs économiques, des développements technologiques et de l'effort concurrentiel (GHOTRA *et al.*, 2002).

Les tentatives de produire un produit de remplacement pour le beurre ont commencé en Europe pendant le milieu du dix-neuvième siècle, principalement dû aux prix élevés du beurre. Le premier produit de remplacement de beurre acceptable a été produit par le chimiste français Mège Mouriès en 1869, sur la commande de l'empereur Napoléon III (TREMOLIERES *et al.*, 1980 ; SCRIBAN, 1988; VIERLING, 1999; MULTON, 2002). Peu après l'introduction du premier produit de remplacement du beurre sur le marché, plusieurs inventeurs ont fait breveter diverses modifications du processus de Mouriès. Dans le commencement, le saindoux a été employé comme agent primaire de shortening dû aux conditions de traitement relativement faciles de produire une uniformité acceptable (CHRYSAM, 1985; GHOTRA *et al.*, 2002). Le brevet Américain de Mouriès a été accordé en décembre 1873 et a été acquis par les *United states of Dairy Company* qui ont commencé à privilégier la fabrication au profit des Etats-Unis. Après 1873, la production du shortening devient une devise américaine. Vers la fin du dix-neuvième siècle, des techniques pour raffiner les graisses et les huiles ont été développées pour les huiles de coton, de maïs, de copra, de soja, de palme et de palmiste. Un procédé pour l'hydrogénation de la phase liquide des huiles a été breveté par Norman en 1903 (MANDERSTAM, 1939 cité par GHOTRA *et al.*, 2002) et ce titre a été passé à la société britannique *Joseph Crossfield and sons* (MATTEL, 1964b cité par GHOTRA *et al.*, 2002). Le terme « shortening » est d'origine américaine et le produit a été initialement conçu comme un débouché pour l'huile de coton disponible comme un sous-produit de l'industrie cotonnière (RANKEN *et al.*, 1997).

**I.2. Définition du shortening**

Les shortenings sont habituellement un mélange d'huiles et de graisses différemment traités (partiellement ou entièrement hydrogénées, interestérifiées, etc.) et parfois ajoutés d'émulsifiants et d'autres additifs (DANTINE et DEROANNE, 2004; NARINE et HUMPHREY, 2004a,b ; ZHANG *et al.*, 2014). Ils sont considérés comme des matériaux

quasi-plastiques, peuvent être semi-solides, sous forme liquide, sous forme de poudre encapsulée ou en forme de granules ou de flocons (KAUR *et al.*, 2012), leur dénomination est dérivée du terme « shorten » en anglais qui veut dire « raccourcir », mais qui revoie plutôt à l'effet technologique (phase continue) qu'ils confèrent aux produits alimentaires les contenant. Il se rapporte à la capacité d'une graisse à lubrifier, affaiblir, ou raccourcir la structure des composants alimentaires de sorte qu'ils fournissent les propriétés de texture souhaitables au produit alimentaire (GHOTRA *et al.*, 2002).

### I.3. Composition globale

Les shortenings ne contiennent aucune humidité et sont exclusivement à phase grasse. Ils ont fréquemment des compositions en glycérides ressemblant à celles des margarines (RANKEN *et al.*, 1997). Les huiles de soja, de palme et de graines de colza (à faible teneur en acide érucique) sont les huiles végétales principales utilisées dans la fabrication des shortenings industriels (DANTHINE et DEROANNE, 2004). Des shortenings du marché peuvent contenir des huiles et graisses hydrogénées (huiles de soja, de palme, de palme modifiée et de canola, du saindoux pur), des émulsifiants (mono et diglycérides), des antioxydants (BHA, BHT), des colorants et des arômes (HUMPHREY et NARINE, 2004 ; AHMADI et MARANGONI, 2009).

### I.4. Schéma général de fabrication

La fabrication du shortening est une technologie connue et maîtrisée. Elle comprend les phases suivantes (Figure 1) :

#### ✓ Préparation de la phase grasse complète

- Préparation du blend : Le shortening est produit par la formulation d'un Blend (mélange d'huiles), solidifié (modifications par hydrogénation, interestérification ou fractionnement), emballé et laissé pour cristallisation à température ambiante (KAUR *et al.*, 2012).
- Préparation des micro-ingrédients : mono et diglycérides, BHA, BHT, arômes, colorants (HUMPHREY et NARINE, 2004 ; AHMADI et MARANGONI, 2009).

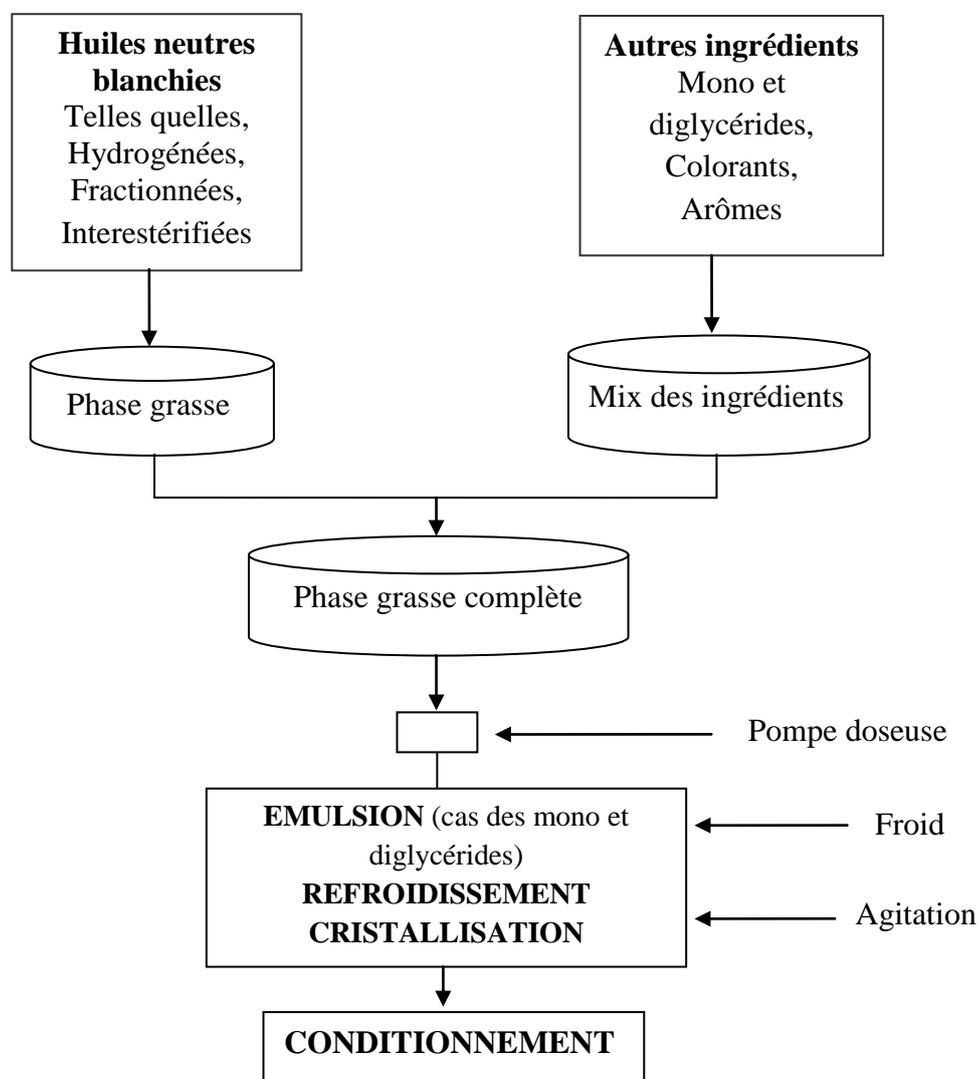
#### ✓ Préparation de l'émulsion : mélange du Blend avec les micro-ingrédients ;

#### ✓ Refroidissement et malaxage de l'émulsion de manière à lui conférer les caractéristiques rhéologiques souhaitées et la stabilité désirée ;

#### ✓ Conditionnement du produit : mise en carton et en palette.

#### ✓ Post-cristallisation dans les pots ou les barquettes : Cette cristallisation instantanée permet la formation d'un réseau cristallin continu qui renferme l'huile liquide (KANAGARATNAM *et al.*, 2013). Les huiles constituant le Blend subissent dans la

plupart du temps l'hydrogénation ; qui est un procédé généralement utilisée pour la production de graisses dures (saturées), pour la production de margarines de feuilletages et des shortenings (qui contiennent le plus souvent des acides gras *trans*) (JENNINGS et AKOH, 2010; AVI et KOUSHIK, 2011).



**Figure 1.** Schéma général de fabrication du shortening sur le modèle de la margarine (KARLESKIND, 1992)

Désormais il existe de nouveaux procédés plus respectueux de l'environnement et de la santé humaine, qui permettent d'obtenir des huiles et des graisses avec des caractéristiques techno-fonctionnelles proches des huiles hydrogénées. Il s'agit surtout du fractionnement et de l'interestérisation enzymatique (CHIKHOUNE, 2011).

### I.5. Les fonctions liées aux shortenings

La consistance, la plasticité, les propriétés cristallines, les profils de solides (SFC) et le profil de fusion des shortenings sont importants (DANTHINE et DEROANNE, 2003 ; JIRASUBKUNAKORN, 2007; RANKEN *et al.*, 1997). Ils induisent un certain nombre des fonctions souhaitables dans les viennoiseries (GHOTRA *et al.*, 2002; PAREYT *et al.*, 2011; KAUR *et al.*, 2012; ARIFIN *et al.*, 2011; LEE *et al.*, 2008; NORAINI, 1992; GOLDSTEIN et SEETHARAMAN, 2011) comprenant: une texture favorable à ces produits, un moelleux remarquable, une intégrité structurale, une lubrification efficace, une saveur caractéristique, une incorporation de l'air dans le produit, une barrière à l'humidité, un transfert thermique favorable et durée de conservation prolongée.

### I.6. Types de shortenings

Récemment, la consommation des shortenings a augmenté partout dans le monde et de nombreux types de shortenings ont été introduits dans les marchés (Tableau I) (ZHANG *et al.*, 2014).

**Tableau I.** Principaux types de shortening introduits dans les marchés

Types de shortening	caractéristiques
<b>Les Shortenings pour produits fourrés</b>	pour ces produits, la stabilité aux températures élevées est l'une des conditions primaires, car un phénomène collage de la pâte risque de rendre les produits désagréables (GHOTRA <i>et al.</i> , 2002).
<b>Les shortening de friture</b>	exigent des points de fusion bas et tiennent compte de la rapidité du transfert thermique (uniforme pendant la cuisson) et permettent la création d'une barrière par rapport à l'humidité. Un bon shortening pour friture se caractérise par : une stabilité de la flaveur et vis-à-vis de l'oxydation (CHRYSAM, 1985; GHOTRA <i>et al.</i> , 2002) .
<b>Shortenings non émulsifiés</b>	pour les biscuits secs et gâteaux (DEMAN <i>et al.</i> , 1990) : destinés à la fabrication de biscuits secs, gâteaux et tartes. La fonction de shortening dans ce cas n'est pas de permettre

	l'aération uniquement, mais d'engendrer une onctuosité et un moelleux, sans affecter l'humidité de la pâte.
--	---

Les shortenings sont couramment utilisés dans l'industrie boulangère pour donner la texture et l'effet moelleux souhaitable aux produits. Ces shortenings varient considérablement en ce qui concerne la consistance et les caractéristiques de fusion, selon l'application pour laquelle ils sont conçus. Le shortening est couramment utilisé dans les pâtisseries et pour certaines recettes de pains. L'addition d'un émulsifiant assurera l'effet optimum du shortening (GRINDSTED, 1989).

### I.7. Facteurs de détérioration des shortenings

La stabilité physique est une caractéristique critique qui détermine la performance des shortenings dans des produits tels que le pain, les biscuits, les gâteaux, les crèmes et les produits de pâtisseries (KANAGARATNAM *et al.*, 2013).

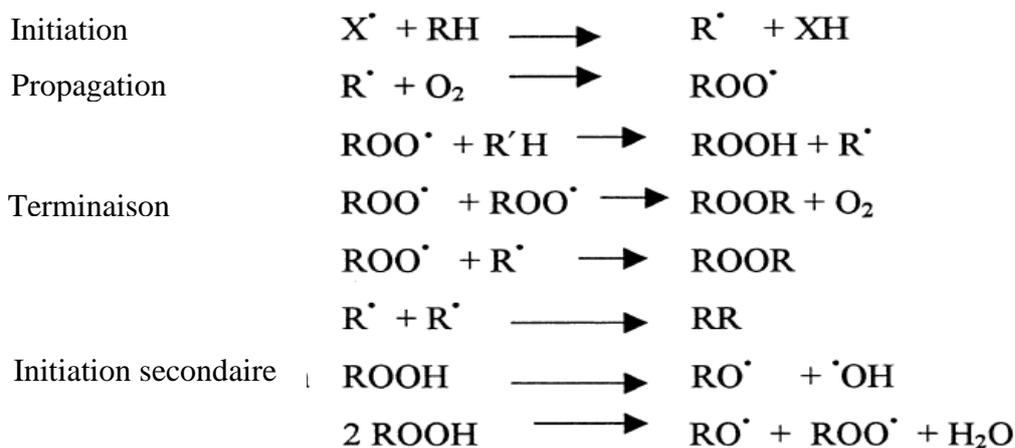
L'exposition à la chaleur peut causer la détérioration des performances des shortenings. La température est considérée comme l'un des principaux paramètres qui détériorent la qualité des shortenings, car elle affecte la structure cristalline ainsi que l'équilibre de la phase liquide–solide du shortening (KANAGARATNAM *et al.*, 2013).

## II. oxydation des lipides

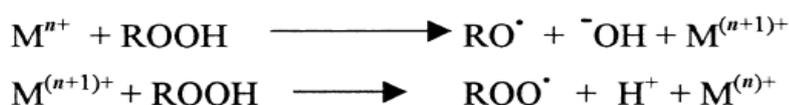
La production d'huiles et graisses alimentaires augmente progressivement ces derniers temps (RANKEN *et al.*, 1997). Les huiles ne sont pas insensibles aux influences extérieures (lumière, température, oxygène, eau et enzymes). Les structures insaturées et les liaisons ester des glycérides sont les plus sensibles. On distingue, la polymérisation, l'hydrolyse et L'oxydation (DIEFFENBACHER *et al.*, 1998). L'oxydation des lipides est une cause majeure de dégradation des aliments lors de leur fabrication et de leur conservation. Elle affecte les acides gras insaturés présents dans les huiles, les graisses ou les lipides de structure. Des matières grasses ajoutées comme composante majeure de nombreux aliments mayonnaise, margarine et les huiles de friture. Ces graisses sont presque entièrement des triglycérides qui portent des AGI, considérées comme des sources potentielles de saveur oxydatif dans ces aliments (POKORNY *et al.*, 2001).

## II.1. Etapes et facteurs favorisant l'oxydation des lipides

L'auto-oxydation est expliquée plus facilement grâce à un mécanisme de réaction en chaîne séquentielle des radicaux libres. Ce mécanisme de réaction en chaîne est constitué par trois grandes étapes (Figure 2) : initiation, propagation et terminaison (TIWARI *et al.*, 2013).



Initiation catalysées par les métaux :



**Figure 2.** Mécanisme d'auto-oxydation des lipides (POKORNY *et al.*, 2001).

L'étape d'initiation se produit lorsqu'un atome d'hydrogène au groupe  $\alpha$  méthylène dans la double liaison de l'acide gras insaturé est enlevé pour former un radical alkyle ( $R^\bullet$ ). Elle est suivie de l'étape de propagation où le radical alkyle instable généré réagit avec l'oxygène (dans l'état triplet) générant un radical peroxy. Le radical libre peroxy continue d'interagir, propageant la réaction en chaîne. La réaction en chaîne se termine par l'étape de la terminaison, qui se produit lorsque les radicaux formés au cours de l'étape de propagation réagissent avec d'autres radicaux générant des produits stables.

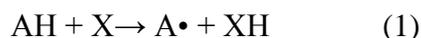
L'oxydation des lipides dépend de nombreux facteurs, notamment la présence d'antioxydants ou prooxydants (traces de métaux, chlorophylle), les conditions de stockage, les agents chélateurs de métaux et la composition en acides gras (CHAPMAN *et al.*, 1996). Le nombre, la position, la géométrie des doubles liaisons, la position des acides gras sur le glycérol (ceux en positions 1 et 3 réagissent plus facilement que ceux en position 2) et la température affectent le degré d'oxydation (TIWARI *et al.*, 2013).

Les acides gras *cis* s'oxydent plus facilement que leurs isomères *trans*. Les doubles liaisons conjuguées sont plus réactives que les non conjuguées et les acides gras polyinsaturés sont plus réactifs que ceux saturés (CHAPMAN *et al.*, 1996).

L'initiation de l'oxydation des lipides peut être retardée ou ralentie par la présence d'antioxydants. Les antioxydants peuvent soit inhiber la formation de radicaux libres des lipides dans l'étape d'initiation ou interrompre la propagation des radicaux libres. Généralement les antioxydants interviennent dans la réaction en chaîne en donnant un atome d'hydrogène aux radicaux libres peroxy formés dans l'étape de propagation et former ainsi un radical plus stable (TIWARI *et al.*, 2013).

## II.2. Activité antioxydante

L'activité antioxydante de plusieurs composés naturels et synthétiques est relative à une transition redox impliquant que ceux-ci cèdent un seul atome d'hydrogène (équivalent à un électron et un proton) à une espèce radicalaire. Au cours de ce transfert de l'électron (réaction (1)), le caractère radical est transféré à l'antioxydant (AHMAD, 1995).



## II.3. Types d'antioxydants

Dans l'alimentation, ils peuvent être définis comme toute substance capable de retarder ou empêcher le développement de rancidité ou autre saveur d'altération dans les aliments en raison de l'oxydation en inhibant l'initiation ou la propagation des réactions en chaîne oxydatives (JAVANMARDI *et al.*, 2003; POKORNY *et al.*, 2001). Ils sont classés selon leur origine et selon leur mode d'action (Tableau II).

**Tableau II.** Classification des antioxydants

Types d'antioxydants	Exemples
Antioxydants de type I	Les composés phénoliques naturels : tocophérols, ou de synthèse : BHT, BHA. Ils empêchent ou retardent l'oxydation par le piégeage des radicaux libres (CHARLES, 2013).
Antioxydants de type II	Ce type d'antioxydant prévient la formation des radicaux libres et peut intervenir par différents mécanismes. Certains chélatent les ions métalliques réduisant l'effet prooxydant des ions, c'est le cas des acides phosphorique et citrique (CHEFTEL <i>et al.</i> , 1977).
Antioxydants de type III	Ils regroupent les facteurs de l'environnement qui ont une action antioxydante en agissant sur le potentiel redox du milieu, la température, la pression en oxygène, la lumière (EYMARD, 2003).
Antioxydants synergistes	Lorsque deux ou plusieurs antioxydants sont combinés ensemble leur capacité antioxydante globale est donc significativement plus élevée que l'addition de leur capacité individuelle d'antioxydants. Substances telles que les phospholipides ou les acides organiques sont connus pour avoir cet effet de renforcement. (TIWARI <i>et al.</i> , 2013).
Autres types d'antioxydants	Certains composés protéiques possèdent une activité antioxydante. C'est le cas par exemple de la carnosine (JUDDE, 2004).

**Chapitre II. HUILE ESSENTIELLE DE *PITURANTHOS CHLORANTHUS*****I. Présentation de la famille des Apiacées (Ombellifères)**

Les Apiacées (Apiaceae), appelées anciennement Ombellifères (Umbelliferae) (COUPLAN, 2009 cité par MOSBAH, 2013), la famille de la carotte, de la cigüe (DE WIT, 1965 ; LORUS et MILNE, 1968; GUINARD, 1980). Elle est cosmopolite et inclut 125 genres et 3000 espèces, le plus souvent herbacées (rarement arbustes), souvent aromatiques (utilisées dans la cuisine), malodorantes et même vénéneuses et mortelles (DE WIT, 1965).

Famille très importante dans la flore Algérienne où elle est représentée par 55 genres (QUEZEL et SANTA, 1963). La plupart des espèces vivent dans l'hémisphère Nord (dans les régions subtropicales et tempérées) (DE WIT, 1965 ; GUINARD, 1980), elles représentent les caractéristiques communes suivantes :

- **Appareil végétatif** : ce sont essentiellement des herbes annuelles comme le cerfeuil, bisannuelles comme la carotte ou le plus souvent vivaces (GUINARD, 1980) ;
- **L'inflorescence ou ombelle** : elle définit la famille. L'ombelle est constituée par des pédoncules floraux ou rayons, divergeant sensiblement d'un même point, et dont les fleurs s'épanouissent toutes à un même niveau ;
- **La Fleur** : fleurs blanches ou, plus rarement, Jaunâtre, verdâtre, ou rosées. Leur disposition, en une inflorescence relativement condensé, explique : qu'elles soient toujours de dimension réduite ; fleurs de type (5 Sépales, 5 Etamines, Ovaire infère (formé de 2 carpelles, 2 Styles) (QUEZEL et SANTA, 1963 ; GUINARD, 1980) ;
- **La feuille** : les feuilles sont en général très divisées (QUEZEL et SANTA, 1963) ;
- **L'ovaire** : porte deux styles (dans chaque loge se trouve un ovule), soudés à la base (DE WIT, 1965) ;
- **Le fruit** : les fruits sont souvent cannelés et contiennent des substances oléagineuse et odorantes, constituées par diakène et se décomposant en ses 2 parties (méricarpe) (QUEZEL et SANTA, 1963 ; DE WIT, 1965) ;
- **Des canaux sécréteurs** d'origine schizogène dans les tiges, feuilles et racines, ou des bandelettes sécrétrices au niveau des fruits ;
- **Des essences** que l'on perçoit au fraisement des organes et qui font des Apiacées des espèces aromatiques (BERNARD, 1997 cité par MOSBAH, 2013).

Cette importante famille, très homogène, est très mal représentée au Sahara, une des plus faciles flores à reconnaître, grâce à ses inflorescences en ombelles. Inversement, les espèces

-----

sont parfois difficiles à distinguer les unes des autres notamment les espèces de *Pituranthos* (GUINARD, 1980; OZENDA, 2004)

## II. Le genre *Pituranthos*

Le genre *Pituranthos* est représenté par plus de 20 espèces. Dont le potentiel floristique algérien de ce genre (nommé « Guezzah ») comporte quatre espèces endémiques : *P. reboudii*, *P. scoparius*, *P. battandieri* et *P. chloranthus* (QUEZEL et SANTA, 1963 ; SMAILI *et al.*, 2011 ; LOGRADA *et al.*, 2013; MOSBAH, 2013 ).

### ➤ *Pituranthos reboudii* (Coss. et Dur.) Benth et Hook.

Tiges longues de 10-20 cm. Souche ligneuse ramifiée émettant de nombreuses rosettes de feuilles 1-2 fois triséquées, longues de 1-3 cm. Feuilles caulinaires supérieures linéaires. Ombelles terminales et latérales courtement pédonculées, larges de 2-3 cm à 2-7 rayons, se localise dans les pâturages arides (QUEZEL et SANTA, 1963).

### ➤ *Pituranthos scoparius* (Coss et Dur.) Benth. et Hook.

Appelé aussi *Deverra scoparia* Coss. & Dur (nom arabe : guezzah) est une espèce endémique d'Afrique du Nord et est très répandue en Algérie, surtout dans les hauts plateaux et dans la majeure partie du Sahara (pâturages arides rocailloux) (BENISTON, 1984; VERITE *et al.*, 2004 ; SMAILI *et al.*, 2011 ; VERNIN *et al.*, 1999; LOGRADA *et al.*, 2013 ) difficile à distinguer de l'espèce *P.chloranthus* (BENCHELAH *et al.*, 2000, cité par BENLARABI et HACHEMI, 2013). *P. scoparius* est une plante vivace, aphyllé ; les feuilles supérieures sont réduites à leur gaine, les tiges sont dressées, de 40 à 80 cm de haut, formant des touffes denses qui envoient latéralement de courts rameaux rigides, avec des fleurs blanches et des petits fruits (BENISTON, 1984; QUEZEL et SANTA, 1962-1963 cité par LOGRADA *et al.*, 2013).

### ➤ *Pituranthos battandieri*

Endémique au Sahara marocain et l'oranie (BELLAKHDAR, 1997 cité par NAIT SAID, 2007). Feuilles basales toujours persistantes sous les tiges. Tige grêles à ramification plus ou moins étalées, développées et persistantes 1-3 séquées. Plante d'un vert glauque. Stigmates pourpres. Se localise dans les rocailles, pâturages désertiques. Maire avec deux sous-espèces (QUEZEL et SANTA, 1963):

- ssp. *abreviathus* Maire ;
- ssp. *Leptactis* Maire.

➤ ***Pituranthos chloranthus*** (Coss et Dur) Benth et Hook.

Espèce particulièrement peu présente. Maire avec trois sous-espèces (QUEZEL et SANTA, 1963 ; DAHIA, 2009):

- ssp. *cossonianus* Maire : Fruits de 1-1,5 mm, tige florifère très ramifiées.
- ssp. *Robustus* Maire : Ombelles à pédoncule robustes, longues de 2-5 cm ; fruits de 2mm, tiges ramifiées seulement dans le haut
- ssp. *Intermedius* Maire : Ombelles à pédoncules grêles et bien plus allongés.

### III. Description de l'espèce *Pituranthos chloranthus*

#### III.1. Ecologie

Est une espèce du Sahara septentrional et central d'Afrique du nord. *Deverra chlorantha* pousse dans des habitats désertiques avec des précipitations n'excédant pas 120 mm par an. La plante prospère dans des sols pierreux, des oueds non salins, parcours de lits d'oueds (Oued Metlili), Parcours de hamadas (CHEHMA *et al.*, 2005; IUCN., 2005; TOUIL *et al.*, 2006; DAHIA, 2009). Plantes pérennes broutées par le dromadaire dans le sud-ouest algérien (plante occasionnellement appréciée) (BOUALLALA *et al.*, 2011).

#### III.2. Etymologie et Noms communs

Le mot *Pituranthos* dérive de 2 mots grecs, *anthus* = fleur et *Pituron* = son de blé (BENISTON, 1984), mais aussi *Deverra chlorantha* Coss. & Dur (= *Pituranthos chloranthus* Benth & Hook.) (= *Deverra denudata*) *Deverra* : déesse de l'accouchement ; *Chloranthus* : vert-fleuri. Arabe: Gouzah (Guezzah). Berbère : Tattayt (IUCN., 2005; SBF., 2011).

#### III.3. Morphologie et description botanique

Plante vivace, aromatique (proche de l'odeur de fenouil) de plusieurs tiges vertes jaunâtre droites atteignant 80 cm, mais avec une taille moyenne de 50 centimètres (Figure 3). Les feuilles basiques sont minuscules et chutent rapidement. Les tiges aphylls, robustes jaune-verdâtre. Les petites fleurs ont 5 pétales verdâtres libres et sont groupées en ombelles avec de longs pédoncules aux extrémités des tiges. Le fruit est un petit diakène ovoïde et complètement couvert de petits poils brunâtres. Il fleurit en premier ressort, entre mars et avril (QUEZEL et SANTA, 1963; IUCN., 2005; DAHIA, 2009; TOUIL, 2009; FERHI *et al.*, 2014).



**Figure 3.** *Pituranthos chloranthus* dans les régions sahariennes (NAIT SAID, 2007; FERHI *et al.*, 2014)

➤ **Systematique** (TOUIL, 2009)

<b>Règne :</b> Plantae	<b>Ordre :</b> Araliales ;
<b>Embranchement :</b> Spermatophytae ;	<b>Famille :</b> Apiaceae (Umbelliferae) ;
<b>Sous-embranchement :</b> Angiospermae ;	<b>Genre :</b> <i>Pituranthos</i> ;
<b>Classe :</b> Dicotylédones ;	<b>Espèce :</b> <i>Pituranthos chloranthus</i> (Bent. & Hook.)
<b>Sous-classe :</b> Cornidae ;	

### III.4. Médecine traditionnelle et connaissance locale

Les espèces *Pituranthos* sont utilisées en médecine traditionnelle (VERITE *et al.*, 2004; HAMMICHE et MAIZA, 2006; BENMEKHBI *et al.*, 2008; YANGUI *et al.*, 2008; KRIFA *et al.*, 2011; LOGRADA *et al.*, 2013).

L'espèce *Pituranthos chloranthus* est employée, en cataplasmes sur la tête, contre les céphalées (BELLAKHDAR, 1997 cité par NAIT SAID, 2007). Les Touaregs mangent les jeunes pousses et l'intérieur des racines crues, ils l'utilisent comme aromatisant dans la viande et la galette (BOUTAGHANE *et al.*, 2004). Les fleurs sont placées dans l'eau pour extraire le composant doux.

Au Maroc, les parties aériennes sont mélangées avec les cendres pour aromatiser les viandes (IUCN., 2005). Elle est également utilisée dans les assaisonnements (VERITE *et al.*, 2004; IUCN., 2005; BENMEKHBI *et al.*, 2008).

Les tiges de *P. chloranthus* ont été, traditionnellement, utilisés comme paille par les agriculteurs pour sécher les figes et les raisins. Cette plante a un double avantage : tout d'abord, elle est utilisée pour son arôme et le goût distinctif qui adhèrent aux fruits secs. Ensuite, elle a un effet insecticide. Dans le sud tunisien, une touffe de *P. chloranthus* était, traditionnellement, suspendue à la surface de l'eau pour désinfecter des citernes souterraines de stockage de l'eau de pluie utilisée pour les boissons (YANGUI *et al.*, 2009).

Dans la région de Djannet (sud algérien), les gens font traiter les morsures des scorpions grâce à cette plante (DAHIA, 2009).

Les huiles obtenues des tiges et des graines de *Pituranthos scoparius* sont largement utilisées comme remède contre le rhumatisme et la fièvre. Les espèces *triradiatus* et *tortuosus*, sont utilisées par la population bédouine contre les douleurs d'estomac, les parasites intestinaux ou comme agent régulateur de la menstruation chez les femmes (NOVAK *et al.*, 1966 et AL KADI, A. A. 1989 cité par NAIT SAID, 2007).

### III.5. Composition chimique

CHEHMA (2005), CHEHMA et YUCEF (2009) et BOUALLALA *et al.* (2011) ont réalisé des études dans le cadre de l'évaluation de la composition chimique de quelques espèces vivaces considérées comme principales plantes broutées par le dromadaire, parmi lesquelles *Pituranthos chloranthus* (Tableau III).

**Tableau III.** Composition chimique de *P.chloranthus* (BOUALLALA *et al.*, 2011)

Espèce	Matière Sèche	En pourcentage de la matière sèche			
		Matière minérale	Matière organique	Cellulose brute	Matière azotée total
<i>P.chloranthus</i>	93,25 ± 0,35	7,83 ± 0,24	92,17 ± 0,24	33,77 ± 2,27	3,76 ± 0,12

De même FERHI *et al.* (2014) ont étudié la composition chimique de *P.chloranthus* parmi les quatre espèces de Tunisie (Tableau IV).

**Tableau IV.** Composition Chimique de *P. chloranthus* d'après FERHI *et al.* (2014)

<i>Pituranthos chloranthus</i>	Quantité en % ((w/w, en ce qui concerne les matières séchées en four) (%))
Extrait d'eau froide	25
Extrait d'eau chaude	26,7
Extrait de NaOH 1%	49
Solubilité dans l'éthanol – toluène	9,5
Lignin	17,6
Cellulose	46,5
Holocellulose	62
Cendre	5

### III.6. Huiles essentielles de *Pituranthos chloranthus*

#### III.6.1. Définition, localisation et répartition des huiles essentielles

Les huiles essentielles, appelées aussi essences, sont des mélanges complexes de substances odorantes et volatiles (CATIER et ROUX, 2007). Il s'agit de mélanges de composés lipophiles, volatils et souvent liquides, synthétisés et stockés dans certains tissus végétaux spécialisés (poches, canaux, poils). Extraites de la plante grâce à des procédés physiques, les huiles essentielles sont responsables de l'odeur caractéristique de la plante (TEUSCHER et ANTON, 2005).

Les huiles essentielles sont produites dans le cytoplasme des cellules sécrétrices et s'accumulent en général dans des cellules glandulaires spécialisées, situées en surface de la cellule et recouvertes d'une cuticule (TEUSCHER et ANTON, 2005). Elles peuvent être stockées dans tous les organes végétaux : fleurs, feuilles, écorces, racines, rhizomes, fruits et graines. Si tous les organes d'une même espèce peuvent renfermer une huile essentielle, la composition de cette dernière peut varier selon sa localisation (BRUNETON, 2009).

#### III.6.2. Emplois des huiles essentielles

Les essences peuvent être utilisées à faibles doses comme aromatisant en pharmacie et dans l'alimentation. À doses plus élevées, elles peuvent être utilisées pour leurs propriétés

pharmacologiques, c'est le principe de l'aromathérapie. Il existe alors un risque de toxicité (CATIER et ROUX, 2007).

Les Huiles essentielles étaient souvent appelés les solutions de nettoyage naturelles et écologiques. Ils sont utilisés comme substitut aux produits chimiques, désinfecter et de diffuser un agréable parfum dans l'air (SEGVIC KLARIC *et al.*, 2007). Ils sont également utilisés pour contrôler les maladies humaines d'origine microbienne et à guérir des maladies comme l'athérosclérose et le cancer (WARNKE *et al.*, 2006). Propriétés insecticides des huiles essentielles ont été largement étudiées contre diverses espèces d'insectes (YANGUI *et al.*, 2009).

Dans le domaine alimentaire elles deviennent des épices ou des aromates. Il faut à ce propos remarquer que l'activité d'une huile essentielle peut être tout à fait différente de celle de la plante dont elle est issue (CATIER et ROUX, 2007).

### III.6.3. Propriétés physiques des huiles essentielles

Malgré leurs différences de constitution, les huiles essentielles possèdent en commun un certain nombre de propriétés physiques (CATIER et ROUX, 2007): elles sont généralement liquides à la température ordinaire, volatiles et entraînaibles à la vapeur d'eau, généralement incolores ou jaune pâle lorsqu'elles viennent d'être préparées, leur densité est généralement inférieure à 1, peu solubles dans l'eau mais lui communiquent leur odeur, solubles dans la plupart des solvants organiques et dans les huiles fixes et sensibles à l'oxydation et donc de conservation limitée. De ces propriétés découlent les principales précautions à prendre pour les conserver, dans des flacons de petite taille, bien bouchés, colorés ou en aluminium et si possible à basse température.

### III.6.4. Composition chimique des huiles essentielles

Elle est complexe, on trouve généralement de nombreux constituants dans une huile essentielle appartenant principalement à deux grands groupes chimiques (CATIER et ROUX, 2007 ; HELLAL, 2011) :

#### ✓ Les composés terpéniques

On trouve surtout des monoterpènes. Les carbures peuvent être acycliques, monocycliques ou bicycliques et porteurs de groupements fonctionnels variés

- Alcools : exemples, géranol, menthol, bornéol ;

- Cétones : camphre, thuyones ;
- Esters : acétate d'isobornyl ;
- Phénols : thymol.
- ✓ **Les composés aromatiques dérivés du phénylpropane**

Ils sont moins répandus que les précédents, ce sont souvent des allylphénols quelquefois aussi des aldéhydes tels l'anéthol, l'eugénol. La vanilline est assez fréquente parmi les composés aromatiques.

- **Les composés d'origine diverses**

Il s'agit là de produits résultant de la transformation de molécules non volatils. Ces composés contribuent souvent aux arômes de fruits (BRUNETON, 2009 ; HELLAL, 2011).

### III.6.5. Facteurs de variabilité des huiles essentielles (BRUNETON, 2009)

- ✓ **Influence du cycle végétatif** : pour une espèce donnée, la proportion des différents constituants d'une huile essentielle peut varier tout au long du développement ;
- ✓ **Parties de la plante** : une plante peut donner des huiles essentielles de composition chimique très différente en fonction des organes dont elle est issue ;
- ✓ **Existence de chimiotypes** : les chimiotypes, dits aussi races chimiques, sont très fréquents chez les plantes à huiles essentielles ;
- ✓ **Influence des facteurs extrinsèques** : il s'agit là de l'incidence des facteurs de l'environnement et des pratiques culturelles ;
- ✓ **Influence de la durée de stockage** : le stockage des matières premières avant distillation peut également influencer la composition et le rendement des huiles essentielles ;
- ✓ **Influence des procédés d'obtention** : la labilité des constituants d'huiles essentielles explique que la composition du produit obtenu par hydrodistillation soit, le plus souvent, différente de celle du mélange initialement présent dans les organes sécréteurs du végétal.

### III.6.6. Méthodes d'extraction des huiles essentielles

Basées sur différents phénomènes physiques : la distillation, l'extraction ou la séparation, ces techniques d'extraction seront présentées selon le principe sur lequel elles sont basées, et classées en deux catégories distinctes selon le produit final obtenu : une huile

essentielle ou un extrait aromatique. Le (Tableau V) présente les avantages et les inconvénients de ces principales méthodes.

**Tableau V.** Avantages et inconvénients de différentes méthodes d'extraction

Procédés d'extraction	Avantages	Inconvénients
Hydrodistillation	Plus simple, rendement d'extraction élevé, huiles essentielle de bonne qualité, contacte intime entre l'eau et l'huile (DAHIA, 2009).	Chauffage prolongé et très puissant engendre la dégradation de certaines molécules aromatiques (HELLAL, 2011).
Distillation par entraînement à la vapeur d'eau	Absence d'altérations hydrolytiques, amélioration de la qualité d'huile (BRUNETON, 1999 ; HELLAL, 2011).	Consomme beaucoup du temps (DAHIA, 2009).
Hydrodiffusion	économie d'énergie (méthode plus rapide) (HELLAL, 2011).	Consommation de vapeur (HELLAL, 2011).
Expression à froid	Huile essentielle de haute qualité sans dégradation (DAHIA, 2009).	Rendement en huile faible, méthode non généralisée, extrait pauvre en colorants et antioxydants (DAHIA, 2009).
Extraction assistée par micro-onde	Méthode très rapide, rendement en huile élevé, gain de temps d'extraction et conditions de travail convenables (BRUNETON, 1999 ; HELLAL, 2011).	Risque de détérioration des composants responsables de l'odeur (DAHIA, 2009).
Extraction par les solvants et les graisses	Pouvoir d'extraction par les solvants très élevé que l'eau, extraits riches en composés volatils et non volatils (HELLAL, 2011).	Problème de toxicité par les solvants organiques et résiduels (HELLAL, 2011).
Extraction par fluides supercritique	Le CO <sub>2</sub> est relativement non toxique, ininflammable, disponible	La baisse polarité du dioxyde de carbone supercritique qui

	et éliminé aisément de l'extrait. Bon pouvoir d'extraction, la haute qualité d'huile extraite (HELLAL, 2011 ; DAHIA, 2009)	est le solvant d'extraction le plus employé (HELLAL, 2011)
--	--	--

### III.6.7. Composition chimique de l'huile essentielle de *P. chloranthus*

La famille des Apiacées, est connue par sa richesse en coumarines et particulièrement des furocoumarines, considéré comme responsable de nombreuses activités biologiques observées pour les plantes de cette famille (HAMADA *et al.*, 2004).

À titre d'exemple et d'après SMAILI *et al.* (2011), des études phytochimiques des espèces de *Pituranthos* ont signalé l'isolement des dérivés de polyphénol (DAHIA *et al.*, 2009), isocoumarines (HAMADA *et al.*, 2004), huiles essentielles (VERNIN *et al.*, 1999) et des flavonoïdes glycosylée (SINGAB *et al.*, 1998 ; TOUIL *et al.*, 2006 ; BENMEKHBI *et al.*, 2008).

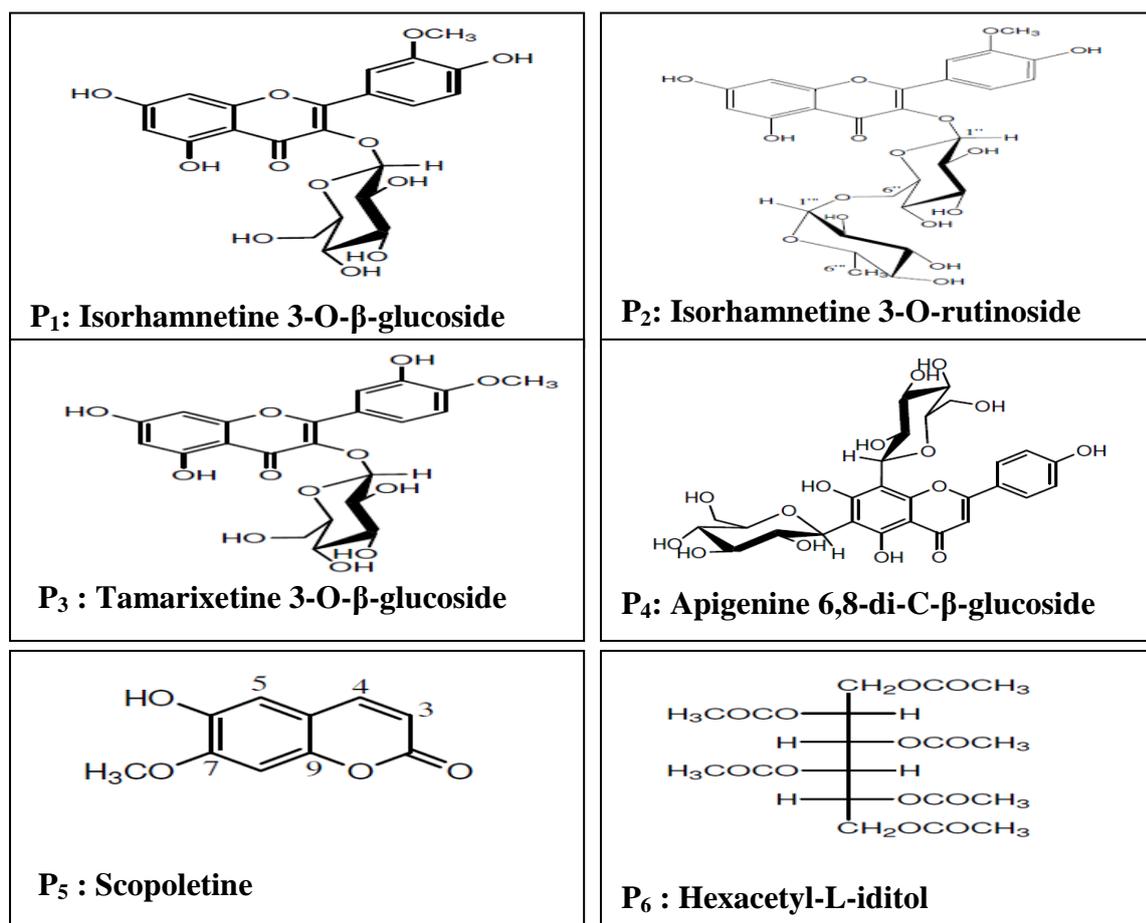
L'étude phytochimique réalisée sur les parties aériennes de *P. chloranthus* par NAIT SAID (2007) a conduit à l'isolement par chromatographie d'un composé naturel 24-ethyl-cholest-5-èn-3ol ( $\beta$ -sitostérol).

DAHIA (2009) a identifié 54 composés dans les huiles essentielles de *P. chloranthus* recueillies en Algérie (Laghouat) au stade de floraison (Tableau VI) par (GC-MS), dont les composés majeurs sont : myristicine (27,4%), limonène (15,8%),  $\alpha$ -pinène (11,4%) et  $\alpha$ -phellandrène (8,3%) ; et les composés mineurs sont : Sabinène (6,4%),  $\beta$ -Pinène (3,9%) et  $\beta$ -Phellandrène (3,2%).

**Tableau VI.** Composition Chimique de l'huile essentielle de *P. chloranthus* d'après DAHIA (2009).

Groupe	Groupes chimiques	Nombre de composants chimiques
01	Monoterpènes	17
02	Alcools	12
03	sesquiterpènes	10
04	Esters	1
05	Alcanes	1

Six produits naturels (P1 – P6) ont été isolés des fractions de *Pituranthos chloranthus* collectées de la région d'EL Hoggar (méridionale de l'Algérie) et identifiées par TOUIL (2009) dont quatre (P<sub>3</sub>, P<sub>4</sub>, P<sub>5</sub>, P<sub>6</sub>) sont cités pour la première fois pour le genre *Pituranthos*. La (Figure 4) illustre ces composés. TOUIL *et al.* (2006) ont déjà présenté quatre de ces métabolites secondaires et ils les ont classé comme des flavonoïdes glycosylés.



**Figure 4.** Les principaux métabolites secondaires constituant le *Pituranthos chloranthus* (TOUIL, 2009).

Les analyses faites sur les huiles essentielles de *P. chloranthus* par NEFFATI *et al.*, (2009a,b) en utilisant la CPG/SM, indiquent que la classe principale des composés détectés en nos huiles était la classe de monoterpènes avec le thymol et le carvacrol parmi les molécules principales de cette classe. Considérant que la classe de sesquiterpènes était moins importante dans la plupart des populations analysées. D'autres composants non-terpéniques ont été

également identifiés dans ces huiles essentielles telles que des alcanes, des alcools et des aldéhydes.

De même YANGUI *et al.* (2009) ont identifié un total de 40 composés représentant 78,10 % des huiles essentielles de *P. chloranthus*. Les monoterpènes étaient le groupe de composés le plus abondant d'huile (71,05%) où les constituants principaux d'huile étaient : terpinène-4-ol (30,34%), 8-hydroxy-p-cymène (4,23%), le myrténol (4,12%), p-menth-2-en-1-ol (3,97%) et  $\alpha$ -terpinéol (3,50%). Ces huiles essentielles contiennent une proportion élevée de monoterpènes oxygénés et parmi les composants identifiés, terpinène-4-ol est le principal (30,34%).

En outre, LIEN *et al.* (2010) ont rapporté la présence de 4,7-dimethoxy-5-(2-propen-1-yl)-1,3-benzodioxole, également nommé apiole, dans l'huile essentielle de *P.chloranthus*, ce composant pourrait avoir des effets inhibiteurs vis-à-vis du cancer de colon.

La composition chimique d'une plante est avant tout déterminée par sa biosynthèse et son profil génétique. Ainsi, pour une même espèce, de nombreux chémotypes aux profils chimiques différents peuvent exister (TEUSCHER et ANTON, 2005).

### III.6.8. Activités biologiques de l'huile essentielle de *P. chloranthus*

Il existe de nombreuses études phytochimiques sur l'espèce *Pituranthos chloranthus*, en particulier, sur ses huiles essentielles (FERHI *et al.*, 2014), qui ont été étudiée du point de vue des activités suivantes :

D'après NEFFATI *et al.*, (2009a,b), les huiles essentielles de trois populations de *P.chloranthus*. Ces huiles essentielles démontrent une activité antimicrobienne contre *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Enterococcus faecalis*; attribuée à la présence dans les huiles du linalol, camphre, cymene, spathulenol (VAGIONAS *et al.*, 2007; HERNANDEZ *et al.*, 2005),  $\alpha$ -terpinéol, terpinen-4-ol, 1,8-cineole, thymol, et  $\alpha$ -terpinéol (YU *et al.*, 2007). Ces auteurs suggèrent que ces huiles essentielles présentent aussi des effets antimutagènes et antigenotoxiques qui peuvent être dû à leur activité antioxydante, comme suggéré pour d'autres extraits d'origine végétale par plusieurs autres travaux (RUBERTO et BARATTA, 2000; KULISIC *et al.*, 2004; SHON *et al.*, 2004; KAMATOU *et al.*, 2008). Leur efficacité peut être attribuée en partie à la présence du carvacrol et du thymol en tant que composants principaux. En fait, ces deux composés ont montré une activité antimutagène contre le 2-aminotoluène et le 4-nitro-o-phénylènediamine (IPEK *et al.*, 2005).

Les résultats de YANGUI *et al.* (2009) indiquent clairement l'action bactéricide et fongicide efficace d'huiles essentielles de *P. chloranthus* tunisienne. Les activités antioxydantes de ces huiles essentielles peuvent être attribuées à la présence de certains composants : terpinène-4-ol, myrtenol, p-menth-2-en-1-ol, 8-hydroxy-p-cymène qui sont des constituants principaux ou majeurs d'huile essentielle de *P. chloranthus* où l'effet antimicrobien vis-à-vis de quatre microorganismes : *Pseudomonas aeruginosa*, *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Enterococcus hirae*, ainsi que sur les levures : *Candida albicans* et *Aspergillus niger*, pourrait être dû à leur richesse en terpinène-4-ol, connu pour son activité anti-inflammatoire, toxicité contre les larves et son action sur les cellules du mélanome humain. Ces données concordent avec des études antérieures qui démontrent que le terpinène-4-ol est le composant le plus actif sur les phytopathogènes (TERZI *et al.*, 2007; Loughlin *et al.*, 2008).

De plus, BENLARABI et HACHEMI (2013) ont indiqué une bonne activité bactériostatique de l'huile essentielle de *P. chloranthus* vis-à-vis de toutes les bactéries à Gram positifs étudiés, en particulier *S. aureus* et *L. monocytogène* ; mais aussi cette huile essentielle présente une activité sur toutes les souches mycéliennes testées, l'*Aspergillus flavus* a été la plus sensible.

PARTIE

EXPÉRIMENTALE

**I. MATÉRIEL ET**

**MÉTHODES**

---

## MATERIEL ET METHODES

### I. Matériel végétal

#### I.1. Collecte

L'organe végétal ayant servi à l'extraction de l'huile essentielle dans la présente étude est la partie aérienne de la plante *Pituranthos chloranthus* (Figure 5b). La plante a été récoltée de la région de Métlili (Wilaya de Ghardaïa) en mars 2013, Le matériel végétal a été authentifié par Pr. CHEHMA A (Département d'Ecologie Appliquée, Faculté Science de la Nature et de la Vie, Université Kasdi Merbah, Ouargla). Elle a été récupérée dans un sac en tissu épais propre et conservée dans un milieu sec à l'abri de la lumière et de l'humidité, puis découpée en petits morceaux (2 à 3 cm) (Figure 5a) pour servir à l'extraction de l'huile essentielle.



**Figure 5.** Les parties aériennes de la plante *Pituranthos chloranthus* (b), *P.chloranthus* coupée (a).

#### I.2. Détermination du taux d'humidité

##### ❖ Principe

La teneur en eau des parties aériennes fraîches de la plante Guezzah a été déterminée par le procédé de séchage à l'étuve à 105°C. 3g d'échantillon sont pesés préalablement dans un creuset. Le poids des échantillons a été déterminé jusqu'à stabilisation du poids final après séchage dans l'étuve (AOAC, 2000 cité par LAKO *et al.*, 2007).

##### ❖ Expression des résultats

Le taux d'humidité (H %) est calculé par la formule suivante :

$$\mathbf{H \% = \frac{M_1 - M_2}{PE} \times 100}$$

Où **H%** : Taux d'humidité en %

**M<sub>1</sub>** : Masse du creuset + matière fraîche avant séchage en g ;

**M<sub>2</sub>** : Masse de l'ensemble après séchage en g ;

**PE** : Masse de la prise d'essai en g.

## **II. Huile essentielle de *P. chloranthus***

### **II.1. Dispositif d'extraction**

L'extraction de l'huile essentielle à partir des parties aériennes de la plante Guezzah est effectuée par hydrodistillation dans un hydrodistillateur dont les différentes pièces constitutives sont: un ballon à fond rond de deux litres (2L), un chauffe-ballon, un régulateur de température, une colonne de condensation de la vapeur (réfrigérant à eau), une ampoule à décanter et un erlenmeyer (Annexe 1).

### **II.2. Hydrodistillation**

Une quantité de 80 g des parties aériennes séchées de la plante Guezzah coupées en morceaux sont introduites dans un ballon à fond rond de 2L imprégnés d'eau distillée (environ 1,2L). Le mélange est ensuite porté à l'ébullition environ 4 heures. Les vapeurs, entraînant avec elles l'huile essentielle, se condensent en traversant le réfrigérant et chutent dans une ampoule à décanter. Dans cette dernière se recueille deux phases (Annexe 2) : le distillat avec une couche d'huile très mince, leur séparation se fait par différence de densité après décantation du mélange pendant 15 min. Après leur séparation L'huile essentielle se récupère par une seringue et conservée à 4°C dans des flacons en verre emballés avec du papier aluminium.

### II.3. Calcul du rendement

Le rendement en huile essentielle est le rapport entre le poids de l'huile extraite et le poids des parties de la plante utilisées (CAREE, 1953. Cité par MOHAMMEDI, 2006). Le rendement d'extraction de l'huile essentielle est déterminé par mesure de la quantité obtenue de l'huile essentielle durant l'hydrodistillation par unité de masse de matière traitée.

Le rendement, exprimé en pourcentage, est calculé par la formule suivante :

$$R_{HEs}\% = P_1 / P_2 \times 100$$

Où  $R_{HEs}\%$  : rendement de l'huile essentielle en pourcentage ;

$P_1$  : poids de l'huile essentielle en g ;

$P_2$  : poids des parties utilisées de la plante en g.

### II.4. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle

La cinétique d'extraction consiste à déterminer le rendement en fonction du temps d'extraction. Elle a pour but de fixer le temps nécessaire pour extraire le maximum d'huile essentielle et de fixer les rendements les plus intéressants pour éviter les pertes en temps et en énergie (BACHELOT *et al.*, 2006).

### II.5. Etude de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de *P.chloranthus*

L'activité antioxydante est par définition le pouvoir de l'extrait ou du composé à inhiber un radical libre ou de bloquer le phénomène d'oxydation. L'activité antioxydante est estimée par différentes méthodes basées sur la coloration et la décoloration de la solution dans une longueur d'onde bien définie (KALLA, 2012).

L'activité antioxydante de l'huile essentielle de *P. chloranthus* a été estimée via trois tests chimiques : le pouvoir réducteur, la mesure de l'activité scavenging d'un radical libre puissant : le DPPH<sup>\*</sup> (2,2 diphényle-1-picrylhydrazyl) et l'inhibition du blanchiment du  $\beta$ -carotène.

#### II.5.1. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur est la capacité d'une molécule à céder un électron ou un proton. De nombreux auteurs considèrent la capacité réductrice d'un composé comme un indicateur significatif de son potentiel antioxydant (MIER *et al.*, 1995; GÜLÇİN *et al.*, 2004; MOREIRA *et al.*, 2008).

### ❖ Principe

La présence d'un composé réducteur dans les échantillons entraîne la réduction du fer ferrique ( $\text{Fe}^{+3}$ ) présent dans le ferricyanure de potassium en forme ferreuse  $\text{Fe}^{+2}$ , dans un milieu acidifié par l'acide trichloracétique, ceci se traduit par le virage de la couleur jaune du ferricyanure de potassium vers la couleur bleu verte dont l'intensité est en fonction du pouvoir réducteur (MOREIRA *et al.*, 2008).

### ❖ Protocole expérimental

Le pouvoir réducteur a été estimé selon la méthode de GÜLÇİN *et al.* (2002b). Un volume de 250 $\mu\text{l}$  de l'huile essentielle diluée à 1/1000 est additionné d'un même volume de tampon phosphate (0.2 M, pH 6.6) et de ferricyanure de potassium (1%). Après incubation à 50°C pendant 20 min, 250 $\mu\text{l}$  d'acide trichloracétique (10%), 1ml de méthanol et 200 $\mu\text{l}$  de chlorure ferrique (0.1%) sont ajoutés au mélange obtenu. L'absorbance est mesurée à 700 nm après 15 min à l'obscurité.

### ❖ Expression des résultats

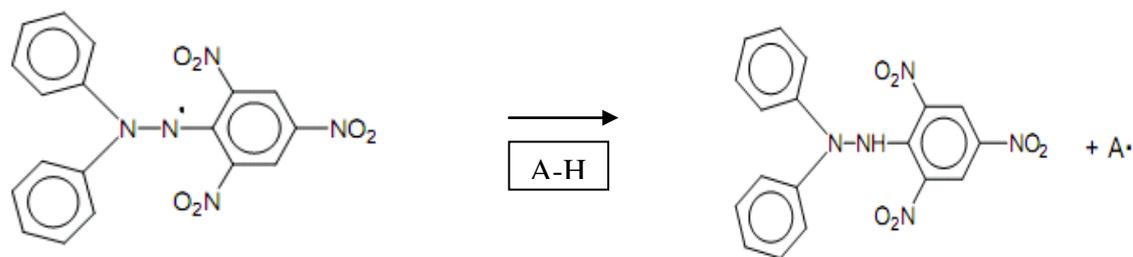
Le pouvoir réducteur de l'huile essentielle est déterminé en se référant à une courbe d'étalonnage : en utilisant l' $\alpha$  tocophérol (vitamine E). Il est exprimé en gramme équivalent tocophérol par rapport au gramme d'huile essentielle (g ET/g d'HEs).

## II.5.2. Effet scavenging du radical DPPH'

L'estimation de l'activité antiradicalaire de l'HEs a été réalisée par le test au DPPH' (2,2 diphényl-1-picrylhydrazyl).

### ❖ Principe

Le piégeage du radical libre stable DPPH' en présence d'un donneur d'hydrogène, peut être suivi par spectrophotométrie, en mesurant la diminution de l'absorbance à 515 ou 517 nm. Ce radical libre de couleur bleu-violette, lorsqu'il est piégé par les antioxydants, apparaît sous sa forme réduite qui est de couleur jaune (Figure 6) (DE GRAEVE, 1985 cité par KALLA, 2012).



DPPH• (couleur bleu-violette)

DPPH-H (Couleur jaune)

**Figure 6.** Structure chimique et réaction du DPPH• avec un donneur d'hydrogène A-H (KALLA, 2012)

#### ❖ Protocole expérimental

L'activité antiradicalaire de l'huile essentielle de *P.chloranthus* a été mesurée par la méthode modifiée de MANSOURI *et al.* (2005), la solution de DPPH• est préparée par la solubilisation de 3,5 mg de DPPH• dans 100 ml de méthanol à 99%. Un volume de 100 µl prélevé à partir de chaque dilution réalisée sur l'huile essentielle a été mélangé avec 3.9 ml de la solution de DPPH• dans des tubes à essai secs. Après 10 min d'incubation à une température ambiante et à l'obscurité, l'absorbance a été mesurée à 517nm. La même procédure a été suivie pour l'α-tocophérol (vitamine E).

#### ❖ Expression des résultats

L'activité antiradicalaire où le pourcentage d'inhibition (I %) est estimée selon la formule suivante :

$$I \% = [(Abs_{517\ c} - Abs_{517\ e}) / Abs_{517\ c}] \times 100$$

**Abs<sub>517 c</sub>** : absorbance du control lue à 517 nm

**Abs<sub>517 e</sub>** : absorbance de l'échantillon lue à 517 nm

La courbe tracée à partir des concentrations en huile essentielle et en l'α-tocophérol en fonction du % d'inhibition du radical DPPH permet de calculer le paramètre IC<sub>50</sub> (concentration inhibitrice à 50%). Ce paramètre est défini comme étant la concentration inhibitrice du substrat qui cause la perte de 50% d'activité de DPPH• (couleur) et s'obtient à partir de la droite tracée.

### II.5.3. Test de blanchiment du $\beta$ -carotène

#### ❖ Principe

La capacité antioxydante de l'huile essentielle de *Pituranthos chloranthus* est déterminée en mesurant l'inhibition des composés organiques volatils et des hydroperoxydes conjugués de diène résultant de l'oxydation d'acide linoléique et responsables de la dégradation oxydative du  $\beta$ -carotène (décoloration) (SARIKURKCU *et al.*, 2010).

#### ❖ Protocole expérimental

Selon la méthode de décoloration du  $\beta$ -carotène décrite par KULISIC *et al.* (2004) dérivée de la méthode originale de Pratt (1980), 0.1 mg du  $\beta$ -carotène mélangé à 20 mg d'acide linoléique et 100 mg de Tween 40 dans un ballon à ébullition, le tout dissous dans le chloroforme, ce dernier a été éliminé par un rotavapeur à 50°C, 50 ml de l'eau oxygénée ont été ajoutés lentement et le mélange a été agité pendant 1 minute pour former l'émulsion A.

Deux cent microlitres (200 $\mu$ l) de d'huile essentielle de *P. chloranthus*, à une concentration de 4000  $\mu$ g/ml d'éthanol, ont été mélangés dans 5ml de l'émulsion (A).

Un contrôle négatif, sans huile essentielle, se composant de 200 $\mu$ l d'éthanol et de 5 ml d'émulsion (A) a été préparé. Une deuxième émulsion (B) se composant de 20 mg de l'acide linoléique, 100 mg de Tween 40 et 50 ml de l'eau oxygénée a été également préparée.

Une solution constituant de 200 $\mu$ l d'éthanol et 5ml de l'émulsion (B) a été préparée et a été employée pour étalonner le spectrophotomètre. Les tubes ont été placés dans un bain Marie à 50°C et l'oxydation de l'émulsion a été surveillée par spectrophotométrie en mesurant l'absorbance à 470nm après chaque 20 min pendant 120min.

L' $\alpha$  tocophérol (vitamine E) a été employée comme contrôle positif en suivant le même protocole que celui de l'huile essentielle de *P. chloranthus*.

#### ❖ Expression des résultats

L'effet antioxydant des échantillons est montré en suivant la cinétique de décoloration du  $\beta$ -carotène dans les systèmes étudiés et exprimé par des courbes de mesure de l'absorbance.

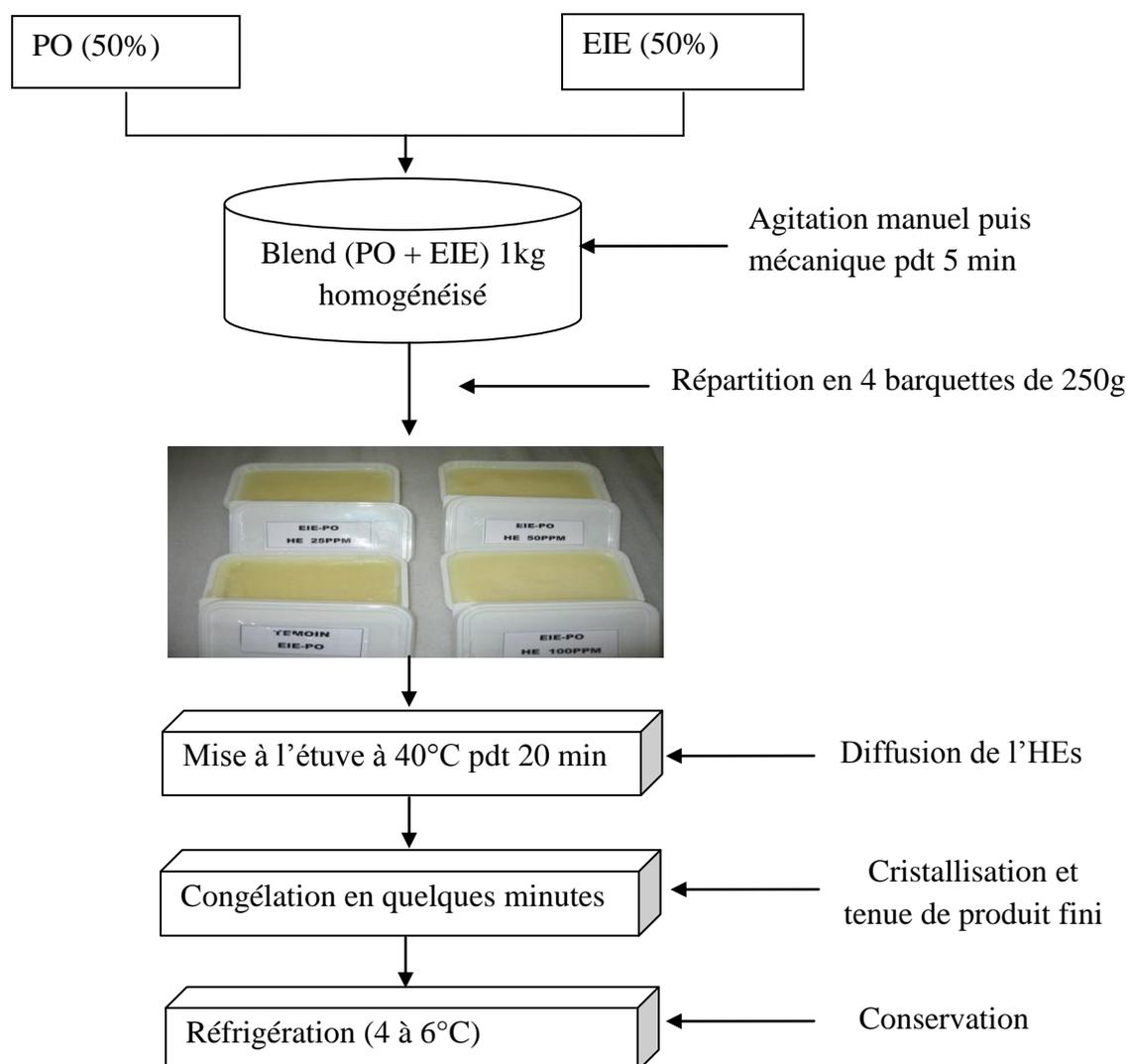
## III. Elaboration du shortening et incorporation de l'EHs de *P.chloranthus*

### III.1. Composition du blend

Une formulation de shortening est confectionnée à base de deux huiles : huile de palme (PO) et un mélange interestérifié par la lipase enzymatique (EIE) constitué de l'huile de palmiste et la stéarine de palme.

### III.1.1. Formulation à l'échelle laboratoire

La formulation de shortening a été réalisée au niveau du laboratoire la margarinerie de l'entreprise Cevital SPA de Bejaia. Elle est constituée du blend : PO (50%) et EIE (50%). Ces huiles sont pesées en premier lieu pour avoir une formulation de 1kg, agitée d'abord manuellement puis à l'aide d'un agitateur mécanique pendant 5 min (Figure 7).



**Figure 7.** Formulation du shortening à l'échelle laboratoire

Après homogénéisation du blend, celui-ci est réparti en barquettes de 250g au nombre de quatre. Trois concentrations en HEs sont ainsi incorporées dans trois barquettes : 25 ppm, 50 ppm et 75 ppm, le quatrième échantillon étant le témoin. Les

quatre échantillons ont été mis dans l'étuve à 40°C pendant 20 min afin de permettre la diffusion de l'HEs, ensuite dans un congélateur pour une dizaine de minutes pour assurer une cristallisation et une tenue du produit fini. Les échantillons ont été laissés au frais dans un réfrigérateur (4 à 6°C) jusqu'à analyse.

#### **IV. Caractérisation physico-chimique du shortening élaborée**

##### **IV.1. Détermination du taux de solide par RMN (teneur en corps gras solides) ou SFC (NF EN ISO 8292 T60-250, 1995)**

La détermination du taux de solide SFC (Solid Fat Content) ou bien la teneur en corps gras solides est effectuée à l'aide d'un spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée basse résolution, de type (minispec mq 20, Germany) (Annexe 3), qui nécessite de connaître la nature de la matière grasse, car l'appareil doit être étalonné avec un corps gras identique à celui que l'on veut doser.

###### **❖ Principe**

Consiste à déterminer le taux de solide SFC dans la matière grasse chauffé et stabilisé à la température de mesure, réalisé par RMN (Résonance Magnétique Nucléaire) et exprimé en pourcentage de solides. Les températures de mesures sont : 20°C, 30°C et 40°C. Cet SFC constitue une caractéristique physique importante influençant notamment les propriétés technologiques et sensorielles des corps gras (la texture).

###### **❖ Mode opératoire**

La méthode directe dite aussi rapide a été utilisé pour l'estimation du taux de solides comme suit:

- Remplir trois tubes en verre propres et secs à 2 cm par l'échantillon fondu préalablement à 70°C dans un bain marie pendant 5 à 10 min ;
- Mettre les trois tubes dans le congélateur pendant 20 min ;
- Incuber les trois tubes à trois températures différentes pendant 20 min comme suite: le premier tube à 20°C, le deuxième tube à 30°C et le troisième tube à 40°C ;
- Placer les tubes dans l'appareil RMN et lire les valeurs données par le logiciel de l'appareil en pourcentage de solides.

##### **IV.2. Détermination du point de fusion (NE. 1. 2.91, 1988)**

###### **❖ Principe**

Le principe est basé sur le passage d'une prise d'essai de la graisse contenue dans un tube capillaire de l'état solide à l'état liquide sous l'effet de la chaleur, exprimé par leur montée dans le tube capillaire, à une température correspondant au point de fusion du corps gras.

❖ **Mode opératoire**

- Introduire deux tubes capillaires en verre dans l'échantillon de shortening et les remplir sur une hauteur de 1 à 2 cm ;
- Mettre les deux tubes capillaires avec leur contenu au congélateur pendant 10 à 20 min ;
- Fixer les deux tubes avec un thermomètre par une pince en bois, ce dernier est accroché sur les cotés d'un bécher et l'ensemble des tubes capillaires et le thermomètre sont immergées dans le bécher contenant de l'eau ayant une température inférieure à 15°C environ par rapport à la température de fusion présumée ;
- Chauffer le bécher de façon à ce que la température de l'eau à l'intérieur s'élève lentement d'environ 0.5°C par minute, en surveillant le moment où le corps gras commence à monter dans chaque tube capillaire ;
- Lire et noter la température correspondante sur l'appareil immédiatement.

**IV.3. Détermination des indices de qualité**

**IV.3.1. Détermination de l'indice de peroxyde (NE. 1. 2. 98, 1988)**

❖ **Principe**

Traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et du chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI). L'iode libéré est titré par la solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) en présence d'amidon comme indicateur de couleur.

❖ **Mode opératoire**

- Peser 5 g de l'échantillon dans un bécher ;
- Mettre l'échantillon dans l'étuve à 70°C pour lui fondre puis mettre l'échantillon liquide dans une fiole de 250 ml ;
- Ajouter 12 ml de chloroforme puis 18 ml d'acide acétique dans la fiole;
- Dissoudre 0.5g KI dans 10 ml d'eau distillée ;
- Ajouter la solution d'iodure de potassium (KI) dans la fiole puis agiter fortement;
- Mettre la fiole contenant le mélange à l'obscurité pendant 2 min;
- Ajouter 75 ml d'eau distillée puis quelques gouttes d'amidon liquide ;

- On titre avec le thiosulfate de sodium à 0.01N ( $\text{Na}_2 \text{S}_2 \text{O}_3$ ) jusqu'à l'obtention d'une solution transparente.
- Lire sur la burette la chute de niveau correspondante

❖ **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde en milliéquivalent d' $\text{O}_2/\text{kg}$  est calculé selon l'équation :

$$\text{Indice de peroxyde} = V \times 2$$

Où :

**V** : est le volume de thiosulfate de Na pour titrer l'échantillon

#### **IV.3.2. Acidité (NE. 1. 2.97, 1988)**

❖ **Principe**

Le principe repose sur le traitement d'une prise d'essai du corps gras par l'alcool, puis titrage d'acides gras libres présents à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH). L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre, exprimée selon la nature du corps gras en acide gras dominant (palmitique/oléique).

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de sodium (NaOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans 1g du corps gras (margarine, shortening, huile).

❖ **Mode opératoire**

- Neutraliser 75 ml d'alcool avec le NaOH (0.1N) en ajoutant quelques gouttes de phénol phtaléine comme indicateur coloré.
- Ajouter 10 g de l'échantillon préalablement chouffé et on fait encore chouffer l'ensemble pour leur homogénéisation.
- Titrer à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium (0.1 N) jusqu'à apparition d'une coloration rose en présence de quelques gouttes de phénol phtaléine.

❖ **Expression des résultats**

L'acidité du corps gras (shortening/huile) est déterminée comme suit :

$$A (\%) = \frac{V \times N \times PM [\text{acide dominant (palmitique/oléique)}] / 100}{PE \times 10} \times 100$$

Où :

**A** : acidité exprimée en % ; **V (ml)** : volume du NaOH utilisé ; **N** : normalité du NaOH utilisé (0.1 N); **PM** : poids moléculaire de l'acide dominant (256g/mole pour l'acide palmitique et 282 g/mole pour l'acide oléique) ; **PE** : masse de la prise d'essai en g.

## V. Evaluation de la stabilité oxydative du shortening

### V.1. Test d'accélération de l'oxydation ou test Rancimat (ISO 6886, 2006)

Ce test est très utilisé dans les cahiers de charges pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La spécification de TIR correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif (RAHMANI, 2007).

#### ❖ Principe

Le principe du test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à une température spécifiée. Elle se fait généralement à une température comprise entre 100 et 120 °C, sous un bullage intensif d'air (à 98°C dans les conditions opératoires de notre travail). Les acides organiques, produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une fiole contenant de l'eau déminéralisée ou distillée, dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. Le temps est déterminé par conductimétrie et correspond au TIR (Temps d'Induction au test Rancimat) ou période d'induction (PI) (Annexe 4). La fin de celle-ci est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides gras volatils produits au cours de l'oxydation.

#### ❖ Mode opératoire

Fixer la pompe à membrane pour gaz et régler le débit à 10 l/h exactement. Puis arrêter à nouveau la pompe



Amener le bloc chauffant à la température voulue (100°C en général) à l'aide du thyristor et du thermomètre à contact. La température doit être maintenue constante à  $\pm 0,01$  °C près pendant la durée de l'essai



Remplir les cellules de mesure de 50 ml d'eau distillée ou déminéralisée à l'aide d'une pipette de mesure



Vérifier les électrodes et régler leurs signaux à l'aide du potentiomètre d'étalonnage de façon à ce qu'elles soient sur l'axe zéro du papier de l'enregistreur



A l'aide d'une pipette peser, à 0,01g près, 3,00g de l'échantillon et les introduire dans le flacon d'oxydation à l'air



Mettre en marche la pompe à membrane pour gaz et régler à nouveau le débit sur 10 l/h exactement. Relier le tube d'arrivée et le tube de sortie d'air aux flacons d'oxydation à l'air et aux cellules de mesure à l'aide des tubes de raccordement



Introduire le flacon d'oxydation à l'air muni de son bouchon hermétique dans le trou percé à cet effet dans le bloc chauffant ou dans le bain chauffant, qui doivent être tous deux à la température requise



Arrêter les mesures au moment où le signal est atteint 100% de l'échelle de l'enregistreur (généralement 200 $\mu$ S/cm).

❖ **Expression des résultats**

L'appareil utilisé permet un calcul automatique de la période d'induction, en utilisant le maximum de la seconde dérivée de la courbe. La stabilité à l'oxydation est exprimée en heures.

**V.2. Test de Shaal ou méthode à l'étuve**

Ce test a été réalisé d'après RAHMANI (2007), avec modifications concernant la température d'incubation (40°C) ainsi que la période d'incubation (5 semaines). Ce test consiste à oxyder les échantillons de shortening élaboré (témoin + échantillons incorporés de l'HEs de *P. chloranthus*) dans une étuve à 40°C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde sur des prélèvements faits chaque semaine pendant 5 semaines.

**VI. Analyses statistiques**

L'analyse statistique des données a été effectuée à l'aide du logiciel Excel 2007 et les résultats sont exprimés en (Moyenne ± Ecartype). Les figures ont été réalisées à l'aide du logiciel Excel 2007 et du logiciel OriginPro 8.

## II. RÉSULTATS ET

## DISCUSSION

## RESULTATS ET DISCUSSION

### 1. Taux d'humidité

La partie aérienne de *P. chloranthus* a révélé un taux d'humidité égal à  $11,8 \pm 0,097\%$  et  $88,2 \pm 0,116\%$  représentant la matière sèche ayant servi à l'extraction des huiles essentielles. En effet BENLARABI et HACHEMI (2013) ont rapporté un taux d'humidité égal à 11,4 %, valeur proche de celle calculée précédemment.

### 2. Rendement en huiles essentielles

L'huile essentielle a été extraite de la partie aérienne de *P.chloranthus* par un hydrodistillateur. L'extraction par ce procédé d'hydrodistillation a donné une huile de couleur jaune foncée avec une forte odeur caractéristique (Annexe 2). Le rendement en huiles essentielles obtenu est voisin de  $0,86 \pm 0,09 \%$ . BENLARABI et HACHEMI (2013) ont signalé un rendement de 2,2 %, quant à DAHIA (2009), le rendement rapporté a été de 1,1%. NEFFATI *et al.* (2009b) ont enregistré différents rendements en huiles essentielles et ce pour trois échantillons collectés dans trois régions de Tunisie et trois périodes de l'année, comme mentionné en (Tableau VII).

**Tableau VII.** Rendements en HEs de *Pituranthos chloranthus* de trois régions de la Tunisie (NEFFATI *et al.*, 2009b).

Période de récolte	Rendement en %		
	Août	Novembre	Avril
Régions			
Région 1	0,32	0,42	0,15
Régions 2 et 3	0,36	0,60	0,30

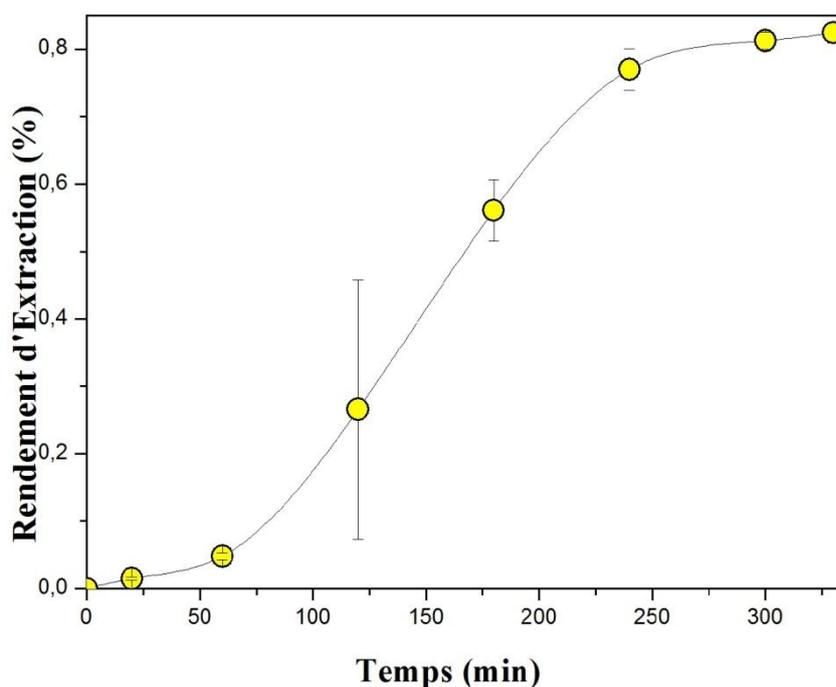
On remarque que le rendement de la présente étude est supérieur à ceux du tableau. Ces fluctuations dans les rendements en HEs de l'espèce *P.chloranthus* peuvent être inféodé aux principaux facteurs géographiques qui influent de façon significative sur la végétation en Algérie, comme partout ailleurs, dont le climat (précipitation, température, vent, radiation solaire, etc.), le sol et l'altitude. C'est surtout l'équilibre délicat de ces facteurs qui joue un rôle primordial à la fois dans le développement individuel des plantes et dans leur distribution (BENISTON, 1984), mais aussi à la méthode d'extraction par hydrodistillation et aux

conditions de séchage de la plante (la température de séchage, le temps et l'endroit prévu à cet effet).

Le procédé d'hydrodistillation est largement employé pour l'extraction des huiles essentielles. Cependant la perte en composés aromatiques volatils, la faible efficacité d'extraction et la dégradation de composés insaturés à travers des effets thermiques et hydrolytiques sont, dans plusieurs cas, soulevées (OZEL et KEYMAZ, 2004 ; DAMJANOVIC' *et al.*, 2005).

### 3. Cinétique d'extraction de l'huile essentielle

Le suivi de l'évolution du rendement en huile essentielle obtenu en fonction du temps d'extraction est illustré en (Figure 8).



**Figure 8.** Evolution du rendement en fonction du temps d'extraction d'huile essentielle de *P.chloranthus*.

D'après la figure, trois phases sont nettement distinguées :

-La première phase [0 – 60]min correspond à une augmentation lente du rendement d'extraction pendant 50 minutes correspondant à la phase de chauffage de la matrice végétale étudiée.

-La deuxième phase s'observe dans l'intervalle de temps [60 – 240]min qui se caractérise par une augmentation rapide du rendement d'extraction de  $0,05 \pm 0,01\%$  à  $0,75 \pm 0,02\%$ .

-La troisième phase [240 – 330] se caractérise par la formation d'un palier où le rendement d'extraction ( $0,81 \pm 0,008$ ) % n'évolue plus, suggérant l'épuisement total de la plante en huiles essentielles.

D'une manière générale, l'extraction de l'huile essentielle obéit aux lois de diffusion moléculaire et thermodynamique de la phase solide (la matrice végétale) à la phase liquide puis gazeuse (la vapeur d'eau qui se charge au fur et à mesure des molécules aromatiques). Au début de l'extraction (Phase I), la diffusion est faible du fait que la membrane végétale manifeste une résistance au transfert de matière (les molécules aromatiques), jouant ainsi le rôle d'une barrière peu perméable. Par la suite (Phase 2), le transfert de chaleur de la phase liquide (l'eau bouillante) à la phase solide (la matrice végétale) est favorisé. Une perméabilisation de la paroi, par destruction des structures pariétales, est prononcée sous l'effet du chauffage, augmentant ainsi la diffusion moléculaire et facilitant le passage des molécules vers la phase gazeuse (la vapeur d'eau). Enfin (Phase III), la restauration des équilibres thermodynamique entre les phases et la faible diffusivité des molécules sous l'effet de l'épuisement de la matrice végétale va en faveur d'un arrêt du transfert de matière en question.

Ainsi, l'optimisation des paramètres durée et quantité de matière végétale sèche nous permet de ressortir les valeurs de  $t = 250$ min pour une masse de 80 g.

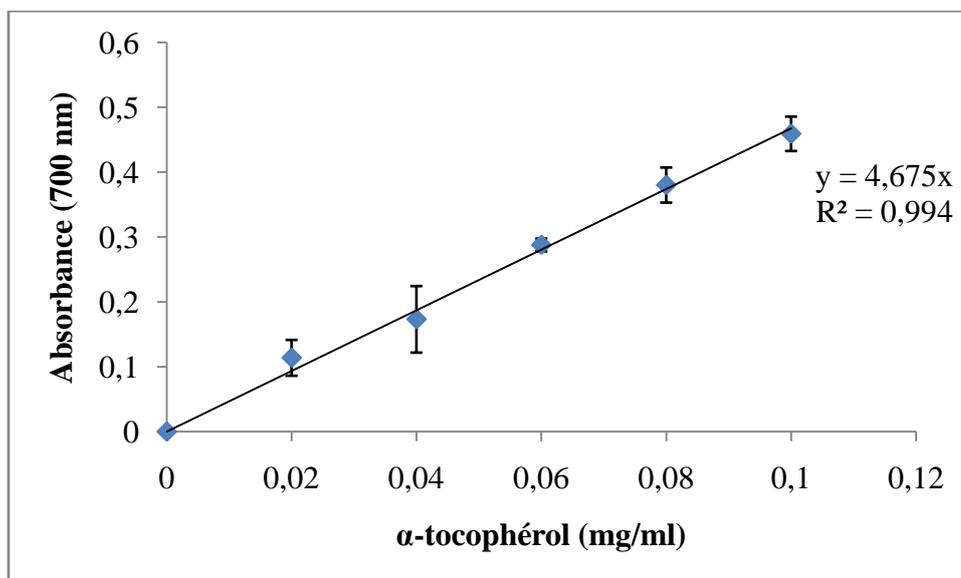
#### **4. Activité antioxydante**

Les mécanismes d'actions des antioxydants sont variés ainsi que les méthodes de mesure de leurs activités antioxydantes. Certaines d'entre elles reposent sur la capacité réductrice d'un composé, d'autres, par contre, reposent sur la mesure de la capacité de ces antioxydants à piéger les composés radicalaires (JAVANMARDI, 2003) tel que DPPH<sup>•</sup> ou ABTS<sup>+</sup> et le test de blanchiment de  $\beta$ -carotène qui sont plus couramment utilisés pour l'évaluation du comportement antioxydant totale d'extraits et d'huiles essentielles (HAJLAOUI *et al.*, 2010). L'activité antioxydante de l'huile essentielle de *P.chloranthus* est évaluée par trois différents tests effectués au niveau de laboratoire de la Nutrition et Technologies Alimentaires (LNTA).

##### **4.1. Pouvoir réducteur**

Le test du pouvoir réducteur met en évidence la capacité d'une molécule à réduire un oxydant en lui cédant un électron, permettant ainsi de bien apprécier l'activité antioxydante de l'huile testée. La capacité réductrice d'un composé peut servir d'indicateur de son potentiel antioxydant (FABRI *et al.*, 2009).

Le pouvoir réducteur ou la capacité de réduction du  $Fe^{+3}$  en  $Fe^{+2}$  par l'huile essentielle de *P.chloranthus* présent dans le milieu réactionnel a été évalué par rapport à un standard (l' $\alpha$ -tocophérol ou vitamine E) exprimé en g ET/g d'HEs (Figure 9). Celle-ci a été évalué en terme d'activité antioxydante et a montré un pouvoir réducteur de  $(0.094 \pm 0.018)$  g ET/g HEs (Tableau VIII).



**Figure 9.** Courbe d'étalonnage de  $\alpha$ -tocophérol.

D'après les résultats de BERROUA et CHEBBI (2013) sur l'espèce *Pituranthos scoparius* le pouvoir réducteur de cette plante par rapport à l' $\alpha$ -tocophérol a donné une valeur de  $(2,588 \pm 0,509)$  g ET/gHEs supérieure à celle de la présente étude.

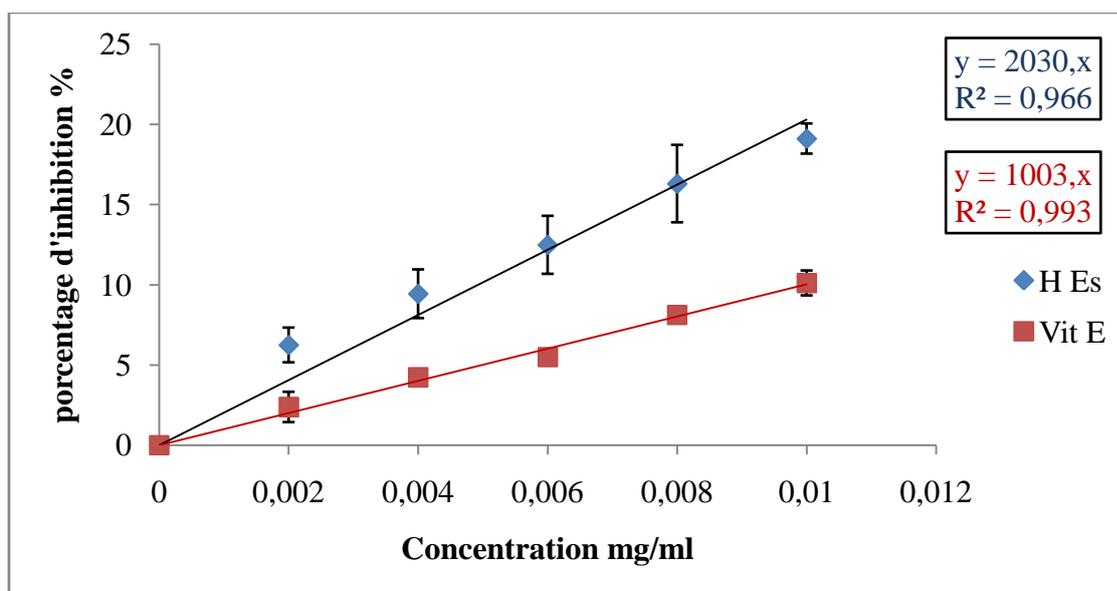
La propriété du pouvoir réducteur indique que ces composés sont des donneurs d'électrons et peuvent réduire les intermédiaires oxydées des processus de peroxydation lipidique, donc ils peuvent agir comme antioxydants primaires et secondaires (YEN et CHEN, 1995 cité par FABRI *et al.*, 2009).

#### 4.2. Evaluation de l'activité antiradicalaire par le DPPH•

La capacité de piégeage des radicaux libres (DPPH•) a été mesuré à partir du changement de la couleur violette de la solution méthanolique de DPPH sous l'effet des composés présents dans l'huile et pouvant céder un atome d'hydrogène ou un électron. La mesure de l'activité s'effectuant par spectrophotométrie (BURITS et BUCAR, 2000 et SACCHETTI *et al.*, 2005 cité par NEFFATI *et al.*, 2009).

Ces antioxydants donneurs d'électrons aux radicaux libres conduisent à des espèces non radicalaires et par conséquent inhibent la propagation de l'oxydation des lipides (LUGASI *et al.*, 1998 cité par FABRI *et al.*, 2009).

Les résultats de calcul des pourcentages d'inhibition du radical DPPH• à partir de différentes mesures de l'absorbance (A) effectuées par spectrophotométrie à 517 nm, sont illustrés en (Figure 10).



**Figure 10.** Variation du pourcentage d'inhibition du DPPH• en fonction des concentrations de l'HEs et de l'  $\alpha$ -tocophérol (vitamine E).

Le pourcentage d'inhibition du DPPH• en fonction des concentrations de l'  $\alpha$ -tocophérol et de l'huile essentielle de *P. chloranthus* donnent des droites passant par l'origine et dont les équations de droites respectives sont rapporté en (Figure 10). On remarque qu'une inhibition du radical libre a été observé pour l'ensemble de la gamme de concentrations étudiées et que l'effet de piégeage est d'autant plus important que les concentrations en antioxydants (HEs de *P. chloranthus* et  $\alpha$ -tocophérol) augmentent .Ainsi, ces droites nous ont permis de calculer la concentration inhibitrice à 50% (IC<sub>50</sub>), dont les valeurs respectives pour l'HEs de *P. chloranthus* et l' $\alpha$ -tocophérol sont rapportés en (Tableau VIII).

**Tableau VIII.** Pouvoir réducteur (PR) et concentration inhibitrice (IC<sub>50</sub>) de l'huile essentielle de *P. chloranthus* (HEs) et de α-tocophérol de deux tests (DPPH et pouvoir réducteur)

Echantillon	IC <sub>50</sub> (mg/ml)	PR (g ET/g HEs)
α-tocophérol	0,049 ± 0,001	/
HEs	0,024 ± 0,002	0.094 ± 0.018

En principe, plus faible est la valeur d'IC<sub>50</sub> d'un composé plus grande est son activité anti radicalaire de celui-ci (Blois, 1958 et Uchiyama *et al.*, 1968 cité par kalla 2012). D'après les résultats du (Tableau VIII), l'α-tocophérol possède une activité antioxydante inférieure, dont l'IC<sub>50</sub> est de l'ordre de (0,049 ± 0,001) mg/ml, par rapport à celle de l'HEs de *P. chloranthus*, dont l'IC<sub>50</sub> est de (0,024 ± 0,002) mg/ml, témoignant de sa forte activité antioxydante. Ceci est confirmé également par rapport aux résultats cités dans les travaux de NEFFATI *et al.* (2009b) et YANGUI *et al.* (2009), où les IC<sub>50</sub> sont de l'ordre de 0,078 mg/ml et 0,059 mg/ml respectivement pour la même espèce.

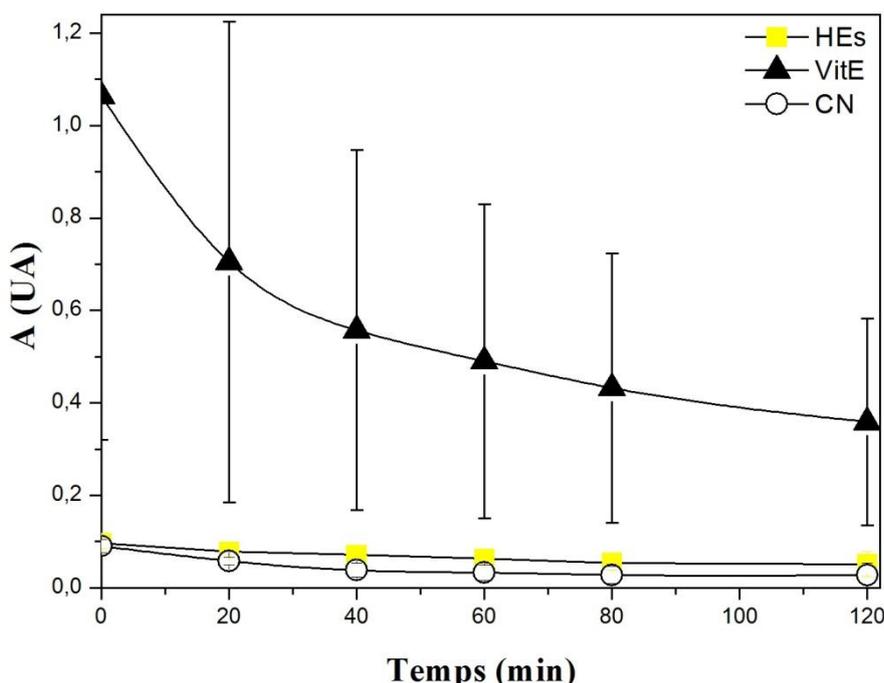
YANGUI *et al.* (2009) indiquent que l'activité antioxydante et l'activité de piégeage du radical DPPH de l'huile essentielle de *P. chloranthus* peut être attribuée à la présence de quelques composés qui sont responsables de l'activité antioxydante. Ces différents composés cités par plusieurs auteurs sont: terpinen-4-ol (RUBERTO et BARATTA, 2000), myrtenol (LEE et SHIBAMOTO, 2001), p-menth-2-en-1-ol (TUZUN et YEGEN, 2000), 8-hydroxy-p-cymene (BEDOUKIAN et WELDON, 2007). Ces composés sont considérés comme étant les constituants principaux ou majoritaires de l'huile essentielle de *P. chloranthus* et la plupart appartiennent au groupe des monoterpènes (YANGUI *et al.*, 2009).

De même, NEFFATI *et al.* (2009a, b) ont étudié la composition chimique de l'huile essentielle de *P. chloranthus* et ont rapporté que la plupart des composés étaient des monoterpènes et que le thymol et le carvacrol sont les composés majoritaires. Les composés qui sont majoritaires et appartenant aux classes des monoterpènes, cyclopentanes et des aldéhydes dans une huile essentielles expriment une forte activité antioxydante (RICCI *et al.*, 2005).

### 4.3. Test de blanchiment du $\beta$ -carotène

L'inhibition du blanchiment du  $\beta$ -carotène est évaluée par l'aptitude d'un antioxydant à neutraliser les radicaux libres issus de l'oxydation de l'acide linoléique et les autres radicaux libres formé dans le système (c'est-à-dire le milieu réactionnel) qui attaquent les doubles liaisons du  $\beta$ -carotène. Ceci se traduit par la décoloration de plus moins forte de ce dernier (BARROS *et al.*, 2009).

La cinétique de décroissance de l'absorbance (en unités arbitraires UA) en fonction du temps est présentée en (Figure 11).



**Figure 11.** Cinétique de blanchiment du  $\beta$ -carotène en fonction du temps

D'après la (Figure 11), il existe une décroissance de l'absorbance en fonction du temps dans les trois systèmes étudiés à savoir : le système contenant l' $\alpha$ -tocophérol (Vit E), le système contenant l'huile essentielle de *P. chloranthus* (HEs) et enfin le système ne contenant aucun des éléments précédents (le control négatif CN). On remarque que l'inhibition du blanchiment du  $\beta$ -carotène est meilleure au niveau du système contenant l' $\alpha$ -tocophérol. En effet, l'absorbance du mélange à  $t = 120\text{min}$  correspond à  $A = 0,36$ . Cependant, en considérant la forte couleur du mélange au début de la mesure (à  $t = 0\text{min}$  ;  $A = 1,06$ ), on constate que la décoloration est plus intense que les deux autres systèmes. Ceci pouvant s'expliquer par le fait que plusieurs radicaux libres ont été générés dans le système et que l' $\alpha$ -tocophérol a été oxydé en conséquence, protégeant ainsi le  $\beta$ -carotène de l'oxydation.

L' $\alpha$ -tocophérol s'oxyde plus rapidement que les autres isomères tocophéroliques, en raison de sa forte capacité donatrice d'hydrogène (Hydrogen Donating Capacity). En outre, celui-ci semble s'engager dans des réactions dites annexes (side reactions) autres que celles responsables de la formation de radicaux peroxy (SEPPANEN *et al.*, 2010).

En outre, lorsque la vitamine E et le  $\beta$ -carotène sont en présence d'un radical acylperoxy, la réduction du radical est réalisée préférentiellement par la vitamine E en raison de la combinaison des deux caractéristiques à prendre en compte : les constantes de vitesse et les concentrations relatives des deux antioxydants. Il a été montré que le  $\beta$ -carotène n'interagit pas avec l' $\alpha$ -TO• (radical tocophéroxyle). En d'autres termes, le  $\beta$ -carotène ne régénère pas l' $\alpha$ -TOH ( $\alpha$ -tocophérol) à partir de l' $\alpha$ -TO• (radical tocophéroxyle). En revanche, l' $\alpha$ -TOH protège *in vitro* le  $\beta$ -carotène de l'oxydation (LEGERS, 2010).

Concernant les deux autres systèmes, le système avec l'HEs de *P. chloranthus* est plus performant que le control négatif (CN). En effet, pour des absorbances égales à  $t = 0$  min ( $A = 0,09$ ), les courbes se distinguent tout au long de la période de l'essai et montrent une évolution stationnaire dans la région  $80 \leq t \leq 120$  min, dans laquelle on peut supposer que la quantité de radicaux libres formés n'évolue plus avec le temps (ceci est en accord avec les réactions primaires et secondaires de l'oxydation). On constate ainsi que l'effet protecteur est induit surtout, dans ce cas, par l'HEs de *P. chloranthus*.

On ne peut conclure que l'effet protecteur de l'HEs de *P. chloranthus* est meilleur que celui de la Vit E (grandeurs d'absorbances très élevées et effet de la couleur de la Vit E sur le système concerné), néanmoins on peut affirmer cet effet sur la protection contre l'oxydation du  $\beta$ -carotène.

La variation des activités d'huiles essentielles pourrait être attribuée à trois facteurs principaux : facteurs génétiques, phases de croissance et l'environnement (sol et climat) (KAMATOU *et al.*, 2008).

## **5. Physico-chimie et stabilité oxydative du shortening élaboré par incorporation de l'HEs de *P. chloranthus***

### **5.1. Caractéristiques physicochimiques**

Les différents paramètres physico-chimiques du shortening élaboré sont consignés dans le (Tableau IX).

**Tableau IX.** Caractéristiques physico-chimiques du shortening élaboré.

Paramètre étudié	Résultat	NR*
Acidité (mgKOH/g shortening)	0,04 ± 0.01	≤ 0,1
Point de fusion (°C)	39,40 ± 0.10	/
SFC (% de solides)	20°C	32,50 ± 0.20
	30°C	12,81 ± 0.20
	40°C	03,85 ± 0.20

\*Norme référentielle

L'acidité (%) est le pourcentage d'acides gras libres exprimés conventionnellement selon la nature du corps gras en acide oléique pour la grande majorité des corps gras, ou palmitique pour l'huile de palme, ou laurique pour les graisses lauriques (coprah, palmiste) (KARLESKIND et WOLFF, 1992). L'acidité calculée pour le shortening élaboré est relativement faible, ce qui indique la fraîcheur des corps gras utilisés pour son élaboration (PO et EIE). D'après KARLESKIND et WOLFF (1992), un corps gras est à l'abri de l'altération par hydrolyse, si son acidité est  $\leq 0,1$  %. Cette condition est remplie dans notre cas.

ZHANG *et al.* (2005) expliquent que l'estimation du point de fusion donne une idée sur le comportement rhéologique. Il est toutefois fortement dépendant de la composition du corps gras en acides gras et triglycérides. Le point de fusion estimé pour le shortening est élevé vu la composition du blend binaire caractéristique en PO et EIE. En effet, la composition de ces deux huiles en acides gras et triglycérides déterminent les propriétés physico-chimiques et rhéologiques du shortening élaboré. D'après GHOTRA *et al.* (2002), les graisses et les huiles contenant des acides gras saturés à longues chaînes ont des points de fusions plus élevés que les acides gras polyinsaturés ou à courte chaînes. La présence de l'EIE a également un impact sur le profil de fusion du blend. Pour le EIE, le point de fusion élevée est dû notamment à l'interestérisation enzymatique et donc à l'apparition de triglycérides à hauts points de fusion (CHIKHOUNE, 2011). Les huiles végétales montrent des points de fusions élevés après interestérisation, ceci s'explique en partie par la distribution intra position des AG au sein des triglycérides (LIST *et al.*, 1997).

Les caractéristiques d'une graisse plastique prête à l'emploi dépendent à la fois de la composition du mélange et des traitements thermiques et mécaniques qu'elle a subis. Cette composition qualitative et quantitative de la phase grasse influe en effet prioritairement à

toute température sur le rapport solide/liquide. (KARLESKIND et WOLFF, 1992). On remarque que le taux de solides (SFC) décroît au fur et à mesure que la température augmente. Ceci se traduit par la transformation des corps solides en fraction liquide. A la température de 40°C, il ne reste que 3,85% de solides dans le blend binaire étudié. Les normes référentielles (NR) indiquées dans le tableau concernent surtout des shortenings usuelles non incorporées de graisses interestérisées, proposées par GHOTRA *et al.* (2002) pour des shortenings américains. On peut ainsi expliquer la faible valeur obtenue à 40°C par l'effet ramollissant de l'EIE. ROUSSEAU et MARANGONI (1998) attribue un effet bénéfique à l'incorporation des huiles interestérisées dans les blends constituant les margarines en agissant sur la dureté. Ceci peut être aisément transposable sur les shortenings, vu que l'action de ces graisses s'effectue surtout sur la phase grasse. LIST *et al.* (1995), un blend incorporé d'interestérisé à raison de 50 : 50 avec des huiles fluides favorise un point de fusion proche de 42°C. Ainsi, le concept de formulation des shortenings à base d'huiles interestérisés semble être une bonne stratégie. En raison de sa fluidité, le PO et sa fraction oléique contribue à la fraction fluide dans les formulations de shortening. Leur rôle réside surtout dans l'amélioration de la plasticité du produit dans un intervalle de températures basses. La présence des acides gras saturés dans le PO contribue surtout à la stabilité oxydative du produit (NOR AINI et MISKANDAR, 2007).

## **5.2. Stabilité oxydative du shortening élaboré**

### **5.2.1. Test d'accélération de l'oxydation ou test Rancimat**

L'oxydation lipidique des aliments est un problème qui se pose de plus en plus en agroalimentaire. Elle tend notamment à réduire la durée de conservation du produit, induire sa palatabilité, fonctionnalité et sa qualité nutritionnelle (HIDALGO *et al.*, 2006). Les résultats du test Rancimat pour le shortening témoin et celui incorporé de 25, 50 et 75ppm respectivement sont montrés en (Tableau X) et en (Annexe 5).

**Tableau X.** Stabilité oxydative du shortening incorporé de l'huile essentielle de *P. chloranthus* évaluée par le test Rancimat.

Echantillon	Période d'induction (PI) (h)
Shortening témoin	43,98
Shortening + 25ppm HEsPC*	39,43
Shortening + 50ppm HEsPC	35,92
Shortening + 75ppm HEsPC	41,97

\*Huile essentielle de *P. chloranthus*.

Les cinétiques d'oxydation des échantillons de shortening élaboré et incorporé de l'huile essentielle de *P. chloranthus* à teneurs de 25, 50 et 75ppm, montrées en (Annexe 5), présentent le temps d'induction (PI) en fonction de la conductivité. L'allure des graphes est caractéristique car elle présente une évolution progressive au début puis formation d'un point d'inflexion correspondant à une augmentation brusque de la conductivité. Cette allure est expliquée d'après ARAIN *et al.* (2009) par le fait que les produits de dégradation volatils sont piégés dans l'eau distillée induisant ainsi l'augmentation de la conductivité. La période d'induction est déterminée à partir du point d'inflexion de la courbe de conductivité.

D'après les résultats du tableau, on remarque que le témoin exprime la meilleure résistance à l'oxydation (43,98h). Ceci peut être expliqué par l'effet bénéfique des huiles incorporées, notamment l'EIE, comme précédemment discuté en section 5.1. L'ajout de l'huile essentielle à différentes concentrations n'a apparemment pas amélioré la résistance à l'oxydation par rapport au témoin, néanmoins le shortening incorporé à 75ppm de l'HEs PC a montré la meilleure résistance à l'oxydation (41,97h) par rapport aux deux autres échantillons. Le choix des concentrations précédentes est basé sur le fait que l'entreprise CEVITAL SPA incorpore les antioxydants à raison de 100ppm dans ses produits. Il est admis que l'action antioxydante d'un composé se manifeste généralement à faible dose, il est donc intéressant de savoir la plus faible concentration qu'il faut pour garantir une meilleure stabilité oxydative pour le shortening. On ne peut expliquer qu'une plus faible concentration permet d'avoir une meilleure stabilité d'après les résultats précédents. En effet, il est vrai que la concentration à 25ppm a donné une meilleure stabilité oxydative (39,43h) par rapport à celle de 50ppm (35,92h). D'après LIANG et SCHWARZER (1998), plusieurs tests d'accélération de l'oxydation autre que le Rancimat sont nécessaires à mettre en œuvre lors de la mesure de la

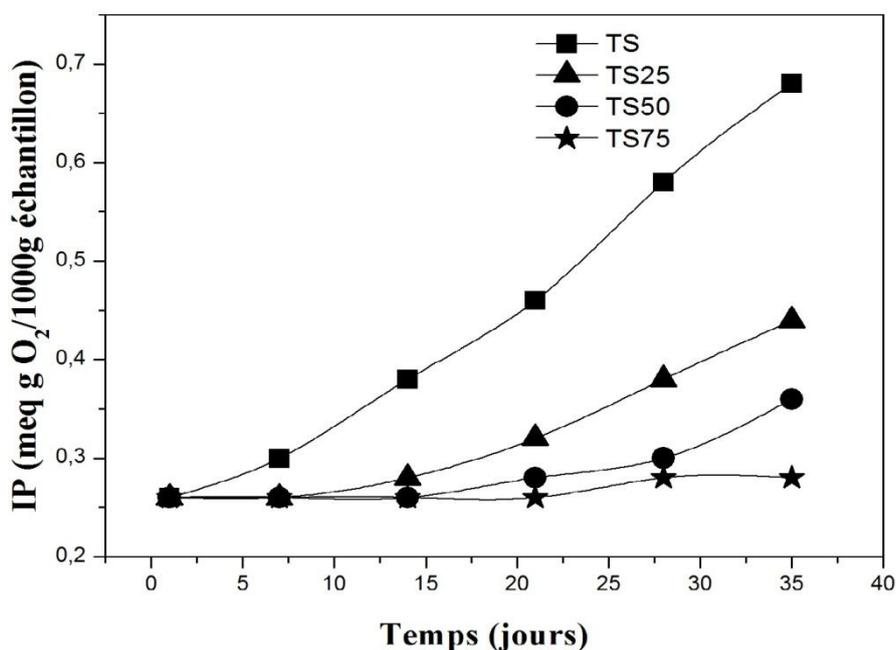
stabilité oxydative des corps gras, particulièrement dans l'étude de l'efficacité d'un antioxydant.

### 5.2.2. Test de Shaal modifié

Le test de Shaal ou méthode à l'étuve consiste à oxyder la matière grasse dans une étuve à 60°C. La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de peroxyde sur des prélèvements faits toutes les 4, 8, ou 24h. Cette méthode présente l'avantage de se rapprocher des conditions réelles de stockage (cas des flacons transparents d'huiles conservés à la lumière du jour et à température ambiante) (RAHMANI, 2007).

L'indice de peroxyde est généralement utilisé comme indicateur de la détérioration des matières grasses ou des huiles. Au fur et à mesure de l'oxydation, les doubles liaisons de l'acide gras insaturé sont attaquées, ce qui entraîne la formation de peroxydes (CHEFTEL *et al.*, 1977).

Les résultats d'oxydation des échantillons de shortening témoin et incorporé de 25, 50 et 75ppm sont montrés en (Figure 12).



**Figure 12.** Evolution de l'indice de peroxyde dans les échantillons de shortenings témoins et incorporés de l'huile essentielle de *P. chloranthus*.

On remarque que les échantillons étudiés présentent des profils d'oxydation différents dépendant de l'évolution de l'indice de peroxyde durant la période étudiée. Au début de la

mesure de l'indice de peroxyde (après 1jour d'élaboration), les quatre échantillons présentent une même valeur qui est de  $IP = 0,26 \text{ meq.g O}_2/1000\text{g}$  échantillon. Après 7jours d'élaboration, le shortening témoin présente une valeur de  $IP = 0,30 \text{ meq.g O}_2/1000\text{g}$  échantillon tandis que les échantillons de shortening incorporés d'huile essentielle de *P. chloranthus* montrent des valeurs identiques en indice de peroxyde et une stabilité oxydative idem à celle du 1<sup>er</sup> jour après élaboration. A partir de la troisième semaine et jusqu'à la cinquième semaine, la tendance est en faveur de l'évolution de l'indice de peroxyde pour l'ensemble des échantillons étudiés. En effet, on peut constater que le shortening incorporé à 75ppm de l'HEs de *P. chlorabthus* montre la meilleure stabilité à l'oxydation, avec une valeur de  $IP = 0,28 \text{ meq.g O}_2/1000\text{g}$  échantillon et ce à la cinquième semaine d'incubation. Contrairement à ce qui a été constaté en section 5.2.1, le shortening incorporé de 50ppm montrent une meilleure résistance à l'oxydation ( $IP = 0,36 \text{ meq.g O}_2/1000\text{g}$  échantillon) par rapport à celui incorporé de 25ppm ( $IP = 0,44 \text{ meq.g O}_2/1000\text{g}$  échantillon). Ceci ne peut être expliqué que par la méthode de l'évaluation de la stabilité oxydative. Dans la méthode Rancimat, l'échantillon subit une oxydation accélérée à très haute température, tandis que dans la méthode de Schaal l'oxydation se rapproche des conditions réelles d'oxydation des corps gras lors de l'entreposage. Il est délicat de dresser une corrélation entre les deux méthodes, vu que les conditions opératoires ne sont pas les mêmes. Ceci est également le cas pour le shortening témoin, qui est considéré comme étant le plus stable d'après la méthode Rancimat.

Les valeurs de l'indice de peroxyde pour les échantillons étudiés concordent avec les résultats de DJOUAB (2007) et sont nettement inférieurs, pour l'ensemble de la durée étudiée, à la norme utilisée comme référence par l'auteur, qui est de  $5\text{meq O}_2/\text{Kg}$  d'échantillon.

Le shortening élaboré contient 50% en EIE. La valeur de l'indice de peroxyde obtenue pour le témoin concorde avec les résultats de zhang *et al.* (2005) qui ont montré l'existence d'une corrélation entre l'indice de peroxyde et le taux d'interestérisation des huiles.

CONCLUSION ET

PERSPECTIVES

## **Conclusion**

La présente étude a concerné l'extraction et l'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle (HEs) de l'espèce *Pituranthos chloranthus* (nommé « Guezzah »), plante endémique du Sahara septentrional algérien, ainsi que son incorporation dans une formulation de shortening élaborée au niveau du laboratoire margarinerie de CEVITAL SPA. Ce travail a permis d'aboutir aux résultats suivants :

La partie aérienne de *Pituranthos chloranthus* a révélé un taux d'humidité égal à ( $11,8 \pm 0,097$ ) % et son rendement en huile essentielle, extraite par hydrodistillation, est voisin de ( $0,86 \pm 0,09$ ) %.

Le suivi de l'évolution du rendement en huile essentielle obtenu en fonction du temps d'extraction nous a permis l'optimisation du paramètre temps ( $t = 250\text{min}$ ) pour une masse de la plante sèche de ( $m = 80\text{ g}$ ).

En outre, L'activité antioxydante de cette huile essentielle déterminée par les trois tests suivants : pouvoir réducteur, test DPPH• et test de blanchiment du  $\beta$ -carotène, a été évaluée par rapport à un standard (l' $\alpha$ -tocophérol ou vitamine E). Le pouvoir réducteur exprimé en gramme équivalent tocophérol par rapport au gramme d'huile essentielle (g ET/g d'HEs) a donné une valeur de  $0.094 \pm 0.018$  g ET/g HEs, cette huile essentielle possède également des capacités de piégeage (scavenging) de DPPH• supérieurs à celui de l' $\alpha$ -tocophérol, dont la concentration inhibitrice à 50% ( $IC_{50}$ ) est de  $0,024 \pm 0,002$  mg/ml, témoignant de sa forte activité antioxydante. D'autre part, cette huile essentielle présente un effet protecteur contre l'oxydation du  $\beta$ -carotène et ceci a été montré par la cinétique de blanchiment.

L'essai de formulation d'un shortening incorporé de différentes concentrations en huile essentielle de *P. chloranthus* a été réalisé. Les caractéristiques physico-chimiques du shortening élaboré comprenant : l'acidité ( $0,04 \pm 0.01$  mgKOH/g shortening), l'indice de peroxyde ( $0.26$  MeqO<sub>2</sub>/Kg) et le point de fusion ( $39,40 \pm 0.10$  °C) s'avèrent conformes aux standards de l'entreprise. L'analyse du taux de solide par spectroscopie RMN a donné une courbe de solide caractéristique des shortenings.

L'évaluation de la stabilité oxydative pour le shortening témoin et celui incorporé de 25, 50 et 75ppm a été réalisée par le test Rancimat et Schaal. Les résultats obtenus par le test Rancimat sont respectivement de : 43.98 h (témoin), 39.43 h (shortening incorporé à 25ppm), 35.92 h (shortening incorporé à 50ppm) et 41.97 h (shortening incorporé à 75ppm) ;d'après ces

résultats, l'ajout de l'huile essentielle à différentes concentrations n'a apparemment pas amélioré la résistance à l'oxydation par rapport au témoin, néanmoins le shortening incorporé à 75ppm de l'HEs PC a montré la meilleure résistance à l'oxydation (41,97h) par rapport aux deux autres échantillons. D'après les résultats du test de schaal, le shortening incorporé à 75ppm de l'HEs de *P. chloranthus* a montré la meilleure stabilité à l'oxydation et ce à la cinquième semaine d'incubation, avec une valeur de IP = 0,28 meq g O<sub>2</sub>/1000g échantillon.

### **Perspectives**

Ces résultats ouvrent des perspectives intéressantes d'approfondir les recherches sur cette plante afin de confirmer les résultats trouvés, d'exploiter cette plante dans les différents domaines de l'alimentaire et d'appliquer son huile essentielle à d'autres produits alimentaires, de sorte à éviter au maximum l'utilisation d'antioxydants artificiels tels le BHT (butyle hydroxy toluène) et le BHA (butyle hydroxy anisole).

Ainsi cette étude mérite d'être poursuivie et de lever le voile sur les différents bénéfices technologiques et santé de l'HEs de cette plante.

# RÉFÉRENCES

# BIBLIOGRAPHIQUES

**-A-**

**AHMAD S. 1995.** Oxidative Stress and Antioxidant Defenses in Biology. CHAPMAN and HALL, New York. 457p.

**AHMADI L., MARANGONI A.G. 2009.** Functionality and physical properties of interesterified high oleic shortening structured with stearic acid. Food Chemistry. **117**: 668–673.

**AL KADI A. A. 1989.** Usage de quelques plantes dans la médecine populaire en libie, Vol1-2. Cité par : NAIT SAID N., 2007. Etude phytochimique des extraits chloroformiques des plantes: « *Pituranthos chloranthus* » et « *Marrubium vulgare* ». Thèse pour l'obtention du diplôme de magister en chimie. Option : chimie organique. Université El-Hadj Lakhdar – Batna. 112 p.

**A.O.A.C. 2000.** Official methods of analysis (17<sup>th</sup> ed.). Gaithersburg, MD, USA: AOAC International, Method 923.03. Cité par : LAKO J., TRENER V.C., WAHLQVIST M., SOTHEESWARAN S., PREMIER R. 2007. Phytochemicals flavonols, carotenoïds and the antioxidant properties of a wide selection of Fijian fruit, vegetable and other readily available foods. Food chemistry. **101**: 1727-1741.

**ARAIN S., SHERAZI S.T.H., BHANGER M.I., TALPUR F.N., MAHESAR S.A. 2009.** Oxidative stability assessment of *Bauhinia purpurea* seed oil in comparison to two conventional vegetable oils by differential scanning calorimetry and Rancimat methods. Thermochemica Acta. **484** : 1-3.

**ARIFIN N., CHEONG L.Z., KOH S.P., LONG K., TAN C.P., YUSOFF M. S. A., NOR AINI I., LO S.K., LAI O.M. 2011.** Physicochemical Properties and Sensory Attributes of Medium- and Long-Chain Triacylglycerols (MLCT)-Enriched Bakery Shortening. Food Bioprocess Technol. **4**:587–596.

**AVI G., KOUSHIK S. 2011.** Effect of a novel monoglyceride stabilized oil in water emulsion shortening on cookie properties. Food Research International. **44** : 1476–1481.

**-B-**

**BACHELOT C., BLAISE A., CORBEL T. ET LE GUERNIC A. 2006.** Les huiles essentielles : extraction et comparaison. U.C.O Bretagne. Pp: 1-18.

**BARROS L., HELENO S.A., CARVALHO A.M. ET FERREIRA I.C.F.R. 2009.** Systematic evaluation of the antioxidant potential of different parts of *Foeniculum vulgare* Mill. from Portugal. Food and Chemical Toxicology. **47** : 2458–2464.

**BEDOUKIAN R.H., WELDON P.J. 2007.** Spatial inhibitors, deterrents and repellents for mosquitoes and midges. USPTO Patent Application 20070049644. (WO/2007/025197).

**BELLAKHDAR J. 1997.** Médecine Arabe Ancienne et Savoirs Populaires La pharmacopée marocaine traditionnelle, ibis Press.Cité par : NAIT SAID N. 2007. Etude phytochimique des extraits chloroformiques des plantes: « *Pituranthos chloranthus* » et « *Marrubium vulgare* »,Thèse pour l'obtention du diplôme de magister en chimie. Option : chimie organique. Université El-Hadj Lakhdar – Batna. 112 p.

**BENCHALAH A., BOUZIANE H., MAKHA M., OUAHES C. 2000.** Fleurs du sahara : voyage ethnobotanique avec les touaregs du tassili, Ed : atlantica & Ibis press, Biarritz, France. 255p.

**BENLARABI H. M. et HACHEMI Z., 2013.** Etudes des activités antibactérienne et antifongique des extraits de *Pituranthos chloranthus* (Guezzah), mémoire d'ingénieur, Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires I.N.A.T.A.A. Université Constantine 1. 50 p.

**BENISTON NT et WS. 1984.** FLEUR D'ALGERIE, Ed : entreprise nationale du livre Alger, N°d'édition : 1822/84. 359p.

**BENMEKHBI L., KABOUCHE A., KABOUCHE Z., AIT-KAKI B., TOUZANI R., BRUNEAU C. 2008.** FIVE GLYCOSYLATED FLAVONOIDS FROM THE ANTIBACTERIAL BUTANOLIC EXTRACT OF *Pituranthos scoparius*, Chemistry of Natural Compounds. **44**: 5, 639-641.

**BERNARD B., 1997.**Plantes et champignons : Dictionnaire, Ed : STM, 1<sup>er</sup> édition, Paris, 875p. Cité par : MOSBAH S., 2013. Effet de l'incorporation de *Pituranthos chloranthus* Benth. Et Hook. (Dur. Et Coss.) dans l'alimentation sur les caractéristiques physicochimiques

et microbiologiques du lait d'une population locale de chameelles. Thèse de magister, université Ziane Achour, Djelfa, Algérie. 83p.

**BERROUA Z., CHEBBI K. 2012.** Conservation de la margarine par l'extrait aqueux et l'huile essentielle de *Pituranthos scoparius*, Mémoire d'ingénieur, Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires I.N.A.T.A.A. Université Constantine 1. 63 p.

**BLOIS 1958.** Détermination antioxydante de M.S. par l'utilisation d'un radical libre stable nature 18. 1199-2000.

**BOUALLALA M., CHEHMA A., BENSETTI M. 2011.** Variation de la composition chimique de principales plantes broutées par le dromadaire du Sud-Ouest Algérien, Livestock Research for Rural Development. **23** (5): 2-9.

**BOUTAGHANE N., NACER A., KABOUCHE Z., AIT-KAKI B. 2004.** Comparative antibacterial activities of the essential oils of stems and seeds of *Pituranthos scoparius* from algerian septentrional sahara. Chemistry of Natural Compounds. **40** (6): 606-607.

**BRAZIER J-L. 2010.** GUIDE DE PHARMACOLOGIE, Ed : ERPI., Québec. 197p.

**BRUNETON J. 2009.** Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, Ed : Tec & Doc, Lavoisier, 4<sup>ème</sup> édition, Paris, 1269p.

**BURITS M., BUCAR F. 2000.** Antioxidant activity of *Nigella sativa* essential oil. Phytother Res. **14**:323-328.

**-C-**

**CAREE P. 1953.** Précis de technologie et de chimie industrielle. Tome III. Ed : Ballière J.B. et fils. Cité par MOHAMMEDI Z. 2006. Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen. Thèse pour l'obtention du diplôme de magister en Biologie. Option : Produits naturels, activités biologiques et synthèse. Université Abou Bakr Belkaid Tlemcen. 155 p.

**CATIER O., ROUX D. 2007.** Cahiers du préparateur en pharmacie « Botanique, pharmacognosie, phytothérapie. 3<sup>è</sup> Ed : Wolters Kluwer, Paris. 141p.

**CHAPMAN K. W., SAGI I., REGENSTEIN J. M., BIMBO T., CROWTHER J. B., STAUFFER C. E. 1996.** Oxidative Stability of Hydrogenated Menhaden Oil Shortening Blends in Cookies, Crackers, and Snacks. *JAOCS*. **73** (2): 167-172.

**CHARLES D. J. 2013.** Antioxidant Properties of Spices, Herbs and Other Sources. Springer Science Business Media New York. 610p.

**CHEFTEL J.C., CHEFTEL H., BESANÇON P. 1977.** Oxydation des lipides, Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. **1** : 303-331.

**CHEHMA A. 2005.** Etude floristique et nutritive des parcours camelins du Sahara septentrional algérien. Cas de la région D'Ouargla et Ghardaïa. Thèse doctorat, université Badji Mokhtar, Annaba, Algérie, 178p.

**CHEHMA A., DJEBAR M.R., HADJAJI F., ROUABEH L. 2005.** Étude floristique spatio-temporelle des parcours sahariens du Sud-Est algérien, *Sécheresse* ; 16 (4) : 275-85

**CHEHMA A., YUCEF F. 2009.** Variations saisonnières des caractéristiques floristiques et de la composition chimique des parcours sahariens du sud est algérien. *Sécheresse*. **20** : 373-81.

**CHIKHOUNE A. 2011.** Texture d'une margarine nouvellement formulée et effet des huiles incorporées (hydrogénées et interestérifiées). Mémoire de magistère, Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires I.N.A.T.A.A. Université Constantine 1. 164p.

**CHRYSAM M. M. 1985.** Table spreads and shortenings. In T. H. Applewhite (Ed.), *Bailey's industrial oil and fat products*. New York: John Wiley and Sons. **3**: 41–125.

**COUPLAN F., 2009.** Le régal végétal: Plantes sauvages comestibles. Editions Sang de la terre, 1<sup>ère</sup> édition, Paris. La page 451. Nombre totale des pages : 527 pages. Cité par : **MOSBAH S. 2013.** Effet de l'incorporation de *Pituranthos chloranthus* Benth. Et Hook. (Dur. et Coss.) dans l'alimentation sur les caractéristiques physico- chimiques et microbiologiques du lait d'une population locale de chameilles. Thèse de Magister. Université. Ziane Achour, Djelfa, Algérie, 83p.

- DAHIA M., 2009.** ‘ *Pituranthos* النباتات الطبية في مناطق الجلفة ‘ بوسعادة و المسيلة. دراسة نبات القزاح أنواعه، التركيب الكيميائي والنشاطية البيولوجية للزيوت الطيارة للسيقان. رسالة دكتوراه، تخصص بيولوجيا النبات، جامعة فرحات عباس بسطيف. 122 ص.
- DAHIA M., SIRACUSAB L., LAOUERC H., RUBERTO G. 2009.** Constituents of the Polar Extracts from Algerian *Pituranthos scoparius*, natural product communications. 4 (12):1691-1692.
- DAMJANOVIC´ B., LEPOJEVIC Z., ZIVKOVIC V., TOLIC A. 2005.** Extraction of fennel (*Foeniculum vulgare* Mill.) seeds with supercritical CO<sub>2</sub>: Comparison with hydrodistillation, Food Chemistry. **92**:143–149.
- DANTHINE S., DEROANNE C. 200).** Physical and textural characteristics of hydrogenated low-erucic acid rapeseed oil and low-erucic acid rapeseed oil blends. Journal of the American Oil Chemist’s Society. **80**: 109–114.
- DANTHINE S. B., DEROANNE C. 2004.** Influence of SFC, microstructure and polymorphism on texture (hardness) of binary blends of fats involved in the preparation of industrial shortenings. Food Research International. **37** : 941–948
- DE GRAEVE J., BERTHOU F., PROST M. 1985.** Méthodes Chromatographiques Couplées à la spectrométrie de masse, Ed. Masso Paris. Cité par : KALLA A. 2012. Etude et valorisation des principes actifs de quelques plantes du sud algérien : *Pituranthos scoparius*, *Rantherium adpressum* et *Traganum nudatum*. Thèse Doctorat, Faculté des Sciences Exactes, Département de Chimie, Université Constantine 1. 137p.
- DE WIT H. 1965.** LES PLANTES DU MONDE, les plantes à fleurs. Tome II, HACHETTE. 339p.
- DEMAN L., DEMAN J.M., BLACKMAN B. 1990.** Physical and Textural Characteristics of Some North American Shortenings. JAOCS. Food Technology Services Inc., Guelph, Canada. **68** (2) : 63-69.
- DIEFFENBACHER A., BUXTORF U., DERUNGS R., FRIEDLI R., GROB K., ZURCHER K., 1998.** Manuel Suisse des denrées alimentaires: graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. Ed : MSDA. Suisse. Pp1-249.
- DJOUAB A. 2007.** Préparation et incorporation dans la margarine d’un extrait de dattes des variétés sèches. Université M’hamed Bougara-Boumerdes.

**-E-**

**EYMARD S. 2003.**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. Ecole polytechnique de l'Université de Nantes.

**-F-**

**FABRIR L., NOGUEIRA M.S., BRAGA F.G., COIMBRA E.S., SCIO E. 2009.**Mitracarpus frigidus aerial parts exhibited potent antimicrobial, antileishmanial, and antioxidant effects. Bioresource Technology .**100** : 428–433.

**FERHI F., DAS S., ELALOUI E., MOUSSAOUI Y., YANEZ J. G. 2014.**Chemical characterisation and suitability for papermaking applications studied on four species naturally growing in Tunisia. Industrial Crops and Products. **61**:180–185.

**-G-**

**GHOTRA B. S., DYAL S. D., NARINE S. S., 2002.** Lipid shortenings: a review. Food Research International. **35**: 1015–1048.

**GOLDSTEIN A., SEETHARAMAN K. 2011.** Effect of a novel monoglyceride stabilized oil in water emulsion shortening on cookie properties. Food Research International. **44**: 1476–1481.

**GRINDSTED 1989.** emulsifiants pour les industries de cuisson . Grindsted products, Brabrand. 36p.

**GUIGNARD J.L., 1980.** Abrege de botanique, 4<sup>e</sup> Ed: MASSON, paris. 259p.

**GÜLÇİN I., KÜFREVIÖĞLU Ö. I., OKTAY M., BÜYÜKOKUROĞLU M. E. 2004.** Antioxidant, antimicrobial, antiulcer and analgesic activities of nettle (*Urtica dioica* L.). Journal of Ethnopharmacology. **90**: 205–215.

**GÜLÇİN I., OKTAY M., KÜFREVIÖĞLU Ö.I. ET ASLAN A. 2002b.** Determination of antioxidant activity of lichen *Cetraria islandica* (L) Ach. Journal of Ethnopharmacology. **79**: 325–329.

**-H-**

**HAJLAOUI H., MIGHRI H., NOUMI E., SNOUSSI M., TRABELSI N., KSOURI R., BAKHROUF A. 2010.** Chemical composition and biological activities of Tunisian *Cuminum cyminum* L. essential oil: A high effectiveness against *Vibrio* spp. Strains. Food and Chemical Toxicology. **48**: 2186–2192.

**HAMADA H., MOHAMMED B., MASSIOT G., LONG C., LAVAUD C. 2004.** Alkylated isocoumarins from *Pituranthos scoparius*. Natural Product Research. **18**(5): 409–413.

**HAMMICHE V., MAIZA K. 2006.** Traditional medicine in Central Sahara: Pharmacopoeia of Tassili N'ajjer. Journal of Ethnopharmacology. **105** : 358–367.

**HELLAL A. 2001.** Fromage traditionnels algérien. Quel avenir ? Revue agroligne n°14, Avril-Mai.

**HELLAL Z. 2011.** Contribution à l'étude des propriétés antibactériennes et antioxydantes de certaines huiles essentielles extraites des *Citrus*. : Application sur la sardine (*Sardina pilchardus*). Mémoire de magistère, Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. 78 p.

**HERNANDEZ T., CANALES M., AVILA J. G., GARCIA A. M., MARTINEZ A., CABALLERO J. 2005.** Composition and antibacterial activity of essential oil of *Lantana achyranthifolia* Desf. (*Verbenaceae*). Journal of Ethnopharmacol. **96**:551–554.

**HIDALGO F.J., LEON M.M. ET ZAMORA R. 2006.** Antioxidative Activity of Amino Phospholipids and Phospholipid/Amino Acid Mixtures in Edible Oils As Determined by the Rancimat Method. J. Agric. Food Chem. **54**: 5461-5467.

**HUMPHREY K.L., NARINE S.S. 2004.** A comparison of lipid shortening functionality as a function of molecular ensemble and shear: Crystallization and melting. Food Research International. **37**: 11–27.

**-I-**

**IPEK E., ZEYTINOGLU H., OKAY S., TUYLU B. A., KURKCUOGLU M., CAN BASER K. H. (2005).** Genotoxicity and antigenotoxicity of *Origanum* oil and carvacrol evaluated by Ames *Salmonella/microsomal* test. Food Chem. **93**:551–556.

**ISO NORME INTERNATIONALE 2006.** Méthode ISO 6886:2006 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accélérée). Ed. 2: 1-14.

**ISO NORME INTERNATIONALE 1995.** Méthode ISO 8292:1995 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la teneur en corps gras solides par la méthode de la résonance magnétique nucléaire pulsée. Ed : 2.

**IUCN. 2005.** A guide to medicinal plants in north africa, ISBN, spain. 2-8317-0893-1, 256p.

**JAVANMARDI J., STUSHNOFF C., LOCKE E., VIVANCO J.M. 2003.** Antioxidant activity and total phenolic content of Iranian *Ocimum* accessions, Food Chemistry. **83**:547–550.

**-J-**

**JEBE T.A., MATLOCK M.G., SLEETER R.T. 1993.** *J. Am. Oil Chem. Soc.* 70:1055.

**JENNINGS B. H., AKOH C. C. 2010.** Trans-Free Plastic Shortenings Prepared with Palm Stearin and Rice Bran Oil Structured Lipid. *J Am Oil Chem Soc.* **87**:411–417

**JIRASUBKUNAKORN W., BELL A.E., GORDON M.H., SMITH K.W., 2007.** Effects of variation in the palm stearin: Palm olein ratio on the crystallisation of a low-trans shortening. *Food Chemistry.* **103**: 477–485.

**JUDDE. 2004.** Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications ? *OCL.* **11(6)** : 414-418.

**-K-**

**KALLA A. 2012.** Etude et valorisation des principes actifs de quelques plantes du sud algérien : *Pituranthos scoparius*, *Rantherium adpressum* et *Traganum nudatum*. Thèse Doctorat, Faculté des Sciences Exactes, Département de Chimie, Université Constantine1.137p.

**KAMATOU, G.P.P., VAN ZYL, R.L., VAN VUUREN, S.F., FIGUEIREDO, A.C., BARROSO, J.G., PEDRO, L.G., VILJOEN, A.M., 2008.** Seasonal variation in essential oil

composition, oil toxicity and the biological activity of solvent extracts of three South African *Salvia* species. *South Afr. J. Bot.* **74**: 230–237.

**KANAGARATNAM S., HOQUE M. E., SAHRI M. M., SPOWAGE A. 2013.** Investigating the effect of deforming temperature on the oil-binding capacity of palm oil based shortening, *Journal of Food Engineering.* **118**: 90–99.

**KARLESKIND A., 1992.** Manuel des Corps Gras. Ed : Tech & Doc, Paris, Tome 1 et Tome II.1579 p.

**KARLESKIND A. ET WOLFF J.P. (1992).** In : « Détermination de l'altération ». Manuel des corps gras. 2: 1198-1217.

**KAUR A., JASSAL V., THIND S. S. ET AGGARWAL P. 2012.** Rice bran oil an alternate bakery shortening. *J Food Sci Technol.* **49(1)**:110–114.

**KRIFA M., GHARAD T., HAOUALA R. 2011.** Biological activities of essential oil, aqueous and organic extracts of *Pituranthos tortuosus* (Coss.) Maire. *Scientia Horticulturae.* **128** : 61–67.

**KULISIC, T., RADONIC, A., KATALINIC, V., MILOS, M. 2004.** Use of different methods for testing antioxidative activity of oregano essential oil. *Food Chem.* **85**:633–640.

**-L-**

**LAKO J., TRENERY V.C., WAHLQVIST M., SOTHEESWARAN S. ET PREMIER R. 2007.** Phytochemicals flavonols, carotenoids and the antioxidant properties of a wide selection of Fijian fruit, vegetable and other readily available foods. *Food chemistry.* **101**: 1727-1741.

**LEE J. H., AKOH C. C., LEE K.T. 2008.** Physical Properties of trans-Free Bakery Shortening Produced by Lipase-Catalyzed Interesterification. *J Am Oil Chem Soc.* **85**:1–11.

**LEE K.G., SHIBAMOTO, T. 2001.** Antioxidant activities of volatile components isolated from Eucalyptus species. *J Sci Food Agric.* **81** : 1573–1579.

**LEGERS C.L. 2010.** Anti-oxydants d'origine alimentaire : diversité, modes d'action anti-oxydante interactions. *OCL.* **13** (1): 59-69.

**LIANG C., SCHWARZER K. 1998.** Comparison of Four Accelerated Stability Methods for Lard and Tallow With and Without Antioxidants. *JAOCS.* **75** (10): 1441-1443.

**LIEN H. M., KUO P. T., HUANG C. L., KAO J. Y., LIN H., YANG D. Y., LAI Y. Y. 2010.** Study of the Anti-Proliferative Activity of 5-Substituted 4,7-Dimethoxy-1,3-benzodioxole Derivatives of SY-1 from *Antrodia camphorata* on Human COLO 205 Colon Cancer Cells, *eCAM Advance Access published*, 1-8.

**LIST G.R., MOUNTS T.L., ORTHOEFER F. ET NEFF W.E. 1995.** Margarine and Shortening Oils by Interesterification of Liquid and Trisaturated Triglycerides. *JAOCS.* **72** (3): 379-382.

**LIST G.R., MOUNTS T.L., ORTHOEFER F. ET NEFF W.E. 1997.** Effect of Interesterification on the Structure and Physical Properties of High-Stearic Acid Soybean Oils (Short Communication). *JAOCS.* **74** (3): 327-329.

**LOGRADA T., RAMDANI M., KIRAM A., CHALARD P., FIGUEREDO G. 2013.** Variation of essential oils composition of *Pituranthos scoparius* in Algeria. *Global J Res. Med. Plants & Indigen. Med.* **2** : 1–9.

**LORUS ET MILNE M., 1968.** Les plantes vivantes de monde, Ed: STOCK, paris.335p.

**LOUGHLIN R., GILMORE B.F., MCCARRON P.A., TUNNEY M.M. 2008.** Comparison of the cidal activity of tea tree oil and terpinen-4-ol against clinical bacterial skin isolates and human fibroblast cells. *Lett Appl Microbiol.* **46**: 428–433.

**LUGASI A., DWORSCHÁK E., BLÁZOVICS A., KÉRY A., 1998.** Antioxidant and free radical scavenging properties of squeezed juice from black radish (*Raphanus sativus* l. var. niger) root. *Phytother. Res.* **12**: 502–506.

-M-

**MANDERSTAM L. H. 1939.** Continous hydrogenation in the oil hardening industry. *Oil and Soap.* **16**: 166–172.

**MANSOURI A., EMBAREKG., KOKKALOU E., KEFALAS P. 2005.** Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry*. **89**: 411-420.

**MATTIL, K. F. 1964b.** Hydrogenation. In D. Swern (Ed.), *Bailey's industrial oil and fat products*. Interscience Publishers— A Division of John Wiley & Sons. Pp794–823.

**MIER S., KANER J., AKIRI B., HADAS S.P. 1995.** Determination and involvement of aqueous reducing compounds in oxidative defense systems of various senescing leaves. *J. Agr. Food Chem.* **43**: 1813–1817.

**MOREIRA L., DIAS L., PEREIRA J A. ETESTEVINHO L. 2008.** Antioxidant properties, total phenols and pollen analysis of propolis samples from Portugal. *Food and chemical toxicology*. **46**: 3482-3485.

**MOSBAH S. 2013.** Effet de l'incorporation de *Pituranthos chloranthus* Benth. Et Hook. (Dur. et Coss.) dans l'alimentation sur les caractéristiques physico- chimiques et microbiologiques du lait d'une population locale de chameilles. Thèse de Magister. Université. Ziane Achour, Djelfa, Algérie, 83p.

**MULTON J.L., 2002.** Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. Ed : Lavoisier (3<sup>e</sup> édition), Paris. 746p.

**-N-**

**NAIT SAID N., 2007.** Etude phytochimique des extraits chloroformiques des plantes: « *Pituranthos chloranthus* » et « *Marrubium vulgare* ». Thèse pour l'obtention du diplôme de magister en chimie. Option : chimie organique. Université El-Hadj Lakhdar – Batna. 112 p.

**NEFFATI A., BOUHLEL I., BEN SGHAIER M., BOUBAKER J., LIMEM I., KILANI S., SKANDRANI I., BHOURI W., LE DAUPHIN J., BARILLIER D., MOSRATI R., CHEKIR-GHEDIRA L., GHEDIRA K. 2009a.** Antigenotoxic and antioxidant activities of *Pituranthos chloranthus* essential oils. *Environmental Toxicology and Pharmacology*. **27** : 187–194.

**NEFFATI A., LIMEM I., KILANI S., BOUHLEL I., SKANDRANI I., WISSEM BHOURI W., BEN SGHAIER M., BOUBAKER J., LEDAUPHIN J., BARILLIER D.,**

**CHEKIR-GHEDIRA L., GHEDIRA K. 2009b.** A comparative evaluation of mutagenic, antimutagenic, radical scavenging and antibacterial activities of essential oils of *Pituranthos chloranthus* (Coss. et Dur.). Drug and Chemical Toxicology. **32**(4): 372–380.

**NORAINI I., EMBONG M.S., ABDULLAHA., OH F. C.H. 1992.** Characteristics and Performance of Some Commercial Shortenings. JAOCS. **69** (9): 912-916.

**NORAINI I. ET MISKANDAR M.S. 2007.** Utilization of palm oil and palm products in shortenings and margarines. Eur. J. Lipid Sci. Technol. **109** : 422-432.

**NORME FRANÇAISE. 1998.** Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de l'acidité Ed : 1.

**NORME FRANÇAISE. 1988.** Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de l'indice de peroxyde Ed : 1.

**NORME FRANÇAISE. 1998.** Corps gras d'origines animale et végétale – détermination du point de fusion Ed : 1.

**NOVAK L., BUZAS G., MINKER E., KOLFAI M., SZENDREI K. 1966.** Planta med .14, p: 57. Cité par : NAIT SAID N., 2007. Etude phytochimique des extraits chloroformiques des plantes: « *Pituranthos chloranthus* » et « *Marrubium vulgare* ». Thèse pour l'obtention du diplôme de magister en chimie. Option : chimie organique. Université El-Hadj Lakhdar – Batna. 112 p.

**-O-**

**OZEL M. Z., KAYMAZ H. 2004.** Superheated water extraction, steam distillation and Soxhlet extraction of essential oils of *Origanum onites*, Anal Bioanal Chem. **379**: 1127–1133.

**OZENDA P. 2004.** Flore et végétation du Sahara, Ed : CNRS, 3<sup>ème</sup> Edition, Paris. 662p.

**-P-**

**PAREYT B., FINNIE S. M., PUTSEYS J. A., DELCOUR J. A. 2011).** Lipids in bread making: Sources, interactions, and impact on bread quality. *Journal of Cereal Science*. **54**: 266-279.

**POKORNY J., YANISHLIEVA N., GORDON M. 2001.** Antioxidants in food, practical applications. Woodhead Publishing Ltd. 380p.

**-Q-**

**QUEZEL P., SANTA S., 1962-1963.** Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. CNRS, Paris, 2 tomes. Cité par : LOGRADA T., RAMDANI M., A. KIRAM, CHALARD P., FIGUEREDO G. 2013. variation of essential oils composition of *pituranthos scoparius* in ALGERIA, *Global J Res. Med. Plants & Indigen. Med.* **2** : 1–9.

**QUEZEL P., SANTA S. 1963.** Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales, Tome II, Editions du CNRS: Paris. 1170p.

**-R-**

**RAHMANI M., 2007.** Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Les Technologies de Laboratoire. **2**: 18-21.

**RANKEN M. D., KILL R. C., BAKER C. G. J. 1997.** Food industries manual. Chapman & Hall, 14<sup>th</sup> edition. London, 650p.

**RAYNAL-ROQUE A. 2001.** De la grain à la plante, Ed : BELIN. Pour la science. Paris. p6.

**RICCI D., FRATERNALE D., GIAMPERI L., BUCCHINI A., EPIFANO F., BURINI G. 2005.** Chemical composition, antimicrobial, and antioxidant activity of the essential oil of *Teucrium marum* (*Lamiaceae*). *J Ethnopharmacol.* **98**:195– 200.

**ROUSSEAU D., MARANGONI A.G. 1998.** Tailoring the Textural Attributes of Butter Fat/Canola Oil Blends via *Rhizopus arrhizus* Lipase-Catalyzed Interesterification: Modifications of Physical Properties. *J. Agric. Food Chem.* **46**: 2375-2381.

**RUBERTO G., BARATTA M.T. 2000.** Antioxidant activity of selected essential oil components in two lipid model systems. *Food Chem.* **69**: 167–174.

**-S-**

**SACCHETTI G., MAIETTI S., MUZZOLI M., SCAGLIANTI M., MANFREDINI S., RADICE M. 2005.** Comparative evaluation of 11 essential oils of different origins as functional antioxidants, antiradicals, and antimicrobials in foods. *Food Chem.* **91**:621–632.

**SARIKURKCU C., SABIH OZER M. B., MUSTAFA ESKICI B., BEKTAS TEPE C., ENDIL CAN D., EBRU METE 2010.** Essential oil composition and antioxidant activity of *Thymus longicaulis* C. Presl subsp. *longicaulis* var. *longicaulis*. *Food and Chemical Toxicology.* **48** :1801–1805.

**SBF., 2011.** Document sur les activités de la société botanique de France « Flore et végétation de la Tunisie méridionale », 281-359.

**SCRIBAN R. 1988.** Les industries agricoles et alimentaires, progrès des sciences techniques. Ed: Tech & Doc-Lavoisier, Paris.382p.

**SEGVIC KLARIC M., KOSALEK I., MASTELIC J., PIECKOVA E. & PEPELJNAK S. 2007.** Antifungal activity of thyme (*Thymus vulgaris* L.) essential oil and thymol against moulds from damp dwellings. *Letters in Applied Microbiology*, **44**: 36-42.

**SEPPANEN C.M., SONG Q., CSALLANY S. 2010.**The Antioxidant Functions of Tocopherol and Tocotrienol Homologues in Oils, Fats, and Food Systems. *J Am Oil Chem Soc.* **87**: 469–481.

**SHON M. Y., CHOI S. D., KAHNG G. G., NAM S. H., SUNG N. J. 2004.** Antimutagenic, antioxidant, and free radical–scavenging activity of ethyl acetate extracts from white, yellow, and red onions. *Food Chem Toxicol.* **42**:659–666.

**SINGAB A., KHALIFA T., MAHRAN GH., OKADA Y., MATSUMARU Y., NISHINO H., OKUYAMA T. 1998.** A new flavonoid glycoside from *Pituranthos tortuosus* Desf, Benth & Hook. *Natural Medicine* (Tokyo). **52**: 191-194.

**SMAILI T., ZELLAGUI A., GHERRAF N., FLAMINI G., CIONI P. L. 2011.**Essential oil content of the flowers of *Pituranthos scoparius* in Algeria, *Medicinal Plants.* **3** (2): 1-3.

**TERZI V., MORCIA C., FACCIOLI P., VALE G., TACCONI G., MALNATI M. 2007.** In vitro antifungal activity of the tea tree (*Melaleuca alternifolia*) essential oil and its major components against plant pathogens. *Lett Appl Microbiol.* **44** : 613–618.

**TEUSCHER E., ANTON R. 2005.** Plantes aromatiques « épices, aromate, condiments et huiles essentielles », Ed : TEC& DOC, Lavoisier, Paris.521p.

**TIWARI B. K., BRUNTON N. P., BRENNAN C. 2013.** Handbook of plant food phytochemicals, sources, stability and extractions. Ed: WILEY-BLACKWELL. 510p.

**TOUIL A., 2009.** دراسة نواتج الميتابوليزم الثانوي لبعض نباتات منطقة الهقار. رسالة دكتوراه، تخصص كيمياء النباتات، جامعة منتوري قسنطينة 355 ص.

**TOUIL A., RHOUATI S., CRECHE J. 2006.** flavonoid glycosides from *Pituranthos chloranthus*. *Chemistry of Natural Compounds.* **42** (1) :104-105

**TREMOLIERES A. 1998.** LES LIPIDES VEGETAUX « voies de biosynthèse des glycérolipides ». Ed: De Bœck & Larcier s.a. Paris, 120p.

**TREMOLIERES J., SERVILLE Y., JACQUOT R., DUPIN H. 1980.** Manuel d'alimentation humaine, les aliments. Ed: ESF (8<sup>e</sup> édition), Paris, Tome 2. 516p.

**TUZUN S., YEGEN O. 2000.** A natural and safe alternative to fungicides, bacteriocides, nematicides and insecticides for plant protection and against household pests. Patent WO/2000/021364.

**-U-**

**UCHIYAMA, SUZUKI. Y. FUKUZAWA 1968).** Etude biochimiques de K. de la fonction physiologique du tocophérol-actome *Yakgaku Zasshi.* **88**: 68-683.

**-V-**

**VAGIONAS K., GRAIKOU K., NGASSAPA O., RUNYORO D., CHINOU I. 2007.** Composition and antimicrobial activity of the essential oils of three *Satureja* species growing in Tanzania. *Food Chem.* **103**:319–324.

**VERITE P., NACER A., KABOUCHE Z., SEGUIN E. 2004.** Composition of seeds and stems essential oils of *Pituranthos scoparius* (Coss. & Dur.) Schinz, *Flavour Fragr. J.* **19**: 562–564.

**VERNIN G., LAGEOT C., GHIGLIONE C., DAHIA M., PARKANYI C. 1999.** GC/MS Analysis of the Volatile Constituents of the Essential Oils of *Pituranthos scoparius* (Coss et Dur.) Benth. et Hook. from Algeria, *J.Essent. Oil Res.* **11**: 673-676.

**VIERLING E. 1999.** Aliments et boissons, filières et produits. Ed: ISBN, 270p.

**-W-**

**WARNKE P. H., SHERRY E., RUSSO P. A. J., ACIL Y., WILTFANG J., SIVANANTHAN S., SPRENGEL M., ROLDAN J. C. 2006.** Antibacterial essential oils in mlodorous cancer patients : clinical observations in 30 patients. *Phytomedicine*, **13**: 463-467.

**-Y-**

**YANGUI T., BOUAZIZ M., DHOUB A., SAYADI S. 2009.** Potential use of Tunisian *Pituranthos chloranthus* essential oils as a natural disinfectant. *Letters in Applied Microbiology* ISSN 0266-8254. **48**: 112–117.

**YEN G.C., CHEN H.Y. 1995.** Antioxidant activity of various tea extracts in relation to their antimutagenicity . *J. Agr. Food Chem.* **43**: 27–32.

**YU J. Q., LIAO Z. X., CAI X. Q., LEI J.C., ZOU G. L. 2007.** Composition, antimicrobial activity, and cytotoxicity of essential oils from *Aristolochia mollissima*. *E T A P.* **23**:162–167.

**-Z-**

**ZHANG H., JACOBSEN C., ADLER-NISEN J., 2005.** Storage stability study of margarines produced from enzymatically interesterified fats compared to margarines produced by conventional methods. I. Physical properties. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* **107**: 530-539.

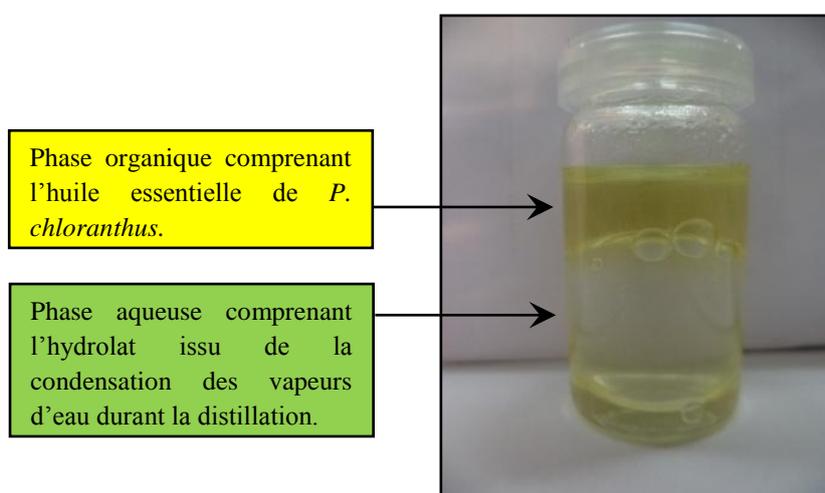
**ZHANG X., LI L XIE H., LIANG Z., SU J., LIU G., LI B. 2014.** Effect of Temperature on the Crystalline Form and Fat Crystal Network of Two Model Palm Oil-Based Shortenings During Storage, *Food Bioprocess Technol.* **7**:887–900.

# ANNEXES

**Annexe 1.** Dispositif de l'hydrodistillation utilisé pour l'extraction de l'huile essentielle de *P. chloranthus*.



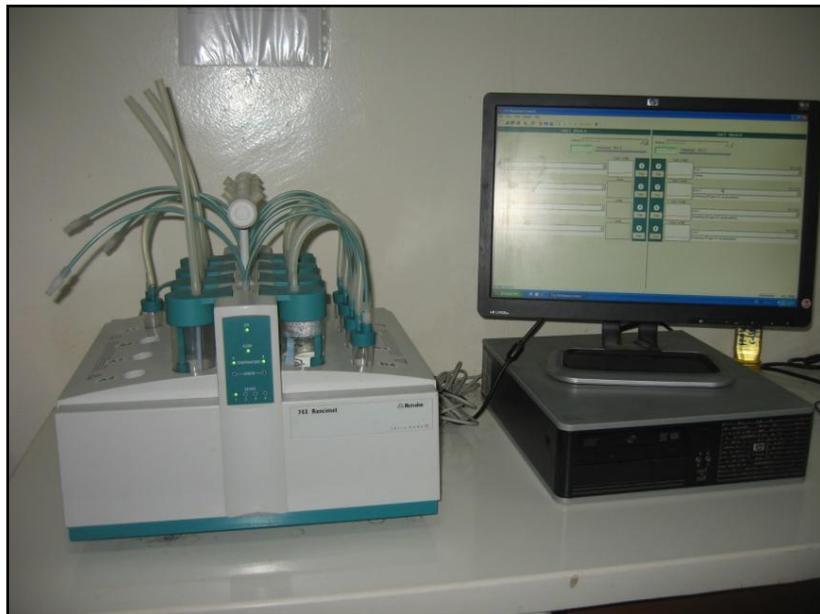
**Annexe 2.** Huile essentielle de *P. chloranthus* après séparation de phase.

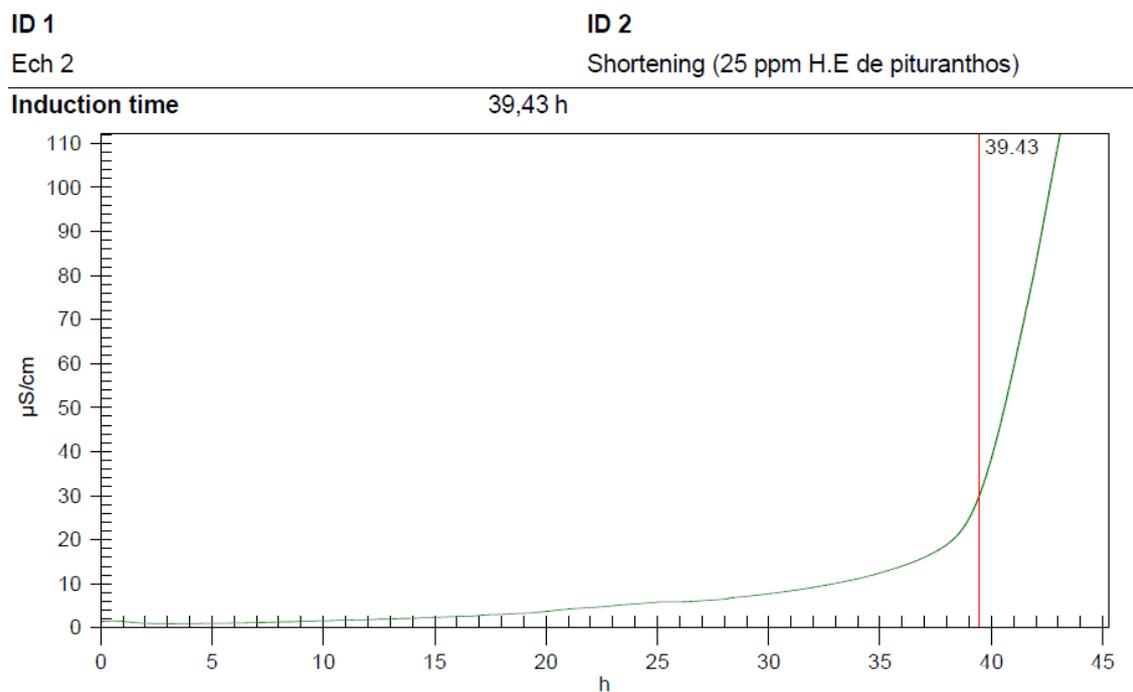
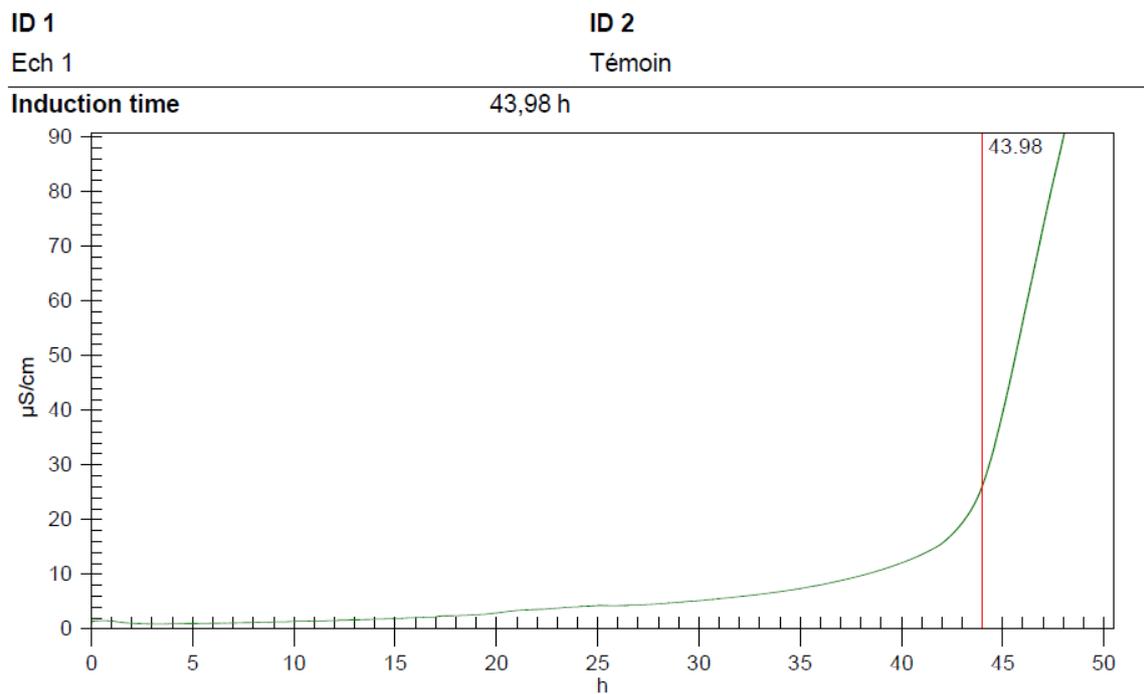


**Annexe 3.** Photo du spectromètre à résonance magnétique nucléaire (RMN) basse résolution type (minispec mq 20, Germany).



**Annexe 4.** Photographie du dispositif Rancimat (Methrom 743, Herisau, Switzerland).



**Annexe 5.** Courbes de conductivité de shortening témoin et à HEs : 25ppm, 50ppm et 75ppm

ID 1

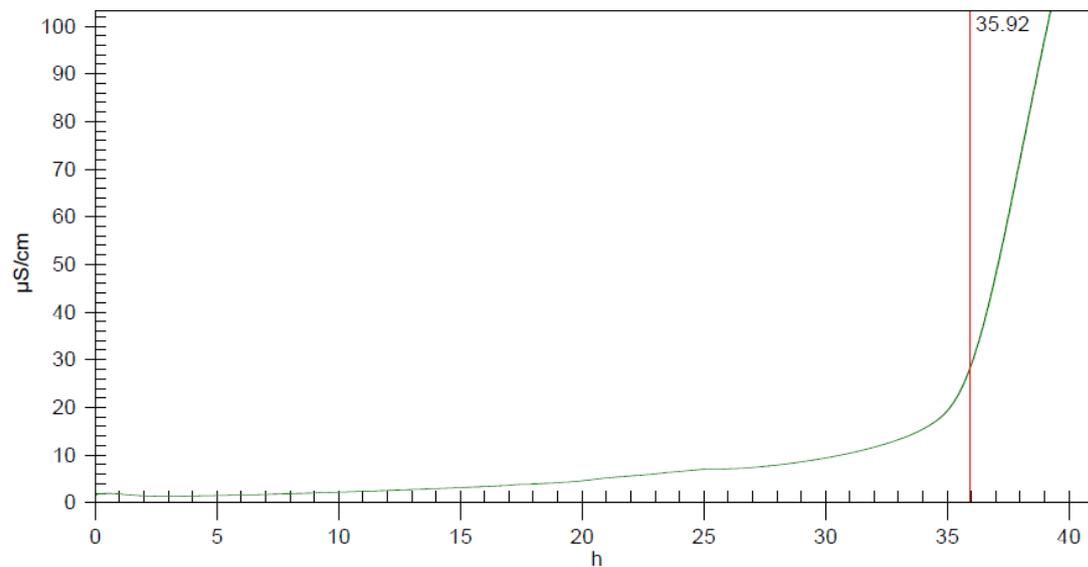
ID 2

Ech 3

Shortening (50 ppm H.E de pituranthos)

Induction time

35,92 h



ID 1

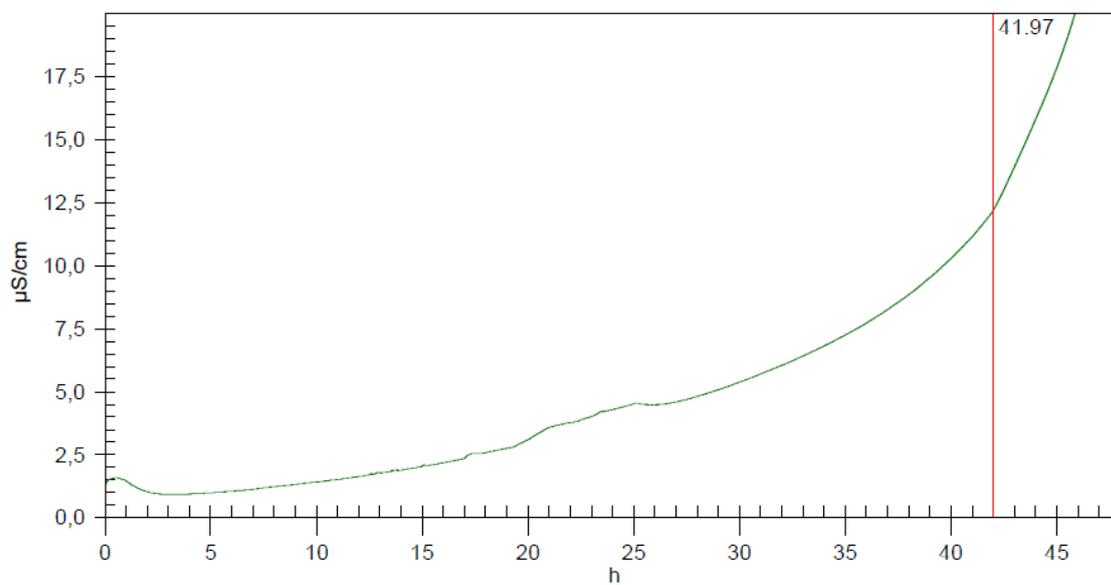
ID 2

Ech 4

Shortening (75 ppm H.E de pituranthos)

Induction time

41,97 h



## ملخص

من خلال هذه الدراسة التي أجريت على تقييم النشاط المضاد للأكسدة للزيوت الأساسية للبيتورانثوس لطورانثوس (*Pituranthos chloranthus*)، نوع نباتي متوطن في "شمال الصحراء الجزائرية"، فضلا عن إضافته في شرتنج (shortening) الذي تم تركيبه على مستوى المخبر ماجارينيري " سيفيتال" (CIVITAL SPA)؛ تبين أنه : الجزء الهوائي من *P.chloranthus* اشتمل على معدل رطوبة قدر ب : (0.097 ± 11.8 %) وعائد الزيت الأساسي، المستخرج بالتقطير بالماء، في حدود (0.09 ± 0.86) %، مع الاستغلال الأمثل للوقت الم قدر ب (t = 250 دقيقة) لكتلة من النبتة جافة مقدرة ب (m = 80 جرام). النشاط المضاد للأكسدة لهذا الزيت الأساسي، حدد بثلاث اختبارات: القدرة الارجاعية ، و DPPH• و تبييض β-كاروتين ، و هي مقدرة الى المعيار (α-توكوفيرول أو فيتامين ه). قيمت القدرة الارجاعية ب (0.018 ± 0.094) g ET/g HEs ، التركيز اللازم لإرجاع 50 % من DPPH• (IC<sub>50</sub>) قدر ب (0.002 ± 0.024) ملغ/مل وتأثير وقائي ضد أكسدة β-كاروتين.

الخصائص الفيزيوكيميائية لـ shortening المركبة مخبريا اشتملت على : الحموضة ، مؤشر البيروكسيد ودرجة الانصهار تبدو مطابقة للوصفة المنتظرة مع الامتثال لمعايير الشركة. تقييم استقرار للأكسدة تمت باختبار Rancimat و Schaal. تشير النتائج المتحصّل عليه ا باختبار Rancimat أنّ shortening المضاف إليه الزيت الأساسي لـ *P.chloranthus* بقيمة 75 ppm أبدت مقاومة أفضل. كما أنّها الأكثر استقرارا (IP = 0,28 meq g O<sub>2</sub>/1000g) وفقا لاختبار Schaal على مدى 35يوما.

هكذا، يبدو الزيت الاساسي لـ *P.chloranthus* الأداة المساعدة التكنولوجية فيما يتعلق بالاحتفاظ بالدهون على مستوى الصناعات الغذائية.

---

**الكلمات المفتاحية :** *Pituranthos chloranthus* ، shortening ، الأكسدة، مضادات الأكسدة، الزيت الأساسي.

## Abstract

Through the present study on the assessment of the antioxidant activity of *Pituranthos chloranthus*' essential oil, endemic plant of the Algerian Sahara high plateau and its incorporation in a shortening formulation produced in at a laboratory scale in a margarinery of CEVITAL Food Company, it is revealed that:

Aerial part of *Pituranthos chloranthus* showed a moisture of  $(11,8 \pm 0,097)$  % and an essential oil's extraction yield, extracted by hydrodistillation, is near  $(0,86 \pm 0,09)$  % and an optimization of time ( $t = 250\text{min}$ ) for a dry plant mass of  $m = 80$  g).

Antioxidant activity of the present plant material, determined by three tests: reducing power, DPPH and  $\beta$ -carotene bleaching test against a standard ( $\alpha$ -Tocopherol or Vitamine E). The reducing power is of  $(0,094 \pm 0,018)$  g TE/g EO,  $IC_{50}$  of  $(0,024 \pm 0,002)$  mg/ml and a protective effect against  $\beta$ -carotene oxidation.

Physico-chemical characteristics of the shortening produced including: acidity, peroxide index and melting point are in a good agreement with the internal company standards. Assessment of oxidative stability is carried out by Rancimat and Schaal tests. Rancimat showed that shortening incorporated with 75ppm gave the best resistance to oxidation. This is also consistent with Shaal test, with a peroxide index of  $PI = 0,28$  meq g  $O_2/1000g$ , carried out in 35 days.

Thus, *Pituranthos chloranthus* essential oil may be of a technological interest to serve like preservatives in fats and oils, especially in food companies.

---

**Keywords:** *Pituranthos chloranthus*, shortening, oxidation, antioxidants, Essential oil.

A travers la présente étude menée sur l'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile essentielle de l'espèce *Pituranthos chloranthus*, plante endémique du Sahara septentrional algérien, ainsi que son incorporation dans une formulation de shortening élaborée au niveau du laboratoire de la margarinerie de CEVITAL SPA; il ressort que:

La partie aérienne de *Pituranthos chloranthus* a révélé un taux d'humidité égal à  $(11,8 \pm 0,097)$  % et son rendement en huile essentielle, extraite par hydrodistillation, est voisin de  $(0,86 \pm 0,09)$  %, avec une optimisation du paramètre temps ( $t = 250\text{min}$ ) pour une masse de la plante sèche de ( $m = 80\text{ g}$ ).

L'activité antioxydante de cette huile essentielle, déterminée par trois tests : pouvoir réducteur, DPPH et blanchiment du  $\beta$ -carotène, est rapportée à un standard (l' $\alpha$ -tocophérol ou vitamine E). Le pouvoir réducteur est de  $(0,094 \pm 0,018)$  g ET/g HEs, l' $\text{IC}_{50}$  de  $(0,024 \pm 0,002)$  mg/ml et un effet protecteur contre l'oxydation du  $\beta$ -carotène.

Les caractéristiques physico-chimiques du shortening élaboré comprenant : l'acidité, l'indice de peroxyde et le point de fusion s'avèrent conformes à la recette préétablie et conforme aux normes en vigueur de l'entreprise. L'évaluation de la stabilité oxydative a été réalisée par les tests Rancimat et Schaal. Le test Rancimat a montré que le shortening incorporé de 75ppm de l'HEs de *P. chloranthus* présente la meilleure résistance. Celui-ci est également le plus stable ( $\text{IP} = 0,28\text{ meq g O}_2/1000\text{g}$ ) d'après le test Schaal effectué sur 35jours.

Ainsi, l'huile essentielle de *P. chloranthus* peut s'avérer d'une utilité technologique quant à la conservation des corps gras au niveau des industries agroalimentaires.

---

**Mots clés :** *Pituranthos chloranthus*, shortening, oxydation, antioxydants, huile essentielle.