

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abou Bekr Belkaid de Tlemcen
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et Sciences de la Terre et de l'Univers

Département de Biologie



MEMOIRE

Présenté par

BENAMMAR Walid

En vue de l'obtention du

Diplôme de MASTER

En Sciences des Aliments

Thème

**Contribution à l'étude de la qualité de l'huile d'*Argania spinosa* de Tindouf
(Algérie) par des méthodes physicochimiques**

Soutenu le 28/06/2017, devant le jury composé de :

Présidente Mme CHAUCHE HADDOUCHI Farah Maitre de Conférences B

Encadreur Mr CHAUCHE Tarik Mohammed Maitre Assistant B

Examineur Mr AZZI Rachid Maitre de Conférences A

Année Universitaire : 2016/2017

Remerciements

En premier lieu, je tiens à remercier **le Dieu** tout puissant qui m'a donné la force et le courage d'aller jusqu'au bout de mes études.

Un remerciement spécial pour mon encadreur **Mr CHAUCHE Tarik Mohamed**, Maitre assistant B à la Faculté de SNV / STU (Université de Tlemcen), qui m'a beaucoup aidé et retenue la longue de la rédaction de ce mémoire et qui m'a orienté avec ses conseils et surtout merci pour sa patience. Merci pour votre gentillesse, vos précieux conseils et votre soutien à tous les instants, soyez rassuré de ma profonde gratitude et ma respectueuse considération vos qualités scientifiques et humaines resteront à jamais pour moi l'exemple.

Je remercie chaleureusement **Mme CHAUCHE HADDOUCHI Farah**, maitre de conférence B au département de biologie, de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire. Je la remercie pour sa compréhension. Trouvez ici l'expression de ma profonde gratitude.

Mes sincères remerciements vont également à docteur **Mr AZZI Rachid**, Maitre de conférences A au département de Biologie à l'Université de Tlemcen, d'avoir accepté de juger et d'examiner ce travail. Qu'il trouve ici l'expression de mon entière reconnaissance.

Je remercie **Mr Lehab** le directeur du laboratoire de contrôle de qualité Tlemcen. « **CACQUE** ». et **Mr HEDJAM Mekki**.

Je remercie **Mr El HACI Imad Abdelhamid** (maitre de recherche B, CRAPC-Tipaza) pour son soutien ses conseils, et son amabilité et tout l'équipe du laboratoire des produits naturels **LAPRONA**- Tlemcen.

Enfin je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de faire à l'aboutissement de ce modeste travail.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

A ma mère

A mon frère

A mes sœurs

A toute ma famille

A tous mes amis (es)

A tous ceux dont l'amitié sincère me agréable

A tous mes professeurs

A toute personne ayant contribué de près ou de loin à

L'élaboration de ce mémoire.

Walid

Résumé

Argania spinosa L., unique représentant des sapotacées en Algérie et au Maroc, joue un rôle très important par son intérêt écologique et économique. L'huile extraite de ses amendons suscite beaucoup des intérêts. Elle a été utilisée en médecine traditionnelle, en usage externe par les femmes berbères pour les soins corporels et capillaires, et en usage interne pour prévenir certaines maladies cardiovasculaires.

L'obtention de l'huile du fruit d'arganier, par Soxhlet en utilisant l'hexane, nous a permis d'obtenir un rendement de 49.58%.

La contribution à l'étude de la qualité de l'huile d'argan, nous a permis de déterminer des principales caractéristiques physicochimiques de l'huile (indice d'acide, indice d'iode, indice de peroxyde, indice de saponification, indice de réfraction et la densité), les valeurs trouvées appartiennent à la norme marocaine et aussi aux travaux antérieures de la même région.

Le dosage des composés phénoliques dans l'extrait hydro-méthanolique de l'amande, obtenu après extraction d'huile, révèle une faible teneur.

L'évaluation du pouvoir antioxydant, par la méthode du piégeage du radical libre DPPH de l'huile d'argan et de l'extrait hydrométhanolique a révélé une activité antioxydante remarquable pour l'huile, probablement due à la présence des composés capables de réduire ce radical et une faible activité pour l'extrait hydro-méthanolique.

Mots clés: *Argania spinosa*, huile, caractéristiques physicochimiques, composés phénoliques, DPPH, pouvoir antioxydant

Abstract

Argania spinosa L., the sole representative of the sapotaceae in Algeria and Morocco, plays a very important role for its ecological and economic interest. The oil extracted from its fruits attracts many interests. It has been used in traditional medicine, used externally by Berber women for body and hair care, and for internal use to prevent certain cardiovascular diseases. Obtaining the argan oil by the solvent extraction method (hexane) allowed us to obtain a yield of 49.58%.

The contribution to the study of the quality of the oil of the argan tree fruit, allowed us to determine the main physicochemical characteristics of the oil (acid number, iodine value, peroxide index, saponification index, Refractive index and density), the values found belong to the Moroccan norm and also to the previous works of the same region.

The determination of the dosage of the total polyphenols in the hydro-methanolic extract gives us a low content.

The evaluation of the antioxidant power by the DPPH method of argan oil and the methanol extract has a remarkable antioxidant activity for the oil due to the presence of the compounds capable of reducing the DPPH radical and a low activity for the hydro -méthanolique extract.

For the the alimentaire and medical use of the oil argan ; Alegria have to make investigation in the extraction of this oil and make advantage of his many interest.

Key words: *Argania spinosa*, oil, physicochemical characteristics, Phenolic compounds, DPPH, antioxidant power.

ملخص

أركان سبينوزا الممثل الوحيد لعائلة sapotacea في الجزائر يلعب دورا هاما للغاية في الفائدة البيئية و الاقتصادية. الزيت المستخرج من النواة له الكثير من الاهتمامات. وقد استخدم في الطب التقليدي، خارجيا من قبل نساء البربر للجسم و العناية بالشعر، وداخليا لمنع بعض أمراض القلب والشرابين.

الحصول على زيت الأركان بطريقة الاستخلاص بالمذيبات (الهكسان) يسمح لنا بالحصول على عائد يقدر ب 49.58%. دراسة نوعية الزيت من ثمار شجرة أركان، سمحت لنا بتحديد الخصائص الفيزيائية الرئيسية للزيت (القيمة الحمضية، وقيمة اليود، رقم البيروكسيد، معامل التصبين، معامل الانكسار و الكثافة)، والقيم الموجودة تنتمي إلى المعايير المغربية و كذلك إلى عمل سابق من نفس المنطقة.

تحديد الجرعة من إجمالي البوليفينول في مستخرج المائبة الميثانول من النواة يعطينا عائد منخفض. تقييم المضادة للأكسدة من خلال طريقة DPPH لزيت أركان والمستخلص المثلي لديها نشاط مضاد للأكسدة ملحوظ على الزيت وذلك راجع الى وجود مركبات الفينول وانخفاض نشاط المستخلص .

نظرا لفوائده المتعددة في المجال الغذائي والطبي لذلك يتطلب على الجزائر الاستثمار في مجال استخلاص زيت الاركان و الاستفادة من استعماله المتعددة.

كلمات البحث: أركان سبينوزا ،زيت ،والخصائص الفيزيائية والكيميائية ،بوليفينول , DPPH

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification botanique d' <i>Argania spinosa</i> L. (skeels)	4
Tableau 2 : Caractéristiques physicochimiques de l'huile d'argan selon la Norme Marocaine 08.5.090 (2003)	13
Tableau 3 : Caractéristiques physicochimiques de l'huile d'argan par des différentes méthodes d'extraction	13
Tableau 4 : Pourcentage d'acide gras dans l'huile d'argan selon la Norme Marocaine 08.5.090 (2003)	14
Tableau 5 : Les triglycérides de l'huile d'argan	15
Tableau 6 : Les volumes préparé du mélange huile/méthanol.....	23
Tableau 7 : Dilution de la solution d'acide gallique à différente concentration.....	24
Tableau 8 : Les valeurs des indices physique et chimique de l'huile d'argan.....	25
Tableau 9 : Comparaison bibliographique d'indice densité de l'huile d'argan	26
Tableau 10 : Les valeurs de l'indice de réfraction de l'huile d'argan.....	26
Tableau 11 : Les valeurs d'indice d'acide de l'huile d'argan.....	27
Tableau 12 : Les valeurs d'indice de saponification de l'huile d'argan	27
Tableau 13 : Les valeurs d'indice d'iode de l'huile d'argan.....	28
Tableau 14 : Les valeurs d'indice de peroxyde de l'huile d'argan	29
Tableau 15 : Le résultat de l'extrait hydrométanolique	32

Liste des photos

Photo 1 : L'arganier (Radi, 2003).....	3
Photo 2 : Caractères botaniques de l'arganier, de l'arganier	5
Photo 3 : Les feuilles et les fleurs de l'arganier	5
Photo 4: Le fruit d' <i>Argania spinosa</i>	6
Photo 5 : Les grains d'argan.....	17
Photo 6 : Le soxhlet.....	18
Photo 7 : Le rotavapeur	18
Photo 8 : Récupération de l'huile végétale.....	18

Liste des figures

Figure 1 : Aire de répartition de l'Arganier au Maroc et en Algérie	4
Figure 2 : Les étapes d'extraction artisanale de l'huile d'argan	8
Figure 3 : Les machines utilisées pour l'extraction de l'huile d'argan	9
Figure 4 : Procédés (mécanique et artisanal) d'extraction de l'huile d'argan	10
Figure 5 : Schéma de trituration des huiles végétales	12
Figure 6 : Localisation de la wilaya de Tindouf (couleur rouge).....	17
Figure 7 : Courbe représente la gamme d'étalonnage de l'acide Gallique	30
Figure 8 : Courbe représente l'activité antioxydante de BHT	31
Figure 9 : Courbe représente l'activité antioxydante de l'huile d'argan.....	31
Figure 10 : Courbe représente l'activité antioxydante de l'extrait hydrométhanolique.....	32

Table des matières

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I Synthèse bibliographique

I. Historique	3
II. Répartition géographiques.....	3
III. Classification botanique de l'arganier	4
IV. Description botanique	5
V. Huile d'argan.....	6
VI. Extraction de l'huile d'argan.....	6
VII. Les différents Procédés d'extraction d'huile d'argan	7
VII.1 Procède d'extraction artisanale	7
VII.2. Extraction par la presse mécanique (h.p).....	8
VII.3. Extraction industriel par les solvants organiques	10
VIII. Les caractères physico-chimique.....	13
IX. La composition chimique de l'huile d'argan	14
X. L'utilisation de l'huile d'argan.....	15
XI. L'intérêt de l'huile d'argan	16
XI.1. L'huile cosmétique.....	16
XI.2. L'huile alimentaire	16
XI.3. Intérêt économique.....	16

Chapitre II Matériel et Méthodes

I. Matériels végétales	17
II. Préparation de l'échantillon	17
III. Caractères physiques	19
III.1. Densité relative à 20°C	19
III.2. Indice de réfraction.....	19
IV. Caractères chimiques	20
IV.1. Indices d'acide (IA)	20
IV.2. Indice d'ester (IE)	20
IV.3.Indice de peroxyde (IP).....	21
IV.4. Indice d'iode (II)	22
V. Étude de l'activité antioxydante	22
V.1. Piégeage du radical DPPH [*] pour l'extrait méthanolique	22
V.2.Piégeage du radicale DPPH pour l'huile fixe.....	23

Chapitre III Résultats et discussion

I. Les rendements	25
I.1. En huile	25
I.2. En extraits hydro-méthanoliques	25
II. Détermination des indices physico-chimiques	25
II-1. Les indices physiques.....	25
II-1-1. La densité.....	25

II-1-2. Indice de réfraction (n_D^{20}).....	26
II-2. Les indices chimiques	27
1I-2.1. Indice d'acide.....	27
1I-2.2. Indice de saponification (indice d'ester).....	27
1I-2.3. Indice d'iode	28
1I-2.4. Indice de peroxyde.....	28
III. Dosages des composés phénoliques dans l'extrait hydro-méthanolique	29
IV. Activité antioxydante de BHT, de l'huile fixe et de l'extrait hydrométhanolique.....	30
IV.1. La courbe de BHT	31
IV.2. Huile fixe	31
IV.3. Extrait hydrométhanolique.....	32
Conclusion.....	33
Références bibliographiques	34

Introduction

L'Algérie offre une flore riche et diversifiée, caractérisée par un grand nombre d'espèces endémiques. Cette biodiversité remarquable liée à l'existence de conditions écologiques très variées est parfaitement illustrée par l'arganier qui est l'essence prouvant que l'Algérie est au carrefour de flores d'origines différentes : méditerranéenne et saharienne.

L'arganier *Argania spinosa* (L.) Skeels, une espèce rustique, xéro-thermophile, qui appartient à la famille tropicale des Sapotacées, elle est la seule représentante septentrionale dans la région méditerranéenne (Algérie et Maroc) d'où son endémisme marqué à cette région. Elle couvre un territoire relativement important dans le Nord-ouest de la wilaya de Tindouf (sud-ouest algérien) où elle constitue la deuxième essence forestière après l'*Acacia raddiana*.

Toutes les parties de l'arganier sont utilisables et présentent des grands intérêts économiques, médicaux et thérapeutiques (**Charrouf et al., 2006**) et ceci grâce aux extraits tirés de ses organes (fruit et feuilles) (**Pumareda et al., 2006**).

L'huile d'argan est extraite de l'amande, il en résulte une huile comestible et un tourteau. Elle possède des qualités phytochimique, pharmacologique et nutritionnelle très intéressantes (**Charrouf , 1984**), car elle est constituée à 80% d'acide gras insaturés dont une bonne proportion d'acide linoléique (**Norme marocaine nm 08.5.090, 2003**). Elle est caractérisée aussi par sa teneur en tocophérols, molécules dotées de fortes propriétés antioxydantes (**Khallouki et al., 2003**).

Nous avons choisi d'étudier la qualité de l'huile de cet arbre ainsi que son pouvoir antioxydant pour les raisons suivantes :

- C'est un arbre spontané, très abondant dans le sud-ouest algérien ;
- Huile est largement utilisée en phytothérapie surtout comme les problèmes cutané, apaise les douleurs rhumatismales, la prévention de certaines maladies cardio-vasculaires et du cancer de la prostate.
- Elle est utilisée comme condiment et en cosmétique ;
- Sa richesse en d'acides gras insaturés, fait apprécier comme bon apport en alimentation ;
- Sa composition essentiellement des acides gras et en tocophérols qui ont des activités antioxydantes

L'objectif de notre travail est d'évaluer la qualité physico-chimique de l'huile d'*Argania spinosa* de la région de Tindouf et l'activité antioxydante de son huile et de son marc résultant après extraction.

Notre étude se compose de trois parties :

- Une synthèse bibliographique sur le sujet ;
- Une partie expérimentale dans laquelle nous présentons :
 - * Une étude physicochimique de l'huile
 - * Une activité antioxydante de l'huile d'argan et de l'extrait hydro-méthanolique
- Une partie consacrée aux résultats et à la discussion.
- Et s'achève par une conclusion générale.

Chapitre I

Synthèse bibliographique

I. Historique

Les premières données sur l'arganier (**Photo 1**) ont été citées par les géographes et les savants arabes qui étudièrent plus particulièrement la région du Maghreb, tels Al-Bekri (11^{ème} siècle) et Chérif Al-Idrissi (12^{ème} siècle). L'une des plus anciennes mentions de l'arganier et du mode d'obtention artisanal de l'huile est celle du médecin andalou Dya Aldin Ibn Al Baytar (12^{ème} siècle) dans son ouvrage « Traité des simples » (**Adlouni, 2010**).



Photo 1 : l'arganier

II. Répartition géographique

En Algérie, son aire de répartition géographique couvre un territoire relativement important dans le nord-ouest de la wilaya de Tindouf (Hamada de Tindouf), où cette espèce constitue la deuxième essence forestière après l'*Acacia raddiana*. Il forme dans ce territoire des populations dispersées, regroupées selon un mode contracté, le long des berges des oueds où il trouve les compensations hydriques nécessaires (**Fig. 1**).

L'arganier de Tindouf formait, probablement, à l'origine une même unité écologique avec celle du Maroc qui couvrait de vastes territoires. A l'avènement des périodes glaciaires, un déplacement de la totalité de l'aire à arganier qui couvrait le territoire marocain s'est opéré vers le sud marocain (**Kechebar et al., 2013**).

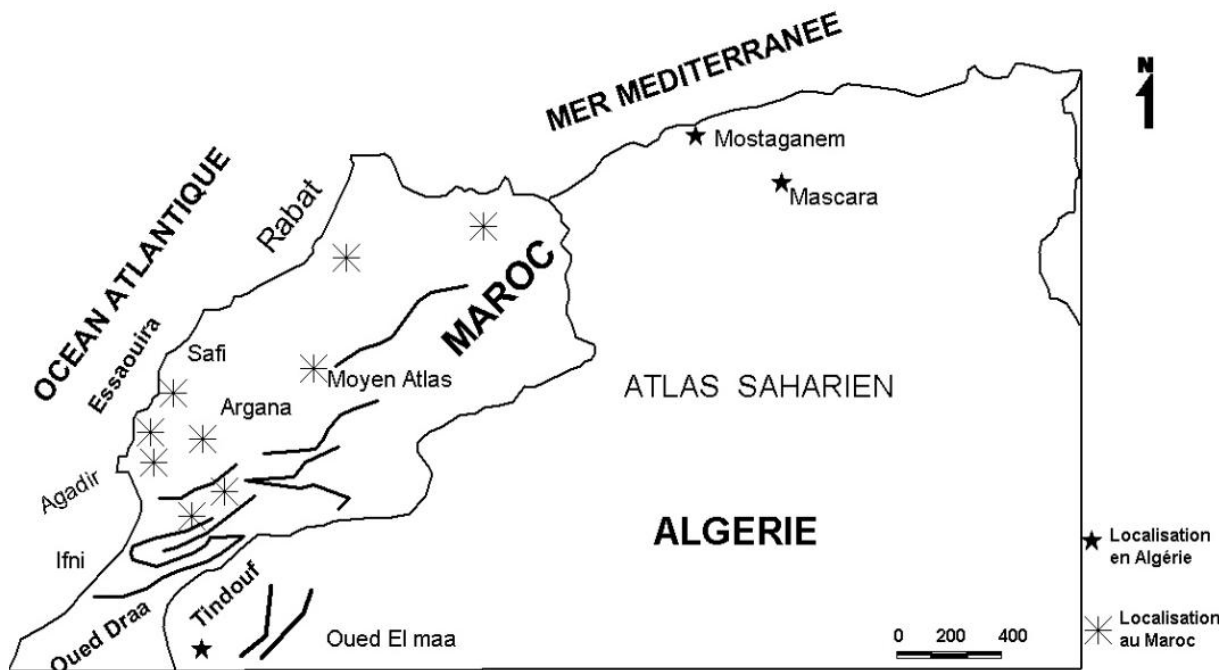


Figure 1 : Aire de répartition de l'Arganier au Maroc et en Algérie (Slimani, 1996).

III. Classification botanique :

L'arganier appartient à la famille tropicale et subtropicale des Sapotacées (Tab. 1) qui compte une cinquantaine de genres et plus de 600 espèces (M'Hirit et al., 1998). Dont plusieurs espèces présentent un grand intérêt économique, d'ordre alimentaire ou industriel.

Tableau 1 : Classification botanique d'*Argania spinosa* L. (skeels)

Règne	<i>Végétal</i>
Embranchement	<i>Phanérogammes</i>
Sous-embranchement	<i>Angiospermes</i>
Classe	<i>Dicotylédones</i>
Sous-classe	<i>Gamopétales</i>
Ordre	<i>Ebenales</i>
Famille	<i>Sapotacées</i>
Genre	<i>Spinosa</i>
Espèce	<i>Argania L. (skeels)</i>

IV. Description botanique

L'arganier, *Argania spinosa* (L.) Skeels est le seul représentant en Algérie de la famille tropicale des Sapotaceae. À l'état adulte, lorsqu'il n'est pas mutilé ou soumis à l'action des troupeaux, ce qui est exceptionnel, c'est un arbre de grande taille à tronc court et tourmenté et très grande couronne (**photo 1**). Il possède un bois très dur et lourd, une écorce rugueuse craquelée en « peau de serpent », des rameaux aux extrémités épineuses et des feuilles d'un vert plus clair dessous que dessus. La ramification est très dense, les feuilles sont sub-persistantes, coriaces, alternes ou fasciculées, aborales à lancéolées atténuées à la base en un court pétiole, avec une nervure médiane très nette et des nervures latérales très fines et ramifiées (**photo 2**).

Les fleurs, hermaphrodites, apparaissant en mai- juin, de couleur blanche à jaune verdâtre, sont gamopétales (tube très court) (**photo 3**). Le calice de la fleur est composé de cinq sépales pubescents succédant à deux bractées (**Emberger, 1938 ; Mensier, 1995**). La corolle en cloche est formée de cinq pétales obtus et arrondis.

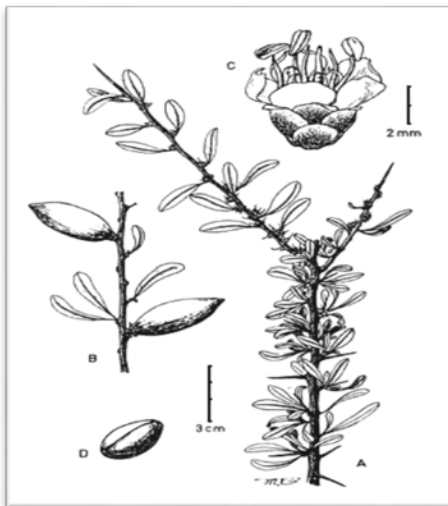


Photo 2 : Caractères botaniques de l'arganier
A : branche avec inflorescences ;
B : rameau avec fruit ; C : fleur ; D : graine.



photo 3 : Les feuilles et les fleurs de l'arganier

Le fruit est une baie vert jaunâtre, apparaît au bout de 9 à 16 mois, de forme et de dimension variables, de taille allant de l'olive à la noix de forme variable. Il possède un péricarpe charnu avec un noyau central très dur comprenant une amande source de l'huile d'Argan (**photo 4**).



Photo 4: Le fruit d'*Argania spinosa*

V. Huile d'argan

L'huile d'argan est produite à partir des amandons contenus dans les fruits de l'arganier. Elle peut être de deux types : alimentaire ou à usage cosmétique. L'huile alimentaire est maintenant principalement produite par pressage à froid des amandons préalablement torréfiés pendant quelques minutes. L'huile de beauté est produite par la même technique, mais à partir des amandons non torréfiés (Charrouf et Guillaume 2007; Faez et al., 2012; Guillaume et Charrouf, 2011; Harhar et al., 2011).

VI. Extraction de l'huile d'argan

- **Récolte des fruits**

L'arganier fructifie dès l'âge de cinq ans. Il fleurit aux mois de mai ou juin, le fruit paraît vers la fin du mois suivant ou au commencement d'août. Il continue à croître lentement jusqu'à la période des pluies, qui commencent à tomber en septembre. A partir de cela, il augmente de volume et à la fin de mars de l'année suivante, il est bon à récolter. Les cultivateurs battent les arbres avec des gaules pour faire tomber les fruits qui, après leur récolte, sont exposés au soleil en couches minces afin de sécher la pulpe. Pour obtenir l'huile à partir des fruits secs, trois procédés d'extraction sont à présent utilisés, traditionnel ou artisanal, industriel et procédé d'extraction par presse. Il est à signaler que la période de la récolte a une certaine influence sur le rendement en huile, plus les amandes sont mures et plus elles sont riches en huile (Adlouni, 2010).

VII. Les différents Procédés d'extraction d'huile d'argan

L'huile d'argan est extraite suivant plusieurs procédés à partir de l'amande du fruit soit selon la méthode traditionnelle, ou par presse ou en utilisant des solvants d'extraction. L'utilisation de ces différentes huiles est destinée à la nutrition, la cosmétique ou la médecine (**Charrouf et Guillaume, 1999**).

VII.1. Procède d'extraction artisanale

Pendant des siècles, l'huile d'argan vierge a été préparée exclusivement par les femmes qui ont utilisé un processus traditionnel transmis de génération en génération. Ce procédé traditionnel comprend cinq étapes (**Fig. 2 et Fig 4**): dépulpage des fruits, concassage de la coque entre deux pierres, torréfaction de l'amande oléagineuse, trituration des amandes torréfiées à l'aide d'une meule en pierre et pression manuelle de la pâte pour l'obtention de l'huile qui est séparée par décantation (**Charrouf et Guillaume, 1999**).

À l'heure actuelle, cette méthode traditionnelle, est utilisée uniquement pour la consommation domestique locale. Cependant, l'adaptation récente d'une méthode d'extraction semi-industrialisée ou semi-automatique dans les coopératives a permis de commercialiser une huile d'Argan vierge de qualité certifiée (**Cabrera-Vique et al., 2012**).



Dépulpage



Concassage



Torréfaction



Trituration



Malaxage



Conditionnement

Figure 2 : Les étapes d'extraction artisanale de l'huile d'argan

VII.2. Extraction par la presse mécanique

Des essais d'extraction d'huile par pressage de l'amande de l'arganier (**fig4**), ont été réalisés par plusieurs auteurs. Dans certains cas le rendement d'extraction a été augmenté de 30% à 50% par rapport à la méthode artisanale. Grâce à l'extraction mécanique on peut obtenir deux types d'huile :

- **L'huile alimentaire** : au goût de noisette, obtenue par pressage mécanique des amandes torréfiées .

- **L'huile vierge** : ou cosmétique destinée plus à des usages cosmétiques, obtenue à partir des amandes non torréfiées. Donc le pressage mécanique permet de diminuer le temps et la rudesse du travail permet également d'obtenir une huile de meilleure qualité et avec un bon rendement. (**Charrouf et al., 1997**)

Pour l'Extraction de l'huile d'argan par la presse mécanique il ya plusieurs machines à utilisées (**Fig. 3**).



Figure 3 : Les machines utilisées pour l'extraction de l'huile d'argan

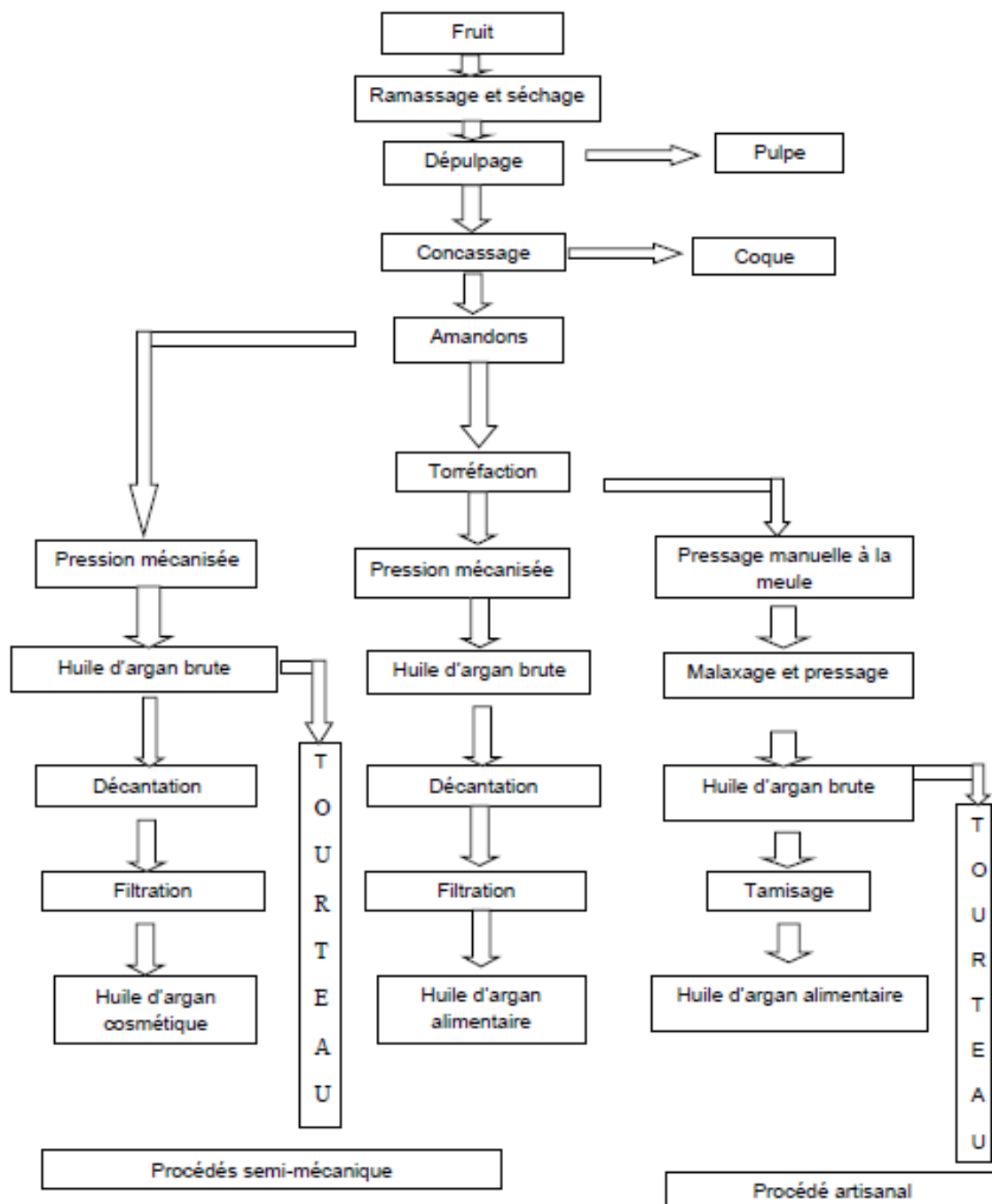


Figure 4 : Procédés (mécanique et artisanal) d'extraction de l'huile d'argan (AMIGHA, 2010).

VII.3. Extraction industrielle par les solvants organiques

La poudre des amandes est soumise à une extraction avec un solvant apolaire de type hydrocarbure, éventuellement halogéné (ex: hexane), dans un appareil d'extraction approprié en acier inoxydable. Le solvant est ensuite évaporé, l'huile est obtenue avec un rendement de 50-55%. Afin d'éviter l'oxydation des acides gras (AG) dès le premier stade de l'extraction,

un antioxydant lipophile, tel que le palmitate d'ascorbyle, est ajouté en quantité correspondant à 0,02–0,1 % du poids des amandes d'arganier utilisées (**Boukhobza et Pichon-Prum, 1988**). Cette huile sera destinée exclusivement à l'usage cosmétologique car elle est dépourvue de goût et d'arôme (**Charrouf et Guillaume, 1999**).

L'extraction à l'aide des solvants à initialement été développée pour le traitement des graines oléagineuses à faible teneur en huile (**fig 5**).

Le solvant s'enrichit progressivement en huile tandis que le tourteau s'appauvrit en matières grasses. Deux produits résultent de cette opération : un mélange huile-solvant qui doit être distillé pour récupérer l'huile et un tourteau déshuilé (2 % d'huile résiduelle), mais imprégné de solvant qui doit être désolvaté (**Evrard et al., 2007**).

Ensuite, l'huile est séparée de solvant par distillation. Après trituration des graines, les huiles ainsi obtenues (huiles brutes) ne sont généralement pas utilisables en l'état et doivent être raffinées avant d'être proposées aux consommateurs.

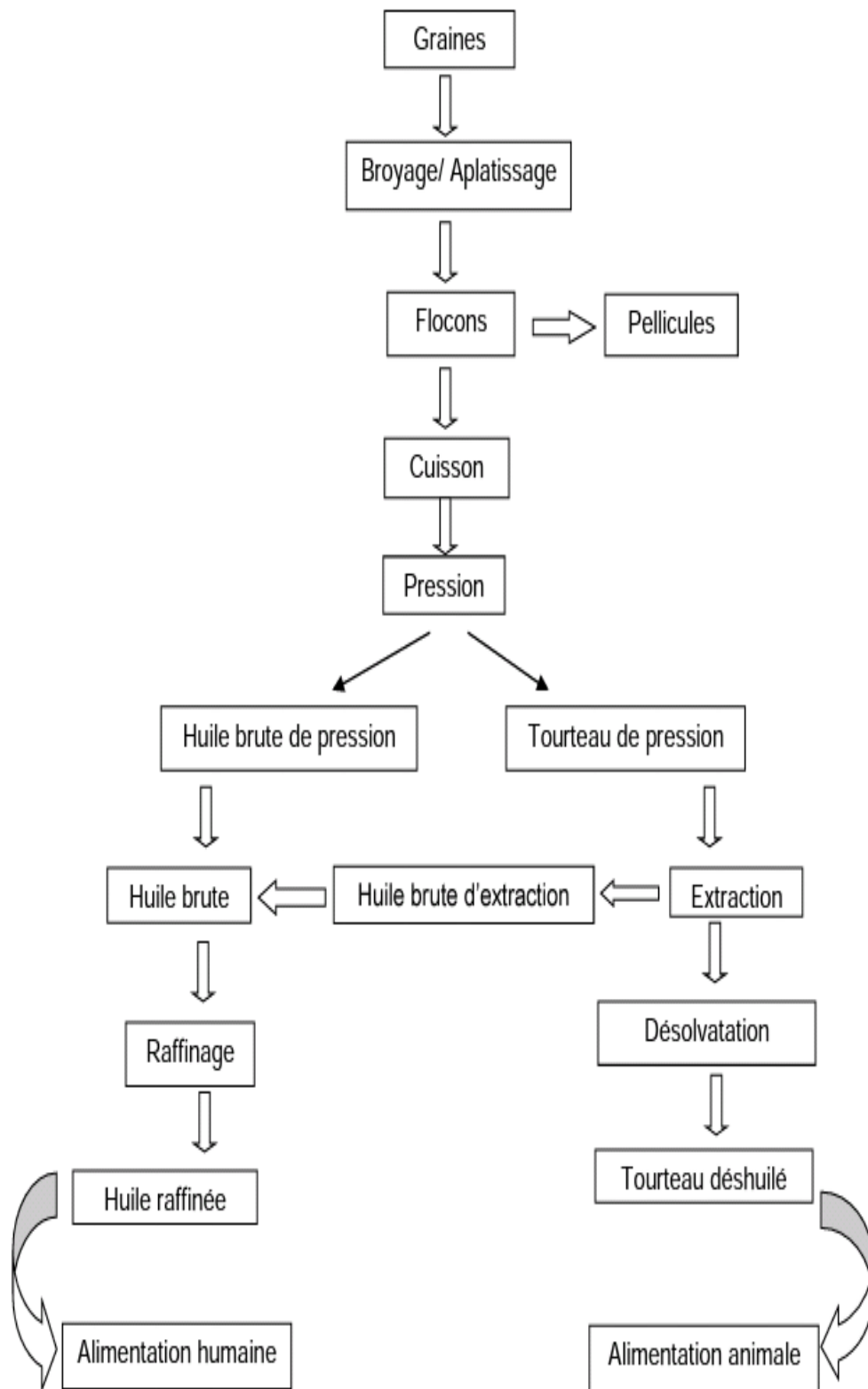


Figure 5 : Schéma de trituration des huiles végétales (Evrard et al., 2007).

VIII. Caractéristiques physicochimiques

L'huile d'argan se caractérise par un certain nombre de propriétés physicochimiques (Tab.2).

Tableau 2 : Caractéristiques physicochimiques de l'huile d'argan selon la Norme Marocaine 08.5.090 (2003)

Paramètres	Valeur limite
Densité (g/mL)	0,917-0,919
Indice de saponification	189,0-199,1
Indice d'iode	99,0-102,0
Fraction insaponifiable	≤1,1%
Indice de réfraction à (20°C)	1,463-1,472

Ces caractéristiques sont légèrement différentes en fonction des procédés d'extraction, de l'origine de l'amande et du mode de conservation. (Tab.3)

Tableau 3 : Caractéristiques physicochimiques de l'huile d'argan par des différentes méthodes d'extraction

	Huile artisanale*	Huile de Laboratoire **	Huile industriel ⁺	Huile de Presse	Huile enrichie ***
Masse volumique (g/m)	-	0,906	0,9	-	-
Indice de réfraction	1,4632	1,4685	1,466	1,473	-
Indice d'acidité	1,3	1,3	1	0,46	1,8
Indice de peroxyde	-	-	-	2,79	0,5
Indice d'Iode	96,1-97,9	98,1	102	-	-
Indice de saponification	190,9-193,8	195,2	201	190	-
Taux d'insaponification	1,03	1	1	1,02	3,8

*(Berrada, 1972) **(Charrouf, 1984) ***(Fabre et al., 1998)

⁺ D'après une étude faite par le laboratoire Pierre Fabre

IX. Composition chimique

Comme d'autres huiles végétales, l'huile d'argan est constituée de deux fractions, une fraction saponifiable (ou glyceridique) et une fraction insaponifiable.

a. Fraction glycérique (saponifiable)

L'huile d'argan referme 99 % de la fraction saponifiable dont les triglycérides sont largement majoritaires avec 95 %. Elle est riche en acides gras mono et polyinsaturés dont les plus abondants sont: l'acide oléique (C 18:1) qui représente 45 % des acides gras et l'acide linoléique (C 18:2n-6) qui représente 35 %, l'acide palmitique (C 18:2n-6) qui représente 12 % et l'acide stéarique (C 18:0) qui représente 5%.

Cabrera-Vique et al, (2012), Cela confère à l'huile de très bonnes qualités diététiques, les autres acides gras sont trouvés à l'état de trace (**Tab.4**).

Tableau 4 : Pourcentage d'acide gras dans l'huile d'argan selon la Norme Marocaine 08.5.090 (2003)

Acide	Pourcentage
Myristique	≤ 0,2
Pentadecaénoïque	≤0,1
Palmitique	≤11,5-15
Palmitoléique	≤0,2
Heptadécaneénoïque	-
Stéarique	4,3-7,2
Oléique	43-49,1
Linoléique	29,3-36,0
Arachidonique	≤0,2
Gadoléique	≤0,5
Behénique	≤0,2

Les variations observées dans la composition en acides gras de l'huile d'argan peuvent être attribuées à différents facteurs et notamment à la provenance géographique et à l'effet du climat, en particulier à la pluviosité.

❖ Les triglycérides

La composition d'huile d'argan en acide gras est peu déférente de celle de l'huile totale. l'analyse par chromatographie liquide haute performance a permis la séparation et

l'identification des triglycérides individuels (**Farines et coll.1984, Fellat-zarrouck ,1987 et Maurion et Coll,1992**).on note la prédominance des triglycérides O,O,O-L,L,O-P,O,L-O,O,L-P,O,O (**Tab.5**)

Tableau 5 : Les triglycérides de l'huile d'argan

TG		%
LOO	Linoléodioléine	13,7-16,3
POL	Palmitooléolinoléine	12,6-14,6
OLL	Oléodilinéoléine	11,5-16,7
OOO	Trioléine	9-14,9
POO	Palmitodioléine	14,9-17,4
LLL	Trilinéoléine	5,8-8,1
PLL	Palmitodilinéoléine	5,8-6,6
SOO	Stéarodioléine	4,1-6
OPP	Olédipalmitin	3,6-5,2

b. Fraction insaponifiable

La fraction insaponifiable représente 1 % de l'huile d'argan avec des propriétés thérapeutiques importantes. Elle est riche en caroténoïdes (38 %), tocophérols (8 %), alcools triterpéniques (20 %), stérols (29 %), et xanthophylles (5 %) (**Charrouf and Guillaume, 2007**).

X. L'utilisation de l'huile d'argan

L'intérêt de l'huile d'argan repose en partie sur sa très forte teneur en acides gras insaturés dont l'impact positif sur la santé humaine est bien connu. Ils appartiennent à la série dite des "oméga-6", dont la distribution, comparée aux "oméga-3", est primordiale pour de nombreux processus physiologiques, cosmétiques, médecine traditionnelle, diététique.

Utilisation diététique : L'huile d'argan est reconnue depuis des siècles comme ingrédient de base et de source exclusive de matières grasses végétales dans « l'alimentation Amazighs » (**Charrouf et Guillaume, 2010**), environ deux cuillères à soupe (16 g) assurent la totalité des besoins journaliers en acide linoléique. Elle est consommée par la population berbère au petit déjeuner ou au goûter, en trempant le pain traditionnel dans un bol rempli d'huile (**Adlouni, 2010**), en cuisine pour assaisonner des plats, des salades et des tajines. Elle est servie sous forme tartinée connue par « amlou », c'est une recette à base de l'huile d'argans, amandes et cacahuètes.

Utilisation en médecine traditionnelle : Elle est utilisée pour le traitement des rhumatismes, l'hypercholestérolémie et l'athérosclérose (**Charrouf, 2002**).

XI. L'intérêt de l'huile d'argan

XI.1. L'huile cosmétique

En cosmétologie, l'huile est conseillée pour le traitement des gerçures, des peaux sèches ou déshydratées et de l'acné. A long terme, cette huile conduit à une réduction de la vitesse d'apparition des rides et à la disparition des cicatrices provoquées par la rougeole ou la varicelle. Elle est aussi préconisée pour le traitement des brûlures superficielles. Des massages à l'huile d'argan au niveau des articulations permettent aussi une réduction des douleurs rhumatismales. Finalement, appliquée sur la chevelure, l'huile d'argan permet de redonner aux cheveux éclat et brillance (**Adlouni, 2010**).

XI.2. L'huile alimentaire

La consommation régulière d'huile d'argan constitue donc une source privilégiée en acides gras essentiels (acide linoléique en particulier) et produit des effets particulièrement bénéfiques au niveau cardiovasculaire en diminuant le taux de cholestérol circulant, donc, elle prévient l'athérosclérose.

XI.3. Intérêt économique

En raison de ses propriétés organoleptiques uniques associées à ses propriétés cardio-protectrices, l'huile d'argan a actuellement trouvé une grande place dans le marché très concurrentiel de l'huile comestible internationale. Elle fait l'objet d'une forte médiatisation de ces bienfaits sur la santé et en cosmétologie. En outre, les coopératives productrices de cette huile, jouent un rôle important dans le développement socio-économique, puisqu'elles représentent une des composantes de l'économie sociale et solidaire, du fait qu'elles ont un impact direct sur les petits agriculteurs et plus précisément sur les femmes dans les zones pauvres puisqu'ils lui ont assuré l'opportunité d'autonomisation, ainsi l'offre d'emploi indirecte. Elles sont aussi guidé et orienté par la production de fiches techniques en différentes langues (arabe, berbère) sur les bonnes pratiques de production et de transformation ce qui a un impact important dans le processus d'une bonne qualité de l'huile d'argan. (**Actes du 2ème Congrès International de l'Arganier, Agadir, 9 -11 décembre 2013**).

Chapitre II

Matériel et Méthodes

Notre étude expérimentale s'effectue au laboratoire des produits naturels LAPRONA qui se trouve au niveau de l'université Abou Bekr Belkaid, et aussi au CACQE (Centre Algérien de Contrôle de la Qualité et de L'Emballages) de Tlemcen.

I. Matériel végétale

L'argan utilisé pour notre extraction d'huile est récolté durant le mois de Mai 2016 (**Photo 5**), de la région de Merkala wilaya de Tindouf, Algérie (**Fig6**).



Photo 5 : les grains d'argan.



Figure 6 : localisation de la wilaya de Tindouf (couleur rouge)

Notre expérimentation est basée sur l'extraction de l'huile par la méthode de Soxhlet en utilisant un solvant apolaire, l'hexane (**photo 6**),

II. Préparation de l'échantillon

- ✓ Le dépulpage des fruits : cette opération a pour but de séparer la pulpe du noyau
- ✓ Le concassage de la coque : le concassage des noyaux a été effectué manuellement.
- ✓ La séparation : a pour but séparer l'amande du noyau.
- ✓ Broyage les amandes



Photo 6 : Le soxhlet

➤ **Le mode d'extraction**

- On a pris 19,32g l'échantillon broyé (broyat) est entassé dans une cartouche en papier filtre préalablement pesée.

La cartouche ou l'enveloppe doit être fermée pour empêcher la poudre d'être emportée par le solvant. Le tout est mis au fond du siphon.

Le soxhlet est équipé d'un ballon de 500 ml, rempli jusqu'au 2/3 par l'hexane ensuite chauffé à la température d'ébullition du solvant ($68,73^{\circ}\text{C}$). La durée d'extraction dépend de l'épuisement de l'huile contenu dans le matériel végétal utilisé, dans ce travail reste pour une durée d'une heure.

Puis on utilise le rotavapeur pour la séparation de l'huile contenue dans le solvant par évaporation sous vide (**photo 7 et 8**).



Photo 7 : le rotavapor

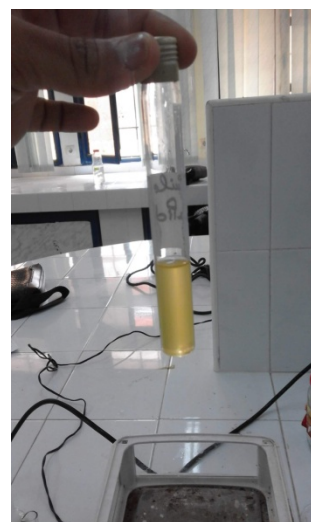


Photo 8 : Récupération de l'huile végétale

III. Caractères physiques

III.1. Densité relative à 20°C

Définition :

La densité relative d'une huile fixe est le rapport entre la masse d'un certain volume d'huile fixe à 20°C et la masse d'un égal volume d'eau distillée à 20°C (Wolf, 1968).

Matériel utilisé :

- Pycnomètre en verre de capacité minimale 5 ml.
- Bain thermostatique, maintenu à la température de $20^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$.
- Thermomètre de précision.

La densité relative, d_{20}^{20} est donnée par la formule suivante :

$$d_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

m_0 : est la masse, en grammes, du pycnomètre vide.

m_1 : est la masse, en grammes, du pycnomètre rempli d'eau.

m_2 : est la masse, en grammes, du pycnomètre rempli d'huile d'Argan.

III.2. Indice de réfraction (AFNOR) :

Définition :

C'est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile fixe maintenue à une température constante. (Ollé, 2002)

Matériel utilisé : la mesure de cet indice s'effectue à l'aide d'un réfractomètre classique, permettant la lecture directe d'indices de réfraction situés entre 1.3000 et 1.7000 avec une précision de ± 0.0002 .

Le réfractomètre doit être ajusté, de manière à donner, à la température de 20°.

Expression des résultats : L'indice de réfraction n_D^t à la température de référence t est donné par la formule :

$$n_D^t = n_D^{20} + 0.0004 (t' - t)$$

$n_D^{t'}$: La valeur de la lecture obtenue à la température t', à laquelle a été effectuée la détermination.

IV. Caractères chimiques :**IV.1. Indices d'acide (IA) : (AFNOR T60 204)****Définition :**

L'indice d'acide exprime le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides libres contenus dans un gramme d'huile fixe (Lion ,1955).

Mode opératoire :

- On pèse 2g de l'huile d'argan, et on l'introduit dans un ballon en verre.
- On ajoute 5 ml d'éthanol à 95% et 5 gouttes de phénophtaléine (PP) à 0,2%
- On neutralise en ajoutant grâce à une burette la solution éthanolique de KOH (0,1 mole/l) jusqu'à obtention d'une couleur rose.
- On note le volume de la solution éthanolique de KOH ajoutée.

Le calcul de l'IA est donné par la formule :

$$IA = 5,61 \times V / m$$

5,61 : Correspond à 0,1 mole/l de KOH

V : Volume en ml de la solution éthanolique de KOH (0,1 mole/l) utilisée pour le titrage.

m : masse en g de l'huile d'Argan.

IV.2. Indice d'ester (IE) (AFNOR T60 206)**Définition**

L'indice d'ester est le nombre de milligramme de KOH nécessaire pour neutraliser les acides libres par l'hydrolyse des esters contenus dans un gramme d'huile fixe.

Mode opératoire

- On pèse 2g de l'huile d'argan, et on l'introduit dans un ballon en verre.
- On ajoute grâce à une burette 25ml de la solution éthanolique de KOH (0,5 mole/l).
- On adapte le réfrigérant et on place le ballon sur la chauffe ballon et on laisse chauffer pendant une heure.
- On laisse refroidir puis on ajoute 20ml d'eau distillée et 5 gouttes de PP à 0,2%.
- Enfin, on titre l'excès de KOH avec la solution d'acide chlorhydrique à 0,5 mole/l.

▪ Parallèlement à l'opération citée, on effectue un essai à blanc dans les mêmes conditions et avec les mêmes réactifs.

Le calcul de l'IE est donné par la formule :

$$IE = (28,05 \times (V_0 - V_1) / m) - IA$$

28,05 g/l : correspondant à **0,5 mole/l** de KOH.

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

V₀ : Volume en ml de la solution cl (0,5 mole/l) utilisée pour l'essai à blanc.

V₁ : Volume en ml de la solution cl (0,5 mole/l) utilisée pour la détermination de l'IE de l'huile fixe.

IV.3. Indice de peroxyde (IP) (AFNOR T60 220)

Définition :

L'indice de peroxyde est le nombre de microgrammes actifs du peroxyde contenu dans un gramme de produits et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode dans les conditions de la méthode décrite (**Lion, 1955**).

Mode opératoire :

- On pèse 2g de l'huile d'argan dans un micro tube qu'on met dans un Erlenmeyer, ajouter 10 ml de chloroforme et agiter.
- On ajoute 15 ml d'acide acétique CH₂COOH, puis 1 ml de la solution aqueuse saturée de KI, on bouche aussitôt, on agite et nous abandonne le flacon pendant 5 min à l'abri de la lumière. Ajoute 75 ml d'eau distillée.
- On fait la titration soigneusement en présence d'empois d'amidon, l'iode libéré avec la solution Na₂S₂O₃ (0,01N) jusqu'à décoloration totale de la solution.

Le calcul de l'IP est donné par la formule :

$$IP = V \times N \times 1000 / m$$

m : est la masse en kilogramme de la prise d'essais.

V : est le volume de la solution de thiosulfate N/100.

N : normalité de la solution de thiosulfate utilisé

IV.4. Indice d'iode (II) (AFNOR T60 203)

Définition

L'indice d'iode est une mesure de l'insaturation des constituants de l'huile essentielle. C'est la masse d'iode qu'on peut fixer dans les doubles liaisons (**Lion, 1955**).

Mode opératoire :

- On pèse 0.13 g de l'huile d'argan dans une fiole de 500ml, on ajoute 20 ml de mélange hexane éthanol (volume/volume) et 25 ml de solution de réactif Wijs. Boucher et agiter.
- On place la solution à l'obscurité pendant 1 heure.
- On ajoute 20 ml de la solution aqueuse saturée de KI à 10% fraîche et 150 ml d'eau distillée, on agite pour extraire l'iode I₂ contenu dans le CH₂O.
- Titrer soigneusement avec la solution Na₂S₂O₃ (0,1N) jusqu'au virage de couleur brune initiale au jaune. A ce moment, ajouter quelques gouttes d'amidon frais et la couleur devient bleu violette.
- Continuer à titrer avec la solution Na₂S₂O₃ (0,1N) jusqu'à décoloration.
- Pour le témoin, nous suivrons les mêmes étapes en utilisant 0.13g d'eau distillé.
- Le calcul de l'IP est donné par la formule :

$$I_i = 12,69 C (V_1 - V_2) / M$$

C : concentration en mole par litre de la solution de thiosulfate de sodium utilisée.

M : est la masse en gramme de la prise d'essais.

V1 : est le volume de la solution de thiosulfate N/10 du témoin.

V2: est le volume de la solution de thiosulfate N/10 de l'échantillon.

V. Étude de l'activité antioxydante

V.1. Piégeage du radical DPPH[•] pour l'extrait hydro- méthanolique

. Ce test consiste à mettre le radical DPPH[•] (de couleur violette), en présence des molécules dites « antioxydantes » afin de mesurer leur capacité à réduire ce radical. La forme réduite (de couleur jaune) n'absorbe plus, ce qui se traduit par une diminution de l'absorbance à cette longueur d'onde.

L'extrait hydrométhanolique est préparé par macération de 3g de la poudre dans 30 ml de mélange méthanol-eau(60/40) à température ambiante pendant 3 jours avec agitation de temps en temps. Après filtration, le filtrat est évaporé à 45°C en utilisant un étuve. le résidu

final obtenu de macération il soit pesé pour calculer le rendement et il repris par 4 ml de diméthylsulfoxyde (DMSO) .

Le protocole expérimental suivi est celui de **Chaouche et al. (2015)**. À différentes concentrations, 50 µl de chaque extrait, sont ajoutés à 1950 µl d'une solution méthanolique de DPPH[•] à 6.34×10^{-5} M (0.0025 g dans 100 ml méthanol). Pour chaque concentration un blanc est préparé. Un contrôle négatif est préparé, en parallèle, en mélangeant 50 µl du méthanol avec 1950 µl d'une solution méthanolique de DPPH[•] à la même concentration utilisée. Après incubation à l'obscurité pendant 30 min et à la température ambiante, la réduction du DPPH[•] s'accompagne par le passage de la couleur violette à la couleur jaune de la solution. La lecture des absorbances est effectuée à 515 nm à l'aide d'un spectrophotomètre.

Le témoin positif utilisé est le butylhydroxytoluène (BHT). Les résultats sont exprimés en pourcentage d'inhibition, calculés suite à la diminution de l'intensité de la coloration du mélange, selon la formule :

$$PI = (DO_{\text{témoin}} - DO_{\text{extrait}} / DO_{\text{témoin}}) \times 100$$

PI : pourcentage d'inhibition.

DO témoin : absorbance du témoin négatif.

DO extrait : absorbance de l'extrait.

L'étude de la variation de l'activité antiradicalaire en fonction de la concentration des extraits permet de déterminer la concentration qui correspond à 50% d'inhibition (CI₅₀). Une valeur de CI₅₀ faible correspond à une grande efficacité de l'extrait.

V.2. Piégeage du radicale DPPH pour l'huile fixe

On a solubilisé l'huile pure dans différents volumes de méthanol (**Tab 6**)

Tableau 6: Les volumes préparé du mélange huile/méthanol

	v/v	v/2v	v/3v	v/4v
Huile fixe	50µl	50 µl	50 µl	50 µl
Méthanol	50 µl	100 µl	150 µl	200 µl

Puis 50 µl de chaque solution sont ajoutés à 1950 µl de la solution de DPPH. On fait les mêmes étapes du Piégeage du radical DPPH[•] pour l'extrait hydrométhanolique.

VI. Dosages des Polyphénols Totaux dans l'extrait hydro-méthanolique

La teneur en composés phénoliques de l'extrait d'*Argania spinosa* a été estimée par la méthode de Folin-Ciocalteu selon (Li *et al.*, 2007) qui est basée sur la réduction en milieu alcalin de la mixture phosphotungstique (WO₄²⁻) phosphomolybdique (MoO₄²⁻) de réactif de Folin par les groupements oxydables des composés phénoliques, conduisant à la formation de produits de réduction de couleur bleue.

- **Mode opératoire :**
- Dans 3 tubes à essai ont introduite 100 µl de l'extrait hydro-méthanolique dilué.
- On ajoute 2 ml de la solution de carbonate de sodium (Na₂CO₃).
- On agite les tubes bien et on laisse reposer pendant 5 min.
- On ajoute 100 µl du réactif de Folin-Ciocalteu.
- On agite on incube les tubes dans l'obscurité pendant 30 min.
- On prépare 3 essai à blanc dans les mêmes conditions en remplaçant la quantité de l'extrait par le méthanol.
- Après les 30 min d'incubation on fait la lecture de l'absorbance au spectrophotomètre à 750 nm.
- On prépare une gamme d'étalonnage par les mêmes opérations en utilisant l'acide gallique à différente concentration :
 - On prépare la solution de l'acide gallique : 10mg d'acide gallique diluer dans 10ml de méthanol, pour une concentration de 1000 µg/ml

On prépare des autres dilutions de différente concentration

Tableau 7 : Dilution de la solution d'acide gallique à différente concentration

Tube	1	2	3	4	5
[] µg/ml	50	100	200	300	400
Solution acide gallique µl	50	100	200	300	400
Eau distillée µl	950	900	800	700	600

Chapitre III

Résultats et interprétation

1. Les rendements

I.1. En huile :

Dans notre travail, l'extraction à l'hexane de l'huile d'argan obtenue à partir de l'amande broyée d'*Argania spinosa*, est réalisée par soxhlet. Le rendement obtenu est de 49.58%. Ce rendement est proche de celui obtenu par **Charrouf, (1984)** pour l'huile d'Argan du Maroc et qui est de 50% à 55%, et il est compris dans l'intervalle de la norme marocaine qui est fixé entre 35% et 55%.

I.2. En extraits hydro-méthanoliques :

L'extraction par macération, nous à permis d'obtenir un rendement de 20% en extrait hydro-méthanolique.

II. Détermination des indices physico-chimiques

Notre huile extraite est de couleur jaune. Les valeurs des indices physiques et chimiques sont représentées dans le tableau 7.

Tableau 8 : Valeurs des indices physiques et chimiques de l'huile d'argan

	Densité (D_{20})	0.9062
Indices physiques	Indice de réfraction (n_D^t)	1.4692
	Indice d'iode (I_I)	95
Indices chimiques	Indice d'acide (I_a)	1.1
	Indice peroxyde (I_p)	1.2
	Indice de saponification (I_s)	191.35

II-1. Les indices physiques

II-1-1. La densité

L'indice de densité est considéré comme un critère physique qui permet le contrôle de la pureté de l'huile extraite. Le tableau 8 donne les valeurs de l'indice de densité à 20°C, obtenues par d'autres travaux antérieurs.

Tableau 9 : Comparaison bibliographique d'indice densité de l'huile d'argan.

	Provenance	Indice de densité
Notre résultat	Algérie (Tindouf)	0.9062
CHARROUF (1984)	Maroc (Agadir)	0.9060
HAMIA (2007)	Algérie (Tindouf)	0.9450
NM. 080.5.090 (SNIMA, 2003)	Maroc	0.906 - 0.919

Le résultat montre une valeur estimée à **0.9062** qui se rapproche avec celles de l'huile d'argan de Maroc, trouvée par **Charrouf (1984)** et elle est comprise entre l'intervalle de la norme marocaine NM.080.5.090 (**SNIMA, 2003**). Celle de **Hamia, (2007)** est légèrement plus dense.

II-1-2. Indice de réfraction (n_D^{20})

Les résultats de la détermination de l'indice de réfraction de l'huile sont illustrés dans le tableau 9.

Tableau 10 : Les valeurs de l'indice de réfraction de l'huile d'argan

	Provenance	Indice de réfraction
Notre résultat	Algérie (Tindouf)	1.4692
HAMIA (2007)	Algérie (Tindouf)	1.4853
CHARROUFF(1984)	Maroc(Agadir)	1.4685
SNIMA (2003) NM.080.5.090	Maroc	1.463-1.472

L'indice de réfraction de notre l'huile d'argan est de valeurs 1.4692 proche de celles trouvées par **Hamia, (2007)** et **Charrouff, (1984)** et elle est comprise entre l'intervalle de la norme marocaine NM.080.5.090.

II-2. Les indices chimiques

II-2.1. Indice d'acide

La connaissance d'indice d'acide d'un corps gras, nous permet de connaître la présence d'acide gras libre ou lié. Il s'agit d'un critère chimique de pureté, de fraîcheur et de qualité de l'huile. C'est un moyen aussi de nous renseigner sur l'aspect d'altération, de dégradation et d'oxydation de l'huile dans le temps.

Les résultats de la détermination de l'indice de réfraction de l'huile sont illustrés dans le tableau 10.

Tableau 11 : valeurs d'indice d'acide de l'huile d'argan

	Provenance	Indice d'acide
Notre résultat	Algérie (Tindouf)	1.1
Hamia (2007)	Algérie (Tindouf)	1.0-1.3
Charrouf (1984)	Maroc(Agadir)	2.23
(SNIMA) 2003 NM.080.5.090	Maroc	≤ 1.6

L'indice d'acide de notre l'huile est inférieur de celle obtenue par **Charrouff, (1984)**. Mais, elle est conforme à la norme marocaine **NM 080. 5. 090 [SNIMA, 2003]** qui a donné une limite inférieure ou égale à **1.6** et les résultats trouvés par **Hamia, (2007)**.

II-2.2. Indice de saponification

L'indice de saponification renseigne de la longueur de la chaîne carbonée des acides gras qui constituent les triglycérides (fraction majoritaire d'un corps gras). Les résultats de la détermination de l'indice de saponification sont illustrés dans le tableau 11.

Tableau 12 : valeurs d'indice de saponification de l'huile d'argan

	Provenance	Indices de saponification
Notre résultat	Algérie (Tindouf)	191.35
Hamia(2007)	Algérie (Tindouf)	184.4
Charrouf(1984)	Maroc	195.57
NM.080.5.090 [SNIMA ,2003]	Maroc	189-199.1

La détermination de l'indice de saponification de l'huile d'argan a donné une valeur égale à 191.35 qui est plus élevée que la valeur obtenue par **Hamia (2007)** et proche de celle de **Charrouf (1984)** et elle est conforme à la norme marocaine situé dans un intervalle allant de 189-199.1 (**SNIMA, 2003**).

1I-2.3. Indice d'iode :

L'indice d'iode (II) est un critère de pureté qui nous renseigne sur la présence des liaisons acétylénique ou éthylénique des acides gras, ce qui permet de déterminer l'insaturation des corps gras.

Les résultats de la détermination de l'indice d'iode de l'huile sont illustrés dans le tableau 12.

Tableau 13 : valeurs d'indice d'iode de l'huile d'argan

	Provenance	Indices d'iode
Notre résultat	Algérie (Tindouf)	95
Hamia(2007)	Algérie (Tindouf)	132.36
Charrouf(1984)	Maroc	102.5
SNIMA(2003) NM.080.5.090	Maroc	91-110

La détermination de l'indice d'iode à donné une valeur égale à 95. Cette dernière est inférieure à celle trouvée par **CHARROUF(1984)** et de celle obtenue par **HAMIA (2007)** et il est conforme à la norme marocaine situés dans un intervalle de 91-110 [**SNIMA ,2003**].

1I-2.4. Indice de peroxyde :

Les huiles peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs (UV, eau, chaleur, trace de métaux,...) (Judde, 2004). Cette oxydation appelée auto oxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps a la formation de peroxydes (ou hydro peroxydes) par fixation d'une mole d'oxygène sur le carbone situe en position α par rapport a une liaison éthylénique des acides gras insaturés constitutifs des glycérides (Choe et Min, 2006).

Les résultats de la détermination de l'indice de peroxyde de l'huile sont illustrés dans le tableau 13.

Tableau 14 : valeurs d'indice de peroxyde de l'huile d'argan

	Provenance	Indice de peroxyde
Notre résultat	Algérie (Tindouf)	1.2
[SNIMA ,2003] NM 080.5. 090	Maroc	≤ 15

La détermination de l'indice de peroxyde de l'huile d'*Argania spinosa* a donné une valeur estimé à 1.2 qu'elle est conforme à la norme marocaine (NM.080.5.090), ce résultat dus-à l'intérêt donner aux amandes, de dépulpage jusqu'à l'extraction.

La provenance géographique, le facteur climatique, la technique retenu pour le dépulpage de fruits et la méthode de préparation de l'huile peuvent avoir une légère répercussion sur certaines de ces caractéristiques physico-chimiques (Hilali et al., 2005).

III. Dosages des Polyphénols Totaux dans l'extrais hydro-méthanolique

Polyphénols végétaux sont largement utilisés en thérapeutique comme vasculoprotecteurs, anti-inflammatoires, inhibiteurs enzymatiques, antioxydants et antiradicalaires. Pour ces raisons, un dosage de ces composés a été effectué pour l'extrais hydro-méthanolique, et ce par la méthode spectrophotométrique au réactif de Folin-Ciocalteu. La teneur obtenue est exprimée en mg, équivalent acide gallique par gramme de la matière végétale sèche (mg GAE/g), en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage tracée de l'acide gallique (fig 7)

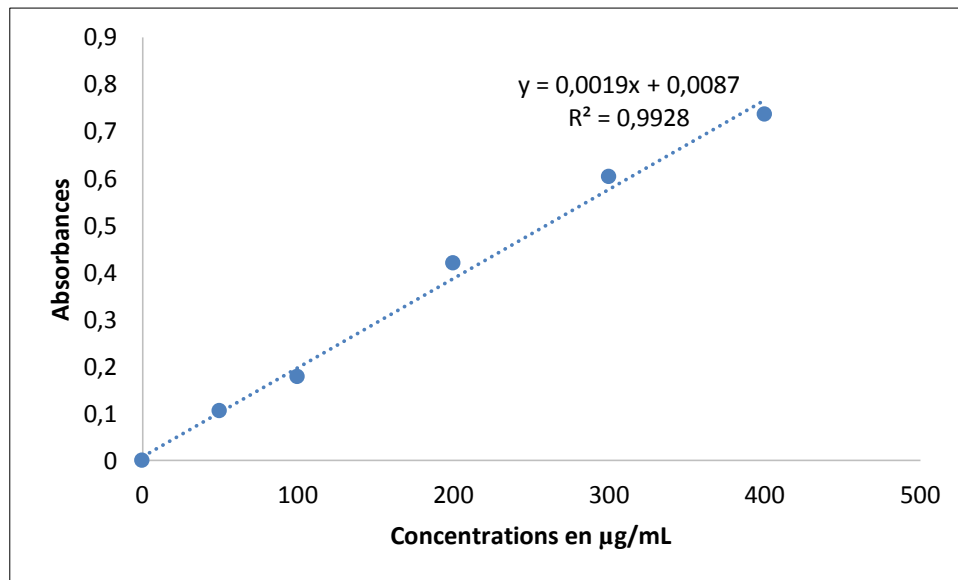


Figure 7 : Courbe représente la gamme d'étalonnage

A partir de cette gamme d'étalonnage, la concentration dans 1 ml d'extrait est de 184.6 mg équivalent AG/ml ce qui équivalent à une quantité de 36.92 mg équivalent AG/g de matière sèche. Cette valeur est loin d'être trouvé par **Badreddine, (2016)** qui a trouvé une teneur moins élevé par rapport à la notre. (Proche de 0.5 mg AG/g MS) pour la même espèce du Maroc.

IV. Activité antioxydante de BHT, de l'huile fixe et de l'extrait hydrométanolique:

Les extraits sont testés pour son activité antioxydante, par la méthode de piégeage du radical DPPH, les résultats exprimés en % d'inhibition, sont représentés dans le tableau 14 et les figures 8 et 9.

IV.1 La courbe de BHT

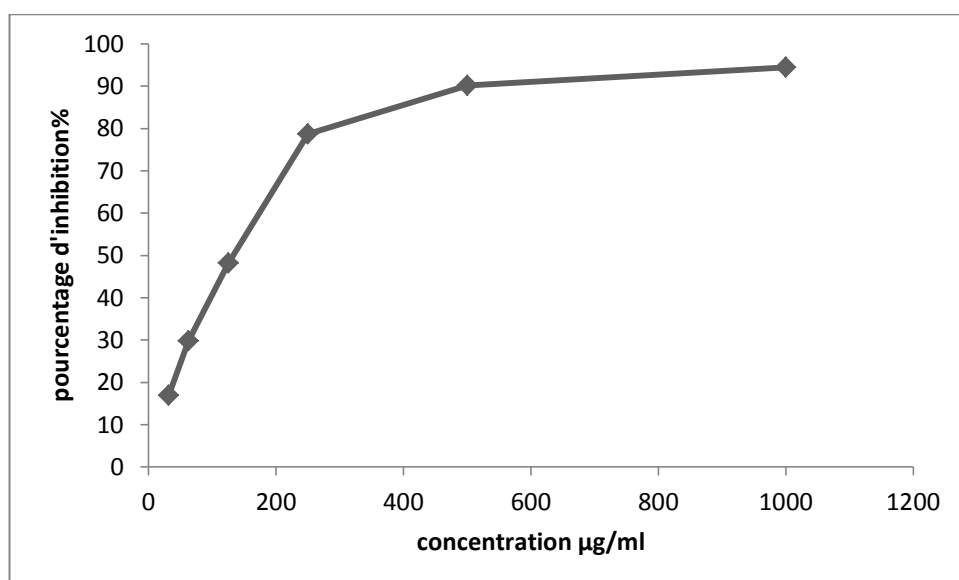


Figure 8 : Courbe représente l'activité antioxydante de BHT

A partir de cette figure, nous avons calculé la valeur de CI_{50} qui est $132.67\mu\text{g/ml}$

IV.2. Huile fixe :

le résultat de l'huile exprimé en % d'inhibition, est représenté dans la figure 9 .

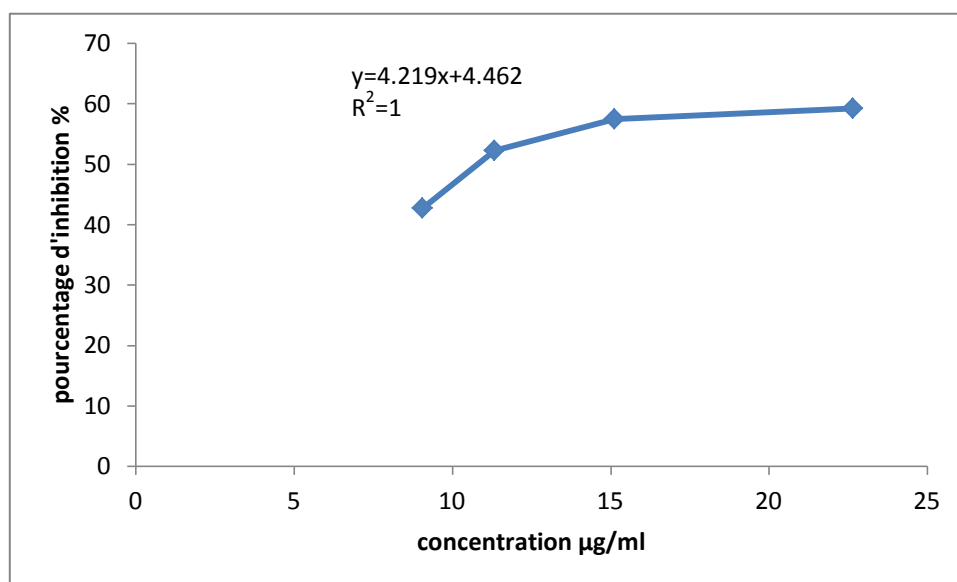


Figure 9 : Courbe représente l'activité antioxydante de l'huile d'argan

A partir de cette figure, nous avons calculé la valeur de CI_{50} qui est $10,79\mu\text{g/ml}$. Donc l'huile a révélé une activité de piégeage du DPPH plus élevée par rapport à celui de BHT.

IV.3. Extrait hydrométhanolique :

Les résultats de l'extrait hydro- méthanolique exprimés en % sont représentés dans la figure 10 et le tableau 14.

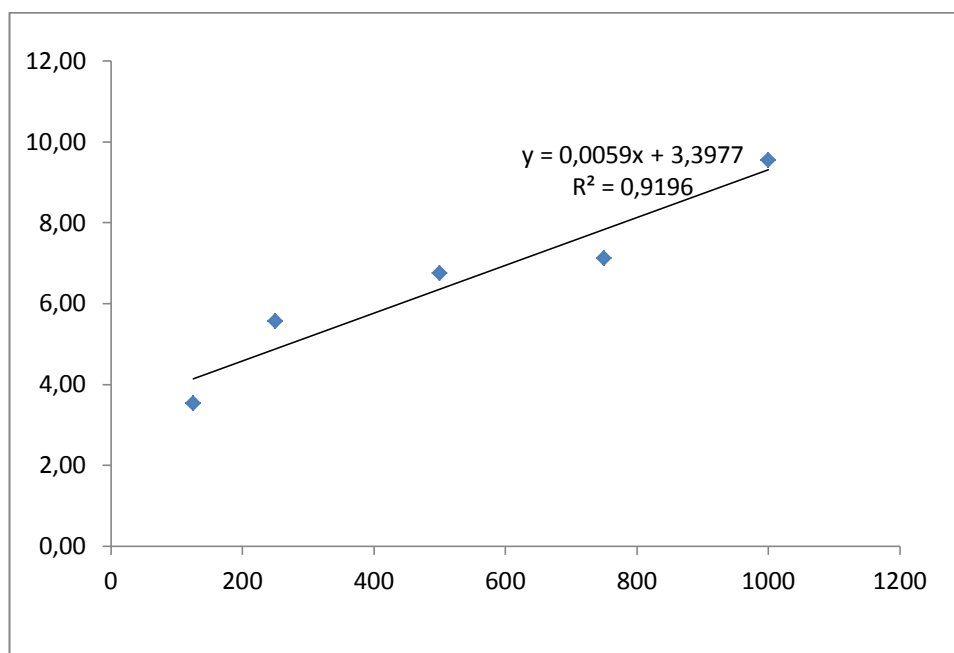


Figure 10 : courbe représente l'activité antioxydante de l'extrait hydro- méthanolique

Tableau 15 : Le résultat de l'extrait hydro- méthanolique

Concentration (µg/mL)	125	250	500	750	1000
Pourcentage %	3,53	5,56	6,75	7,12	9,55

L'activité antioxydante de l'extrait hydro- méthanolique obtenu après extraction d'huile fixe est très faible. Le pourcentage d'inhibition est de 9.55% à une concentration de 1mg/ml, donc la valeur de CI_{50} n'est pas atteinte à cette concentration.

D'après le travail de **Badreddine, (2016)** l'extrait méthanolique contenant la fraction non lipidique est doté d'un pouvoir antioxydant par la même méthode mais en comparant avec le TROLOX. Le mode d'extraction différent par rapport au notre peut justifier cette différence. Elle montre aussi que l'amande est la partie la plus pauvre en polyphénols totaux en comparant avec les autres parties (pulpe, rameaux, feuilles et coque).

Conclusion

Les preuves scientifiques actuelles sur l'intérêt et la valeur de l'huile d'*Argania spinosa* donnent une plus-value dans le marché mondial en tant qu'huile précieuse. Certes, l'huile d'argan cache d'autres atouts santé qui vont rapidement être découverts, comme beaucoup de chercheurs s'intéressent plus à l'étude de cette l'huile, et qui feront de cette huile végétale une huile pas comme les autres.

Dans ce travail nous avons déterminé les principaux indices physico-chimiques et l'activité antioxydante de l'extrait et de l'huile extraite de l'amande du fruit d'Arganier de provenance de la wilaya de Tindouf (Algérie). Le rendement d'extraction de l'huile par solvant obtenue dans ce travail est de 49,58% ce qui correspond à celle de la norme marocaine et à ceux des travaux de la même région de Tindouf. Le rendement d'extrait hydrométhanolique est de 20%.

La caractérisation physico-chimique des huiles est une étape essentielle pour déterminer la qualité. En effet, pour satisfaire les exigences du consommateur, des critères organoleptiques (goût, odeur, couleur...) sont également à considérer. Cet aspect indispensable à la commercialisation réussie des produits alimentaires est inclus depuis longtemps pour l'évaluation des huiles végétaux.

La détermination des indices physico-chimiques (indice de densité, indice de réfraction, indice de saponification, indice d'acide, indice d'iode et indice de peroxyde) de l'huile d'*Argania spinosa* nous donne des valeurs conformes de celle de la norme marocaine et a ceux des travaux antérieurs de la même région.

Ce manuscrit a donc tenté de montrer de l'analyse physico-chimique de l'huile d'argan de la région de Tindouf, pour assurer sa qualité.

L'activité antioxydante de l'huile étudiée a été évaluée en utilisant le radical DPPH, les résultats montre que notre huile a une activité antioxydante très importante, par rapport à l'extrait hydrométhanolique, qui due probablement à la richesse de cette huile en composés antioxydants et en acides gras.

**Références
bibliographiques**

Actes du 2ème Congrès International de l'Arganier, Agadir, 9 -11 décembre 2013.

Adlouni . A . 2010. L'huile d'argan, de la nutrition à la santé. *Phytothérapie* 8, 89-97.

AMIGHA . 2010. Association Marocaine de l'Indication Géographique de l'Huile d'Argane
lettre d'information (3)-Avril

Badreddine A. 2016. Préparation et caractérisation d'extraits d'argania spinosa et d'huile d'argan, et évaluation de leur effets neuroprotecteurs *In Vivo* et *In Vitro*. Thèse de doctorat En cotutelle. Université Hassan I – Settat – Maroc et Université de Bourgogne Franche-Comte – Dijon – France

Berrada M. 1972. Etude de la composition de l'huile d'argan. *Al Awamia*, 42, 1-14.

Boukhobza M, Pichon-Prum N .1988. L'arganier, ressource économique et médicinale pour le Maroc. *Phytotherapy* 27:21-6

Cabrera-vique C, Marfil R, Gimenez R, Martinez-augustin, O. 2012. Bioactive compounds and nutritional significance of virgin argan oil--an edible oil with potential as a functional food. *Nutrition reviews* 70, 266-279.

Chaouche TM, Haddouchi F, Atik-Bekara F, Ksouri R, Azzi R, Boucherit Z, Tefiani C, Larbat R. 2015. Antioxydant, haemolytic activities and HPLC-DAD-ESI-MSⁿ characterization of phenolic compounds from root bark of *Juniperus oxycedrus* subsp. *Oxycedrus*. *Industrial Crops and Products*. 64:182-187.

Charrouf M. 1984. Contribution à l'étude chimique de l'huile d'argania sponosa (l) (sapotaceae). Thèse sciences university of perpignan.

Charrouf Z, El Kabouss A, Nouaim R, Bensouda Y. et Yaméogo R. 1997. Etude de la composition chimique de l'huile d'argan en fonction de son mode d'extraction. *Al Biruniya* 13:35-39

Charrouf Z, Guillaume D. 2010. Should the Amazigh diet (regular and moderate argan-oil consumption have a beneficial impact on human health? *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 50(5): 473-477.

Charrouf Z, Guillaume D, Driouich A. 2002. L'arganier: un atout pour le Maroc. *Biofuture* 220: 54-57

Charrouf Z, guillaume D. 1999. Ethnoeconomical, ethnomedical, and phytochemical study of arganiaspinosa (L.) Skeels. *Journal of ethnopharmacology*. 67(1): 7-14.

Charrouf Z, Pumareda L, Henry F, Pauly G, Flaconne G. 2006. Valorisation des feuilles d'arganier: impact environnemental. *Bois et Forêts des Tropique*, n° 287 (1) 35-44.

Choe E, Min D B. 2006. Mechanisms and Factors for Edible Oil Oxidation. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*. 5 (4) 464-469.

Emberger I. 1938. Aperçu sur la végétation du maroc. Commentaire de la carte phytogéographique du maroc, institut scientifique cherifien, rabat, p 157 .

Evard J, Pagès X.P.X, Argenson C, Morin O. 2007. procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol , olive et colza. *Cahier de Nutrition et de Diététique*. (42) 1,13-23.

Fabre B, Fort-Lacoste L, Charveron M. 1998. L'intérêt de l'huile d'argan vierge et enrichie en insaponifiable ainsi que les peptides extrait de tourteaux en cosmétologie. In : Colloque International sur les ressources végétales 'L'Arganier et les plantes des zones arides et semi-arides' Agadir 23-25 avril

Faez M, Bchitou R, Bouhaouss A, Gharby S, Harhar H, Guillaume D, Charrouf Z. 2012. Can the dietary element content of virgin argan oils be used for adulteration detection. *Food Chemistry*, (136) 105-108.

Farines M, Soulier J, Charrouf M .1984. Etude de l'huile de graine d'*Argania spinosa* sterols, alcools triterpeniques, methylsterol del'huile d'argan. *Revue Francaise des Corps Gras*. 31: 443-448

Guillaume D, Charrouf Z. 2011. Argan oil and other argan products; use in dermocosmetology. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 113, 403-408.

Hamia C. 2007. Contribution à la composition et l'étude chimique de l'huile du fruit de l'Argania spinosa de la région de Tindouf. Mémoire de Magister en génie de procédé. Université KASDI MERBAH OUARGLA.

Harhar H, Gharby S, Kartah B, El Monfalouti H, Guillaume D, Charrouf Z. 2011. Influence of argan kernel roasting-time on virgin argan oil composition and oxidative stability. *Plant Foods for Human Nutrition*, 66, 163-168

Judde A. 2004. Prevention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications. *Oleagineux, Corps Gras, Lipides* (11) 6, 414-418.

Kechbar K.S.A, Karoune S, Belhamra M, Rahmoune C. 2013. étude structurale des peuplements d'arganier (*Argania Spinosa*) en Algérie , *Journal Algérien des Régions Arides*.

Khallouki F, Younos C, Soulimani R, Oster T, Charrouf Z, Spiegelhalder B, Bartsch H, Owen R. 2003. Consumption of argan oil (Morocco) with its unique profile of fatty acids, tocopherols, squalene, sterols and phenolic compounds should confer valuable cancer chemopreventive effects. *European Journal of Cancer Prevention*; 12: 67–75.

Li HB, Cheng KW, Wong CC, Fan KW, Chen F, Jiang Y. Evaluation of antioxidant capacity and total phenolic content of different fractions of selected microalgae. *Food chemistry*. 2007 ; 102 : 771-776.

Lion, P.H. 1995. Travaux pratique de chimie organique. Dunod, Paris.

M'hirit O, Benzyane M, Benchekroune F. 1998. L'arganier : une espèce fruitière forestière à usage multiple. Ed Sprimont [Belgique] : Mardaga. p 150

Matthäus B, Ghillaume D, Charrouf Z. 2010. Effect of processing on the quality of edible argan oil. *Food Chemistry*; 120: 426–432

Maurin R, Fellat-Zarrouck K, Ksir M. 1992. Positional analysis and determination of triacylglycerol structure of *Argania spinosa* seed oil. *Journal of American Oil Chemists Society* 69:141–145.

NFT 60-204 1985. Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité (méthodes titrimétriques). Association Française de Normalisation. AFNOR, Paris, France.

NFT 60-206 1990. Détermination de l'indice de saponification. Association Française de Normalisation. AFNOR, Paris, France.

NFT 60-220 1995. Détermination de l'indice de peroxide. Association Française de Normalisation. AFNOR,Paris,France.

NFT 60-203 . Détermination de l'indice d'iode. Association Française de Normalisation. AFNOR,Paris,France.

Ollé, M. 2002. Analyse des corps gras DGCCRF. *Laboratoire interrégional de Montpellier France, Techniques de l'ingénieur*, 3325.

Pumareda L, Henry F, Charrouf Z, Pauly G, Falconnet G. 2006. Valorisation des feuilles d'arganier: impact environnemental. *Bois et forêts des tropiques*, n° 287 (1). 35-44.

Slimani H. 1996. Contribution à l'étude de l'Arganier de deux provenances, Tindouf et Mostaganem. Mémoire d'ingénieur d'état en biologie. Institut de Biologie. Université de Mostaganem

SNIMA. 2003. Service de Normalisation Industrielle Marocaine. Huiles d'Argan. Spécification. Norme marocaine NM 080.5.090. Rabat.

Wolff, J. P. 1968. *Manuel d'analyse des corps gras*. Azoulay.517.

Résumé

Argania spinosa L., unique représentant des sapotacées en Algérie et au Maroc, joue un rôle très important par son intérêt écologique et économique. L'huile extraite de ses amandons suscite beaucoup des intérêts. Elle a été utilisée en médecine traditionnelle, en usage externe par les femmes berbères pour les soins corporels et capillaires, et en usage interne pour prévenir certaines maladies cardiovasculaires.

L'obtention de l'huile du fruit d'arganier, par Soxhlet en utilisant l'hexane, nous a permis d'obtenir un rendement de 49.58%.

La contribution à l'étude de la qualité de l'huile d'argan, nous a permis de déterminer des principales caractéristiques physicochimiques de l'huile (indice d'acide, indice d'iode, indice de peroxyde, indice de saponification, indice de réfraction et la densité), les valeurs trouvées appartiennent à la norme marocaine et aussi aux travaux antérieures de la même région.

Le dosage des composés phénoliques dans l'extrait hydro-méthanolique de l'amande, obtenu après extraction d'huile, révèle une faible teneur.

L'évaluation du pouvoir antioxydant, par la méthode du piégeage du radical libre DPPH de l'huile d'argan et de l'extrait hydrométhanolique a révélé une activité antioxydante remarquable pour l'huile, probablement due à la présence des composés capables de réduire ce radical et une faible activité pour l'extrait hydro-méthanolique.

Mots clés: *Argania spinosa*, l'huile, caractéristiques physicochimiques, polyphénols, DPPH, pouvoir antioxydant

Abstract

Argania spinosa L., the sole representative of the sapotaceae in Algeria and Morocco, plays a very important role for its ecological and economic interest. The oil extracted from its finons attracts many interests. It has been used in traditional medicine, used externally by Berber women for body and hair care, and for internal use to prevent certain cardiovascular diseases.

Obtaining the argan oil by the solvent extraction method (hexane) allowed us to obtain a yield of 49.58%.

The contribution to the study of the quality of the oil of the argan tree fruit, allowed us to determine the main physicochemical characteristics of the oil (acid number, iodine value, peroxide index, saponification index, Refractive index and density), the values found belong to the Moroccan norm and also to the previous works of the same region.

The determination of the dosage of the total polyphenols in the hydro-methanolic extract gives us a low content.

The evaluation of the antioxidant power by the DPPH method of argan oil and the methanol extract has a remarkable antioxidant activity for the oil due to the presence of the phenolic compounds and a low activity for the hydro extract - méthanolique.

For the the alimentaire and medical use of the oil argan ; Alegria have to make investigation in the extraction of this oil and make advantage of his many intret.

Key words: *Argania spinosa*, oil, physicochemical characteristics, polyphenols, DPPH, antioxidant power.

ملخص

أركان سبينوزا الممثل الوحيد لعائلة sapotacea في الجزائر يلعب دورا هاما للعناية في الفائدة البيئية و الاقتصادية. الزيت المستخرج من النواة له الكثير من الاهتمامات. وقد استخدم في الطب التقليدي، خارجيا من قبل نساء البربر للجسم و العناية بالشعر، و داخليا لمنع بعض أمراض القلب و الشرايين.

الحصول على زيت الأركان بطريقة الاستخلاص بالمذيبات (الهكسان) يسمح لنا بالحصول على عائد يقدر ب 49.58%.

دراسة نوعية الزيت من ثمار شجرة أركان، سمحت لنا بتحديد الخصائص الفيزيائية الرئيسية للزيت (القيمة الحمضية، وقيمة اليود، رقم البيروكسيد، معامل التصيبين، معامل الانكسار و الكثافة)، والقيم الموجودة تنتمي إلى المعايير المغربية و كذلك إلى عمل سابق من نفس المنطقة.

تحديد الجرعة من إجمالي البوليفينول في مستخرج المائبة الميثانول من النواة يعطينا عائد منخفض.

تقييم المضادة للأوكسدة من خلال طريقة DPPH لزيت أركان و المستخلص المثلي لديها نشاط مضاد للأوكسدة ملحوظ على الزيت و ذلك راجع الى وجود مركبات الفينول و انخفاض نشاط المستخلص.

نظرا لفوائده المتعددة في المجال الغذائي و الطبي لذلك يتطلب على الجزائر الاستثمار في مجال استخلاص زيت الاركان و الاستفادة من استعماله المتعددة.

كلمات البحث: أركان سبينوزا، زيت، و الخصائص الفيزيائية و الكيميائية، بوليفينول، DPPH