

Mémoire de Master

Présenté par :

- TALBI Lilia
- MEDJBAR Warda

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Spécialité :

Thème :

Qualité physico-chimique du safran Algérien

Soutenu le : 06 /07/2017

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
BOUKERROUI Abdelhamid	Chimie	Président
DJIDJELLI Hocine	Génie des Procédés	Examineur
MADANI Khodir	Sciences alimentaires	Encadreur

2016-2017

Remerciements

Avant tout, on remercie le bon Dieu, le tout puissant de nous avoir donné la force nécessaire pour mener à terme ce travail.

Ensuite, nous voulons exprimer notre reconnaissance à notre promoteur **Mr. K. MADANI**, Professeur à l'université de Bejaia, pour son encadrement efficace, son soutien et sa disponibilité. Qu'il trouve ici l'expression de notre profonde gratitude.

On tient à exprimer nos profonds remerciements à **Mr. BOUKEROUI A. Hamid**, Professeur à l'université de Bejaia, pour nous avoir fait l'honneur de présider le jury. Un remerciement particulier aussi à **Mr DJIDJELLI Hocine**, professeur à l'université de Bejaia, qui nous a honorés en acceptant d'être examinateur dans le jury.

On remercie particulièrement **Mme A. MADANI** pour sa générosité de nous offrir le soutien et pour ces encouragements.

On remercie, également **Mr. I. Koussaila** qui a contribué à l'élaboration de ce mémoire, qu'il trouve ici l'expression de notre profonde gratitude.

Nos vifs remerciements vont aussi à l'ensemble des employés de laboratoire 3BS, en particulier **Mme. S. OUKHMANOU** et **Mme N. DJERRADA** pour leurs collaborations, leurs sympathies et leurs soutiens, afin qu'on puisse effectuer notre projet d'étude.

On tient à remercier vivement les membres de nos familles qui nous ont toujours encouragée et soutenue.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A mes très chers parents à qui je suis plus que reconnaissante qui ont sacrifiées pour mon éducation et ma réussite et m'avoir épaulé corps et âme dans chaque étape et soutenue comme nul ne l'avait fait.

Que Dieu vous garde en pleine santé.

A mon fiancé Koussaila, aucun mot ne saurait t'exprimer mon profond attachement et ma reconnaissance pour l'amour, la tendresse et la gentillesse dont tu m'as toujours entouré. J'aimerais bien que tu trouve dans ce travail l'expression les plus sincères car grâce à ton aide et à ta patience avec moi que ce travail a pu voir le jour...

Que dieu le tout puissant nous accorde un avenir meilleur.

A mes chers frères qui ont également été à mes côtés.

A toute ma grande famille.

A ma meilleure amie BOUDJOU Lamia.

A mon binôme Warda.

A tous mes amis qui ont fait preuve d'une amitié sincère chacun de son nom.

LILIA.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

*A dieu le tout puissant, à qui je dois tout, et surtout d'avoir honore et éclaire mon chemin
par le savoir.*

A mes chers parents qui se sont sacrifiées pour mon éducation et ma réussite,

*Je vous dis : vous avez été pour moi mon meilleur école et mon meilleure professeurs,
MERCİ MAMAN, MERCİ PAPA, pour toutes les valeurs que vous m'avez inculqués.*

A mes frères Mohamed, Aissam, Hamza, Hicham.

A ma sœur Najet et son mari Boubker.

A mon chéri Hassan.

A toute ma famille grande et petite sans exception.

A tout ceux qui m'ont aidede proche ou de loin.

A mon binôme Lilia.

A tout mes amis.

WARDA

Abréviations

3BS :Biomathématiques Biophysique Biochimie et de Scientométrie

C : Corsus

D: Est l'absorbance spécifique

ISO : International Organization for Standardization (Organisation internationale de normalisation)

IUPAC : International Union of Pure and appliedchemistry (union international de chimie pure et appliqué)

L :Linnaeus

PTFE :polytetrafluoroéthylène (papier filtre hydrophile)

S : sativus

U : université

UV : rayonnement ultraviolet

%: Pourcentage

Nomenclature

$A_{1cm}^{1\%}$: Quantité de picrocricine, safranal et crocine.

Azote % : pourcentage d'azote sur l'échantillon.

$E_{1cm}^{1\%}$: Pouvoir colorant, aromatique et saveur.

L'ISO/TS 3632-1:2003 fixe les spécifications du safran obtenu à partir des fleurs de *Crocus sativus*L.

L'ISO/TS 3632-2:2003 spécifie les méthodes d'analyse du safran obtenu à partir des fleurs de *Crocus sativus*L.

WCT : Les cendres totales, exprimées en pourcentage de masse.

WCI : Les cendres insolubles en acide exprimées en pourcentage de masse.

WES: Pourcentage de masse concernant la matière sèche

WEE :Extrait éthéré, exprimé en pourcentage de la masse..

Wmv : La teneur en humidité exprimée en %.

WMÉ : Quantité du contenu en matières étrangères exprimée en %.

WRF : Quantité des restes floraux exprimée en %.

Liste des figures

- Figure I.1** : Etapes d'obtention du l'épice du safran..... (4)
- Figure I.2**: Aspect général de *Crocus sativus* L..... (5)
- Figure I.3** : Gynécée de *Crocus sativus* L à gauche et stigmates de safran à droite..... (5)
- Figure I.4** : Les types du safran..... (6)
- Figure II.1** : Structures moléculaires des quatre métabolites secondaires du safran à activité biologique..... (6)
- Figure II.2** : Structure chimique du safranal.....(14)
- Figure II.3** : Structure chimique de la picrocrocine.....(15)
- Figure II.4** : Structure chimique de la crocétine.....(15)
- Figure II.5** : Structure chimique de la crocine 1.....(16)
- Figure II.6** : Structure chimique de la zéaxanthine.....(17)
- Figure II.7** : Biosynthèse du safranal et de la crocine à partir du clivage oxydatif de la zéaxanthine(17)
- Figure II.8** : Structure d'un flavonol (les radicaux R diffèrent en fonction des flavonols Rencontrés.....(18)
- Figure III.1** : Safran en filaments..... (34)
- Figure III.2** : Transformation en poudre à l'aide d'un mortier(34)
- Figure III.3** : pesée de 0,1 g du Safran. (36)
- Figure III.4** : transfert dans un flacon de 200ml, avec rajout 180ml d'eau distillée.....(36)
- Figure III.5** : Agitation pendant 01 Heure (a 1000 *tr min*)..... (36)
- Figure III.6** : Dilution et filtration (37)
- Figure III.7** : Prélèvement de 4ml de la de la et a l'ajout de l'eau jusqu'à 40ml(37)
- Figure III.8** :L'analysé de l'extrait par spectrophotométrie UV-visible en utilisant une cellule

de quartz de voie de 1cm.....(37)

Figure III.9 : Le balayage obtenu entre 200 et 700nm.....(37)

Figure III.10 : Spectre d'absorption UV / visible entre 200 nm et 700 nm caractéristique
d'un extrait aqueux de safran.....(38)

Liste des tableaux

Tableau II.1 : Classification du safran en filament et en filaments coupés sur des critères Physiques	(19)
Tableau II.2 : Spécifications chimiques du safran en filaments, filaments coupés et en poudre.....	(20)
Tableau III.1 : Valeurs d'absorbance pour picrocrocine, safranal et crocine de l'essai 01..	(39)
Tableau III.2 : Valeurs d'absorbance pour picrocrocine, safranal et crocine de l'essai 02..	(40)
Tableau III.3 : Valeurs d'absorbance pour picrocrocine, safranal et crocine de l'essai 03..	(40)
Tableau III.4 : Valeurs d'absorbance pour picrocrocine, safranal et crocine de l'essai moyen	(40)



Sommaire

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale..... 1

I. Partie théorique

Chapitre I : Généralité sur le Safran

Introduction 3

I.1 Historique et origine du Safran 3

1) Historique 3

2) Origine..... 4

I.2 Description de la plante 4

1) Aspect général 4

2)Parties utilisées de la plante : 5

3) Carte d'identité..... 6

I.3 Types de Safran..... 6

I.4 Production du Safran dans le monde 7

I.5 Applications du Safran..... 7

I.5.1 Pouvoir colorant..... 7

I.5.2 Activités biologiques du Safran..... 8

I.6 Repère de qualité du Safran 10

I.6.1 Se fier à l'apparence 10

I.6.2 Analyse en laboratoire 10

I.6.3 Son prix 10

I.7 Conservation du Safran..... 11

Conclusion..... 11

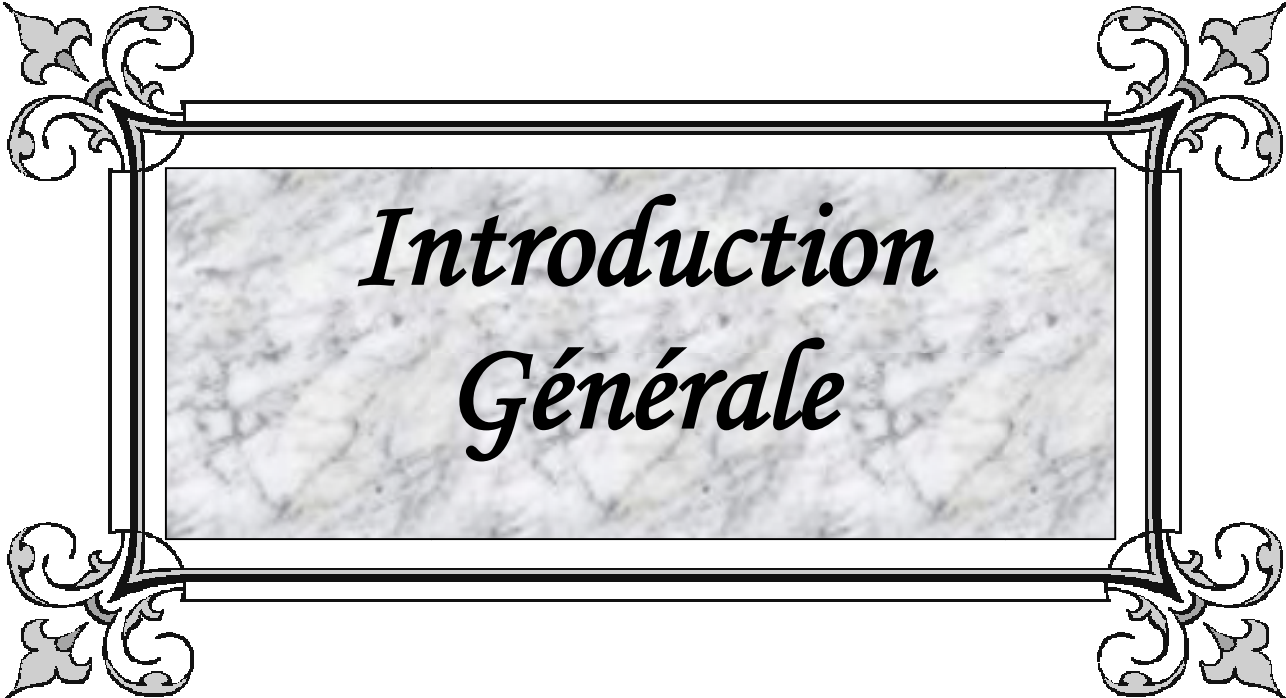
Chapitre II : Analyses physico-chimiques du Safran

Introduction	12
II.1 Composition chimique du Safran	12
II.1.2 Composition minérale	12
II.1.2 Composition minérale	12
II.1.3 Composition organique.....	13
a) Substances responsables de l'odeur et de la saveur	13
1. Huile essentielle Safranale.....	14
2. Picrocrocine.....	14
b) Substances responsables de la couleur du Safran.....	15
1. Crocétine.....	16
2. Crocine 1 ou α -Crocine	16
3. Caroténoïdes.....	17
4. Flavonoïdes.....	18
c) Divers.....	18
II.2 Analyse physico chimique du Safran	18
II.3 Techniques basées sur L'ISO 3632	19
II.4 Analyses effectuées sur le Safran	21
II.4.1 Humidité et composantes volatiles du Safran	21
II.4.1 Cendres totales sur matière sèche	22
II.4.1 Cendres insolubles en acide sur matière sèche	23
II.4.1 Restes floraux.....	24
II.4.5 Matières étrangère.....	24
II.4.6 Extrait soluble en 'eau froide sur matière sèche	25
II.4.7 Extrait étheré	26
II.4.8 Azote	27
II.4.9 Spectrophotométrie UV-Vis	28
II.4.10 Méthode SOIVRE: le pouvoir colorant du safran.....	29
Conclusion	31

II. Partie expérimentale

Chapitre III : application de la spectrophotométrie UV-visible sur le Safran Algérien (Tiaret)

Introduction	32
III.1. Présentation du laboratoire BBBS.....	33
III.2. Analyse physico-chimique du Safran : Spectrophotométrie UV- visible	33
Partie I : Description du protocole expérimental Préambule	
I.1 Echantillonnage	34
I.2. Matériels et produits utilisés	34
I.3 Protocole expérimental.....	35
Partie II : Résultats et interprétation	
II.1 Détermination des principales caractéristiques par des méthodes spectrophotométrique UV / visible.....	38
II.1.1 Résultats	38
II.1.2 Discussions	39
II.1.3 Conclusion.....	39
II.2 Absorbance des différents composants du Safran	39
II.2.1 Résultats.....	39
II.2.2 Discussions	41
Conclusion	42
Conclusion générale.....	43



*Introduction
Générale*

Introduction générale

Le safran est défini comme un colorant jaune puissant contenu dans les styles et stigmates de cette plante. Poudre orangée, préparée à partir des stigmates desséchés de *Crocus sativus*, servant de condiment [1]. Le Safran est utilisé depuis des siècles comme une plante médicinale. Les Egyptiens l'utilisaient pour soigner les empoisonnements et en tant que digestif. La médecine persane quant à elle, l'utilise en tant qu'antidépresseur. Pendant le Moyen-âge, le Safran était prescrit pour soigner des maladies comme le rhume, les maux d'estomac et la toux.

Le Safran (*Crocus Sativus* L.) est un herbacé pérenne géophyte dans la famille Iridaceae. *Crocus* L. genre, qui comprend environ 80 espèces réparties principalement dans Zone méditerranéenne et dans le sud-est de l'Asie [2].

Il se propage par voie végétative au moyen d'unecorme [3]. Récolte de fleurs et séparation de la stigmatisation sont toujours effectués à la main dans la plupart des zones. Le Safran la pluscoûteusesépices dans le monde [4], ce prix est justifié par la rareté et la noblesse du produit et contribue également à rémunérer un travail exigeant, strictement artisanal et respectueux de l'environnement. Mais ce prix n'en fait pas pour autant une épice inaccessible.

De nos jours le Safran est très convoité par la communauté scientifique notamment en raison de sa richesse en composants antioxydants. Ce qui nous amène à poser la problématique suivante :

Qu'elles sont les critères de qualité du Safran ?

A partir de cette problématique découle une série de questions :

- Quels est la composition chimique du Safran ;
- Quelles sont les propriétés physico-chimiques du Safran ;
- Ya t'il des normes spécifiques pour déterminer la qualité de notre produit ;
- Si c'est oui quel sont les protocoles à suivre ?


Pour y répondre, nous avons jugé utile de proposer les hypothèses suivantes :

- Le Safran possède une composition chimique variée et importante ;
- L'existence des techniques basées sur la norme ISO pour déterminer sa qualité.

Pour tenter de confirmer ou de nier ces hypothèses, nous avons cerné ce présent travail en trois chapitres, le premier est consacré à des généralités, le second pour les analyses physico-chimiques, le dernier chapitre par une brève présentation de laboratoire 3BS et suivi des résultats des tests pratiques et discussions. Nous achevons notre écrit par une conclusion.

« Le safran reconforte, il excite la joie, raffermi tout viscère et répare le foie »

École de médecine de Salerne, Moyen-âge



Chapitre I
Généralités sur le
safran

Chapitre I : Généralité sur le Safran

Introduction

Le Safran est une épice extraite de la fleur d'un crocus, le *Crocus Sativus* L. (Iridacée). On l'obtient par déshydratation de ses trois stigmates rouges (extrémités distales des carpelles de la plante), dont la longueur varie généralement entre 2,5 à 3,2 cm [4]

Le style et les stigmates sont souvent utilisés en cuisine, comme assaisonnement ou comme agent colorant [6]. Le Safran, poétiquement appelé « Or rouge », est l'épice la plus chère au monde [7, 8]. Il est originaire d'Europe (Grèce), puis s'est répandu au Moyen-Orient [4, 9]. Il a été cultivé pour la première fois dans les provinces Grecques [9], par la civilisation Minoenne, il y a plus de 35 siècles.

Le Safran est caractérisé par un goût amer et un parfum proche de l'iodoforme, ou du foin, causé par la Picrocrocine et le Safranal[11]. Il contient également un caroténoïde, la Crocine, qui donne une couleur jaune-or aux plats contenant du Safran. Ces caractéristiques font du Safran un ingrédient fortement précieux pour de nombreuses spécialités culinaires dans le monde entier, notamment dans la cuisine Persane. Le Safran possède également des applications médicales.

I.1 Historique et origine du Safran

1) Historique

Le Safran est une épice européenne, puisque le berceau géographique du *Crocus Sativus* et de son ancêtre, le *Crocus Cartwrightianus* est la Grèce [12]. Il se serait ensuite répandu sur tout le pourtour méditerranéen, dans le sillage des empires qui se sont succédé avant l'Empire romain. On considère aujourd'hui à tort que le Safran serait originaire du Moyen-Orient [13], et peut-être d'abord cultivé au Cachemire [10].

Il est présent dans de nombreuses cultures, continents et civilisations. Son histoire dans la culture et les coutumes humaines remonte à au moins 5 000 ans.

L'empereur chinois Chen Nong le mentionne pour ses propriétés médicinales dans son recueil, *ShennongBencaoJing*, daté de 2700 av. J.-C. Il fait partie des quelque 500 substances citées par le papyrus Ebers, un ensemble de papyrus médicaux égyptiens rédigés vers 1550 av. J.-C [14].

Il est répertorié dans une référence botanique assyrienne du VII^e siècle av. J.-C., rédigée sous Assurbanipal. Pline cite nombre de ses propriétés thérapeutiques [14]. Il a été utilisé dans le traitement d'environ 90 maladies [15].

2) Origine

Le Safran est une épice extraite de la fleur d'un crocus (couleur lilas à pourpre), le *Crocus Sativus* L. (Iridacée), plante vivace à floraison automnale, inexistante à l'état sauvage. On obtient l'épice par déshydratation de ses trois stigmates rouges. Le style et les stigmates sont souvent utilisés en cuisine comme assaisonnement ou comme agent colorant.



Figure I.1. Etapes de l'obtention de l'épice du Safran

I.2 Description de la plante

1) Aspect général

Crocus Sativus est une plante inconnue à l'état sauvage qui a eu besoin de la main de l'homme pour subsister. Triploïde et stérile, il se reproduit par multiplication végétative grâce à son corne, organe de réserve ressemblant à un bulbe. ce corne en fait une plante pérenne, vivace puisqu'il lui permet d'emmagasiner des réserves tout au long de l'hiver.

Contrairement aux autres espèces de crocus printaniers tel que *C. Vernus*, *C. Sativus* possède comme caractéristique une végétation inversée ; en effet, la floraison a lieu en octobre-novembre alors que la période de dormance se fait durant les mois estivaux.

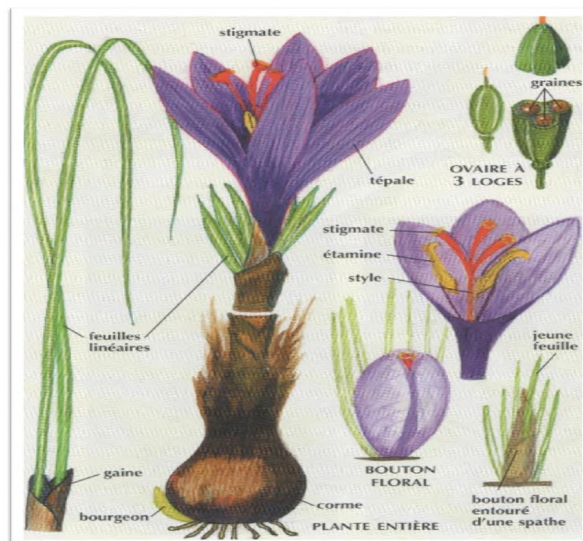


Figure I.2. Aspect général de *Crocus Sativus* L. [16]

Elle est une petite plante herbacée, vivace, à bulbe et acaule. Le bulbe appelé vulgairement "oignon" est dit solide. Il mesure ordinairement 30 mm de diamètre, sur 20 à 25 mm de hauteur. La fleur, de couleur violette, est hermaphrodite, Régulière, avec un périanthe tubulaire allongé comprenant 6 pièces disposées en verticille trimères. L'androcée est composée de trois étamines de 22 mm de long de couleur jaune, superposées chacune à un sépale. Le gynécée comprend un ovaire à trois loges, surmonté d'un style, de couleur jaune, blanc, grêle et très allongé qui se divise en trois stigmates ou flèches qui sont très odorants [16].

2) Parties utilisées de la plante :

Les stigmates (trois stigmates rouges foncés)

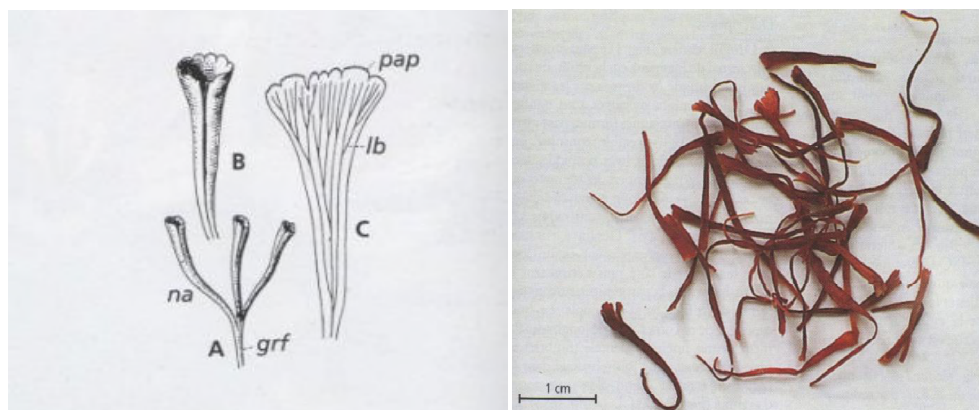


Figure I.3. Gynécée de *Crocus Sativus* L à gauche et stigmates de Safran à droite [16]

3) Carte d'identité [17]

- **Famille:** IRIDACEE;
- **Sous-famille :** Crocoïdeae;
- **Genre:** Crocus ;
- **Nom botanique:** Crocus Sativus;
- **Nom commun:** Safran;
- **Surnom:** l'Or rouge ;
- **Autres :** plante à bulbe ;
- **Partie de plante récoltée :** stigmate (trois stigmates rouges foncés) ;
- **Qualité :** plus la couleur rouge est foncée, plus le Safran est de meilleure qualité ;
- **Période de récolte :** automne (floraison à l'automne: les feuilles poussent après la fleur) ;
- **Durée de floraison :** 1 à semaines selon les régions de production ;
- **Durée totale de culture :** de 5 ans à 10 ans.

Le Safran est classé selon la norme internationale **ISO 3632** qui évalue la concentration en Crocine (couleur), Picrocrocine (goût) et Safranal (parfum)

I.3 Types de Safran [18]

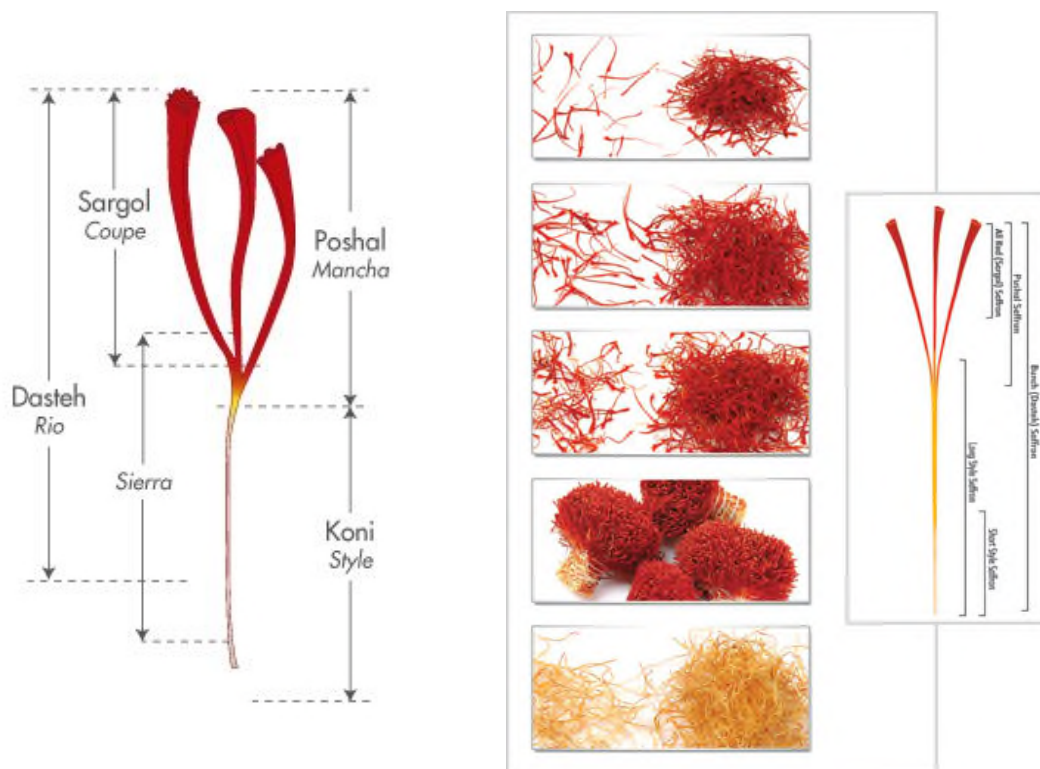


Figure I.4 Les types du Safran

- **Safran de type Poshal -NeginPoshal (Iran)** ou Mancha (Espagne). Coupe faite après l'union des stigmates avec petite partie du style. Le Safran le plus utilisé car présenté en pistils, impossible à imiter. C'est celui proposé, il est de catégorie I, la meilleure qualité ;
- **Safran de type Sargol (Iran)** ou Coupe (Espagne), La coupe se fait avant l'union des stigmates et n'inclut pas de style. Appelé aussi « All Red ». Malheureusement facile à imiter et falsifier ;
- **Safran de type Dasteh (Iran)** ou Rio (Espagne) ;
Tout le pistil de la fleur, stigmates et style, proposé en petits bouquets
- **Safran de type Sierra (Espagne)**, on garde le style et une petite partie des stigmates. Caractéristiques bien moindres, couleur dominante jaunâtre.

I.4 Production du Safran dans le monde [19]

La production mondiale est estimée à 120 tonnes par an. Le premier pays producteur est l'Iran (80 tonnes), puis le Cachemire (20 tonnes), la Grèce (6 tonnes), le Maroc (2 tonnes), l'Espagne (1 tonne), l'Italie (1 tonne) et la France (environ 100kg). Sur le marché mondial, on retrouve plus de 300 tonnes à la vente, en effet le Safran est l'épice la plus frelatée. Pour éviter un Safran frauduleux, il faut l'acheter en filaments (éviter le Safran en poudre), puis il faut sentir car son arôme est infalsifiable.

I.5 Applications du Safran

Le Safran est employé essentiellement pour son pouvoir colorant et pour ses principes actifs.

I.5.1 Pouvoir colorant

La couleur jaune d'or du Safran est utilisée dans la peinture, les textiles, et l'agroalimentaire. Une étude effectuée par Barkeshli, [20], sur la stabilité pH du Safran en tant qu'inhibiteur du vert-de-gris dans les peintures miniatures persanes, a montré que cette épice a un effet préventif contre la corrosion causée par les pigments vert-de-gris sur les peintures et permet d'obtenir différents types de verts. Les solutions de Safran restent stables dans une large mesure en milieu alcalin et acide. Cette propriété est due au pK_a de la Crocine, aux acides dicarboxyliques, aux esters et aux composés azotés. Les solutions tampons de Safran, empêchant la réduction du cuivre, réduisent l'oxydation de la cellulose. Une étude de la dégradation thermique et photochimique du jaune « Safran » sur les peintures a été réalisée

par Vickacktaite[21]. La lumière induit une isomérisation de la Crocine de la forme trans vers la cis et la température entraîne la rupture de la liaison glycosidique au sein de cette molécule.

Le Safran sert à teindre les habits des moines bouddhistes, la soie, les laines et les tapis d'Orient. Les colorants naturels ayant une meilleure biodégradabilité et compatibilité avec l'environnement, une toxicité plus faible et étant moins allergisants que les colorants de synthèse. Tsatsaroni, a étudié le pouvoir colorant d'extraits aqueux de Safran sur le coton et la laine et leur résistance au lavage et à la lumière. Cette dernière étant de qualité moyenne, elle est améliorée par un prétraitement avec des sels métalliques (sulfate d'aluminium, chlorure de zinc et tartrate de sodium et de potassium), qui assombrissent, cependant, la couleur jaune ou avec des enzymes de type α -amylase, amyloglycosidase et trypsine [22,23].

Le Safran est utilisé pour son arôme, sa couleur et son goût dans des plats indiens [24], ou européens tels que la paella, le risotto, la bouillabaisse, des infusions, des thés et des boissons. Le puissant pouvoir tinctorial du Safran a été employé de longue date afin de colorer le beurre, les pâtes, les fromages et les oléo margarines, simulant ainsi la présence d'œuf, [25]. Actuellement, l'effet néfaste des colorants alimentaires synthétiques sur la santé entraîne leur interdiction dans certains pays, comme le Japon, la Norvège et la Finlande, et le retour vers des colorants naturels. La très grande solubilité de la Crocine dans l'eau, représente un grand avantage pour l'industrie agro-alimentaire. Plusieurs études ont été menées sur la stabilité du Safran en solution aqueuse. Selon Tsimidou, la dégradation des pigments est du première ordre quelles que soient les conditions expérimentales et est favorisée par des températures élevées, un pH bas et par l'action de la lumière. Les caroténoïdes, de par leur structure polyénique, sont sujets à des réactions d'isomérisation et d'oxydation accélérées par la lumière, et à des dégradations thermiques et enzymatiques. Lorsqu'ils sont polaires, ils sont sensibles au pH [26]. Selon Orfanou, l'ajout d'antioxydant et de conservateurs est efficace sur la stabilité de la Crocine. L' α -Crocine, produite in vitro afin de limiter son coût, pourrait être un bon remplaçant de la tartrazine. Comparativement à d'autres colorants naturels alimentaires comme le β -carotène ou le paprika, le Safran a une tenue excellente à la chaleur et à la lumière [27, 28].

I.5.2 Activités biologiques du Safran [29]

Depuis l'Antiquité, des vertus thérapeutiques ont été attribuées au Safran :

- Antispasmodique ;
- Eupeptique ;
- Sédatif nerveux et gingival ;

- Carminatif ;
- Diaphorétique ;
- Stomachique ;
- Emménagogue et stimulant.

Trop onéreuse, cette épice a été remplacée par des produits de synthèse. En homéopathie, le Safran est toujours prescrit pour soigner les troubles circulatoires, les dysménorrhées ou règles douloureuses chez la femme.

Des études récentes ont montré que le Safran aurait un intérêt pharmacologique dans plusieurs domaines tel que la cancérologie, maladie neurodégénérative et rétinopathie [30]. Le cancer étant la deuxième cause de mortalité dans le monde, l'activité de constituants alimentaires a été évaluée. L'acide ascorbique, l' α -tocophérol, l' α - et β -carotène et la vitamine A ont des activités biologiques reconnues contre cette maladie [31]. De nombreuses études ont démontré que les extraits de Safran ont un effet anti carcinogène [32], et anti tumoral in vivo et in vitro [30]. Dans les extraits de Safran, les caroténoïdes sont les constituants biologiquement actifs. Plusieurs mécanismes ont été proposés [30]:

- L'effet inhibiteur du Safran sur la synthèse d'acide nucléique ;
- L'effet inhibiteur sur les réactions en chaîne des radicaux libres : les caroténoïdes liposolubles agissent comme une protection active contre les radicaux libres ;
- La conversion métabolique naturelle des caroténoïdes en rétinoïdes ;
- Les propriétés anti oxydantes du Safran ;

La médecine traditionnelle chinoise indique que le Safran était utilisé pour soigner des troubles du système nerveux central. Actuellement, des chercheurs japonais étudient l'effet d'extraits de Safran et de ses constituants sur l'apprentissage et la mémoire chez la souris [33]. La Crocine est la molécule la plus active ce pourrait être utilisé dans le traitement de maladies neurodégénératives accompagnées de perte de mémoire.

Le Safran a une activité sur les fonctions sanguines et rétiniennes les résultats de plusieurs études montrent qu'il pourrait être utilisé afin de soigner les troubles sanguins, et oculaires telles que la rétinopathie et la dégénérescence de la macula [30,34].

Le Safran possède donc de nombreuses activités thérapeutiques les chercheurs se basent actuellement sur les vertus attribuées au Safran dans l'antiquité afin de découvrir les molécules actives de cette épice.

I.6 Repère de qualité du Safran [35]

I.6.1 Se fier à l'apparence

Le Safran authentique est vendu en filaments et non en poudre, trop facile à falsifier, cela va sans dire. On reconnaît un bon Safran par son apparence : il est d'un rouge intense, sang de taureau. Un Safran trop foncé, virant au brun est synonyme de séchage à trop haute température. Il perd ainsi ses propriétés organoleptiques. Les filaments sont uniformément rouges, dépourvus de jaune à leur extrémité. S'il reste de ces terminaisons claires, sachez qu'elles n'ont aucune valeur gustative et n'ont pour effet que d'accroître le poids de l'épice à vos dépens. Chaque filament est en forme de trompe. La présence de résidus de pollen n'est pas grave en soi mais signifie que la fleur a été butinée, donc qu'elle a été cueillie après éclosion et donc que les stigmates ont été exposés au soleil, ce qui n'est pas l'idéal. Le stigmate bien sec doit être flexible et cassant si l'on insiste. Il doit être emballé dans un emballage étanche (verre capsulé ou bouchonné, sachet étanche). Toute buée à l'intérieur de l'emballage est néfaste et synonyme d'humidité résiduelle. N'étant pas bien sec (et aussi trop lourd), il risque de développer des moisissures.

I.6.2 Analyse en laboratoire

Moins à la portée du consommateur, l'analyse en laboratoire peut être pratiquée pour connaître des valeurs quantitatives d'un Safran, d'où se dégageront des conclusions scientifiquement appuyées quant à certains aspects de la qualité du Safran, en s'appuyant sur 3 paramètres (qui déboucheront sur une norme ISO. En photométrie, les laboratoires analysent le Safran en tenant compte des valeurs de :

- La Crocine : cette valeur détermine l'intensité de la couleur ;
- La Safranal : Cette valeur détermine l'arôme ;
- La Picrocrocine : cette valeur détermine l'amertume.

Ces notions conforteront l'acheteur sur le fait que son Safran peut être utilisé en plus ou moins grande quantité pour le même résultat. Il sera donc un des éléments déterminants du prix. Cela reste une analyse scientifique excluant des notions de terroir qui font qu'un Safran est vraiment différent d'un autre, tout en ayant parfois les mêmes valeurs chiffrées.

I.6.3 Son prix

Le prix du Safran dans le commerce est souvent indicateur de sa provenance réelle. Pour un prix anormalement bas, l'épice aura une provenance douteuse.

I.7 Conservation du Safran


Pour conserver le Safran dans des conditions optimales, il est préférable d'avoir, au préalable, acheté du Safran entier et non moulus et en petites quantités ; s'il est placé à l'abri de l'air, de la lumière et de l'humidité, le Safran peut garder sa saveur de longues années [36].

Conclusion

Le safran est une plante historique qui demeure très implorante dans les domaines culinaire et médicinale.

L'appréciation sensorielle est le meilleur des repères pour le vrai connaisseur. Pour l'amateur, il ne suffit néanmoins pas toujours, son parfum pouvant être imité chimiquement assez facilement.

On aura recours à quelques méthodes pour s'assurer d'être en présence d'un produit sain et véritable, non falsifié, ce qui sera être développer dans le chapitre suivant.



Chapitre II
Analyses physico-
chimiques du
safran

Chapitre II : Analyses physico-chimiques du Safran

Introduction

Plus de 150 composés aromatiques et volatils ont été identifiés dans le Safran. Trois composés principaux lui donnent ses principales caractéristiques. La Picrocrocine lui donne le goût, la saveur amère du Safran. La Crocine pour la couleur jaune d'or typique des plats au Safran, soluble dans l'eau, le lait. Le Safranal, une huile volatile, est le principal responsable de l'arôme du Safran, il lui donne son parfum.

La qualité ainsi que la pureté de cette épice soit d'une part, déterminées par ses caractères organoleptiques (couleur, texture, saveur et odeur). Et d'autre part, par des techniques d'identification, elle est ainsi réglementée par les normes **ISO 3632**, visant à uniformiser la classification du Safran au niveau mondial.

II.1 Composition chimique du Safran

Le Safran est chimiquement constitué de :

II.1.1 Composition globale [37]

- Eau 10 à 14% ;
- Cendres minérales totales ~ 8% ;
- Matières organiques totales ~ 78% .

II.1.2 Composition minérale [37]

Sur les cendres sulfuriques, l'analyse donne environ pour 100 g de Safran :

- Phosphate de magnésie 0,87 g ;
- Sulfate de chaux 0,74 g ;
- Silicate de chaux 0,33 g ;
- Silicate de potasse 1,94 g ;
- Carbonate de potasse 2,46 g ;
- Chlorure de sodium traces ;
- Alumine, fer traces ;
- Azote total 2,10 g.

II.1.3 Composition organique

Diverses études analytiques ont été conduites pour caractériser un grand nombre de composés biologiquement actifs trouvés dans le Safran. Les quatre principaux composés biologiquement actifs sont :

- La Crocine et la Crocétine qui sont deux pigments caroténoïdes responsables de la couleur jaune-orangée de l'épice;
- La Picrocrocine, apportant au Safran sa saveur et son goût amer;
- Le Safranal, un composé volatil responsable de l'arôme et de l'odeur si spécifique au Safran.

Ainsi, ces principaux constituants contribuent-ils non seulement au profil sensoriel du Safran (couleur, goût, arôme) mais aussi aux propriétés intéressant la santé [38].

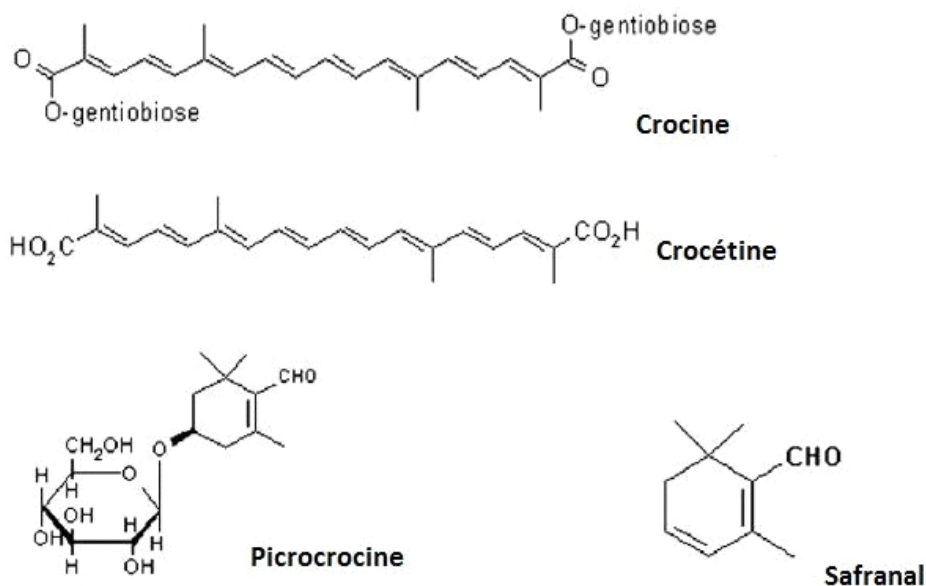


Figure II.1 Structures moléculaires des quatre métabolites secondaires du Safran à activité biologique

a) Substances responsables de l'odeur et de la saveur

1. Huile essentielle Safranal

Formule brute : $C_{10}H_{14}O$

Nom selon la nomenclature IUPAC : 2,6,6 – Trimethyl – 1,3 – cyclohexadiene – 1carboxaldehyde.

Le Safran contient 0,4 à 1,3 % d'huile essentielle. Le Safranal montré sur la Figure II.2, un aldéhyde aromatique, a été rapporté comme le principal composant biologiquement actif de cette huile essentielle. En effet, il représente 82,82 % des composants volatils [37].

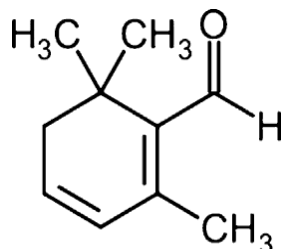


Figure II.2 Structure chimique du Safranal

Les conditions de séchage et de stockage de l'épice sont des facteurs primordiaux puisqu'ils déterminent la concentration en Safranal dans le produit fini. C'est au moment de la déshydratation que s'effectue la formation du Safranal à partir de la Picrocrocine via une réaction d'hydrolyse consistant en une libération d'une molécule de *D* - *glucose* et de Safranal.

Ainsi, la note aromatique typique attribuée au Safran ne peut-elle s'apprécier que sur les stigmates séchés, puisque les stigmates frais n'ont pas d'odeur.

D'autres composés volatils, parmi les cent-soixante identifiés dans la drogue, sont présents en moindre quantité dans l'huile essentielle mais jouent également un rôle important dans l'arôme du Safran, il s'agit de :

- l'*Isophorone* : 3,5,5 - triméthyl - 2 - cyclohexene - 1 - one;
- le 2,2,6 - triméthyl - 1,4 - cyclohexanedione;
- le 4 - oxoisophorone;
- le 2 - hydroxy - 4,4,6 - triméthyl - 2,5 - cyclohexadiene - 1 - one;
- Le 2,6,6 - triméthyl - 1,4 - cyclohexadiene - 1 - carboxaldehyde [37].

2. Picrocrocine

Formule brute: $C_{16}H_{26}O_7$, avec la structure qui est montrée sur la figure II.3

Nom IUPAC: 4 - (β - *D* - glucopyranosyloxy) - 2,6,6 - triméthyl - 1 - cyclohexène1carboxaldéhyde

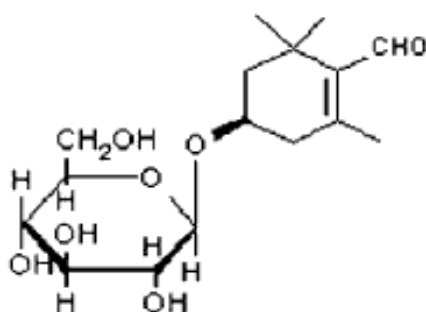


Figure II.3 Structure chimique de la Picrocrocine

La Picrocrocine est le second composé le plus important en masse ce qui est montré sur la figure II.3, représentant 1 à 13 % des matières sèches du Safran. Il s'agit en fait d'un monoterpène glycosylé, issu de la dégradation du caroténoïde zéaxanthine et précurseur d'un autre composé chimique important qui est le Safranal. Le goût présent dans l'épice est tiré principalement de cet hétéroside amer [38].

b) Substances responsables de la couleur du Safran :

On les sépare par traitement alcoolique du Safran épuisé par l'éther.

1. Crocétine

- Formule brute : $C_{20}H_{24}O_4$ avec la représentation cinématique de la molécule donnée sur la figure II.4
- Nom **IUPAC** (International Union of Pure and Applied Chemistry):
Acide (2E, 4E, 6E, 8E, 10E, 12E, 14E) – 2,6,11,15 – Tetraméthyl – 2,4,6,8,10,12,14 hexadecaheptaène dioïque

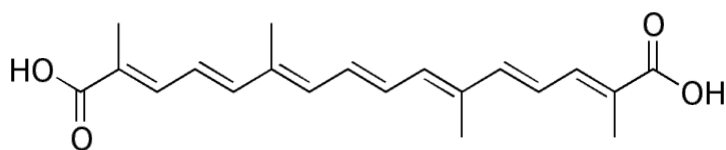


Figure II.4 Structure chimique de la Crocétine

Les Crocines font partie des rares caroténoïdes à être hydrosolubles ; elles dérivent de la Crocétine (liposoluble) grâce à une réaction d'estérification avec des sucres.

Elles constituent approximativement 6 à 16 % du total des matières sèches du Safran selon la variété, les conditions de culture et de croissance.

2. Crocine 1 ou α -Crocine

- Formule brute : $C_{44}H_{64}O_{24}$ avec sa structure qui est donnée sur la figure II.5
- Nom IUPAC : 8,8' – diapocarotene – 8,8' – dioic acid bis (6 – O – β – D – glucopyranosyl – D – glucopyranosylester)

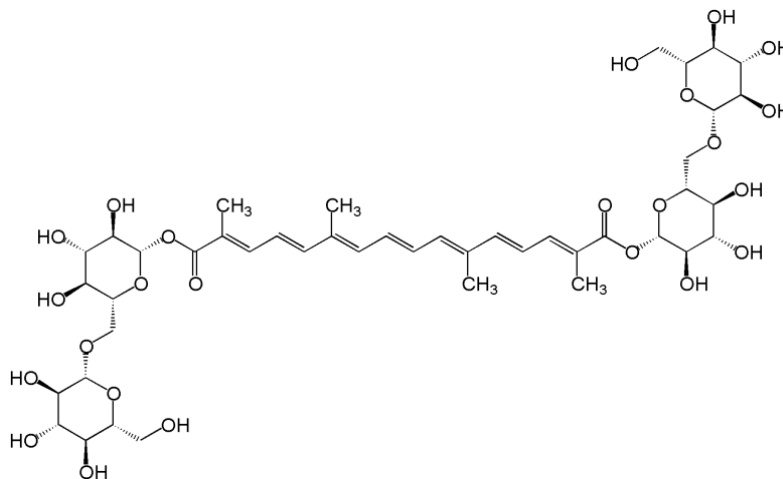


Figure II.5 Structure chimique de la Crocine 1

Il s'agit en fait d'un diester formé à partir la Crocétine ; un acide dicarboxylique est lié à chaque extrémité par un diholoside, le gentiobiose (formé de 2 molécules de glucose). C'est la plus abondante des Crocines. Elle possède une haute solubilité attribuée aux fragments de sucre. En effet, elle se dissout rapidement dans l'eau pour former une solution colorée en orange ce qui explique son usage dans l'industrie alimentaire en tant que colorant naturel [38].

D'autres variétés de Crocines sont également contenues dans les stigmates de crocus, elles dérivent toutes de la Crocétine par estérification ; nous pouvons citer la diCrocine et la triCrocine qui diffèrent selon que l'estérification se fasse via une molécule de glucose ou une molécule de gentiobiose ou de néapolitanose.

Il est intéressant de noter qu'administrée oralement la Crocine n'est pas absorbée au niveau de l'intestin et est ainsi majoritairement éliminée dans les fèces. Au niveau du tractus intestinal, une faible part de Crocine est hydrolysée en crocétine et peut ainsi passer la barrière digestive et se retrouver au niveau de la circulation générale [39]

3. Caroténoïdes

Il est bon de rappeler que les caroténoïdes sont des pigments naturels jaunes et orange issus des plantes. Leur synthèse se fait dans les organites subcellulaires des végétaux (plastides) via des réactions enzymatiques. Ce sont des composés polyisoprénoïdes

et leur caractéristique structurale est de posséder des doubles liaisons conjuguées qui vont avoir une influence sur leurs propriétés physiques, chimiques et biophysiques.

Des caroténoïdes lipophiles mais également hydrophiles ont été identifiés dans le Safran.

Les caroténoïdes lipophiles tels que l' α -carotène, le β -carotène, les lycopènes et la zéaxanthine montré sur la figure II.6, ont été rapportés dans des quantités infimes. Ils auront tout de même leur importance étant donné leurs propriétés antioxydantes.

Les principaux caroténoïdes retrouvés dans le Safran tels la crocétine et la Crocine sont en fait issus du métabolisme de la zéaxanthine.

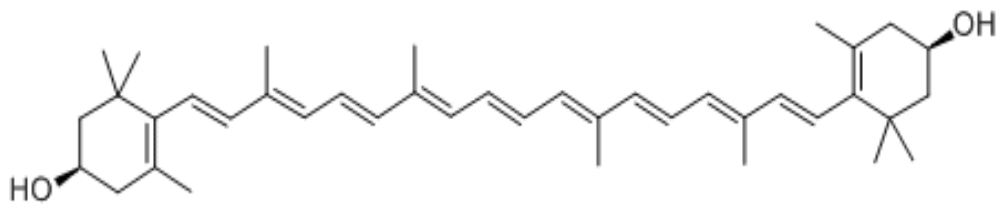


Figure II.6 Structure chimique de la zéaxanthine

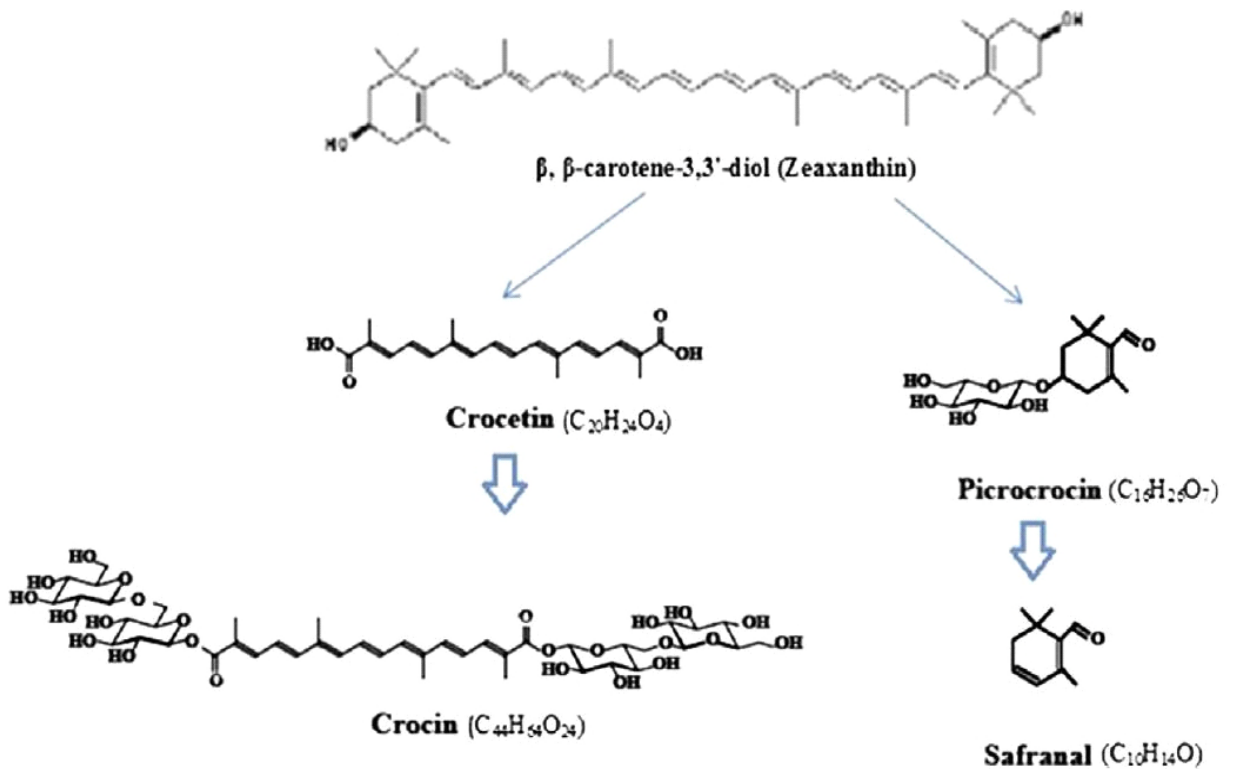


Figure II.7 Biosynthèse du Safranal et de la Crocine à partir du clivage oxydatif de la zéaxanthine

4. Flavonoïdes

Ils sont aussi présents dans le Safran. Nous pouvons nommer des flavonols, plus précisément des kaempférols tels :

- Le *kaempferol 3 – O – sophoroside*;
- le *kaempferol 3 – O – sophoroside 7 – O – glucoside*;

lekaempferol 3,7,4' – O – triglucoside[40]

D'autres flavonols, en plus des kaempférols, ont été identifiés dans les tépales de *Crocus Sativus* comme la quercétine et l'isorhamnétine [41]

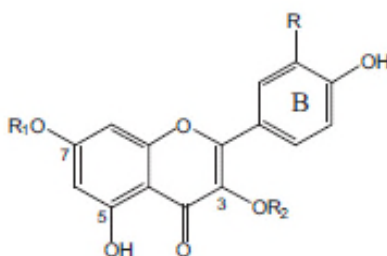


Figure II.8 Structure d'un flavonol
(Les radicaux R diffèrent en fonction des flavonols rencontrés)

- Kaempferol : R=H et R1=R2=OH
- Quercétine : R=R1=R2=OH
- Isorhamnétine : R=OCH3 et R1=R2=H

c) Divers

En plus de tous ces composants chimique et organique il se trouve que le Safran est très riche en thiamine (vitamine B1).

II.2 Analyse physico chimique du Safran

Au niveau international, la norme ISO Standard ISO/TS 3632-1/2:2003 est la référence pour la spécification et les méthodes d'essais du Safran :

- L'ISO/TS 3632-1:2003 fixe les spécifications du Safran obtenu à partir des fleurs de *Crocus Sativus L.*
- L'ISO/TS 3632-2:2003 spécifie les méthodes d'analyse du Safran obtenu à partir des fleurs de *Crocus Sativus L.*

Ces deux normes sont applicables au Safran présenté sous l'une des formes suivantes : en filaments entiers et coupés sous forme de masse lâche, souple, élastique et hygroscopique et en poudre. [42]

II.3 Techniques basées sur L'ISO 3632 [43]

La qualité du Safran est ainsi réglementée par les normes ISO 3632, visant à uniformiser la classification du Safran au niveau mondial ; celles-ci sont réactualisées tous les 3 ans. Les tableaux II.1 et II.2, ci-dessous, présentent les critères physiques ainsi que les propriétés chimiques du Safran, déterminant ainsi la qualité de ce dernier ; les Safrans de qualité supérieure sont classés en catégorie I.

Tableau II.1 Classification du Safran en filament et en filaments coupés sur des critères physiques

Caractéristiques	Catégories			Méthodes d'essai
	I	II	III	
Restes floraux (fraction massique) %max	0,5	3	5	ISO 3632-2 : 2010, article 8
Matières étrangères (fraction massique) % max	0,1	0,5	1,0	ISO 3632-2 2010, article 9

Le Safran est ainsi classé en fonction de sa teneur en restes floraux (styles séparés, pétales, grains de pollen, étamines, parties d'ovaire) et de sa teneur en matières étrangères (animales, autres plantes, matières plastiques ou minérales).

Tableau II.2Spécifications chimiques du Safran en filaments, filaments coupés et en poudre

Caractéristiques	Spécifications			Méthodes d'essai
	Catégories			
	I	II	III	
Humidité et teneur en matières volatiles (fraction massique), % max				ISO 3632-2 2010, article 7
Safran sous forme de filaments et filaments coupés	12	12	12	
Safran sous forme de poudre	10	10	10	
Cendres totales (masse), sur matières sèche, % max	8	8	8	ISO 928 et ISO 3632-2 : 2010, article 12
Cendres insolubles dans l'acide	1,0	1,0	1,0	ISO 930 et ISO 3632-2 : 2010, article 13
Extrait soluble dans l'eau froide	65	65	65	ISO 941 et ISO 3632-2 : 2010, article 11
Saveur amère 'exprimé en Picrocrocine) $E_{1cm}^{1\%}$, 257 nm, sur matière sèche, « min » (à cette longueur d'onde, l'absorbance de la Picrocrocine est maximale)	70	55	40	ISO 3632-2 : 2010, article 14
Pouvoir aromatique (exprimé en Safranal), $E_{1cm}^{1\%}$ 330 nm, sur matière sèche, (à cette longueur d'onde, l'absorbance du Safranal est maximale)	min	20	20	ISO 3632-2 : 2010, article 14
	max	50	50	
Pouvoir colorant (exprimé en Crocine), $E_{1cm}^{1\%}$ 440 nm, sur matière sèche, « min », (à cette longueur d'onde, l'absorbance de la Crocine est maximale)	200	170	120	ISO 3632-2 : 2010 : article 14
Colorants artificiels	Absence	Absence	absence	ISO 3632-2 : 2010, article 16 et / ou 17

II.4 Analyses effectuées sur le Safran

II.4.1 Humidité et composantes volatiles du Safran

- **Humidité**

C'est la perte de masse subite par le produit après chauffage à 103°C pendant 16h, elle est exprimé en % masse.

- **Composantes volatiles du Safran**

Les composants volatiles majeurs comprennent du terpène, de l'alcool, et des terpènes ester. Le Safranal est aussi un composant volatil majeur formé à partir de picrocine, à la suite d'une interaction entre la chaleur et les enzymes pendant le processus de séchage.

- **Principe de la technique**

Une méthode pacifique pour déterminer ce paramètre dans le Safran a été adjointe dans la Spécification Technique ISO/TS 3632-2:2003, alinéa 7.

Basé sur la détermination du poids d'une prise d'essai après séchage à l'étuve et toute différence du poids indique la présence d'eau ou de matière volatile.

Les composants volatiles majeurs comprennent du terpène, de l'alcool, et des terpènes ester. Le Safranal est aussi un composant volatil majeur formé à partir de picrocine, à la suite d'une interaction entre la chaleur et les enzymes pendant le processus de séchage.

a. Protocole [44]

- Peser avec une balance analytique avec une précision $\pm 0,001\text{ g}$, exactement $2,5\text{ g}$ du Safran dans un verre de montre lequel a été bien séché précédemment ;
- Le verre de montre avec l'échantillon est placé dans le four à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant 16 heures.

b. Expression des résultats [44]

La détermination de l'humidité en pourcentage et des composantes volatiles se fait avec la formule suivante :

$$W_{mv} = (m_0 - m_1) (100/m_0)$$

Où

m_0 : Est la masse initiale de l'échantillon en grammes,

m_1 : Est la masse de l'échantillon après séchage en grammes,

II.4.2 Cendres totales sur matière sèche

L'expression cendres totales est un terme se rapportant à la partie inorganique d'un échantillon alimentaire restant après que l'échantillon eut brûlé à 600 °C pendant deux heures. Tels que le calcium, le phosphore, le sodium, le potassium, le magnésium et le manganèse.

- **Principe de la technique**

Effectuée conformément à la méthode telle que spécifiée dans l'ISO 928

- a. Protocole [44]**

Suivant le protocole ISO 928:1997, on peut calculer le taux de cendres totales qui est d'environ 8%. On suit le processus suivant :

- En prenant deux grammes de l'échantillon de Safran (déjà utilisé pour déterminer l'humidité) ;
- Peser à une précision de 0.1 mg environ 2g de Safran sur une capsule de porcelaine. Cette capsule devra avoir été chauffée pendant 1 heure dans le moufle à 550 ± 25 °C ;
- Refroidir dans le séchoir et ensuite peser avec précision de 0,1 mg ;
- Chauffer la capsule dans une plaque jusqu'à la carbonisation de la prise d'essai. Puis Introduire la capsule dans le moufle à 550 ± 25 °C pendant 2 heures ;
- Refroidir et humecter les cendres avec des gouttes d'eau qui s'évaporent dans un bain thermostatique jusqu'au séchage de celles-ci ;
- Réchauffer la capsule dans le moufle à 550 ± 25 °C pendant 1 heure et peser à des intervalles de 30 minutes jusqu'à atteindre un poids constant ;
- Répéter les opérations de chauffage, refroidissement et pesage jusqu'au moment où la différence entre les pesages successifs ne dépasse pas 0,5 mg.

- b. Expression des résultats [44]**

Les cendres totales, exprimées en pourcentage de masse, se calculent avec la formule suivant

$$WCT = (m_2 - m_1) (100/m_0)$$

m_0 : est la masse en grammes de l'échantillon analysé ;

m_1 : est la masse en grammes de la capsule vide incinérée ;

m_2 : est la masse en grammes de la capsule et des cendres totales.

II.4.3 Cendres insolubles en acide sur matière sèche

L'ensemble de cendres insolubles en acide est défini comme la proportion de cendres totales restant après avoir été traitées avec de l'acide chlorhydrique et chauffage de l'échantillon jusqu'au pesage constant.

- **Principe de la technique**

La détermination de la teneur en cendres insolubles à une solution de l'eau acide se fait pour le Safran en filaments ou en poudre suivant le protocole ISO 930 : 1997. La teneur maximale en cendres insolubles en acide, exprimée en matière sèche, est d'environ 1%.

a. Protocole [44]

- Ajouter 15 ml de solution d'acide chlorhydrique dilué à l'ensemble de cendres totales dans la capsule utilisée pour sa préparation ;
- Chauffer la solution pendant 10 minutes à travers un bain thermostatique avec de l'eau bouillante, en couvrant la capsule avec un verre de montre afin d'interdire toute projection ;
- Filtrer le contenu de la capsule à travers un papier filtre sans cendres ;
- Nettoyer le papier filtre avec de l'eau chaude pour éliminer l'acide chlorhydrique des eaux de lessivage, ce qui est vérifié à l'aide d'une solution de nitrate d'argent ;
- L'absence de turbidité lorsqu'on ajoute une portion de solution de nitrate d'argent au filtré indique l'absence d'acide chlorhydrique ;
- Mettre de nouveau le papier filtre sur la capsule et incinérer dans le four à moufle à $550 \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant une heure ;
- Répéter les pesages jusqu'à l'obtention d'un poids constant à des intervalles de 30 min.

b. Expression des résultats [44]

Les cendres insolubles en acide exprimées en pourcentage de masse se calculent à travers la formule suivant

$$WCI = (m_2 - m_1) (100/m_0)$$

Où

m_0 : est la masse en grammes de la prise d'essai ;

m_1 : est la masse en grammes de la capsule vide ;

m_2 : est la masse en grammes de la capsule et des cendres insolubles en acide.

NB Le résultat sera exprimé par un chiffre décimal et en pourcentage.

II.4.4 Restes floraux

On entend par « restes floraux du Safran » les filaments jaunes (styles) libres et écartés, le pollen, les étamines, des parties des ovaires ainsi que d'autres parties de la fleur du Safran (*Crocus Sativus* Linnaeus).

- **Principe de la technique**

Le principe est de séparer physiquement les différents restes floraux, c'est-à-dire tout ce qui appartient au *Crocus Sativus L.* mais qui n'est pas retenu pour un usage en tant qu'herbe ou épice.

- a. **Protocole [44]**

La détermination de la quantité de restes floraux se fait de la façon suivante :

- Peser 3 grammes exacts de Safran avec une balance analytique dont la précision est de $\pm 0,01$ grammes ;
- On met l'échantillon sur une feuille de papier gris ;
- On sépare les restes floraux des stigmates avec une pince ;
- Ces restes sont transférés et pesés sur un verre de montre précédemment séché et pesé.

- b. **Expression des résultats [44]**

Le calcul de la quantité des restes floraux se fait avec la formule suivante :

$$WRF = (m_2 - m_1) (100/m_0)$$

Où

m_0 : est la masse en grammes de l'échantillon de Safran ;

m_1 : est la masse en grammes du verre de montre ;

m_2 : est la masse en grammes du verre de montre qui contient les restes floraux.

II.4.5 Matières étrangère

Le terme « matières étrangères » englobe les feuilles, tiges, paille et toute matière végétale. Les seules matières minérales permises sont le sable, la terre et la poudre.

- **Principe de la technique**

Le dosage des éléments étrangers c'est-à-dire de toute matière qui ne fait pas partie de la plante. Celles-ci doivent être écartées selon le processus qui décrit la norme ISO 927:1982.

a. Protocole [44]

- Peser un échantillon de trois grammes avec une précision de $\pm 0,01$ grammes dans une balance analytique ;
- L'échantillon est ensuite mis sur une feuille de papier gris. Les matières étrangères au safran sont séparées à l'aide de pinces ;
- Les matières étrangères sont transférées et pesées sur un verre de montre qui a été auparavant pesé seul.

b. Expression des résultats [44]

Le calcul de la quantité du contenu en matières étrangères se fait grâce à l'emploi de la formule :

$$WMÉ = (m_2 - m_1) (100/m_0)$$

Où

m_0 : est la masse en grammes de l'échantillon de Safran ;

m_1 : est la masse en grammes de verre de montre seul ;

m_2 : est la masse en grammes du verre de montre avec les matières étrangères ;

NB Le résultat est exprimé avec deux décimales et en pourcentage (%).

II.4.6 Extrait soluble en 'eau froide sur matière sèche

La teneur maximale en extrait soluble à l'eau froide, exprimée en terme de matière sèche est déterminée sur deux grammes du Safran. Cet extrait est autour 65%.

- **Principe de la technique**

Effectuée conformément à la méthode telle que spécifiée dans l'ISO 941:1980.

a. Protocole [44]

Le processus à suivre est le suivant :

- Peser 2g de la prise d'essai avec une précision de 1 mg ;
- Transvaser la prise d'essai dans un ballon jaugé de 100 ml ;
- Remplir avec de l'eau du troisième grade selon la norme ISO 3696:1996 et couvrir le ballon ;
- Agiter le ballon pendant un minute chaque 30 minute pendant huit heures ;
- Laissez reposer pendant 16 heures sans agiter ;
- Filtrer l'extrait à travers un papier filtre à porosité moyenne ;
- Prendre une prise aliquote de 50ml et transférer dans une capsule préalablement desséchée et pesée avec une précision de 1 mg ;
- Faire évaporer jusqu'au séchage sur un bain d'eau bouillante ;
- Chauffer la capsule avec l'extrait dans une étuve à $103 \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 1 heure ;
- Refroidir dans le dessiccateur et peser ;
- Répéter les procédés de chauffage, refroidissement et pesage jusqu'à obtention d'une différence entre les pesages successifs inférieure à 2mg.

b. Expression des résultats [44]

L'extrait soluble dans l'eau froide, exprimé en pourcentage de masse et concernant la matière sèche est

$$WES = (PF - PO/PM) (100/100 - H) 200$$

Où

PF : est le poids de la capsule avec l'extrait ;

PO : est le poids de la capsule ;

PM : est le poids de la prise d'essai ;

H : est la teneur en humidité de l'échantillon.

II.4.7 Extrait étheré

L'extrait étheré est défini comme l'ensemble des substances obtenues à partir de l'éther de pétrole dans les conditions spécifiées.

- **Principe de la technique**

On le déterminé par une méthode peut se réaliser avec une installation d'extraction continue ou avec un extracteur Soxhlet.

a. Protocole [44]

- Introduire un papier filtre dans un petit cartouche de l'installation d'extraction continue ou dans l'extracteur soxhlet et peser 1g de la prise d'essai desséchée à 1mg ;
- Introduire le cartouche dans l'extracteur ;
- Ajouter 50 ml d'éther de pétrole au verre extracteur ou 150 ml au ballon rond du soxhlet ;
- Extraire pendant une heure et demie dans l'installation d'extraction continue ou 8 heures dans le système soxhlet ;
- Faire évaporer le dissolvant et transvaser dans le verre de l'installation d'extraction continue ou le ballon rond de l'étuve de dessiccation pendant 30 minutes à 103 ± 2 °C ;
- Laissez refroidir dans le dessiccateur jusqu'à température ambiante et peser.

b. Expression des résultats [44]

L'extrait éthéré, exprimé en pourcentage de la masse de la prise d'essai desséchée initiale est calculé à partir de la formule suivant

$$WEE = (P1 - PO/PM) \times 100$$

Où :

P1 : est le poids du verre de l'extracteur ou ballon rond avec l'extrait éthéré ;

PO :est le poids du verre de l'extracteur ou ballon rond vide ;

PM :est le poids de la prise d'essai desséchée de Safran ;

NB : Le résultat sera exprimé avec deux décimales et en pourcentage.

II.4.8 Azote

Elle est utilisée pour calculer le taux de protéines des produits alimentaire

• Principe [45]

La méthode de kjeldahl est une technique de détermination du taux d'azote dans un échantillon.

a. Protocole [44]

- Peser 1 g d'échantillon dans le tube de digestion avec une précision de 10 mg ;

- Ajouter trois morceaux de catalyseur Kjeldhal (Cu-Se) (1,5% $\text{CuSO}_4 \pm 5\text{H}_2\text{O}$ + 2% Se) dans chaque tube ;
- Ajouter 25 ml d'acide sulfurique dans chaque tube ;
- Chauffer l'échantillon à 420 °C ;
- Une fois cette température atteinte, maintenir pendant une demi heure en vérifiant que la dissolution reste propre et transparente ;
- Retirer les tubes de l'unité de gestion et laissez refroidir pendant 15 minutes à température ambiante. Ajouter à chaque tube 50ml d'eau distillée ;
- Brancher le tube froid au distillateur et ajouter 120ml d'hydroxyde de sodium à 32% ;
- Faire fonctionner le distillateur, en recueillant 150 ml de la distillation dans un ballon Erlenmeyer de 250 ml qui contient 25ml de solution d'acide borique à 4% avec indicateur ;
- Valoriser les 150ml de la distillation avec de l'acide chlorhydrique 0,25N jusqu'à l'apparition de la couleur rouge.

b. Expression des résultats [44]

Le pourcentage d'azote sur l'échantillon sera obtenu à travers l'expression

Azote suivante :

$$\text{Azote (\%)} = (N \times v) \times (1.4 / P)$$

Où

V : est le volume d'acide chlorhydrique 0,25 N en ml ;

N : est la normalité exacte de la dissolution de HCl 0,25 N ;

P : est le poids de l'échantillon en grammes.

II.4.9 Spectrophotométrie UV-Vis

Cette méthode permet de déterminer les principales caractéristiques du Safran en ce qui concerne la teneur en Picrocrocine, Safranal et Crocine.

- **Principe [46]**

Spécification Technique ISO/TS 3632-2:2003, alinéa 14. On mesure l'absorbance des différents composants du Safran aux longueurs d'ondes suivantes :

- À 257 nm, où la Picrocrocine a son niveau d'absorbance maximum ;
- À 330 nm, où le Safranal a son niveau d'absorbance maximum ;

- À 440 nm, ce qui correspond à l'absorbance maximale de la Crocine.

On déterminant ainsi le pouvoir colorant du Safran.

a. Protocole [44]

La procédure appliquée est la suivante :

- 500 mg de Safran en poudre sont pesés avec une précision de ± 1 mg dans une balance analytique ;
- L'échantillon est transféré dans un flacon volumétrique de 1000 ml et on ajoute 900ml d'eau distillée ;
- Il est agité au moyen d'un agitateur magnétique (à 1000 tr / min) pendant une heure et en absence de lumière ;
- Ensuite de l'eau est ajoutée jusqu'au volume de 1000 ml et l'échantillon est homogénéisé avec agitation ;
- 20 ml de cette solution sont transférés dans un flacon volumétrique de 200 ml, on ajoute de l'eau jusqu'à la marque et la solution est homogénéisée par agitation ;
- La solution est filtrée avec l'emploi de filtre hydrophile du polytetrafluoroéthylène (PTFE) dont le diamètre des pores est de 0,45 μ m ;
- Cette solution est placée dans une cuvette à quartz et on registre une variation entre 200 et 700 nm dans l'absorbance de cette dissolution filtrée en utilisant de l'eau comme liquide de référence.

b. Expression des résultats [44]

L'expression utilisée dans la spectroscopie est la suivante :

$$A_{1cm}^{1\%}(\lambda_{max}) = D \cdot \left(\frac{10000}{m} \right) \cdot (100 - wMV)$$

D: est l'absorbance spécifique ;

m: est la masse, en grammes, de la partie test ;

wMV: L'humidité est exprimée en pourcentage de la fraction de masse de l'échantillon.

II.4.10 Méthode SOIVRE pour déterminer le pouvoir colorant du safran

Ce procédé permet de déterminer le pouvoir colorant d'une prise d'essai de safran en moins de deux heures.

Cette méthode est utilisée pour sa vitesse dans les contrôles réalisés par l'administration espagnole (Service d'Inspection SOIVRE) sur les lots de safran à exporter vers des pays non communautaires.

- **Principe : [44]**

Le principal avantage de ce procédé est qu'on le réalise sur la prise desséchée, tandis que la méthode de la norme ISO 3632 requiert d'avoir préalablement calculé la teneur de la prise d'essai. En humidité ainsi qu'en matières volatiles.

Les deux procédés montrent le résultat sur matière sèche, mais la méthode SOIVRE donne des résultats immédiats. Des exercices de comparaison ont été réalisés afin de vérifier l'exécution des exigences de la norme ISO 17025. Ils ont démontré que les valeurs obtenues concernant le pouvoir colorant avec les deux méthodes (ISO/TS 3632 versus SOIVRE) sont très similaires, mais qu'ils ont des déviations standards relatives toujours inférieures à 2.5%.

- a. Protocole [44]**

- On pèse 3 g de la prise d'essai et on le dessèche dans l'étuve à $103 \pm 2^\circ \text{C}$ pendant 30 minutes.
- Quand la prise d'essai est desséchée, on intervient en fonction de la présentation du safran: le safran broyé et desséché doit être homogénéisé avec une spatule et passé dans un tamis de 0,5 mm de taille de maille, de telle façon que 95 % environ passe à travers celui-ci.
- On pèse 1 g de la prise d'essai et on la transfère dans un ballon (où on ajoute 500 ml d'eau du troisième grade selon l'ISO 3696:1996).
- On l'agite durant 15 minutes, puis on laisse décanter la prise 5 minutes.
- On prend une aliquote de 2 ml de la zone intermédiaire et on remplit jusqu'à 100 ml avec de l'eau.
- On effectue une lecture directe d'absorption à 440 nm.

- b. Expression de résultat [47]**

La valeur d'absorption est multipliée par le facteur 250, et on obtient la valeur du pouvoir colorant selon l'expression:

$$\text{Pouvoir colorant } E_{1\text{cm}}^{1\%} = \text{Absorbance}_{440} \times 250$$

Conclusion :

On conclut donc, que le safran a une composition chimique si importante et variées : minéraux et organique, de ce fait il est nécessaire de faire recours à des analyses physico-chimiques énoncés par ISO afin de déterminer sa qualité avant l'utilisation.

L'application de cette analyse sera appliquée sur le safran Algérien (de Tiaret) dans le chapitre à suivre.



Chapitre III

*Partie expérimentale :
analyse du safran
Algérien*

Chapitre III : application de la spectrophotométrie UV-visible sur le Safran Algérien (Tiaret)

Le safran, l'épice la plus chère utilisée dans la nourriture, l'industrie [48] s'intéresse aux consommateurs en raison de ses propriétés bénéfiques qui sont actuellement en cours d'enquête [49]. Le safran est distinct pour sa saveur délicate, son goût amer et des nuances jaunes attrayantes de son alcool ou alcoolique extraits. Ses propriétés colorantes sont attribuées principalement aux caroténoïdes hydrosolubles, aux crocins, qui sont des esters glycosyliques d'acide 8,8' – *diapocarotène* – 8,8' – *dioïque* (Crocétine) [50].

La couleur est le paramètre principal pour le classement de qualité de safran (ISO, 1980, 1993). Même si, la force de coloration d'un échantillon de safran estimé par spectrométrie UV-Vis et exprimé comme l'extinction spécifique d'un extrait aqueux au (λ max), de *a*-crocine est une approche très pratique pour la qualité contrôle et évaluation commerciale du safran [51].

Différentes procédures pour la préparation du safran extraits pour l'évaluation spectrométrique de la coloration, la force se trouve dans la littérature [52], [53], mais peu d'informations existent sur les facteurs qui peuvent influencer la taille et la respectabilité des lectures [54]. Un examen plus approfondi de la littérature spectrométrique (ou liquide à haute performance chromatographie, HPLC) montre leur dépendance sur la méthode de préparation des échantillons, qui peut être accentué si diverses longueurs d'ondes sont utilisées dans l'évaluation des principaux caroténoïdes de safran [52] ; [55] ; [51].

Cette partie est consacrée à l'étude du contrôle de qualité du safran cultivé systématiquement dans la région de Tiaret (récolte 2015). Des expériences ont été menées pour examiner les sources possibles de variation analytique. La spectroscopie dérivée a été utilisée pour clarifier la longueur d'onde maximale de l'extrait et aussi comme moyen d'évaluation de la force de coloration du safran.

Des observations et des comparaisons critiques ont été faites en référence à la méthodologie proposée par les normes ISO.

III.1. Présentation du laboratoire BBBS [57]

Chapitre III : Application de la spectrophotométrie UV-visible sur le Safran Algérien (Tiaret)

Laboratoire Biomathématiques Biophysique Biochimie et de Scientométrie est un laboratoire de recherche multidisciplinaire. Sa vocation est la recherche au service de la pédagogie et de l'industrie.

Né en 2000 avec 12 chercheurs, le laboratoire 3BS est composé de 05 équipes de recherche, ou activent 127 chercheurs et 06 personnels de soutien. Les thématiques de recherche « ressources en eau, substances bioactives, aux interfaces du développement durable, technologie agroalimentaire », sont menées dans un esprit d'interrelation entre les 05 équipes dont l'objectif est le croisement et la fertilisation des compétences.

Le laboratoire 3BS entretient avec des partenaires étrangers (U. de Rouen, U. de Montpellier, U. d'Avignon, université de Yarmouk (Jordanie), etc...) des relations d'encadrement en cotutelles de thèses.

Le laboratoire 3BS en plus de 02 programmes nationaux de recherche (PNR) dans le domaine des substances actives et des ressources en eau, il active dans 06 projets de recherche internationaux (AUF et TASSILI, PHC Maghreb, AUCC, ENVIMED, ERAMNET MED).

III.2. Analyse physico-chimique du Safran : Spectrophotométrie UV-visible

Le but principal du travail, c'est de déterminer la qualité du Safran de Tiaret (récolte octobre 2015), nous avons appliqué des analyses physico-chimiques (Spectrophotométrie UV-visible seulement vue la rareté du produit).

Partie I : Description du protocole expérimental

Préambule :

Cette partie est consacrée à l'échantillonnage, à la description du matériel et l'ensemble des expériences effectuées, et des analyses utilisées.

I.1 Echantillonnage

Les tests sont effectués sur le Safran du Sersou récolté en octobre 2015 (adresse sidi Kharroubi Hamadia-Tiaret).

C'est du Safran en filament (figure 14), broyé pour obtenir une poudre qui sera utilisée ultérieurement (figure 15).



Figure III.1. Safran en filaments



Figure III.2. Transformation en poudre à l'aide d'un mortier

I.2 Matériels et produits utilisés

a. Matériels

- **Agitateur magnétique**

L'agitation et le chauffage ont été effectués avec des plaques de marque VELP SCIENTIFICA.

- **Balance**

Les pesées ont été réalisées à l'aide d'une balance de marque KERNACJ /ACS, de précision $\pm 0,0001 \text{ g}$.

- **Four**

Le four utilisé est de marque Vecstarltd.

- **Appareil spectrophotométrie UV –visible**

Cet appareil est de marque SHIMADZU (UV180), double faisceaux doté d'un logiciel pour l'acquisition et le traitement des spectres UV-Vis.

- **Cuves à quartz**

La cuve utilisée est en quartz dont le chemin optique est de 1 *cm*

- **Papier filtre**

Papier d'hydrophile du PolyTetraFluoroEthylène (PTFE) dont le diamètre est de 0,45 μm

- Flacon volumétrique de 40 *ml*
- Flacon volumétrique de 200 *ml*

b. Produits

- 0,1 g du Safran en poudre ;
- L'eau distillée ;

I.3 Protocole expérimental

Le Protocole utilisé est la spécification technique ISO/TS 3632-2 : 2003, alinéa 14 [44].

Vue la rareté du produit (le safran), 0,1 *g* de pistil ont été utilisés.

- 0,1 *g* de Safran sont pesés avec une précision de ± 1 *mg* dans une balance analytique ;
- L'échantillon est transféré dans un flacon volumétrique de 200 *ml*. 180 *ml* d'eau distillée est ajoutée;
- Il est agité au moyen d'un agitateur magnétique (à 1000 *tr /min*) pendant une heure et à l'obscurité;
- Ensuite l'eau est ajoutée jusqu'à un volume de 200 *ml* et l'échantillon est homogénéisé;
- 4 *ml* de cette solution sont transférés dans un volume en eau de 40 *ml*, est homogénéisée par agitation ;
- La solution est filtrée avec un filtre hydrophile (PolyTetraFluoroEthylène : PTFE) dont le diamètre est de 0,45 μm ;
- L'extrait a été analysé directement avec un spectrophotométrie UV-visible pour déterminer la quantité de Picrocrocine, de Crocins et de Safranal exprimée en absorbance d'une solution aqueuse de 1 % de Safran séché à 250, 330, 435 nm respectivement en utilisant une cuve en quartz de 1 *cm* ;

NB : Toutes les étapes analytiques ont été menées à l'abri de la lumière.



Figure III.3 pesée de 0,1 g du Safran.



Figure III.4 transfert dans un flacon de 200 ml, avec rajout 180 ml d'eau distillée.



Figure III.5 Agitation pendant 01 Heure (a 1000 *tr /min*)



Figure III.6 Dilution et filtration



Figure III.7 : prélèvement de 4 ml de la solution et l'ajout de l'eau jusqu'à 40 ml

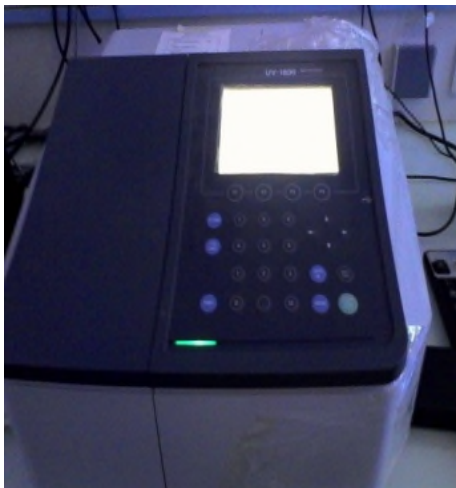


Figure III.8 L'analyse de l'extrait par spectrophotométrie UV-visible en utilisant une cuve en quartz de 1 cm

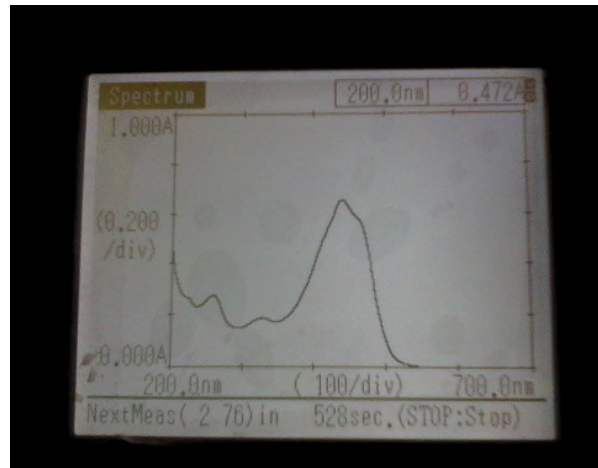


Figure III.9 Le balayage obtenu entre 200 et 700 nm

Partie II : Résultats et interprétation

II.1. Détermination des principales caractéristiques par la méthode spectrophotométrique UV-Vis

Une transition UV-Vis (souvent 200 à 700 nm) correspond à un saut d'un électron d'une orbitale moléculaire fondamentale occupée à une orbitale moléculaire excitée vacante. La matière absorbe alors un photon dont l'énergie correspond à la différence d'énergie entre ces niveaux fondamentaux et excités. Toutes les transitions énergétiquement possibles ne sont pas permises. Les transitions permises sont celles qui provoquent une variation du moment dipolaire électrique. Un spectre UV-Vis est le tracé de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde (en nm). La bande d'absorption est caractérisée par sa position en longueur d'onde (λ_{max}).

II.1.1 Résultats

La détermination quantitative des composants caractéristiques du Safran tels que le Safranal, la Crocine et la Picrocrocine s'effectue au moyen de mesures d'absorbance. Le spectre d'absorption obtenu figure III.20, entre 200 nm et 700 nm est le suivant :

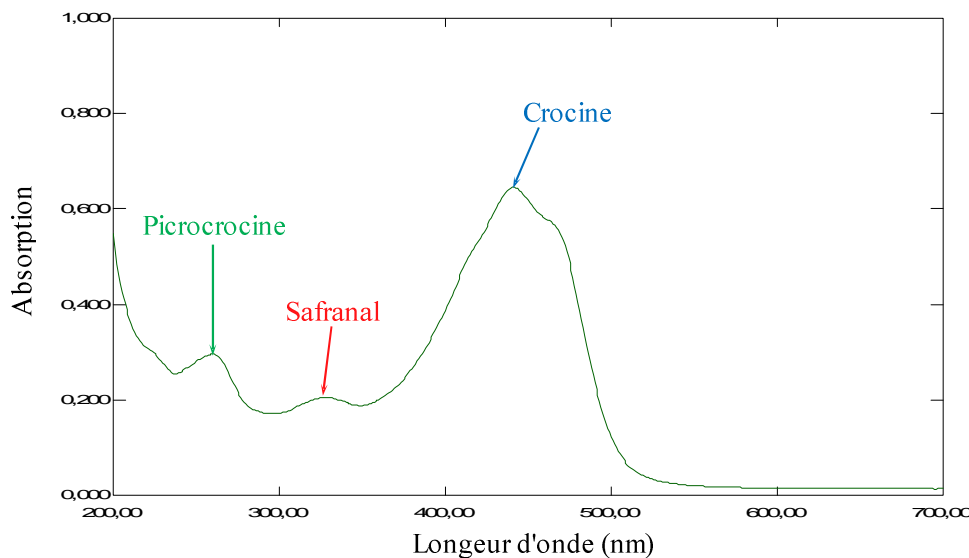


Figure III.10 : Spectre d'absorbance UV-Vis entre 200 nm et 700 nm caractéristique d'un extrait aqueux de safran

II.1.2 Discussions

D'après le spectre d'absorbance et on se référant du spectre de littérature on peut distinguer les trois molécules principales du Safran, tel que le taux d'absorbance maximal est atteint à une longueur d'onde de 435 nm et qui correspond à la Crocine. On constate aussi deux autres pics d'absorbance qui correspondent au Safranal et à la Picrocrocine à 320 nm et 250 nm, respectivement.

Comparaison ce spectre à celui de la littérature [58], on remarque un petit décalage concernant les longueurs d'onde maximales.

II.1.3 Conclusion

On conclut donc, que le spectre du safran étudié présente les pics caractéristiques du picrocrocine, safranal et la crocine, qui sont les molécules marqueurs de cette plante.

La petite différence entre le spectre obtenu et celui de la littérature, peut être justifié par :

- ✓ L'effet du *pH* (de l'eau utilisés) : plus le *pH* est acide plus les longueurs max seront importantes ;
- ✓ L'effet de température T° qui influence sur la délocalisation des liaisons ;
- ✓ Les conditions de conservation, climat, la pureté, période de récolte...etc. ;
- ✓ Le matériel utilisé.

II.2.Absorbance des différents composants du Safran

L'absorbance des différents composants du Safran est mesurée aux longueurs d'ondes suivantes :

- À 250 nm, où la Picrocrocine a son niveau d'absorbance maximum,
- à 320 nm, où le Safranal a son niveau d'absorbance maximum,
- à 435 nm, ce qui correspond à l'absorbance maximale de la Crocine, déterminant ainsi le pouvoir colorant du Safran.

Notre échantillon a été analysé en triple.

II.2.1 Résultats

- ✓ Essai N°01

λ_{\max} (nm)	250	320	435
-----------------------	-----	-----	-----

Chapitre III : Application de la spectrophotométrie UV-visible sur le Safran Algérien (Tiaret)

Absorbance (U A)	0,253	0,180	0,610
------------------	-------	-------	-------

Tableau III.1 Valeurs d'absorbance pour Picrocrocine, Safranal et Crocine de l'essai 01

✓ Essai N°02

λ_{\max} (nm)	250	320	435
Absorbance (U A)	0,250	0,180	0,613

Tableau III.2 Valeurs d'absorbance pour Picrocrocine, Safranal et Crocins de l'essai 02

✓ Essai N°03

λ_{\max} (nm)	250	320	435
Absorbance (U A)	0,253	0,186	0,614

Tableau III.3 Valeurs d'absorbance pour Picrocrocine, Safranal et Crocins de l'essai 03

✓ Essai moyen :

λ_{\max} (nm)	250	320	435
Absorbance (U A)	0.252	0.182	0.612

Tableau III.4 Valeurs d'absorbance pour Picrocrocine, Safranal et Crocins de l'essai moyen

La détermination de la Picrocrocine, Safranal et de la Crocine ($A_{1\%}^{1\text{cm}}(\lambda_{\max})$) de notre échantillon (essai moyen) a été calculée par la formule suivante :

$$(A_{1\text{cm}}^{1\%}(\lambda_{\max})) = D \times 200$$

D : Absorbance spécifique

✓ **Pour la saveur amère (picrocrocine) :**

$$(A_{1cm}^{1\%}(\lambda 250)) = A_{250} \times 200 = 50,4$$

✓ **Pouvoir aromatique (safranal) :**

$$(A_{1cm}^{1\%}(\lambda 320)) = A_{320} \times 200 = 36,4$$

✓ **Pour le pouvoir colorant (crocine) :**

$$(A_{1cm}^{1\%}(\lambda 435)) = A_{435} * 200 = 122,4$$

Le pourcentage de la crocine sera donné

$$\% = \varepsilon (\text{Crocine}) \times \text{pouvoir colorant}$$

$$\varepsilon (\text{Crocine}) = 4,9 \times 10^{-2}$$

$$\% \text{Crocine} = 5,9976$$

II.2.2 Discussions

Les résultats de la quantité de Picrocrocine (résistance à la saveur), Safranal (résistance à l'arôme) et de Crocine (résistance à la coloration) et teneur en humidité (exprimée en pourcentage) de notre échantillon. Selon les limites établies par l'ISO 3632 1,2: 2010-2011, une catégorie de qualité leur a également été attribuée.

NB : le taux d'humidité (du Safran en poudre) est considéré 10% pour les 3 catégories suivant ISO

- La saveur amère (exprimé en Picrocrocine) $E_{1cm}^{1\%}$ à 250 nm sur matière sèche est de 50,4 qui appartient a la catégorie III ;
- Le pouvoir aromatique (exprimé en Safranal) $E_{1cm}^{1\%}$ à 320 nm sur matière sèche est dans les normes avec un taux de 36,4 ;
- Le pouvoir colorant (exprimé en Crocine) $E_{1cm}^{1\%}$ à 435 nm sur matière sèche est de 122,4 classé en catégorie III.

II.2.3 Conclusion

D'après les résultats obtenus, le safran analysé à un fort gout, arôme acceptable et une couleur remarquable (remarquer visuellement et prouver analytiquement), de ce fait on le classe en catégorie III : donc le safran analysé est de bonne qualité selon la norme ISO.

La méthode de mesure spectrophotométrique d'extraits aqueux de safran est inappropriée pour quantifier le Safranal. Les *cis* Crocines absorbant à la même longueur d'onde que le Safranal et ce dernier étant peu soluble dans l'eau (molécule apolaire), seule une partie de ce composé est quantifiée par cette technique. Enfin, l'arôme de safran n'est pas évalué de façon représentative, sa qualité n'étant déterminée que par sa teneur en Safranal.



*Conclusion
Générale*

Conclusion générale

Dans le cadre de cette étude on a constaté que les stigmates de *Crocus Sativus L.*, connus du grand public sous le nom de « Safran », est une épice orientale si précieuse.

Comme tout produit de luxe le safran peut-être falsifié (adjonction de produits végétaux, ajout de produit chimique...). C'est le safran en poudre qui reste le plus facile à frauder. Ainsi on peut trouver mélangé au safran : curry, paprika, curcuma, brique en poudre...etc. Des normes sont donc nécessaires pour en établir la qualité.

La qualité du safran est déterminée par sa pureté et ses propriétés colorantes mais aussi aromatiques et gustatives. Seules des mesures effectuées en laboratoire peuvent déterminer et garantir une classification de la qualité du safran. Les tests effectués déterminent les concentrations de safranal (arôme) de crocine (couleur) et de picrococcine (saveur). Les catégories de safran sont regroupées sous la norme ISO 3632.

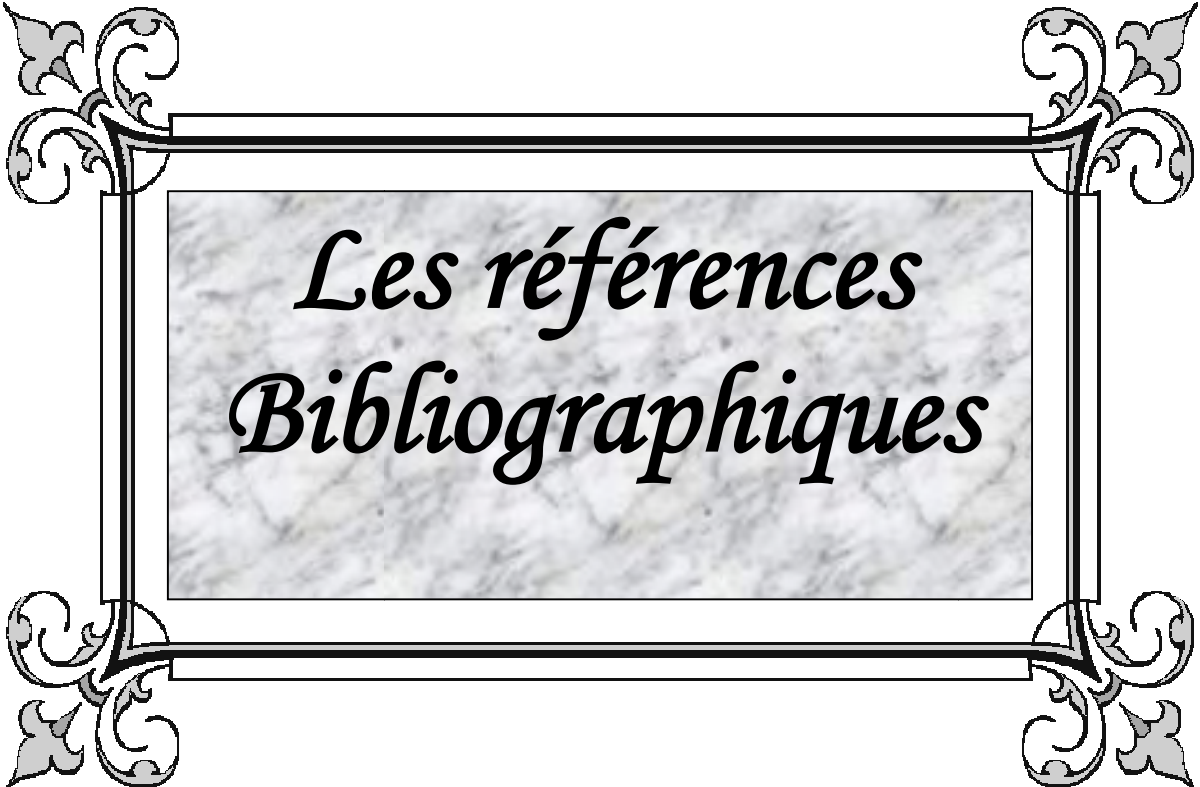
Dans notre étude on a utilisé le spectrophotomètre UV-Vis qui est un appareil permettant de mesurer l'absorbance d'une solution, pour différentes longueurs d'ondes. Pour cela, il fait passer un rayon d'une longueur d'onde choisie à travers une cuve contenant la solution à étudier. Les molécules de la solution absorbent plus ou moins le rayon lumineux, on définit alors l'absorbance pour cette longueur d'onde. , il permet de réaliser un balayage radial allant de l'UV jusqu'au visible (200 à 700 nm).

- La saveur amère (exprimé en picrococcine) $E_{1cm}^{1\%}$ à 250 nm sur matière sèche ;
- Le pouvoir aromatique (exprimé en safranal) $E_{1cm}^{1\%}$ à 320 nm sur matière ;
- Le pouvoir colorant (exprimé en crocine) $E_{1cm}^{1\%}$ à 435 nm sur matière sèche.

D'après les résultats obtenus, le Safran du Tiaret (récolte 2015) est classé en catégorie III selon la norme ISO:bonne qualité.

Notre stage au sein du laboratoire 3BS de l'université de Bejaia, nous à permis de mettre en pratique nos connaissances théoriques acquises le long de notre cursus universitaire, d'initier et côtoyer le milieu professionnel et d'acquérir de nouvelles connaissances au près d'un remarquable personnel très bien expérimentés et très qualifiés.

Enfin nous souhaitons que ce travail, permettra l'enrichissement des connaissances du Safran, et ouvrir des perspectives pour des recherches plus approfondies en la matière.



*Les références
Bibliographiques*

Bibliographie

[1] : www.larousse.fr

[2] : Giorgi A. et al. 2015

[3] : (Gresta F. et al, 2009).

[4] : Melnyk J.P. et al, 2010).

[5] : C. M. Lachaud, 2012,

[7]: [Santha Rama Rau, *The Cooking of India*, Time Life Education, 1969, p. 53 (ISBN 0-8094-0069-3)] / [T. Hill, *The Contemporary Encyclopedia of Herbs and Spices: Seasonings for the Global Kitchen*, Wiley, 2004, p. 272 (ISBN 0-471-21423-X)]./

[8] : [Gastronomie [archive], dans le-republicain.fr. Article sur le relancement d'une plantation de safran à Villeneuve-sur- [HYPERLINK](#) "https://fr.wikipedia.org/wiki/Villeneuve-sur-Auvers" Auvers, dans le Gâtinais.]

[9]: [D. B. Grigg, *The Agricultural Systems of the World*, Cambridge University Press, 1974, p. 287 (ISBN 0-521-09843-2).].

[10]: [H. McGee, *On Food and Cooking: The Science and Lore of the Kitchen* [archive], Scribner, 2004,p. 422 (ISBN 0-684-80001-2).],

[11]: [H. McGee, *op. cit.*, p. 423.].

[12] : C. M. Lachaud, *La Bible du Safran. Tout savoir sur le roi des épices de A à Z. Anthropologie, Chimie, Perception, Usages, Recettes et Plus !*, Laval-sur-Luzège, C. M. Lachaud, 2016, 217 p. [13] : *Safran du Val d'Ay, épice cultivée en Ardèche*]

[14] : W. H. Honan, "Researchers Rewrite First Chapter for the History of Medicine" [archive], *The New York Times*

[15]: Arvy M., Gallouin F. *Epices, aromates et condiments*. Belin Ed. 2003, pp.216-219

[16]: Melnyk J., Marccone M., Wang S. Chemical and biological properties of the world's most expensive spice: Saffron. *Food Research International*, 2010, 43 (8), pp. 1981-1989

[17]: www.boutiquesafran.fr/page/types-de-safran

[18] : Anne-Sophie Le Cam - Keramperu - 29900 Concarneau - tél : 07 80 03 22 51 - siret : 75205443700013 - © safrandustival.fr 2017

[19] : Barkeshli et Ataie, 2002

[20] : Vickackaite et al., 2004

[21] : Tsatsaroni et Eleftheriadis, 1994

[22] : Tsatsaroni et al. 1998

[23] : Mehta et al, 2002

[24] : Mougín, 1999

[25] : Tsimidou et Tsatsaroni, 1993

[26] : Orfanou et Tsimidou, 1995

[27] : Greaves, 2002

[28] : Sampathu et al, 1984

[29] : Abdullaev, 2001

[30] : Abdullaev et Frenkel, 1992a

[31] : Salomi et al, 1991

[32] : Abe et Saito, 2000

[33] : Liakopoulou-Kyriakides et Kyriakidis, 2002

[34] : <http://www.safran-de-rodes.fr/spip.php?article14>

[35] : <http://env-et-nat.pagesperso-orange.fr/pages/safran.html#qualite>

[36] : Saveurs du Safran de Clotilde BOISVERT et Pierre AUCANTE, Albin Michel, 1993
ISBN: 2-226-06350-1.

[37]: [Melnik J., Marcone M., Wang S. Chemical and biological properties of the world's most expensive spice: Saffron. Food Research International, 2010, 43 (8), pp. 1981-1989].

- [38]: Hu Y., Lu-Ping Q., Qiao-Yan Z., Rahman K., Ting-Han., Ting-Ting H., Yu-Zhu. Comparative study of composition of essential oil from stigmas and of extract from corms of *Crocus sativus*. *Chemistry of natural compounds*, 2008, 44 (5), pp 666-667
- [39]: Kanakis C., Polissiou M., Tarantilis P., Tajmir-Riahi H. Crocetin, dimethylcrocetin, and safranal bind human serum albumin: stability and antioxidative properties. *Journal of agricultural and food chemistry*, 2007, 55 (3), pp. 970-977
- [40]: Showing all polyphenols found in Saffron. Phenol-explorer. [En ligne] disponible sur : <http://www.phenol-explorer.eu/contents/food/814>
- [41]: Abert Vian M., Caris-Veyrat C., Chemat F., Goupy P. Identification and quantification of flavonols, anthocyanins and lutein diesters in tepals of *Crocus sativus* by ultra performance liquid chromatography coupled to diode array and ion trap mass spectrometry detections. *Industrial crops and products*, 2013, 44, pp. 496-510
- [42]: www.iso.org/iso/fr
- [44] : Livre blanc : Le safran en Europe, Edition ALEXANDROS-SRL, 10 rue Kaplanon, Athènes
- [43] : Le comité technique ISO/TC 34. Norme ISO 3632-1 : 2011, Épices – Safran (*Crocus sativus* L.) – Partie 1 : spécifications. 2011
- [45]: Norme ISO 1871:1975 “Agricultural Food products – General directions for the determination of nitrogen by the kjeldhal method”.
- [46] : Claire PALOMARES, LE SAFRAN, PRÉCIEUSE ÉPICE OU PRÉCIEUX MÉDICAMENT ; le Diplôme d'État de Docteur en Pharmacie, UNIVERSITÉ DE LORRAINE 2015
- [47]: Olga Chfanou & Maria Tshldou, Evaluation of the colouring strength of saffron spice by UV-Vis spectrometry, *Laboratory of Food Chemistry and Technology, Faculty of Chemistry, Aristotle University, Thessaloniki 54004, Greece* (Received 14 August 1995; accepted 29 December 1995)
- [48] : Oberdieck, 1991

[49] : Abdullaev, 1993

[50] : Sampathu et al, 1984

[51] : (Sujata et al, 1992; Tarantilis et al, 1994

[52] : (Corradi & Micheli, 1979; ISO, 1993).

[53] : Alonso et al, 1990

[54] : (Basker & Negbi, 1985)

[55] : Solinas et Cichelli, 1988

[57] : <http://www.univ-bejaia.dz/lbbbs/presentation-laboratoire>

Abstract

Saffron (*Crocus sativus* L.) is a perennial herbaceous geophyte in the Iridaceae family. It spreads vegetatively by corm. All saffron production processes are typically conducted by hand: bulb implantation, flower harvesting and separation of stigma. Saffron is the most expensive spice in the world due to the manual work necessary for production. The growing interest in the cultivation and production of *Crocus sativus* from Algerian Tiaret could increase incomes for the rural agricultural economy. A sample of saffron was collected from Tiaret farmers harvesting in October 2015. The sample was processed to determine moisture content and amount of picrocrocin, croc and saffron using the methods established by the Organization International Standardization Organization for saffron (ISO 3632 1,2: 2010-2011). The sample analyzed was classified in the quality category of ISO 3632. A high-quality saffron product can be produced at the Algerian Tiaret, suggesting that this crop could be a sustainable source of economic income.

Résumé

Le safran (*Crocus sativus* L.) est un géophyte herbacé pérenne dans la famille Iridacée. Il se propage par voie végétative par corme. Tous les procédés de production du safran sont généralement menés à la main: de l'implantation d'ampoule, de la récolte de fleurs et de la séparation de la stigmatisation. Le safran est l'épice la plus chère du monde en raison du travail manuel nécessaire pour la production. L'intérêt croissant pour la culture et la production de *Crocus Sativus* de Tiaret Algérienne pourrait augmenter les revenus pour l'économie agricole rurale. Un échantillon de safran été recueilli auprès d'agriculteurs de Tiaret la récolte de octobre 2015. L' échantillon a été transformé pour déterminer leur teneur en humidité et leur quantité de picrocrocin, de crocins et de safran en utilisant les méthodes établies par l'Organisation internationale de normalisation pour le safran (ISO 3632 1,2: 2010-2011). L'échantillon analysé a été classés dans la catégorie de bonne qualité de l'ISO 3632. Un produit de safran de haute qualité peut être produit au Tiaret Algérienne, ce qui suggère que cette culture pourrait constituer une source durable de revenus économiques.