



Mémoire de Master

Présenté par :

- AHMED KHODJA Sara

-

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

Spécialité : Chimie analytique

Thème :

***L'extraction d'une huile essentielle de la plante
Portulaca Oleracea et l'étude de son effet
oxydatif sur l'huile de soja***

Soutenu le : 29/06/2024

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Mme IMLOUL Tayakout	Chimie	Président
Mr MOULAI Fatsah	Chimie	Examineur
Mme BOUKEHIL Ghouzala	Chimie	Encadrant

2023-2024

Remerciements

Je remercie Dieu tout puissant de m'avoir donné la force et la patience nécessaire pour mener à bien ce travail.

Je tiens à remercier :

Mme BOUKEHIL Ghouzala d'avoir accepté de m'encadrer pour son aide, sa patience, ses précieux conseils, ses encouragements et son soutien qu'elle m'a apporté tout au long de mon travail et du temps qu'elle a passé à mes côtés.

Ma petite famille qui m'a encouragé, me donne des conseils et toujours avec moi à tous les moments de ma vie et sur tous mes études.

Tous les professeurs qui ont contribué à ma formation durant mes études.

Toutes les collaborations du Laboratoire d'analyses en Génie des Procédés.

Tous ceux qui m'ont aidé de près au loin à réaliser ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail en saigne de respect reconnaissance et remerciement :

A mes très chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur soutien et leurs prières tout au long de mes études, que Dieu les protège Inch'Allah

A mes sœurs: Massissilia, Magouraya, et Yousra

A mes frères : Idir et Tahar

Pour leurs encouragements et leur soutien moral et leurs conseils

A tous mes amis : Karima, Lydia, Sarra et Hacanne

A tous collègues de la section Master II 2023-2024

A tous ceux qui ont participé à l'élaboration de ce travail et à tout ce qui me sont très chers.

Sara

Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de la normalisation

AG : Acide gras

AGI : Acide gras insaturé

AGL : Acide gras libre

AGS : Acide gras saturé

ATR : Attenuated Total Reflectance

C ° : Degré Celsius

Ca : Calcium

cm : Centimètre

COI : Conseil oléicole international

éq : Equivalent

Fe : Fer

g : Gramme

g/mol : Gramme par mole

h : Heure

HE : Huile essentielle

HS : Huile de soja

IR : Infra-rouge

ISO : Organisation Internationale de Normalisation

j : Jour.

K : Potassium

Kg : Kilogramme

KI : Iodure de potassium

KOH : Hydroxyde de potassium

l : Litre

m : Mètre

max : Maximum

méq : Milliéquivalent

mg : Milligramme

Mg : Magnésium

MG : Matière grasse

min : Minutes

ml : Millilitre

mm : Millimètre

nm : Nanomètre

Na : Sodium

NaOH : Hydroxyde de sodium

OMS : Organisation mondiale de la santé

P : Phosphore

pH : Potentiel d'hydrogène

P. Oleracea : Portulaca Oleracea

t : Temps

T : Température

TG : Triglycéride

UV : Ultra-violet

VIT : Vitamine

% : Pourcentage

Liste des figures

Figure 1: Morphologie de la plante P. Oleracea	3
Figure 2: Les différentes parties de la plante P. Oleracea.....	4
Figure 3: Graines de soja avant et après séchage	7
Figure 4: Structure d'isoprène.....	11
Figure 5: Exemples de structures de monoterpènes	11
Figure 6: Exemples de structures de sesquiterpènes	12
Figure 7: Exemples de structures des composés aromatiques	13
Figure 8: Schéma d'un montage d'hydrodistillation	15
Figure 9 : Schéma d'un montage de soxhlet	16
Figure 10 : Schéma d'un montage de macération	17
Figure 11 : Formule générale de triglycéride	19
Figure 12 : Constituants des huiles végétales	20
Figure 13: Schéma d'un montage Soxhlet	25
Figure 14 : Dispositif d'hydro-distillation.	25
Figure 15: Dispositif de décantation.	26
Figure 16: Appareil évaporateur rotatif.....	27
Figure 17 : Pycnomètre	28
Figure 18: Réfractomètre	29
Figure 19 : pH mètre	32
Figure 20 : Spectrophotomètre UV-Visible	33
Figure 21: Spectrophotomètre IR-ATR	34
Figure 22 : Huile essentielle de la plante Portulaca oleracea.....	35
Figure 23 : Spectre IR de l'huile essentielle de P. oleracea	38
Figure 24: Variation de la densité des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE	39
Figure 25: Variation de la densité des échantillons d'huiles en fonction de temps de stockage	40
Figure 26: Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE.....	40
Figure 27: Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction en fonction du temps de stockage.....	41

Figure 28: Variation de l'IA des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE	42
Figure 29: Variation de l'indice d'acide des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.....	42
Figure 30: Variation de l'IP des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE	43
Figure 31: Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.....	44
Figure 32: Variation de l'absorbance des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage à 232 nm.....	44
Figure 33 : Variation de l'absorbance des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage 270 nm.....	45
Figure 34: Spectre IR d'huile de soja.	46
Figure 35 : spectre IR de l'huile essentielle de P. Oleracea	46
Figure 36: Variation de spectre IR des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE	47
Figure 37: Variation de spectre IR des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE après 15 j.....	48
Figure 38: Variation de spectre IR des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE après 30 j.....	48

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification de P. Oleracea	5
Tableau 2 : Teneur en minéraux, en vitamine, en AG et en nutriment de P. Oleracea.....	6
Tableau 3 : Composition des graines de soja.....	7
Tableau 4 : Composition chimique en acide gras de l'huile de soja.....	8
Tableau 5 : Caractéristiques physico-chimique de l'huile de soja.....	8
Tableau 6 : Produits chimiques utilisées.....	23
Tableau 7 : les différentes concentrations en pourcentage des mélanges	34
Tableau 8 : Rendement des HE de la P. Oleracea obtenus par hydrodistillation et soxhlet en utilisant deux solvants différents.....	35
Tableau 9 : Propriétés organoleptiques de l'HE de la plante P. Oleracea	36
Tableau 10 : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR de l'huile essentielle de P. Oleracea	38
Tableau 11 : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR de l'huile de soja et HE.....	47
Tableau 12 : Position et identification de bandes observées par IR d'huile pour les pourcentages HS/HE	49
Tableau 13 : Les paramètres optimales l'huile de soja enrichie par l'huile extraite	49

Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction générale.....	1

Chapitre I : Généralités sur l'espèce végétale étudiée

I.1. Introduction.....	3
I.2. Généralités sur l'espèce végétale étudiée	3
I.2.1. Pourpier (Portulaca Oleracea).....	3
I.2.1.1. Description de la plante.....	3
I.2.2.2. Caractéristiques de la plante	4
I.2.2.3. Classification botanique.....	5
I.2.2.4. Composition chimique	5
I.2.2.5. Utilisation du Portulaca Oleracea	6
I.2.2. Soja	6
I.2.2.1. Description de soja.....	6
I.1.2.2. Composition chimique	7
I.2.2.3. Huile de soja raffinée	7
I.2.2.3.1. Composition d'une huile de soja raffinée	7
I.2.3.2. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja raffinée.....	8

Chapitre II : Généralités sur les huiles

II.1. Introduction	9
II.2. Huiles essentielles.....	9
II.2.1. Définition des huiles essentielles.....	9
II.2.2. Localisation des huiles essentielles	10
II.2.3. Propriétés physiques des huiles essentielles	10
II.2.4. Composition chimique des huiles essentielles.....	10
II.2.5. Facteur de qualité des huiles essentielles	13
II.2.5.1. Espèce botanique	13
II.2.5.2. Organe producteur	13
II.2.5.3. Origine géographique	13
II.2.5.4. Mode de culture	14

II.2.5.5. Chémotype.....	14
II.2.5.6. Mode d'extraction.....	14
II.2.6. Méthodes d'extraction des huiles essentielles	14
II.2.6.1. Hydrodistillation	14
II.2.6.2. Extraction par soxhlet.....	15
II.2.6.3. Macération	16
II.2.7. Domaines d'application des huiles essentielles	17
II.2.8. Toxicité des huiles essentielles	18
II.2.9. Conservation des huiles essentielles	18
II.3. Huiles végétales	19
II.3.1. Définition des huiles végétales	19
II.3.2. Classification des huiles végétales	19
II.3.3. Composition chimiques des huiles végétales	20
II.3.4. Caractéristiques des huiles végétales	21
II.3.4.1. Propriétés physique.....	21
II.3.4.2. Propriétés chimique	21
II.4. La chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC)	21
II.5. Procédures d'enrichissement de l'huile de soja.....	22
II.5.1. Infusion.....	22
II.5.2. Co-traitement	22
II.5.3. Enrichissement par extraction	22
II.5.4. Enrichissement assistée par ultrason	22

Chapitre III : Matériels et méthodes

III.1. Introduction	23
III.2.1. Matériels et produits chimiques	23
III.2.2. Matériels végétales	24
III.3. Extraction des huiles essentielles de Potulaca Oleracea	24
III.3.1. Extraction au Soxhlet	24
III.3.2. Hydro-distillation	25
III.3.2.1. Décantation.....	26
III.3.2.2. Evaporation du solvant.....	26
III.3.3. Calcul de rendement en huiles essentielles.....	27
III.4. Analyses physico-chimiques	28
III.4.1. Analyses physiques	28
III.4.1.1. Densité.....	28

III.4.1.2. Indice de réfraction.....	29
III.4.2. Analyses chimiques.....	30
III.4.2.1. Indice d'acide	30
III. 4.2.2. Indice de peroxyde	31
III.4.2.3. Mesure de pH	32
III.5. Analyses spectroscopiques.....	32
III.5.1. Spectrophométrie UV-Visible.....	32
III.5.2. Spectrophométrie Infrarouge.....	33
III.6. Enrichissement de l'huile de soja par huile de Portulaca Oleracea.....	34

Chapitre IV: Résultats et discussions

IV.1. Introduction.....	35
IV.2. Extraction de l'huile essentielle de Portulaca Oleracea	35
IV.2.1. Rendement d'extraction	35
IV.2.2. Caractéristiques organoleptique	36
IV.2.3. Caractéristique physico-chimiques	37
IV.2.3.1. Propriétés physiques	37
IV.2.3.2. Propriétés chimiques	37
IV.2.3.3. Analyses spectroscopiques.....	38
IV.3. L'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile extraite de P. Oleracea	39
IV.3.1. Analyses physico-chimiques.....	39
IV.3.1.1. Analyses physiques	39
IV.3.1.2. Analyses chimique	41
IV.3.2. Analyses spectroscopiques.....	44
IV.3.2.1. Spectrophotométrie UV-Visible	44
IV.3.2.2. Spectroscopie Infrarouge	45
IV.3.3. Tableau des paramètres optimales	49
Conclusion générale	50

Références bibliographique

Résumé



Introduction générale

Introduction générale

Depuis des siècles; l'homme a utilisé les plantes pour se nourrir puis se soigner. Il a appris, petit à petit, à reconnaître les plantes comestibles et les plantes toxiques [1].

Selon l'OMS plus de 400 sont des plantes médicinales qui constituent 90% de la médecine traditionnelle. Les plantes médicinales restent la principale source de nouveaux médicaments [2]. Elles sont perçues comme une ressource essentielle pour la recherche de nouvelles molécules indispensables à la création de futurs médicaments [3]. Les plantes sont exploitées dans diverses industries telles que : la parfumerie, l'agro-alimentaire, les cosmétiques et la pharmaceutique [4]. Parmi ces composés on trouve : les alcaloïdes, les flavonoïdes, les hétérosides, les saponosides, les quinones, les vitamines et les huiles essentielles [5].

Les huiles essentielles, qui sont les métabolites secondaires produits dans les différents tissus des plantes médicinales, sont des mélanges complexes de composés volatils tels que les terpènes (Principalement des monoterpènes et des sesquiterpènes), des phénols et les alcools [6]. Grâce à leur composition chimique, les huiles essentielles possèdent de nombreuses activités biologiques (antioxydante, anti-inflammatoire, antimicrobienne, insecticides ... etc.) d'un grand intérêt pour les industries alimentaires (préservation des aliments contre l'oxydation) et cosmétiques, ainsi que dans le domaine de la santé humaine [7].

La valorisation des ressources productrices des huiles essentielles est devenue indispensable. A cet effet, nous nous sommes intéressés à une espèce poussant à l'état spontané au sud algérien, à savoir, la *Portulaca oleracea* et plus particulièrement, les métabolites secondaires ; les huiles essentielles [7].

Le pourpier commun (*Portulaca oleracea*) est une plante membre de Portulacaceae qui comprend plus de 100 espèces d'arbustes succulents. *Portulaca oleracea* est listée par l'OMS parmi les plantes médicinales les plus utilisées et lui a donné le terme « Global Panacea » [8]. Par conséquent, l'étude des effets biologiques du pourpier et de ses substances issues en vue de leurs applications à la santé humaine demeure une tâche intéressante et très utile [4]

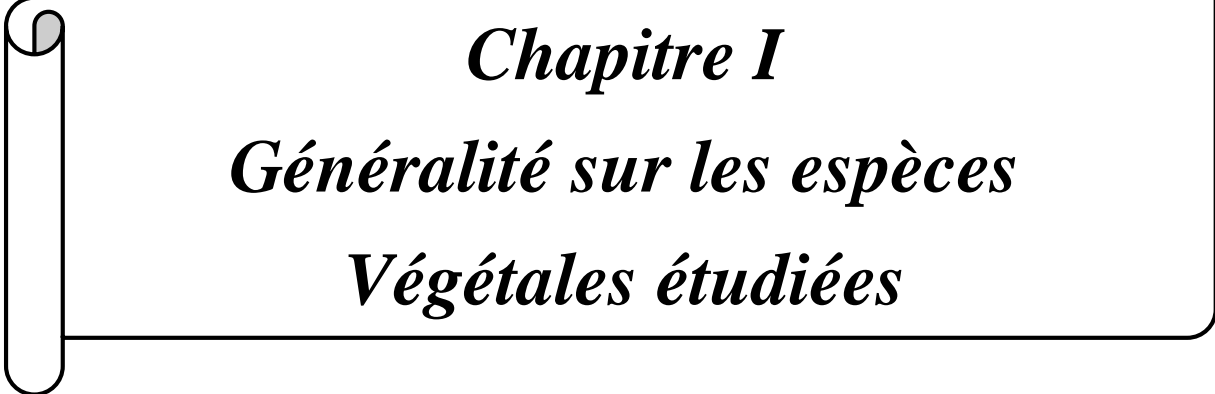
Dans notre travail, nous nous sommes intéressées à l'extraction et la caractérisation physico-chimique et organoleptique de l'huile essentielle de la plante aromatique et médicinale *Portulaca Oleracea*. Par la suite on a étudié son effet antioxydant sur la stabilité oxydative de l'huile de soja.

Ce travail se présente sous forme de quatre chapitres :

Le premier chapitre : représente l'étude bibliographique sur la plante médicinale « *Portulaca oleracea* ».

- Le deuxième chapitre: est consacré à des généralités sur les huiles essentielles et végétales.
- Le troisième chapitre : représente les modes opératoires utilisés pour la détermination des caractéristiques physico-chimique et spectrales de l'huile extraite ; ainsi que l'huile de soja enrichie par l'huile de pourpier.
- Le quatrième chapitre : est consacré aux résultats obtenus et leurs discussions.

Et enfin, on termine cette étude par une conclusion.



Chapitre I
Généralité sur les espèces
Végétales étudiées

I.1. Introduction

La végétation algérienne est riche d'une grande variété de plantes aux qualités odorantes et médicinales. L'usage des plantes médicinales occupe donc une place importante dans la médecine traditionnelle algérienne. 10 % des plantes dans le monde ont fait l'objet de recherches pour leurs propriétés pharmacologiques, malgré leur grande diversité [9].

I.2. Généralités sur l'espèce végétale étudiée

I.2.1. Pourpier (*Portulaca Oleracea*)

Portulaca oleracea est l'une des plantes de jardin les plus répandues dans le monde. La nature succulente de la plante pourrait s'expliquer par sa répartition dans toute l'Eurasie, l'Europe du Sud, l'Asie occidentale, la Chine, l'Inde et le désert du Sahara en Afrique du Nord [10].

On le trouve en Algérie dans les zones agricoles, jardins, et les espaces communs, variété de types de sols, il préfère les sols fertiles, riches en calcaire, humides, calcaires et acides. Pousser dans un sol salé [11].

I.2.1.1. Description de la plante

Portulaca oleracea, également connue sous le nom de pourpier, et également appelée « Redjila ». Environ 40 espèces tropicales et des espèces de climat chaud font partie du genre *Portulaca*. L'Organisation mondiale de la santé a établi la liste des plantes médicinales les plus couramment utilisées, ce qui lui a valu le nom de « Global Panacea » [12]. Il s'agit d'un végétal annuel avec des tiges rampantes mesurant de 10 à 30 cm [13].

Les feuilles sont opposées, rondes et elles ont des fleurs jaunes épaisses (Figure 1). Elles sont solitaires, avec 5 pétales libres avec 6 à 12 étamines. Les grains sont ovales, très petits et généralement noirs [14].



Figure 1: Morphologie de la plante *P. Oleracea*

I.2.2.2. Caractéristiques de la plante

Les caractéristiques de *Portulaca Oleracea* incluent :

- Une tige de forme cylindrique, épaisse, profonde, succulente et entièrement lisse (figure 2), souvent de couleur rougeâtre, mesurant de 0,2 à 0,5 m de longueur [15].
- Des feuilles opposées, parfois alternes, avec un pétiole mesurant entre 1 et 3 mm de long (voir figure 2). Le fruit a une forme obovale, est épais et succulent, mesurant de 0,5 à 2 cm. La dépression longitudinale sur la face supérieure du limbe est caractéristique de la nervure principal.
- Une racine pivotante, de taille épaisse, mesurant entre 2 et 11 cm. À partir des rameaux, de nouvelles racines peuvent se former [15].
- Des fleurs de forme allongée et isolées. Elles sont solides, d'un jaune intense, avec des dimensions allant de 5 à 10 mm de large et de 4 à 6 mm de long (figure 2). Le calice est constitué de deux sépales larges avec une base liée à l'ovaire et une partie supérieure ouverte mesurant entre 3 et 4 mm [16].
- Un fruit qui se présente sous la forme d'une capsule déhiscente, de forme globuleuse avec une taille de 4 à 8 mm et qui renferme de nombreuses graines [17].
- Des graines de forme ovale, de petite taille et habituellement de couleur noire (figure 2), avec des formes orbiculaires et réniformes, avec un diamètre variant de 0,5 à 1 mm [18].



Figure 2: Les différentes parties de la plante *P. Oleracea*

I.2.2.3. Classification botanique

Plus de 100 espèces d'herbes annuelles, à la fois charnues et en forme de vigne, font partie du genre *Portulaca*. Son nom provient du latin *Portula*, qui signifie « petite porte » en raison de la façon dont sa capsule s'ouvre. On peut trouver la classification botanique du pourpier dans le tableau 1.

Tableau 1: Classification de *P. Oleracea* [19]

Règne	Plante
Sous-règne	Tracheobionta
Super division	Spermatophyta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous classe	Caryophyllidae
Ordre	Caryophyllales

I.2.2.4. Composition chimique

Les résultats de l'analyse chimique de *Portulaca oleracea* ont mis en évidence la présence d'une quantité significative de polyphénols. Les études menées sur l'extrait méthanoïque ont permis de déterminer les composés phénoliques totaux qui ont la capacité d'inhiber l'activité des radicaux libres [12].

Différentes études scientifiques ont démontré que l'extrait de *Portulaca oleracea* renferme une grande quantité de flavonoïdes, de coumarines, de glycosides mono-terpènes et d'alcaloïdes [20, 21].

Elle renferme divers minéraux tels que le Ca, le Mg, le K, le Fe, le Na et le P à des concentrations variées à différentes étapes de maturation [22], ainsi que l'acide gras Omega-3 [23]. Les feuilles de *Portulaca oleracea* renferment une grande quantité d'acide alpha-linoléique, d'alpha-tocophérol et d'acide ascorbique, équivalente à celle des feuilles d'épinards [24].

La teneur en minéraux, en vitamine, en AG et en nutriment de pourpier (mg /100 g) est illustrée dans le tableau 2.

Tableau 2 : Teneur en minéraux, en vitamine, en AG et en nutriment de *P. Oleracea* (mg/100g)
[25]

Minéraux	Ca 1500	P 550	Fe 29	Na 55	K 1800	
Vit et AG	Vit A 15 00	Vit B1 0.35	Vit B2 2.4	Vit C 350	α -linoléinique 457	Linoléique 200
Nutriment	Protéines 26 000	Lipides 4 000	Glucides 50 000	Fibres 11 500	Cendres 20 000	

I.2.2.5. Utilisation du *Portulaca Oleracea*

Depuis longtemps, *Portulaca oleracea* est célèbre pour ses nombreuses utilisations. Depuis l'Antiquité, les Romains et d'autres peuples méditerranéens l'ont utilisé comme herbe potagère. Le pourpier est employé dans la préparation de salades, leur conférant un goût piquant qui évoque celui du citron [25].

En outre, elle a été employée en tant que médicament traditionnel pour apaiser diverses affections, telles que les troubles gastro-intestinales, les problèmes respiratoires, l'inflammation du foie, les affections rénales, les ulcères de la vessie, les fièvres, l'insomnie, les inflammations sévères, les maux de tête, etc. On a également employé cette méthode pour soigner les mictions douloureuses, l'entérite et la mammite [26, 27].

Les graines de *Portulaca Oleracea* sont employées en tant que médicament pour traiter les aphtes, l'anosmie et l'enrouement, et elles sont reconnues pour leur effet apaisant, diurétique et vermifuge [28, 29].

I.2.2. Soja

I.2.2.1. Description de soja

Le soja appartient à la famille des Fabaceae, à la sous-famille des Faboideae, à la tribu des Phaseoleae et au genre *Glycine* [30]. La plante provient de Chine [31] et compte plus de 1200 variétés, avec des dimensions allant de 20 à 180 cm [32]. Cependant, ce n'est qu'au cours du dernier siècle que le soja a connu un développement mondial en tant que culture, avec l'utilisation de cette graine en trituration industrielle aux États-Unis, puis en Europe et en Amérique du Sud [30].



Figure 3: Graines de soja avant et après séchage [33]

I.1.2.2. Composition chimique

Le soja est constitué de 8 % d'eau et de 91,4 % de matière sèche. Il renferme des protéines, des lipides, des glucides et des matières minérales sont représentés dans le tableau 3 [34].

Tableau 3 : Composition des graines de soja

Constituants	Protéine	Lipides	Glucides	Matière minérale
Poids totales	34.3 %	18.7 %	31.6 %	4.5 %
Pois sec	40-45 %	17-22 %	38.7 %	5.1 %

I.2.2.3. Huile de soja raffinée

L'huile de soja présente une fluidité et une teinte jaune plus ou moins foncée en fonction de la nature des graines et des méthodes d'extraction. Fraîche, elle dégage une saveur assez intense de haricot qui diminue progressivement [35].

I.2.2.3.1. Composition d'une huile de soja raffinée

L'huile de soja se distingue par sa faible teneur en acides gras saturés, sa richesse en acides gras insaturés, en acide linoléique (50 à 60 %) et en acide oléique (20 à 30 %), ainsi que son teneur élevée en tocophérols (10 à 170 mg pour 100 g).

Cependant, elle renferme également une quantité importante d'acide l-linolénique (5 à 9 %), ce qui entraîne une certaine fragilité à chaud, et elle ne renferme pas de cholestérol [36]

Tableau 4 : Composition chimique en acide gras de l'huile de soja

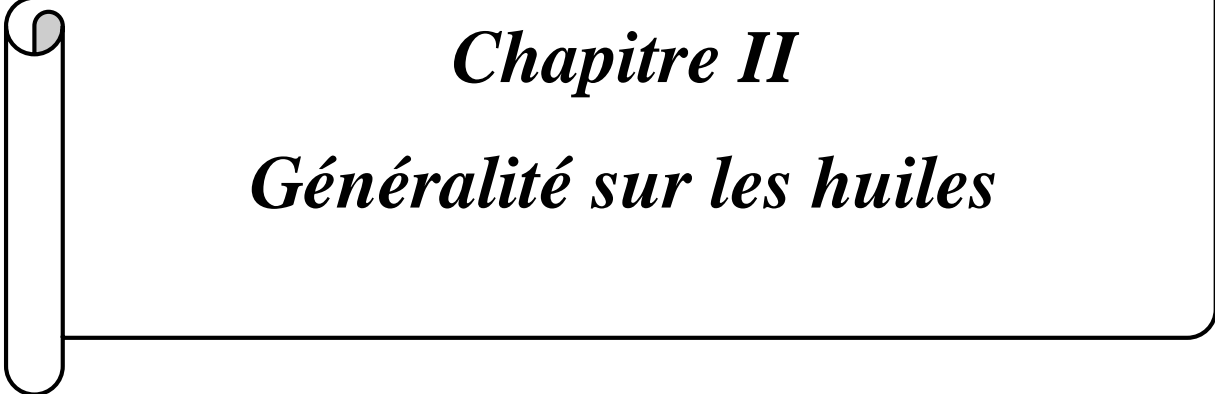
Acides gras	Teneur (%)
Acide Myristique (C14 :0)	<0,5
Acide Palmitique (C16 :0)	7 à 12
Acide Stéarique (C18 :0)	2 à 5,5
Acide Oléique (C18:1)	20 à 50
Acide Linoléique (C18 :2)	35 à 60
Acide linoléique (C18 :3)	2 à 13
Acide arachidonique (C20 :0)	1,0

I.2.3.2. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja raffinée

Les caractéristiques physiques et chimiques de l'huile de soja sont représentées dans le tableau 5 [36].

Tableau 5 : Caractéristiques physico-chimique de l'huile de soja

Densité relative (20C°/eau à 20C°)	0,919 – 0,925
Indice de réfraction (%)	1,466 – 1,470
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	189 – 195
Indice d'iode (g/100g d'huiles)	120 – 143
Insaponifiable	Au max 15 g/Kg



Chapitre II
Généralité sur les huiles

II.1. Introduction

Les plantes ont été utilisées par l'homme depuis les temps les plus anciens non seulement pour se nourrir, se vêtir, se parfumer, se chauffer, mais aussi pour se soigner [7].

Effectivement, les plantes contiennent différentes substances chimiques qui ont une structure, un rôle et une utilisation différents. Ces substances font partie des composants du métabolisme primaire ainsi que ceux du métabolisme secondaire, appelés principes actifs [38].

Les huiles essentielles, également appelées essences végétales, sont parmi les principes actifs les plus importants en raison de leurs nombreuses et variées utilisations. Leurs caractéristiques physiques et leur composition les distinguent des huiles grasses, car elles se volatilisent à la chaleur et que les taches sur le papier sont passagères [39].

II.2. Huiles essentielles

II.2.1. Définition des huiles essentielles

Les huiles essentielles (HE) ou les essences végétales sont des composés volatils odorants présents dans les végétaux de supérieurs, qui dégagent une odeur distinctive. Il s'agit de composés huileux, donc hydrophobes, issus de matières végétales, que ce soit par distillation à la vapeur d'eau, expression, enfleurage ou infusion.

La pharmacopée française fournit une définition officielle des huiles essentielles : « Produits de composition généralement assez complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou moins modifiés au cours de la préparation. Pour extraire ces principes volatils, il existe divers procédés. Deux seulement sont utilisables pour la préparation des essences officinales : celui par distillation dans la vapeur d'eau de plantes à essences ou de certaines de leurs organes, et celui par expression » [40].

Le mot "huile" est issu de la visqueuse nature des substances volatiles, qui sont essentielles. Représente la nature des parfums que les plantes dégagent. Les huiles essentielles sont aussi connues sous le nom de :

- Essences
- Essences végétaux
- Huiles volatiles
- Les parfums

II.2.2. Localisation des huiles essentielles

Aujourd'hui, il y a environ 3000 huiles essentielles disponibles, dont environ 300 sont réellement commercialisées, principalement utilisées dans le domaine des arômes et des parfums [41].

Les huiles essentielles se trouvent dans tous les organes de la plante : feuilles, fleurs, racines, graines, écorces, bois. La composition de l'HE (qualitative et quantitative) peut varier selon sa localisation dans la plante [41].

II.2.3. Propriétés physiques des huiles essentielles

Les huiles essentielles partagent plusieurs caractéristiques physiques [42] :

- Les huiles essentielles sont volatiles.
- Les huiles essentielles sont des liquides à température ambiante.
- Elles ne sont que très rarement colorées (ce sont généralement des liquides incolores ou jaune pâle, il existe cependant quelques exceptions exemple, l'huile essentielle à azulène qui est de coloration bleue).
- Leur densité est en général inférieure à celle de l'eau.
- Elles ont un indice de réfraction élevé et la plupart dévient la lumière polarisée.
- Sont solubles dans les solvants organiques usuels.
- Les huiles essentielles possèdent une structure chimique extrêmement complexe.
- L'odeur et la saveur des HE sont principalement influencées par les composés oxygénés.

II.2.4. Composition chimique des huiles essentielles

La composition chimique des essences est complexe et peut varier selon l'organe, les facteurs climatiques, la nature du sol, les pratiques culturales et le mode d'extraction. Les huiles essentielles sont un mélange de constituants qui appartiennent à trois catégories de composés : terpéniques et variés.

❖ Terpènes

Les terpènes sont des hydrocarbures formés par assemblage de deux ou plusieurs unités isoopréniques. Ce sont des polymères de l'isoprène de formule brute $(C_5H_8)_n$.

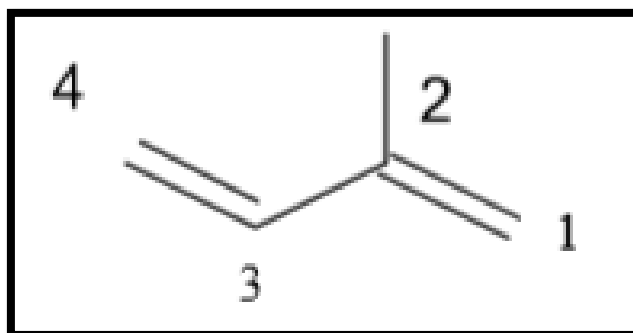


Figure 4: Structure d'isoprène [43]

Les huiles essentielles contiennent particulièrement des monoterpènes, des sesquiterpènes et peu souvent de diterpènes.

Quelques structures de mono terpènes et sesquiterpène sont représentées sur les figures 5 et 6.

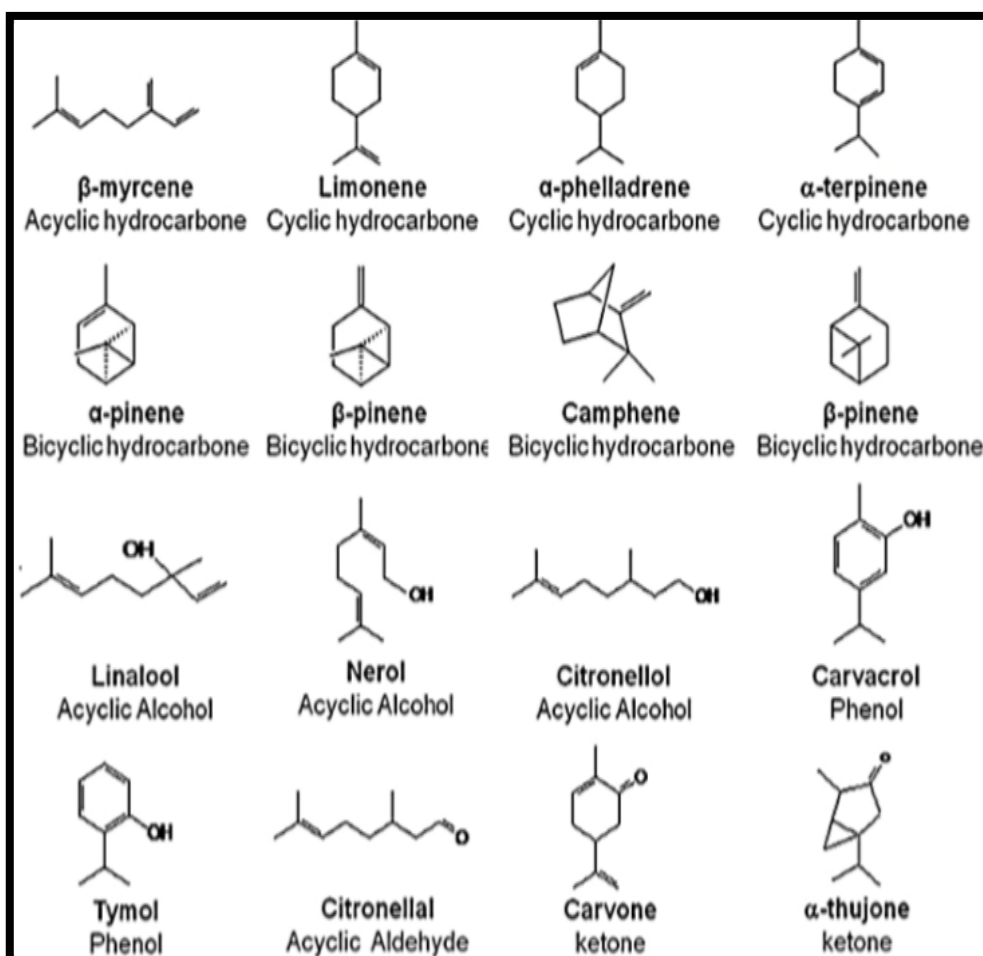


Figure 5: Exemples de structures de monoterpènes [43]

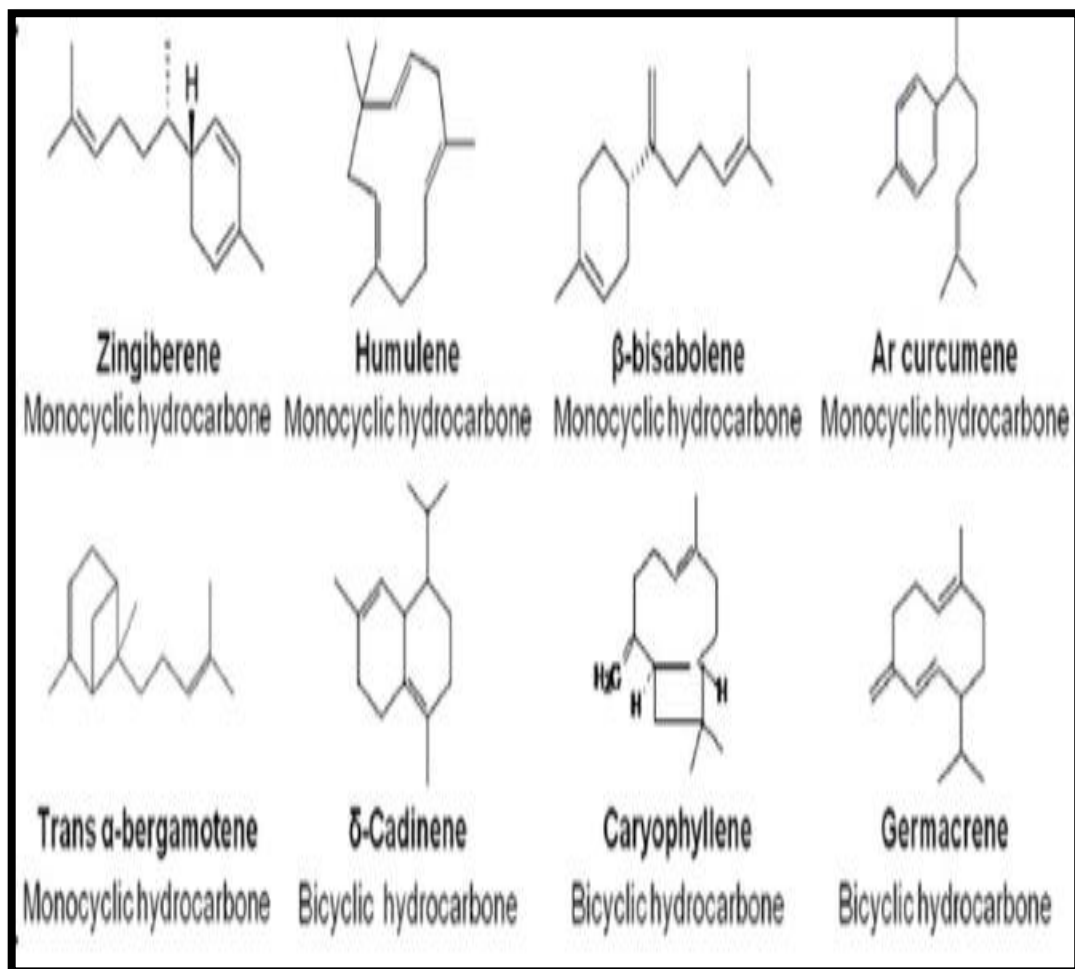


Figure 6: Exemples de structures de sesquiterpènes [43]

❖ Composés aromatiques

Les composés aromatiques dérivés du phénylpropane (C₆-C₃) sont une autre catégorie de composés volatils couramment rencontrés. Ceux-ci sont bien moins nombreux que les précédents. Souvent, il s'agit d'allyles et de propénylphénols, parfois d'aldéhydes. Les huiles essentielles contiennent également des composés en (C₆-C₁) tels que la vanilline ou l'anthranilate de méthyle. Ils se rencontrent plus souvent dans les huiles essentielles d'Apiécée (persil, anis, fenouil, etc.) et sont typiques de celles du clou de girofle, de la vanille, de la cannelle, du basilic, de l'estragon, etc [44].

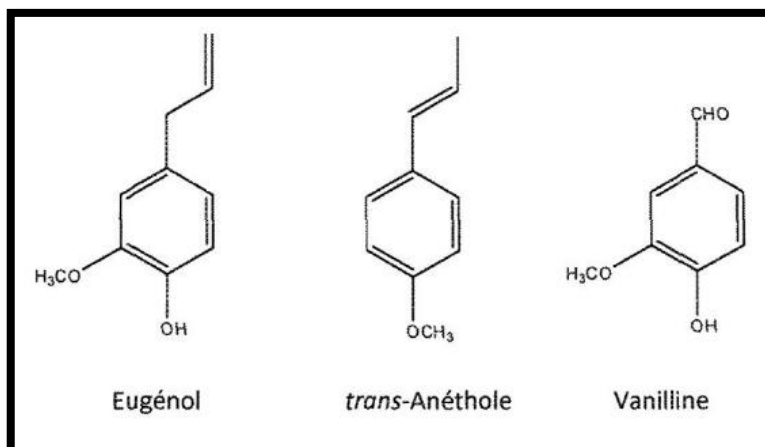


Figure 7: Exemples de structures des composés aromatiques [43]

❖ Divers composés d'origine

Un grand nombre de produits sont produits par la transformation de molécules non volatiles provenant de la dégradation des terpènes non volatils, tels que les carotènes ou les acides gras tels que les acides linoléiques et α -linoléiques, en (3 cis hexanol, décanal et β -ionone) [45].

II.2.5. Facteur de qualité des huiles essentielles

Aujourd'hui, après une longue réflexion et de nombreux travaux de spécialistes, un ensemble de critères qualitatifs sont reconnus comme garants d'une huile essentielle de qualité. Il est nécessaire de prendre en compte six critères pour évaluer la qualité des huiles essentielles :

II.2.5.1. Espèce botanique

Selon la nomenclature internationale, la certification botanique doit être affichée sous son nom latin, en indiquant le genre, l'espèce et la sous-espèce [46].

II.2.5.2. Organe producteur

Selon la partie de la plante distillée, il peut exister plusieurs huiles essentielles pour la même plante avec des compositions chimiques et des activités différentes [46].

II.2.5.3. Origine géographique

Cela permet de connaître l'environnement dans lequel grandit la plante et de caractériser ainsi l'huile essentielle obtenue. Il y a des différences de composition chimique selon le pays d'origine. Une même plante grandissant dans des lieux différents avec changement de situation géographique (altitude et latitude), avec variation de la nature du sol, peut produire des huiles essentielles différentes [46].

II.2.5.4. Mode de culture

Il définit si la plante est cultivée ou sauvage, les plantes doivent provenir de culture sauvage, biologique, ou traditionnelle sans utilisation de pesticide ou autre produit chimique. Il est nécessaire de cultiver les plantes dans leurs biotopes d'origine [46].

II.2.5.5. Chémotype

Il détermine la substance aromatique qui révèle les principales propriétés thérapeutiques de l'huile essentielle. Les différentes variétés botaniques peuvent générer des huiles essentielles de compositions chimiques variées en fonction de leur origine, de leur pays, de leur climat et de leur sol. Il existe de vingt-cinq à cent molécules biochimiques différentes dans une huile essentielle. La polyvalence d'action des huiles essentielles est expliquée par ce fait [46].

II.2.5.6. Mode d'extraction

La méthode d'extraction est principalement déterminée par la nature de la drogue végétale, son état et ses caractéristiques. Ce choix influence de nombreuses caractéristiques de l'huile essentielle, telles que sa viscosité, sa couleur, sa solubilité, sa volatilité, ainsi que son enrichissement ou son appauvrissement en certains composés [46].

II.2.6. Méthodes d'extraction des huiles essentielles

Pour obtenir une huile essentielle parfaitement utilisable, il est indispensable de maîtriser les connaissances botaniques précises qui permettront de sélectionner la bonne plante aromatique, au bon endroit, à la bonne époque, pour en extraire l'huile essentielle désirée. Il existe plusieurs méthodes d'extraction, elles sont choisies en fonction de la partie de la plante où se trouve l'huile essentielle, ainsi que de la qualité et de sa valeur thérapeutique de chaque procédé résulte un produit différent [47].

Nous pouvons procéder à l'extraction Plusieurs procédés. Nous en citons quelques-uns et nous ne développerons donc ici que les méthodes les plus utilisées : Hydrodistillation, le soxhlet et la macération ...

II.2.6.1. Hydrodistillation

L'hydrodistillation est la méthode la plus simple et la plus ancienne, consiste à immerger directement le matériel végétal à traiter dans un alambic rempli d'eau qui est ensuite portée à l'ébullition (Figure 8). Les vapeurs hétérogènes sont condensées sur une surface froide et l'huile essentielle se sépare par différence de densité. Elle est généralement conduite à pression atmosphérique, le principe de cette technique correspond à une distillation hétérogène [48].

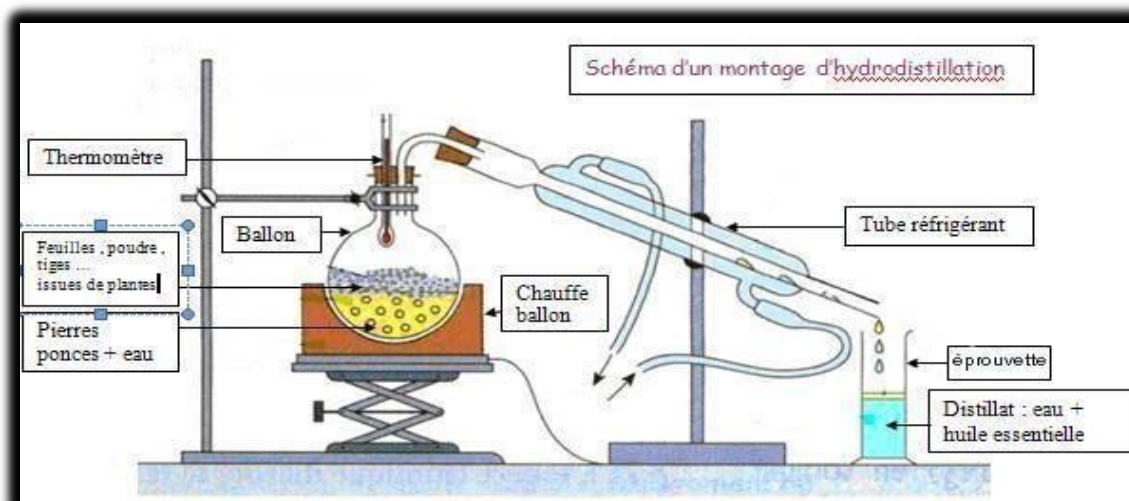


Figure 8: Schéma d'un montage d'hydrodistillation [48]

II.2.6.2. Extraction par soxhlet

L'extraction par soxhlet est une technique générale bien établie, qui dépasse les performances des autres techniques conventionnelles d'extraction, excepté dans le cas de l'extraction des composés thermolabiles. Dans un système conventionnel de soxhlet, la matière végétale est placée dans une cartouche, et remplie de solvant frais condensé à partir d'un ballon à distiller. Quand le liquide atteint le niveau de débordement, un siphon aspire la solution de la cartouche et la décharge de nouveau dans le ballon à distiller, portant les corps dissous extraits dans le liquide en bloc. Dans le ballon, le corps dissous (soluté) est séparé du solvant par distillation.

Le soluté reste dans le flacon et le solvant frais passe de nouveau dans le lit du solide. L'opération est répétée jusqu'à ce que l'extraction complète soit réalisée. L'extraction par soxhlet dépend fortement des caractéristiques de la matrice solide et de la dimension des particules vu que la diffusion interne est souvent l'étape limitant pendant l'extraction [49].

Le schéma du montage soxhlet est représenté sur la figure 9.

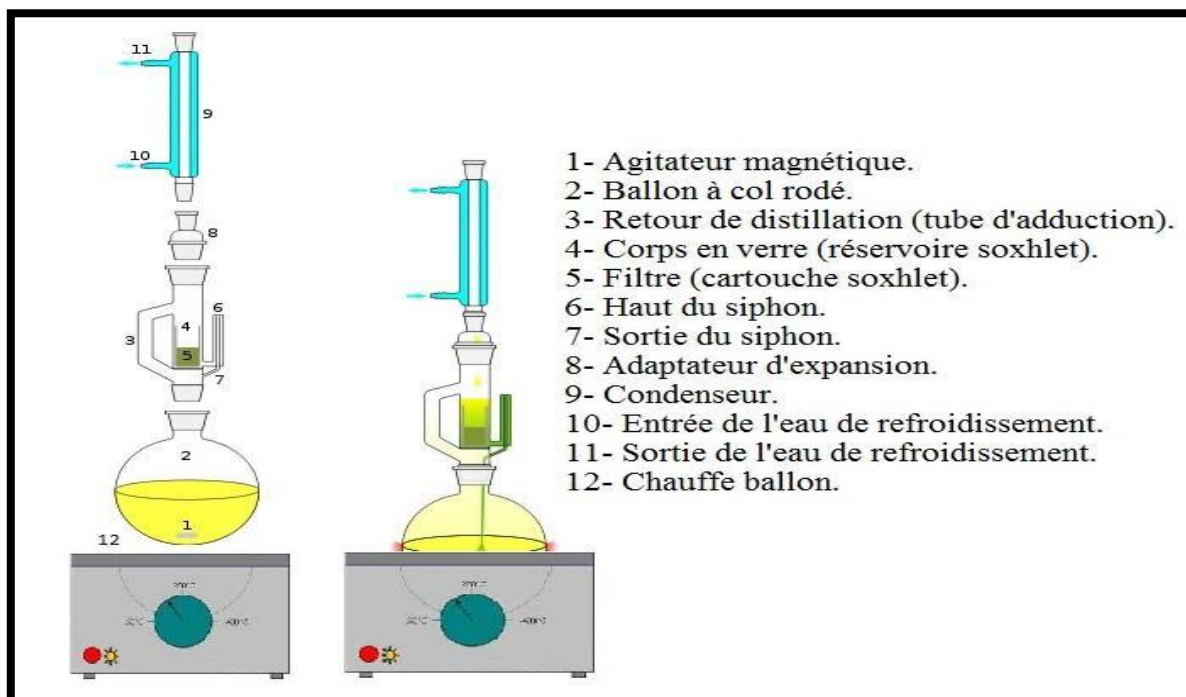


Figure 9 : Schéma d'un montage de soxhlet [49]

II.2.6.3. Macération

La macération est un procédé qui consiste à laisser séjourner un solide dans un liquide froid pour en extraire les composés solubles, ou bien pour qu'il absorbe ce liquide afin d'en obtenir le parfum ou la saveur, pour le conserver ou pour qu'il s'y décompose. La macération peut se faire dans une solution alcoolique (macération alcoolique), de l'eau, de l'huile [50].

• Principe

La macération est un procédé d'extraction solide-liquide discontinu qui consiste à laisser tremper le solide dans un solvant à température ambiante, pour en extraire les constituants solubles. La matière végétale est mise dans un bécher, rempli d'un solvant organique, où l'eau est sous agitation pendant 3 heures, pour bien macérer.

Après filtration, le résidu peut être remis dans le récipient d'extraction avec une nouvelle portion de solvant, le processus est répété plusieurs fois au besoin. Lorsque la macération est effectuée dans l'eau, l'isolement du composé nécessite l'extraction de la phase aqueuse par un solvant organique [50].

Le schéma du montage de macération est représenté sur la figure 10.

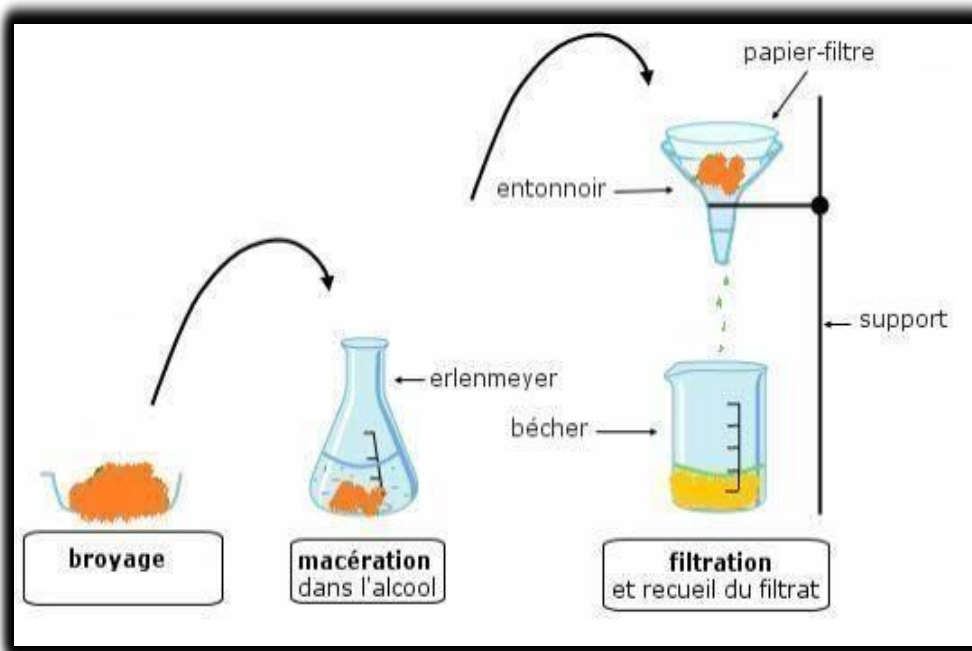


Figure 10 : Schéma d'un montage de macération [51]

II.2.7. Domaines d'application des huiles essentielles

Les plantes et leurs essences sont très intéressantes en pharmacie (puissance antiseptique, analgésique, antispasmodique, apéritif, antidiabétique...), en alimentation (activité antioxydante et aromatisant), en parfumerie et en cosmétique (propriété odoriférante). Les huiles essentielles sont vendues et employées dans différents secteurs industriels, tels que la pharmacie, la cosmétologie et l'aromathérapie.

▪ Pharmacie

Plus de la moitié des médicaments utilisent des composants actifs provenant de plantes. On utilise principalement les essences des plantes dans la préparation d'infusion (verveine, thym, menthe...) et dans des préparations galéniques.

De la même manière, elles permettent de dissimuler l'odeur désagréable des médicaments ingérés par voie orale grâce à leurs propriétés aromatisants. De nombreux médicaments sont également disponibles en pharmacie, tels que le jasmin, la violette et la verveine [52].

▪ Agro-alimentaire

Les HE sont employés quotidiennement dans les préparations culinaires (ail, laurier, thym...). Elles sont également très prisées en liquoristerie (boissons anisées, kummel) et en confiserie (bonbons, chocolat, ...). Leur pouvoir antioxydant leur permet de conserver les aliments en évitant les moisissures [53].

▪ **Cosmétologie et parfumerie**

Les HE sont prisés dans le domaine des parfums et des cosmétiques en raison de leur capacité à apporter une odeur agréable. L'industrie de la parfumerie utilise des quantités considérables d'essences (60%), notamment celles de rose.

De nombreuses huiles essentielles sont utilisées pour dissimuler les odeurs (souvent désagréables) des produits purs [54].

▪ **Aromathérapie**

L'aromathérapie est une médecine alternative où les huiles essentielles jouent un rôle crucial car elles ont de nombreux effets curatifs. Elles sont donc de plus en plus utilisées dans différentes disciplines médicales comme : l'acupuncture, la masso-kinésithérapie, l'ostéopathie, la podologie, la rhumatologie et l'esthétique notamment [55].

II.2.8. Toxicité des huiles essentielles

Selon les recherches scientifiques, il est démontré que les huiles essentielles peuvent être toxiques. Il convient toutefois de noter que cette valeur diffère en fonction de la voie d'exposition et de la dose administrée. Il semble que les huiles essentielles ne soient toxiques par ingestion que si elles sont consommées en quantités importantes et en dehors du cadre habituel d'utilisation. Si des concentrations élevées sont appliquées, les huiles ne seront toxiques par contact [56].

II.2.9. Conservation des huiles essentielles

Trois facteurs importants interviennent dans la bonne conservation des huiles essentielles [57]:

▪ **Température**

Les huiles essentielles doivent être conservées à une température basse (entre 08°C et 25°C), à l'écart de toute source de chaleur, car elles sont fragiles.

▪ **Oxygène de l'air**

Il est important de remplir complètement les flacons et de les fermer de manière étanche, car les composants essentiels des huiles essentielles et des huiles végétales sont facilement oxydables. Il est possible d'ajouter des antioxydants.

▪ **Lumière**

Il est préférable de les conserver dans l'obscurité, toujours à l'abri de la lumière et dans leur emballage en verre brun. La durée de stockage autorisée est de 2 à 5 ans.

II.3. Huiles végétales

II.3.1. Définition des huiles végétales

L'huile est utilisée depuis des siècles, bien que les matières grasses utilisées par l'homme proviennent de la graisse fondue des animaux. La première utilisation de l'huile n'avait pas de vocations alimentaires, il s'agissait bien souvent de combustible servant à l'éclairage.

Une huile est une substance organique insoluble dans l'eau ; elle est formée essentiellement de triglycéride, c'est-à-dire TG [58].

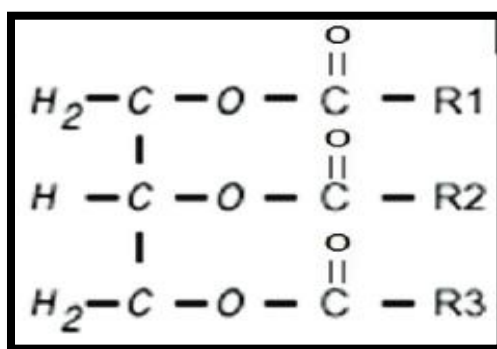


Figure 11 : Formule générale de triglycéride

On les différencie généralement par leur point de fusion ; les huiles sont liquides à 15°C, tandis que les MG sont plus ou moins solides à cette température. Les huiles proviennent soit des fruits (olive et palme), soit des graines oléagineuses (arachide, soja, tournesol, etc.) [59].

Les huiles peuvent être obtenues après lavage et broyage, par des procédés mécaniques (trituration) mettant en jeu de fortes pressions et éventuellement un chauffage, ou par des procédés chimiques (extraction à l'aide d'un solvant comme l'hexane).

L'opération technologique dite « raffinage » permet d'éliminer les produits indésirables qui peuvent se trouver dans la matière brute extraite [60].

II.3.2. Classification des huiles végétales

Les différentes catégories d'huiles alimentaires sont classées en fonction de leur état physique :

- **Huiles végétales fluides**

Huiles d'arachides, de colza, de germe de maïs, de tournesol, de soja, d'olive, de noix et de pépins de raisin. Coprah (provenant de la noix de coco), huile de palme [61].

▪ Huiles végétales concrètes (graisse)

Les huiles végétales sont des sources privilégiées de macronutriments essentiels tels que l'acide linoléique (comme l'oméga 6) et l'acide alpha-linoléique (comme l'oméga 3), ainsi que de micronutriments tels que la vitamine E et les phytostérols [62].

II.3.3. Composition chimiques des huiles végétales

Les huiles végétales se composent principalement de triglycérides (98-99 %) connus sous le nom de fraction saponifiable et d'une fraction relativement faible appelée fraction insaponifiable. D'autres composés de faible proportion peuvent également être présents dans ces corps gras, tels que les phospholipides, les cires, les phytostérols, la chlorophylle, les caroténoïdes et les produits de dégradation provenant de la dégradation des triglycérides apparaissent [63].

Certains éléments essentiels sont présents dans les huiles : les acides gras essentiels et les vitamines liposolubles. Une partie des huiles contient des acides gras saturés et des acides oléiques, comme l'huile d'olive, tandis que d'autres contiennent des acides gras polyinsaturés, comme l'huile de soja [64].

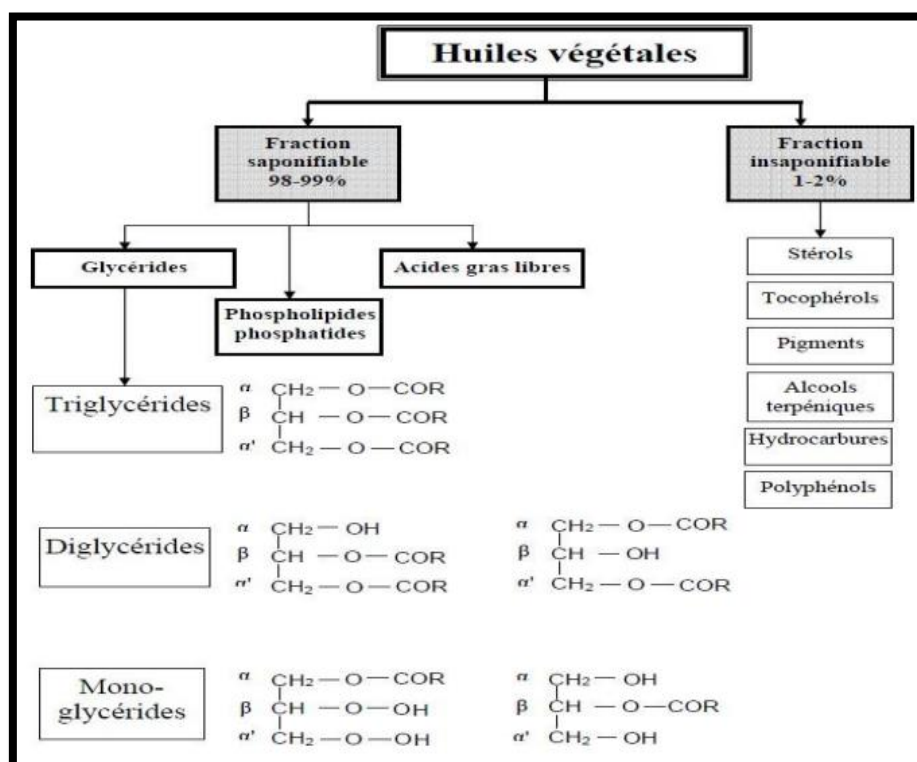


Figure 12 : Constituants des huiles végétales

II.3.4. Caractéristiques des huiles végétales

II.3.4.1. Propriétés physique

- **Viscosité**

Les acides gras et les triglycérides ont une viscosité qui est en relation avec leurs structures (longueur de la chaîne et saturation). Le poids moléculaire augmente et la température augmente, tandis que le nombre d'insaturation (doubles liaisons) et la température diminuent.

- **Densité**

La densité est le rapport de masse d'un certain volume d'huile par la masse du même volume d'eau distillée. Elle doit être toujours inférieure à 1 [65].

- **Solubilité**

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau et généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène [66].

II.3.4.2. Propriétés chimique

- **Hydrogénation**

En présence de catalyseurs, l'hydrogénation des acides gras insaturés se produit sous haute pression (de 100 à 200 bars) et à une température allant de 200 à 400 °C [67].

- **Hydrolyse**

L'hydrolyse de corps gras conduit à la libération d'un ou de plusieurs acides gras fournissant du glycérol et un mélange de carboxylates (de sodium et de potassium). La réaction peut se faire par l'acide sulfurique ou par voie enzymatique [68].

- **Saponification**

La saponification consiste à neutraliser les acides gras essentiels à l'aide de bases (KOH et NaOH). La longueur des AG est inversement liée à l'indice de saponification [68].

II.4. La chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC)

C'est une technique basée sur la séparation préliminaire des classes fonctionnelles de l'huile par HPLC et ensuite par injection des fractions obtenues sur GC et aussi utilisée dans l'analyse des arômes et des huiles [37].

II.5. Procédures d'enrichissement de l'huile de soja

Il y a plusieurs méthodes pour enrichir l'huile de soja :

II.5.1. Infusion

La macération et l'extraction solide-liquide sont des méthodes qui permettent de dissoudre la matière végétale solide dans la phase huileuse. Il faut beaucoup de temps pour réaliser ce type d'enrichissement afin d'extraire les composés d'intérêt, qu'ils soient saveur ou bioactifs, dans la phase huileuse, en fonction de la solubilité de chaque composé [69, 70].

II.5.2. Co-traitement

Cela implique d'ajouter de l'herbe ou d'autres éléments végétaux à la pâte de soja avant de la malaxer, et cela peut être facilité grâce à l'utilisation d'ultrasons avant de malaxer la pâte de soja [71].

II.5.3. Enrichissement par extraction

Les étapes principales du protocole d'enrichissement des huiles comestibles par extraction sont : l'extraction des composés ciblés à partir de la matière première, comme les herbes ou les feuilles d'olivier. Par la suite, l'ajout de l'extrait obtenu à l'huile est effectué [69, 70].

Ce type de procédure nécessite la dissolution de l'extrait dans un solvant généralement l'éthanol avant son incorporation dans l'huile.

II.5.4. Enrichissement assistée par ultrason

La diffusion des composés fonctionnels dans l'huile de soja est favorisée par l'utilisation de micro-ondes et plus souvent d'ultrasons, grâce à l'effet mécanique de la cavitation. De plus, cela accélère l'extraction de composés aromatiques ou bioactifs dans l'huile de soja. Ainsi, le temps de traitement est diminué et le rendement est amélioré [72, 73].

Au cours des dernières années, diverses recherches ont employé l'huile de soja comme un solvant pour extraire les substances d'intérêt à partir de diverses matrices végétales et cette extraction est favorisée et accélérée par l'application des ultrasons [74].



Chapitre III

Matériels et Méthodes

III.1. Introduction

La présentation des équipements et des méthodes utilisées dans notre étude est abordée dans ce chapitre III concerne l'extraction de l'huile essentielle de la plante de *Portulaca oleracea* (pourpier) à partir des graines, la caractérisation physico-chimique de cette huile, ainsi que l'étude de son effet antioxydant sur la stabilité oxydative de l'huile de soja.

III.2. Produits chimiques et matériels utilisés

III.2.1. Matériels et produits chimiques

Les produits chimiques utilisés sont nommés et classés dans les tableaux 6 avec quelques caractéristiques.

Tableau 6 : Produits chimiques utilisées

Produit chimique	Formule chimique	Masse molaire (g/mol)	Marque
Hydroxyde de potassium	KOH	55.11	CHEM-LEB NV
Acide chlorhydrique	HCl	36.46	Honeywell
Acide acétique	C ₂ H ₄ O ₂	60.05	Honeywell
Éthanol	C ₂ H ₆ O	46.07	SIGMA-ALDRICH
Hexane	C ₆ H ₁₄	86.18	Honeywell
Acétone	C ₃ H ₆ O	58.08	SIGMA-ALDRICH
Chloroforme	CHCl ₃	119.38	BIOCHEM
Iodure de potassium	KI	166.00	SIGMA-ALDRICH
Thiosulfate de sodium	Na ₂ S ₂ O ₃	158.11	CARLO ERBA
Phénolphtaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318.32	BIOCHEM
Amidon	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	162.00	BIOCHEM
Réactif de Wijs	ICI	162.35	BIOCHEM
Ether de pétrole	C ₁₆ H ₁₄	86.178	BIOCHEM

III.2.2. Matériels végétales

- **Huile essentielle des graines de la plante de Portulaca Oleracea**

L'huile essentielle des graines de la plante Portulaca oleracea utilisée pour l'enrichissement a été extraite par la technique de soxhlet et hydro-distillation.

Les graines ont été bien nettoyées, puis broyées en poudre à l'aide d'un broyeur électrique et stockées à l'abri de la lumière.

- **Huile de soja**

L'huile de soja utilisée dans cette étude est une huile commerciale d'origine de Cevital Bejaia.

III.3. Extraction des huiles essentielles de Potulaca Oleracea

L'HE de la Portulaca Oleracea a été obtenu par deux techniques d'extraction :
L'hydro-distillation et le soxhlet.

III.3.1. Extraction au Soxhlet

L'extraction par l'appareil soxhlet, est une méthode simple qui permet d'effectuer une extraction solide-liquide avec une grande efficacité.

- ❖ **Mode opératoire**

On introduit une quantité de 50g de P. Oleracea (graines) dans une cartouche qui sera exposé au solvant d'extraction (300 ml d'eau distillée) mené à une température d'évaporation de 100°C. Après environ 8 cycles d'extractions, la cartouche est retirée et le solvant chargé d'extrait de la plante est récupéré pour être concentré à sec sous vide à l'aide d'un évaporateur rotatif.

Le schéma du montage soxhlet est représenté sur la figure 13



Figure 13: Schéma d'un montage Soxhlet

III.3.2. Hydro-distillation

L'essence de la plante *Portulaca Oleracea* a été obtenue par hydro-distillation dont l'appareillage est représenté dans la figure 14.

❖ Mode opératoire

On introduit une quantité de 50 g de *P. Oleracea* (graines) dans un ballon contenant 300 ml de l'eau distillée et quelques pierres ponce. Le mélange est porté à l'ébullition durant 3 à 4 heures. Les vapeurs d'eau chargées d'huile essentielles sont condensées dans le réfrigérant et récupérés dans un récipient, On répète l'opération plusieurs fois pour obtenir une quantité suffisante d'HE.



Figure 14 : Dispositif d'hydro-distillation.

III.3.2.1. Décantation

La décantation est une méthode qui permet de séparer :

- Soit une phase solide de matières en suspension dans un liquide de masse volumique moindre;
- Soit deux phases liquides non miscibles de densités différentes.

Dans les deux cas, il faut laisser reposer les phases en contact et attendre suffisamment de temps pour qu'elles se séparent sous l'effet de la pesanteur.

❖ Mode opératoire

On sépare l'huile de la phase aqueuse par extraction au moyen de solvants organiques tel que l'hexane, le chloroforme.

On introduit le distillat obtenu dans une ampoule à décanter en ajoutant 10 ml d'hexane. Ensuite, on agite, on laisse reposer 5 mn, on décante pour éliminer la phase aqueuse et on récupère l'huile.

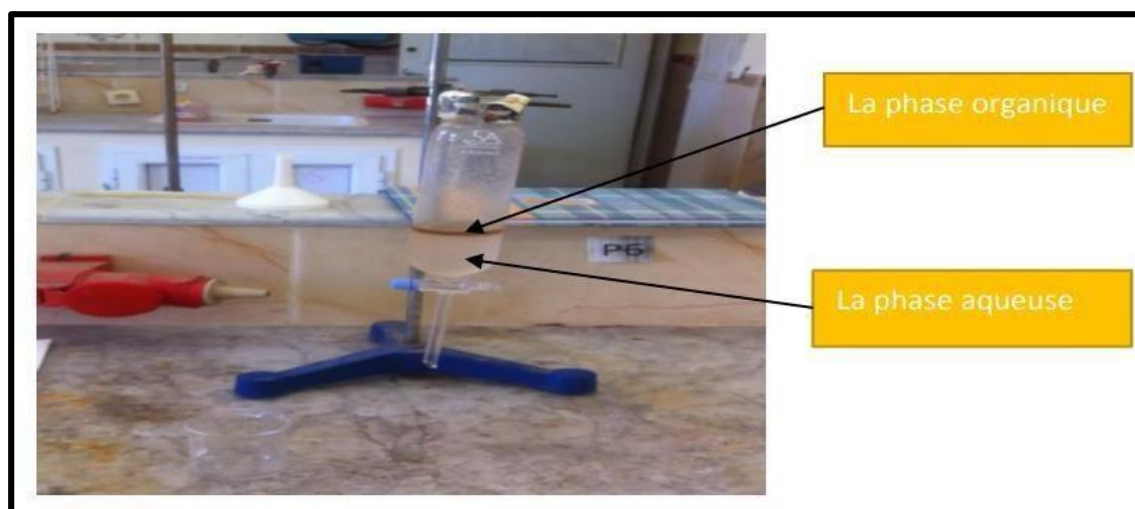


Figure 15: Dispositif de décantation.

III.3.2.2. Evaporation du solvant

L'huile essentielle de *Portulaca oleracea* est obtenue par évaporation au rota vapeur de l'hexane de la phase organique. L'essence est conservée à l'obscurité et à basse température dans des flacons hermétiquement fermés pour éviter toute dégradation de l'essence.



Figure 16: Appareil évaporateur rotatif.

III.3.3. Calcule de rendement en huiles essentielles

Le rendement en huile essentielle est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue et la masse sèche du matériel végétal à traiter [75].

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

$$r(\%) = m/m_0 \times 100$$

Où :

r (%) : Rendement en HE exprimée en pourcentage ;

m : Masse en gramme de l'HE ;

m₀ : Masse en gramme de la matière végétale sèche.

III.4. Analyses physico-chimiques

III.4.1. Analyses physiques

III.4.1.1. Densité

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température. Son principe consiste à effectuer des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à l'aide pycnomètre et une balance analytique à la température de 20°C [76].



Figure 17 : Pycnomètre

La densité relative est calculée par la formule suivante [77].

$$d = (m_2 - m_0)/(m_1 - m_0)$$

Où :

m₀ : Masse (g) de pycnomètre vide.

m₁ : Masse (g) de pycnomètre rempli d'eau.

m₂ : Masse (g) de pycnomètre rempli d'échantillon.

❖ Mode opératoire

Pour commencer on nettoie soigneusement le pycnomètre et on le sèche, on détermine la masse m_0 du pycnomètre vide en suite on détermine la masse m_1 du pycnomètre rempli d'eau distillée, puis on nettoie le pycnomètre une autre fois, on pèse l'échantillon pour déterminer la masse m_2 de pycnomètre contenant l'échantillon puis on calcule la densité de l'échantillon.

III.4.1.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est le rapport du sinus de l'angle d'incidence et du sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile à température constante. Cet indice croît avec le degré d'insaturation des acides gras contenus dans les matières grasses [78].

Son principe consiste à mesurer directement l'angle de réfraction que l'on observe à la limite de réfraction totale à l'aide d'un réfractomètre.



Figure 18: Réfractomètre

L'indice de réfraction est calculé par la formule suivante :

$$N_d^{20} = n_d^t + 0.00035(t - 20)$$

Où :

N_d^{20} : indice de réfraction à la température 20°C.

n_d^t : valeur de lecture à la température à laquelle a été effectuée la détermination.

t : température à laquelle a été effectuée la lecture.

❖ Mode opératoire

- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant de papier de joseph.

- Etalonner l'appareil avec de l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,333 à 20°C.
- Nettoyer la lame du réfractomètre une autre fois en utilisant de papier de joseph.
- Déposer quelque goutte de l'huile de soja dans la lame de réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié. Effectuer la lecture en tenant compte de la température.

III.4.2. Analyses chimiques

III.4.2.1. Indice d'acide

Indice d'acide (I_a) est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides gras libres contenus dans 1g d'HE. Les acides gras libres sont neutralisés par une solution Ethanol titrée d'hydroxyde de potassium [79].

Son principe consiste à dissoudre la matière grasse dans de l'éthanol chaud neutralisé, puis titrer les acides gras libres présents au moyen d'une solution titrée de KOH en présence l'indicateur coloré phénolphtaléine.

L'indice d'acide est calculé par la formule suivante :

$$I_a = (V \times 56,1 \times N)/m \quad (\text{en mg de KOH/g d'huile})$$

Où :

V : volume en ml d'hydroxyde de potassium à 0,1N nécessaire pour la neutralisation

N : normalité de la solution de potassium à 0,1N

m : masse en gramme de la prise d'essai

❖ Mode opératoire

- On pèse dans un erlenmeyer 1g d'huile.
- On ajoute 25ml d'éthanol et quelques gouttes d'indicateur coloré (phénolphtaléine).
- On fait titrer tout en agitant avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l, jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.
- Lire la valeur du volume de la solution éthanoïque de KOH ajouté.

III. 4.2.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde (IP) est la masse en microgramme d'oxygène actif par 1 g de matière grasse. Il permet d'apprécier le degré d'oxydation d'un corps gras. Il permet ainsi de suivre son état de conservation ou état d'avancement de l'oxydation [80].

Son principe repose sur le traitement de l'huile en solution dans de l'acide acétique et du Chloroforme par une solution d'iodure de potassium et de titrer l'iodure libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

L'indice de peroxyde est calculé par la formule suivante :

$$IP = [(V - V_0) \times N \times 1000] / P \quad (\text{en mg d'O}_2 / 1\text{Kg MG})$$

Où :

V₀ : Volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour l'essai à blanc

V : Volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour la détermination

N : Normalité de thiosulfate de sodium (éq g/l)

P : Masse de prise d'essai

❖ Mode opératoire

- Dans un erlenmeyer, on pèse 1 g d'huile.
- Ajouter 10ml de chloroforme, dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant bien la solution.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique, puis 1 ml de la solution d'iodure de potassium (KI).
- Boucher rapidement l'erlenmeyer, l'agiter pendant une minute et le laisser pendant 5mn à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15 à 25 °C.
- Ajouter 75 ml d'eau distillée.
- Titrer l'iodure libéré avec une solution de thiosulfate de sodium à 0.01 N, en agitant vigoureusement en présence d'amidon (1g/100ml) comme indicateur coloré.
- Prendre le soin de faire un essai à blanc.

III.4.2.3. Mesure de pH

Le potentiel hydrogène (pH) mesure l'activité chimique des ions H^+ présentes dans une solution, plus couramment, le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution, ce paramètre est très important pour déterminer la qualité d'une huile [81].



Figure 19 : pH mètre

III.5. Analyses spectroscopiques

III.5.1. Spectrophométrie UV-Visible

❖ Définition

La spectrophotométrie UV-visible est une méthode d'analyse basée sur l'analyse de l'intensité de la lumière qui traverse une solution colorée, dans un spectre d'application entre de 200 à 800 nm. L'analyse spectrophotométrique à l'ultraviolet visible peut donner des informations sur la qualité d'une matière grasse et sur son état de conservation. La méthode prévoit des absorptions aux longueurs d'onde à cause de la présence de systèmes diéniques et triéniques conjugués [82].

❖ Principe

Le spectrophotomètre 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 de quartz 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 [83].



Figure 20 : Spectrophotomètre UV-Visible

❖ Mode opératoire

- Dans une fiole de 25ml, nous avons mis 0.25g d'huile
- Complété par de l'hexane jusqu'au trait de jauge.

Les absorbances de la solution utilisée ont été mesurées à l'aide d'un spectrophotomètre à des longueurs d'ondes de 232 et 270 nm.

III.5.2. Spectrophométrie Infrarouge

❖ Définition

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse précisée, elle permet de déterminer les groupements fonctionnels. Dans cette méthode, une molécule est composée d'atomes reliés entre eux par des liaisons covalentes qui sont comparées à un ressort, lorsqu'un faisceau de lumière atteint une molécule, celle-ci absorbe cette radiation, ce qui cause la variation de cet assemblage, entraînant ainsi la modification des distances interatomiques et des angles normaux des liaisons. Le but de cette méthode est l'identification d'un produit inconnu, le suivi d'une purification ou de l'évolution d'une réaction [84].

❖ Principe

Dans la méthode IR-ATR, le faisceau infrarouge est dirigé vers un cristal transparent en IR et avec un indice de réfraction élevé (diamant, Ge...). Le faisceau IR est réfléchi à l'interface échantillon-cristal puis dirigé vers le détecteur. Afin que le détecteur reçoive un signal, il faut que l'échantillon soit en contact intime avec le cristal.

A chaque réflexion, le faisceau pénètre de quelques micromètres dans l'échantillon, ce qui provoque des absorptions partielles : c'est la Réflexion totale atténuée.

Les ondes évanescentes se désintègrent rapidement lorsqu'elles se déplacent à travers l'échantillon. Cette technique présente beaucoup d'avantages :

- Préparation minimale de l'échantillon,

- Nettoyage simple et rapide de l'accessoire,
- Large gamme d'échantillons mesurables (sans préparation préalable) [85].



Figure 21: Spectrophotomètre IR-ATR

❖ **Mode opératoire**

Dans cette étude nous avons utilisé un spectrophotomètre IR-ATR. Pour cette analyse, nous avons d'abord nettoyé la zone du dépôt avec de l'acétone, puis avons déposé notre échantillon sur le cristal et enregistré le spectre ainsi obtenu.

III.6. Enrichissement de l'huile de soja par huile de *Portulaca Oleracea*

❖ **Mode opératoire**

On prépare dans des flacons en verres à l'abri de la lumière des mélanges d'huile de soja et d'huile extraite de pourpier à différentes concentrations pendant 15 et 30 j. Le tableau 7 regroupe les différentes concentrations en pourcentage des mélanges (l'huile de soja et huile extraite de pourpier).

Tableau 7 : les différentes concentrations en pourcentage des mélanges

Huile de soja (ml)	100	90	80	70	60
Huile de pourpier (ml)	0	10	20	30	40



Chapitre IV
Résultats et Discussions

IV.1. Introduction

Dans le cadre de cette étude, nous avons commencés par évaluer les méthodes d'extraction afin de déterminer le meilleur rendement avec deux solvants différents, et effectuer une analyse physico-chimique et spectrale de l'huile essentielle extraite de la plante « Portulaca Oleracea », également désignée sous le nom de « Redjla ».

Par la suite, nous nous sommes focalisés sur l'étude de l'effet de concentration et de temps sur la plante en utilisant de l'huile de soja enrichie par l'huile essentielle extraite après 15 et 30j de stockage. Afin d'effectuer une analyse physico-chimique et spectrale.

IV.2. Extraction de l'huile essentielle de Portulaca Oleracea

IV.2.1. Rendement d'extraction

L'extraction par soxhlet et l'hydrodistillation de l'huile extraite des graines de « Portulaca Oleracea » a duré de 3 à 4 h en utilisant l'eau et l'éther de pétrole comme des solvants.

Les deux méthodes d'extraction ont produit une HE brunâtre (marron) avec une forte odeur spécifique.



Figure 22 : Huile essentielle de la plante Portulaca oleracea

Les résultats de rendement de l'extraction sont illustrés dans le tableau 8.

Tableau 8 : Rendement des HE de la P. Oleracea obtenus par hydrodistillation et soxhlet en utilisant deux solvants différents

Rendement (%)	l'hydrodistillation	soxhlet
L'eau	0.4	63
L'éther de pétrole	0.2	37

Les résultats du tableau 8 montrent que :

- L'extraction de l'HE des graines de la plante *P. Oleracea* par soxhlet donne un rendement plus important (63%) que l'hydro-distillation (0,4).
- Ces résultats montrent que *P. Oleracea* renferme une teneur importante d'huile essentielle comparée à d'autres espèces.
- L'eau est le solvant qui a donné le meilleur rendement en huile essentielle qui est plus élevé que celle de l'éther de pétrole.

IV.2.2. Caractéristiques organoleptique

Selon AFNOR (2000), les huiles essentielles sont habituellement liquides volatile à la température ambiante et elles sont plus ou moins colorées et leur densité est en général inférieure à celle de l'eau.

Les propriétés organoleptiques de l'HE de *P. Oleracea* avec déterminées les deux méthodes d'extraction selon les conditions normalisées sont présentées dans le tableau 9.

Tableau 9 : Propriétés organoleptiques de l'HE de la plante *P. Oleracea*

Paramètre	Couleur	Odeur	Aspect	Goût
Huile essentielles	Marron	Forte, désagréable	Liquide	Amer

Les résultats présentées dans le tableau 9 indiquent que :

- L'huile essentielle de la plante *P. Oleracea* est de couleur brunâtre et a une odeur unique et forte.
- La couleur d'une huile essentielle est un paramètre très important pour la détermination de sa qualité par conséquent cette huile extraite contient une grande quantité de pigments, qui jouent un rôle crucial dans la nutrition et la santé, car ils possèdent des propriétés antioxydantes. [86].
- Huile extraite présente un aspect huileux, ce qui donne à notre extrait une excellente fluidité et une faible transparence.

IV.2.3. Caractéristique physico-chimiques

Les huiles essentielles sont caractérisées par leurs propriétés physiques (indice de réfraction et la densité), ainsi que par leurs propriétés chimiques (pH, indice d'acide.) permettant d'évaluer la nature des composés organiques (acide, ester...) présents dans l'huile.

IV.2.3.1. Propriétés physiques

- **Densité**

La densité est parmi les caractéristiques physiques généralement utilisées dans la classification des huiles essentielles. Elle est d'une grande importance lors de l'évaluation de la qualité d'une huile.

D'après les résultats, la densité de l'huile essentielle est de 1.01 est presque égale à celle de l'eau et inférieure à celle du clou de girofle 1.09 est conformes aux normes proposées par AFNOR [87].

- **Indice de réfraction**

D'après les résultats obtenus on remarque que :

La valeur de l'indice de réfraction est 1.337 qui est supérieur à ceux de l'eau à 20°C égale à 1.333 et inférieure à celle du clou de girofle. Cet indice dépend de la composition chimique qui augmente en fonction des longueurs des chaînes d'acides, de leurs degrés d'insaturation et de la température, il varie essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donne un indice plus élevé [87].

IV.2.3.2. Propriétés chimiques

- **pH (potentiel hydrogène)**

La valeur de pH de l'huile essentielle extraite est 5.83 ce qui signifie que le pH de notre huile extraite est acide, ce qui correspond aux normes établies par la pharmacopée européenne [88].

- **Indice d'acide**

L'indice d'acide (I_a) de l'huile essentielle extraite est 0.5 (mg KOH/ 1 g d'huile), ce qui correspond aux normes des essences étrangères.

▪ **Indice de peroxyde**

Le "Code of Practice" de l'IFRA (International Fragrance Association) recommande que l'indice de peroxyde ne doive pas dépasser 20 méq d'O₂/L [89].

L'indice de peroxyde (IP) de l'huile extraite est de 7 méq O₂/ 1kg d'huile, ce résultat est dans le domaine de la norme donnée par Codex, 2005 (<10 méq O₂/ 1kg d'huile).

IV.2.3.3. Analyses spectroscopiques

Nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre ATR, les résultats obtenus sont rassemblés dans la figure 23 et le tableau 10.

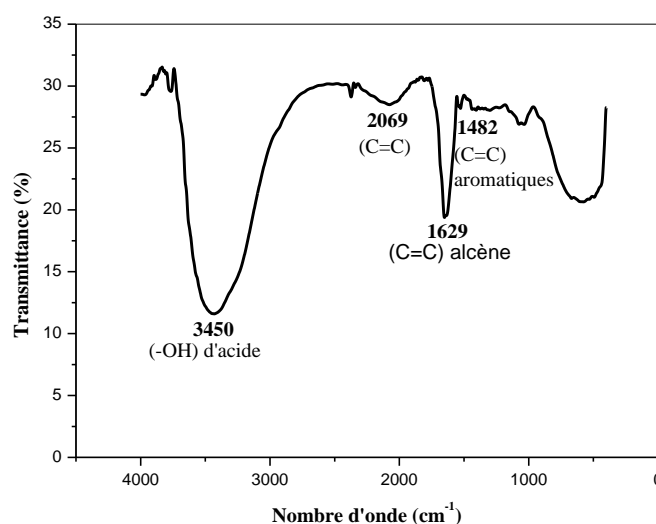


Figure 23 : Spectre IR de l'huile essentielle de *P. oleracea*

Tableau 10 : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR de l'huile essentielle de *P. Oleracea*

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifiée	Intensité
3450	Fonction (-OH) de l'alcool ou phénol dimère	Intense
2096	Liaison triple (-C ≡ C-) de l'acétyle	Faible
1482	Liaison (C=C) aromatiques Liaison (C=C) conjuguée avec le cycle benzénique	Moyenne
1629	Liaison (C=C) alcène	Intense

IV.3. L'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile extraite de P. Oleracea

Dans cette partie, nous avons étudié l'effet de la concentration (%) et de temps sur les propriétés physico-chimiques et spectrales des huiles de soja enrichies par l'huile essentielle extraite des graines de P. Oleracea après 15 et 30 j de stockage.

IV.3.1. Analyses physico-chimiques

IV.3.1.1. Analyses physiques

▪ Densité

La densité est l'un des critères de pureté d'une huile. Elle varie en fonction de la composition chimique des huiles et de la température de stockage. Dans notre étude, nous avons déterminé ce paramètre à une température ambiante.

Les résultats de la densité pour l'huile de soja enrichie par l'huile extraite de P. Oleracea sont rapportées dans la figure 24.

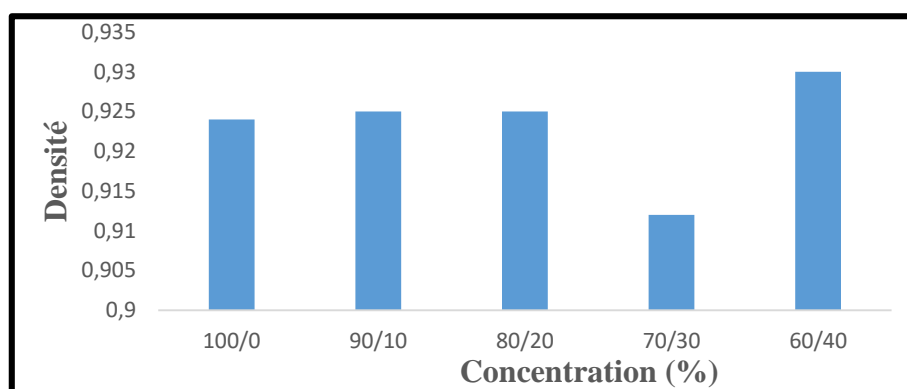


Figure 24: Variation de la densité des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE

D'après l'histogramme, la densité de l'huile de soja utilisée dans notre étude est de 0.924. Cette valeur est dans l'intervalle à celle fixée par la norme ISO qui est de [0.919-0.925].

Concernant l'huile de Portulaca Oleracea ajoutée, sa densité est de 1.01, cette valeur est supérieure aux normes données par COI d'huile de soja et inférieure à celle de l'huile essentielle de clou de girofle [1.09].

La variation de la densité de l'huile de soja enrichie avec l'huile de P. Oleracea n'est pas significative et rentre dans l'intervalle des normes données par ISO qui est de [0.919-0.925]. Cela indique que les huiles étudiées sont toutes pures.

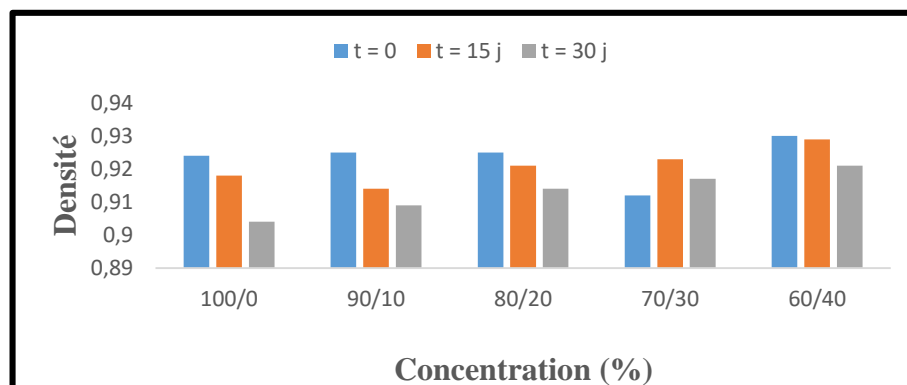


Figure 25: Variation de la densité des échantillons d’huiles en fonction de temps de stockage

D’après les résultats obtenus dans la figure 25, on remarque que la densité des échantillons (90/10 ; 80/20 et 60/40) a diminué après la période de stockage et cela est probablement dû à l’augmentation de poids des AG. Par contre, on remarque une augmentation des valeurs de la densité des solutions pour le mélange (70/30) après la période de stockage. Alors, on peut dire que l’HE de *P. Oleracea* a un influer sur la valeur de la densité de l’huile de soja avec le temps et la concentration (70/30) est bénéfique pour la stabilité de ce dernier.

▪ Indice de réfraction

Ce paramètre est principalement utilisé pour identifier une huile et pour vérifier sa pureté, il est proportionnel aux poids moléculaires des AG ainsi que leurs degrés d’insaturations.

Les valeurs des indices de réfractons de l’huile de soja enrichie par l’huile extraite de *P. Oleracea* sont représentées dans la figure 26.

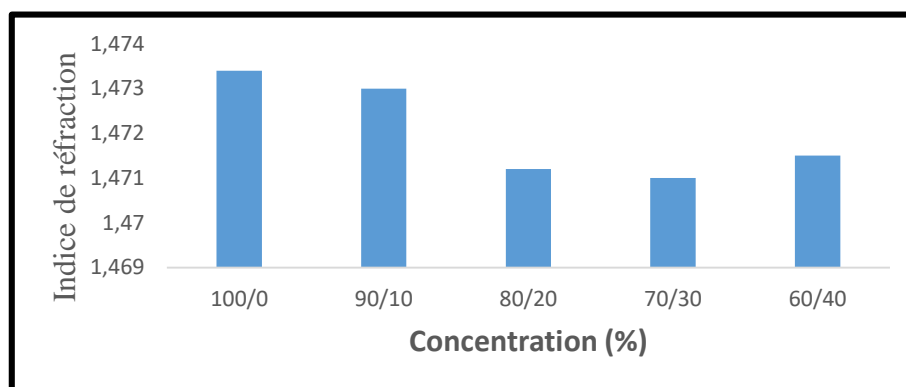


Figure 26: Variation de l’indice de réfraction des échantillons d’huiles en fonction de la concentration HS/HE

L'indice de réfraction de l'huile de soja utilisée dans notre étude est de 1.4734, cette valeur est supérieure à l'intervalle établie par la norme ISO qui est de [1.466-1.470].

Concernant l'huile extraite, son indice de réfraction est de 1.337 qui est supérieur à ceux de l'eau à 20°C (1.333) et inférieure à ceux du clou de girofle qui est [1.467-1.608].

D'après la figure 26, on remarque que les valeurs de l'indice de réfraction des mélanges de tous les pourcentages par rapport à celle de l'huile de soja sont presque les mêmes après le stockage, ce qui nous permet de dire que l'incorporation de l'huile de *P. Oleracea* dans l'huile de soja n'a aucun effet sur la réfraction de ce dernier.

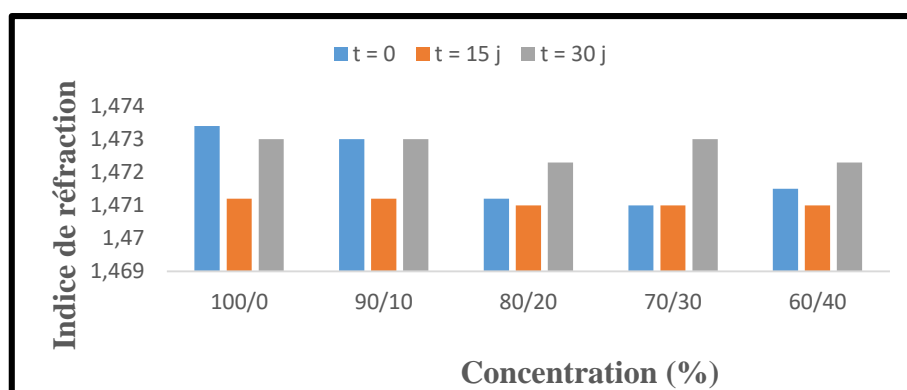


Figure 27: Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction en fonction du temps de stockage

D'après nos résultats obtenus dans la figure 27, on remarque une diminution de l'indice de réfraction pour les échantillons (90/10,80/20 et 60/40) après 15 j de stockage suivie d'une augmentation après 30 j et ceci est dû à la similitude des indices de réfractons des deux huiles. Diminution puis une augmentation des valeurs de l' I_R des mélanges aux différents pourcentages par rapport à celles de l'huile de soja après 30 j de stockage; ce qui signifie que ces mélanges sont riches en monoterpènes. Pour la concentration (70/30) on remarque une stabilité après 30 j ce qui signifie que cette concentration est bénéfique pour la stabilité de l'huile de soja.

IV.3.1.2. Analyses chimique

- **Indice d'acide**

L'acidité libre est un facteur qui renseigne sur l'altération de l'huile par hydrolyse, c'est un facteur de qualité très important et un critère de classification des huiles de soja. Il mesure la quantité d'acides gras libres résultant des réactions hydrolytique des triglycérides.

Les valeurs de l'indice d'acide pour l'huile de soja enrichie par l'huile extraite de *P. Oleracea* sont rapportées dans la figure 28.

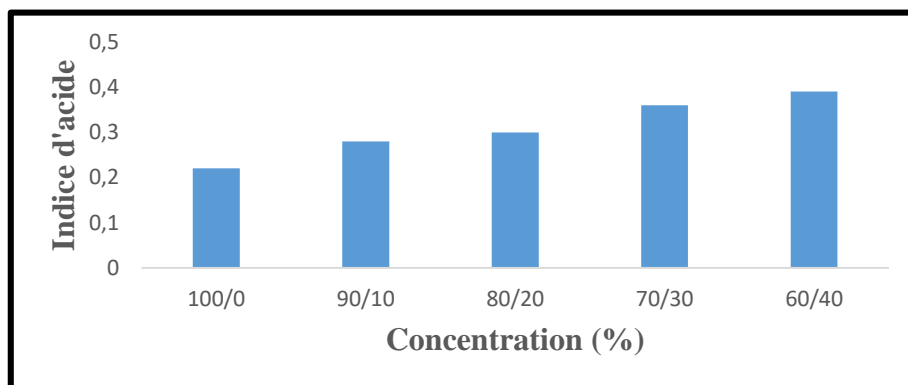


Figure 28: Variation de l'IA des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE

L'indice d'acide de l'huile de soja (0.22) et de l'huile extraite (0.5) utilisés dans notre étude, ces valeurs sont conformes aux normes établie par ISO qui est < 1.25 .

On observe une augmentation de la valeur de l'indice d'acide en fonction de l'ajout de l'huile de *P. Oleracea* à l'huile de soja. Cette augmentation indique une augmentation en AG.

Les valeurs des huiles de soja enrichies par l'huile de *P. Oleracea* étudiées présentent des indice d'acides respectent les normes établis par le ISO.

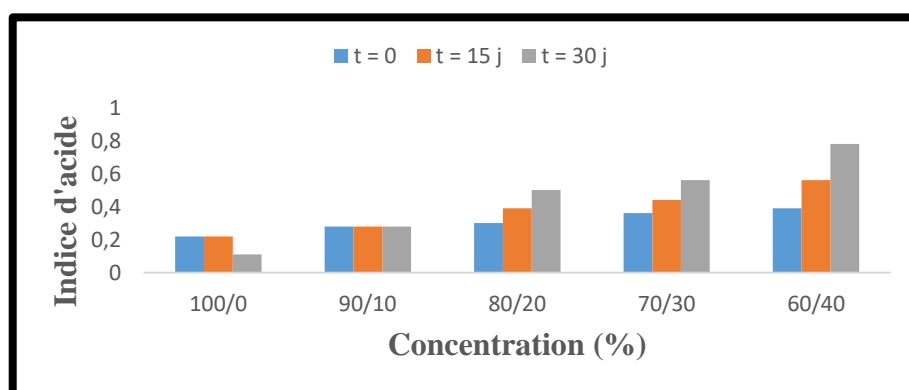


Figure 29: Variation de l'indice d'acide des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage

D'après les résultats obtenus dans la figure 29, on observe une augmentation de l'indice d'acide de 0 j à 30 j pour les pourcentages (80/20,70/30 et 60/40), ce qui est dû à l'augmentation de la libération des AG, et une stabilité pour le pourcentage (90/10) après la période stockage, ce qui confirme que la présence de l'huile de *P. Oleracea* à ce pourcentage est bénéfique pour la stabilité de l'huile de soja.

▪ Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une mesure largement utilisée pour mesurer la quantité des peroxydes formés dans les graisses et les huiles lors de l'oxydation. Les valeurs de l'indice de peroxyde des différents échantillons de l'huile de soja en présence de différentes doses de l'huile essentielle de *P. Oleracea* sont rapportées dans la figure 30.

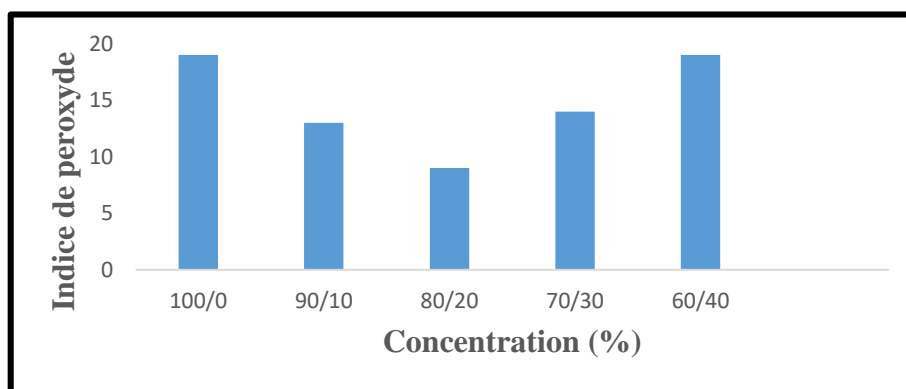


Figure 30: Variation de l'IP des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE

D'après la figure 30, la valeur de l'indice de peroxyde dans notre étude pour l'huile de soja est 19 méq d'O₂/ 1 kg d'huile, cette valeur est supérieure à l'intervalle établie par la norme ISO qui est ≤ 15 méq d'O₂/ 1 kg d'huile.

Par notre huile extraite est de 7 méq d'O₂/ 1 kg d'huile, cette valeur est inférieure à l'intervalle établie par ISO.

Les huiles étudiées présentent un indice de peroxyde respecte les normes établis par le ISO.

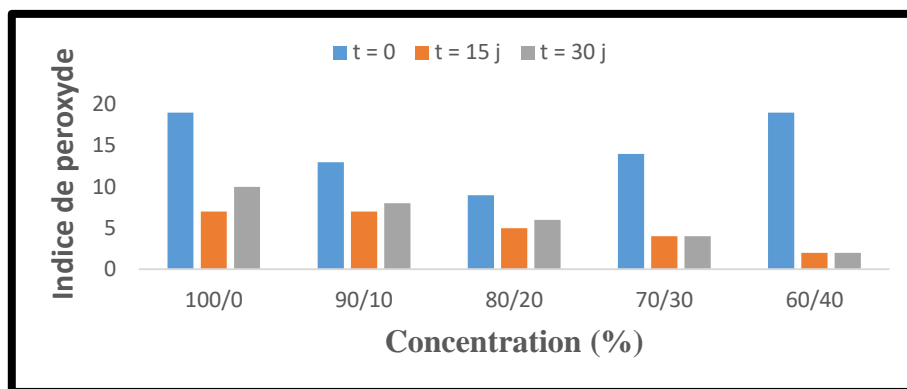


Figure 31: Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage

D'après la figure 31, on remarque une diminution après 30 j de stockage. Ça peut se traduire par la libération des hydro peroxydes qui sont les premiers produits d'oxydation. Ce qui nous permet de dire l'enrichissement effectué avec les pourcentages (70/30 et 60/40) sont bénéfique pour l'oxydation de l'huile de Soja.

IV.3.2. Analyses spectroscopiques

IV.3.2.1. Spectrophotométrie UV-Visible

Les valeurs de potentiel hydrogène pour l'huile de soja enrichie par l'huile extraite des graines de *P. Oleracea* sont rapportées dans la figure 32.

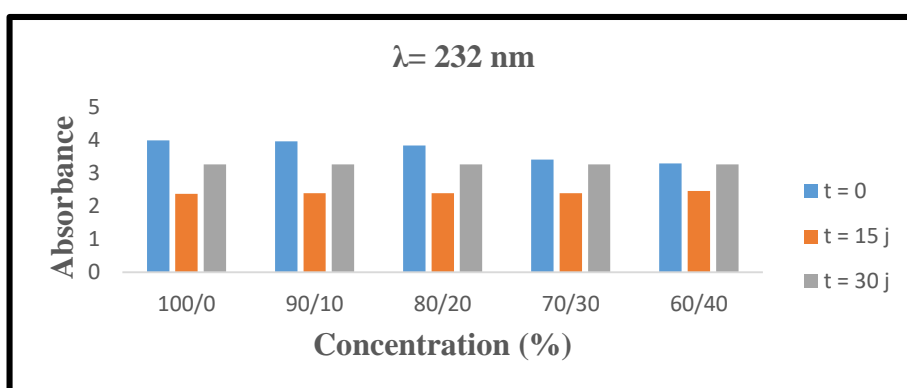


Figure 32: Variation de l'absorbance des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage à 232 nm

La valeur d'absorbance enregistré pour l'huile de soja à 232 nm est 4. Cette valeur est supérieure à la norme COI (≤ 2.79).

D'après les résultats obtenus dans la figure 32, on constate une diminution puis une augmentation d'absorbances à 232 nm pour tous les pourcentages pendant la période de stockage, ceci peut être expliqué par une initiation à la dégradation de ces mélanges (l'oxydation des AG qui conduit à la formation des hydroperoxydes).

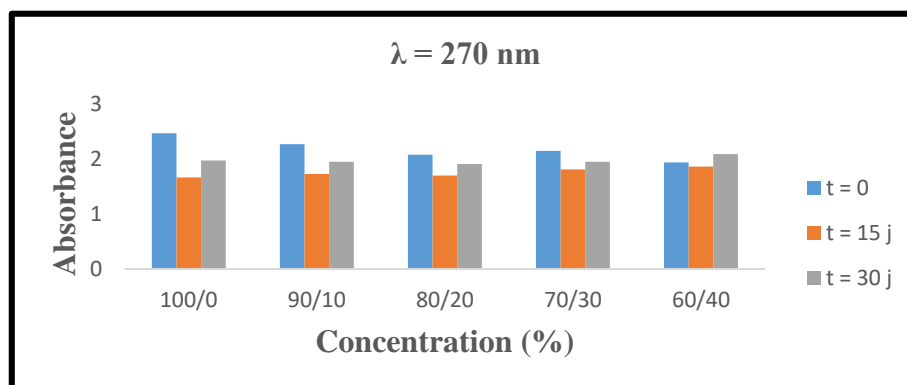


Figure 33 : Variation de l'absorbance des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage 270 nm

La valeur d'absorbance enregistré pour l'huile de soja à 270 nm est 2.47. Cette valeur est supérieure à la norme COI (≤ 0.59).

D'après les résultats obtenus dans la figure 33, on remarque qu'il y a une diminution puis une augmentation d'absorbances à 270 nm pour tous les pourcentages pendant la période de stockage, Ceci peut être expliqué par la dégradation de ces mélanges (l'oxydation des AG qui conduit à la formation des hydroperoxydes).

IV.3.2.2. Spectroscopie Infrarouge

Nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre ATR, les résultats obtenus sont rassemblés dans les figures de 34 à 38 et les tableaux 14 et 15 respectivement.

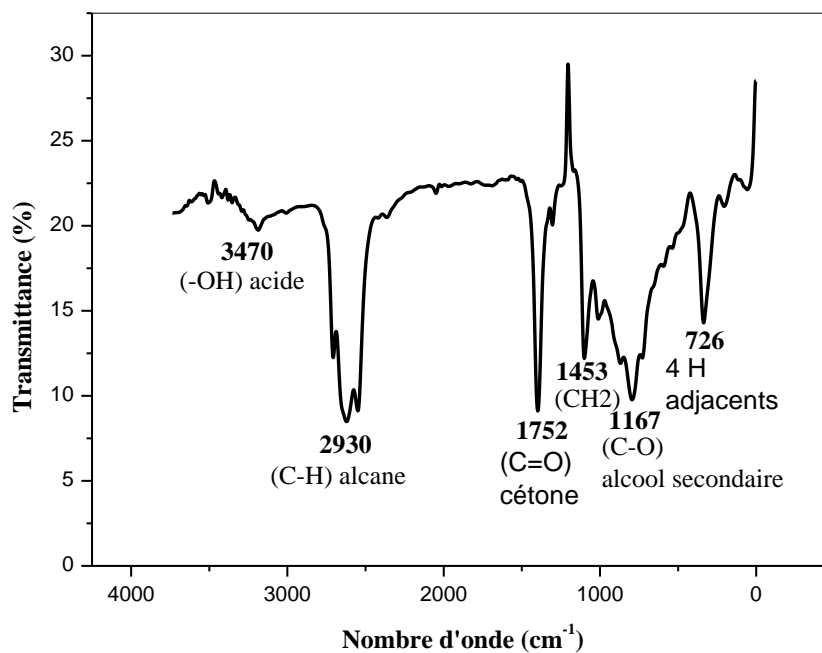


Figure 34: Spectre IR d'huile de soja.

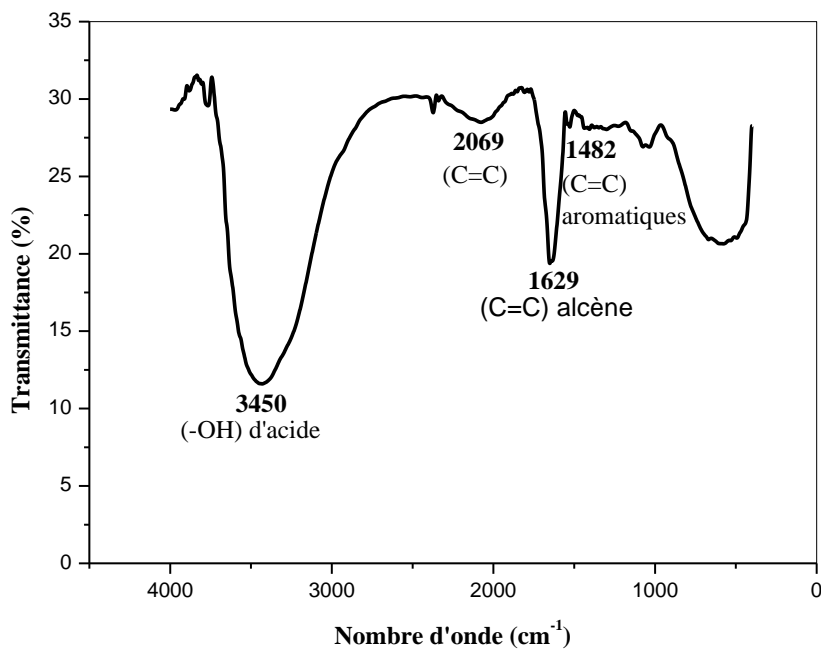


Figure 35 : spectre IR de l'huile essentielle de P. Oleracea

Tableau 11 : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR de l'huile de soja et HE.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifié	Intensité
3470	Fonction (-OH) de l'alcool ou phénol dimère	Intense
3450	Fonction (-OH) de l'alcool ou phénol dimère	Intense
2930	Liaison (C—H) alcane	Moyenne
2096	Liaison triple (-C≡C-) de l'acétyle	Faible
1752	Liaison (C=O) cétone	Intense
1629	Liaison (C=C) alcène	Intense
1482	Liaison (C=C) aromatiques Liaison (C=C) conjuguée avec le cycle benzénique	Moyenne
1453	Liaison δ(CH ₂) alcane	Faible
1167	Liaison(C-O) alcool secondaire	Moyenne
726	4 H adjacents	Faible

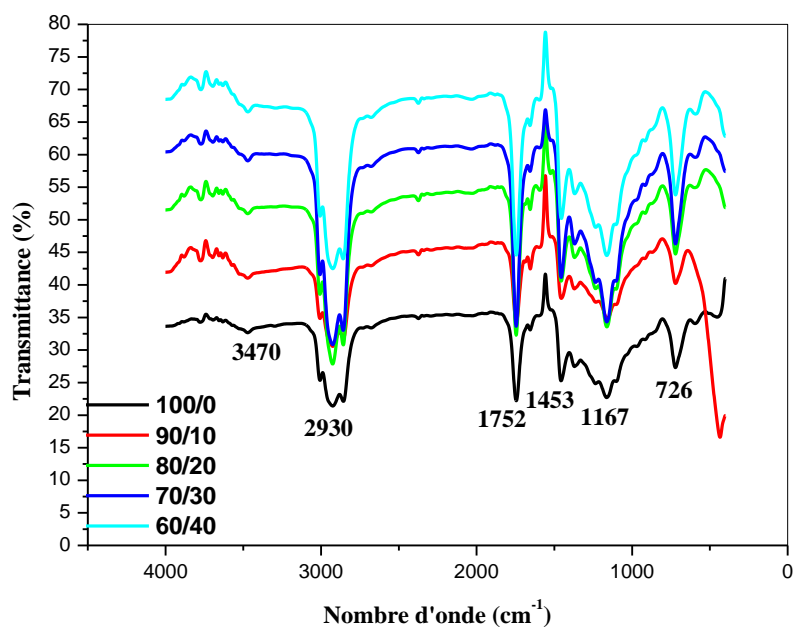


Figure 36: Variation de spectre IR des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE

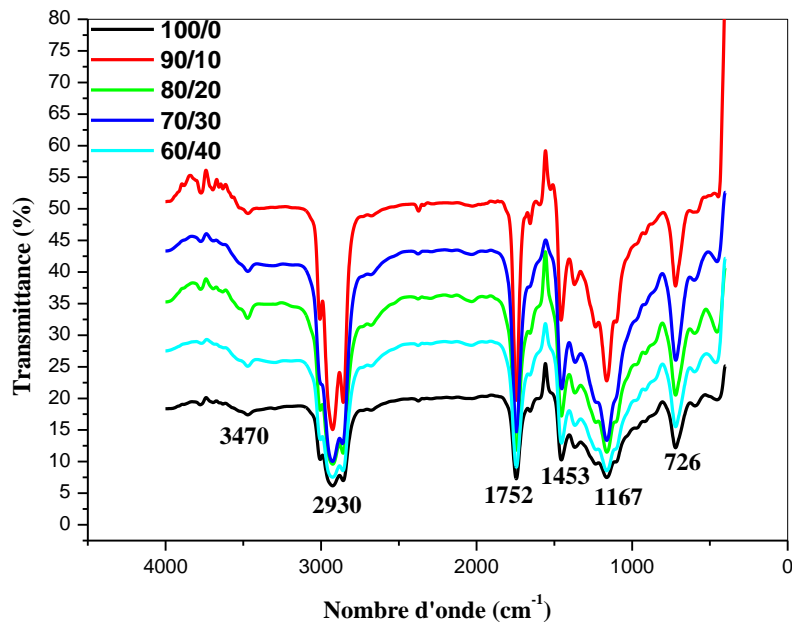


Figure 37: Variation de spectre IR des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE après 15 j

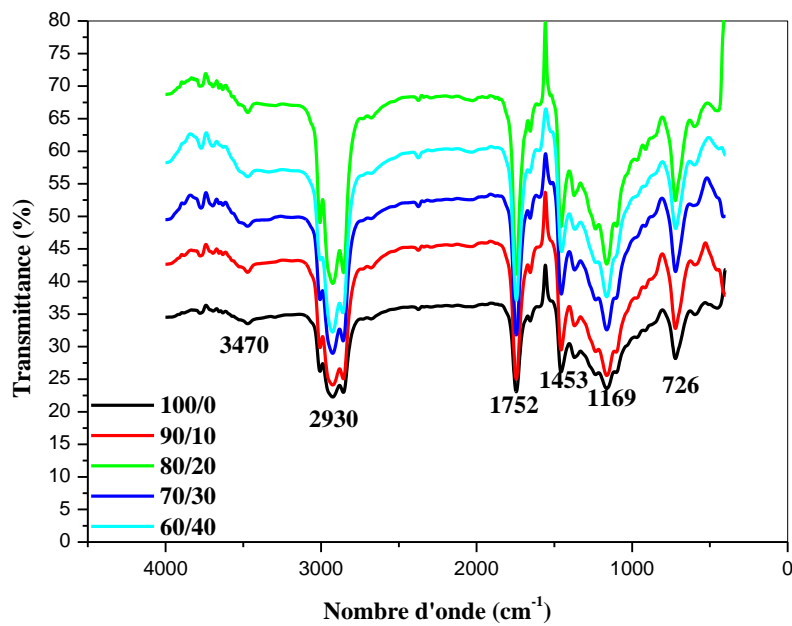


Figure 38: Variation de spectre IR des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HS/HE après 30 j

Tableau 12 : Position et identification de bandes observées par IR d'huile pour les pourcentages HS/HE

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifié	Intensité
3473	Fonction (-OH) de l'alcool ou phénol dimère	Intense
2930	Liaison (C—H) alcane	Moyenne
1752	Liaison (C=O) cétone	Intense
1453	Liaison δ(CH ₂) alcane	Faible
1167	Liaison (C-O) alcool secondaire	Moyenne
726	4 H adjacents	Faible

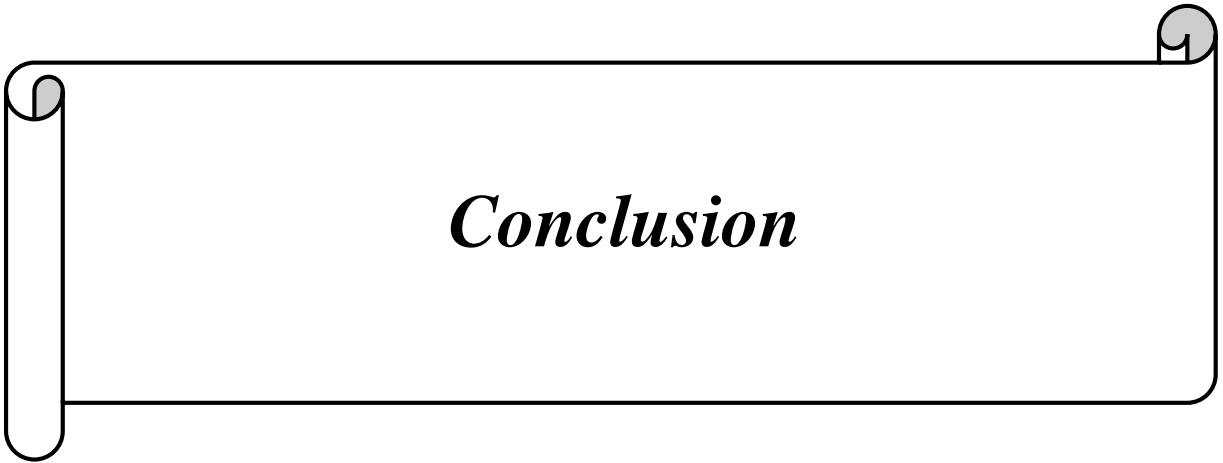
Par comparaison entre l'huile de soja et huile de soja enrichies, on peut dire qu'il n'y a pas de différences entre les spectres des huiles de l'enrichissement, les groupements fonctionnels sont presque les mêmes, sauf l'intensité des pics qui change, et quelques positions des bandes, la différence dans le pourcentage de transmittance, peut être expliquée par la différence de la concentration.

IV.3.3. Tableau des paramètres optimaux

Les paramètres optimaux l'huile de soja enrichie par l'huile essentielle extraite sont regroupées dans le tableau suivant

Tableau 13 : Les paramètres optimaux l'huile de soja enrichie par l'huile extraite

Indices	Densité	Indice de réfraction	Indice d'acide	Indice de peroxyde
la meilleure concentration	70/30	70/30	90/10	60/40 70/30



Conclusion

Conclusion générale

Notre travail porte sur l'extraction et la caractérisation de l'huile essentielle des graines de la plante « Portulaca Oleracea » connue sous le nom « Redjla ». Et l'étude de son effet antioxydant sur l'huile de soja.

Plusieurs résultats ont été recueillis au cours de cette étude, et qui sont résumés comme suit:

- L'essence étudiée a été extraite par deux méthodes d'extractions : hydro-distillation et soxhlet.
- Le rendement le plus élevé a été obtenu par soxhlet avec un rendement de 63 % avec l'eau distillé par contre avec l'éther de pétrole a donné un rendement de 37 %.
- L'eau est le solvant qui a donné le meilleur rendement en huile essentielle.
- D'après les propriétés organoleptiques caractéristiques (odeur, couleur et aspect), on observe que l'huile essentielle obtenu a eu une couleur marron, son odeur est forte et elle est non miscible à l'eau.
- La détermination des propriétés physico-chimiques (densité, indice de réfraction, indice d'acide, indice de peroxyde,) de l'essence recueillie nous a conduits à des valeurs conformes aux normes de commercialisation des huiles essentielles établies par les différentes pharmacopées et proches de certains travaux antérieurs.
- Le suivi de l'état oxydatif de l'huile de soja en présence de l'huile essentielle de Portulaca Oleracea comme additif, a été évalué par l'analyse de quelques paramètres physico-chimiques et spectrales.

L'analyse des différents résultats obtenus nous ont permis de conclure que :

- L'enrichissement a un effet sur la densité et l'indice de réfraction de l'huile de soja.
- L'enrichissement de l'huile de soja par l'huile essentielle de Portulaca Oleracea a influencé sur l'acidité de l'huile de soja.
- Les huiles étudiées présentent un indice de peroxyde respecte les normes établis par le ISO qui est ≤ 15 méq d'O₂/ 1 kg d'huile.
- Les mesures spectrophotométriques dans l'UV-Visible à 232 nm et à 270 nm respectent les valeurs préconisées par la norme du COI.
- L'enrichissement de l'huile de soja avec l'huile essentielle de Portulaca Oleracea a un effet sur la stabilité de l'huile de soja et cet effet est maximal pour les concentrations (90/10, 70/30, et 60/40).

En perspective, il serait intéressant d'augmenter le nombre d'échantillon en effectuant des enrichissements avec d'autres concentrations et avec des intervalles de temps plus prolongés.



Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1]. Quetin-Leclercq, J. (2002). Le voyage insolite de la plante au médicament. *Journal de pharmacie de Belgique*, 57, 11-20.
- [2]. Hachi, M., Hachi, T., Belahbib, N., Dahmani, J., & Zidane, L. (2015). Contribution a l'étude floristique et ethnobotanique de la flore médicinale utilisée au niveau de la ville de Khenifra (Maroc)/[contribution to the study and floristic ethnobotany flora medicinal use at the city of Khenifra (Morocco)]. *International Journal of Innovation and Applied Studies*, 11(3), 754.
- [3]. Moujani, A. (2010). Médicaments issus de la biotechnologie: Mise du point sur les biosimilaires.
- [4]. Bagarri, O. (2014). La biodiversité locale comme potentiel de valorisation économique et sociale des espaces naturels méditerranéens-L'expérience du projet MEDISS. *Forêt méditerranéenne*, 35(3), 309-316.
- [5]. Daira, N. E. H., Maazi, M. C., & Chefrou, A. (2016). Contribution à l'étude phytochimique d'une plante médicinale (*Ammoides verticillata* Desf. Briq.) de l'Est Algérien. *Bulletin de la Société Royale des Sciences de Liège*, 85(1), 276-290.
- [6]. Meessen, L., Navarro, L., Maunier, D., Siggolot, S., Lorquin, J. C., Delattre, J., ... Labat, M. (2001). Simple phenolics content in olive oil residues as a function of extraction systems. *Food Chemistry*, 75(4), 501-507.
- [7]. Beloued, A. (1998). *Plantes médicinales d'Algérie*. OPU.
- [8]. Demirhan, E., & Özbek, B. (2010). Drying kinetics and effective moisture diffusivity of purslane undergoing microwave heat treatment. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 27(5), 1377-1383. DOI: 10.1007/s11814-010-0251-2.
- [9]. Hostettmann, K., Marston, A., Hostettmann, M., Hostettmann, K., Marston, A., & Hostettmann, M. (1998). Special column chromatography. *Preparative Chromatography Techniques: Applications in Natural Product Isolation*, 33-49.
- [10]. Europaea, F. (1993). Tutin TG, Heywood VH, Burges NA, Valentine DH, Walters SM, Webb DA, editors.
- [11]. Beloued, A. (2005). *Plantes médicinales d'Algérie*

- [12]. Lim, Y. Y., & Quah, E. P. (2007). Antioxidant properties of different cultivars of *Portulaca oleracea*. *Food chemistry*, 103(3), 734-740.
- [13]. Salah, K. B. H., & Chemli, R. (2004). Variabilité phénotypique de quelques populations de Pourpier (*Portulaca oleracea* L.) en Tunisie. *Acta botanica gallica*, 151(1), 111-119.
- [14]. B. A (Editor), (2009). *Plante médicinales d'Algérie*.
- [15]. Akobundu, I. O., & Agyakwa, C. W. (1989). *Guide des adventices d'Afrique de l'Ouest*. IITA.
- [16]. Grubben, G. J. H. (2004). *Légumes (Vol. 2)*. PROTA.
- [17]. Beloued, A. (2005). *Plantes médicinales d'Algérie*.
- [18]. Flax, B., Bower, A. H., Wagner-Graham, M. A., Bright, M., Cooper, I., Nguyen, W., ... & Akelaitis, E. (2022). Natural dyes from three invasive plant species in the United States. *Journal of Natural Fibers*, 19(15), 10964-10978.
- [19]. Liu, D., Shen, T., & Xiang, L. (2011). Two antioxidant alkaloids from *Portulaca oleracea* L. *Helvetica Chimica Acta*, 94(3), 497-501.
- [20]. Angiolella, L., & Gianni, S. (2018). Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine. *EVIDENCE-BASED COMPLEMENTARY AND ALTERNATIVE MEDICINE*.
- [21]. Uddin, M. K., Juraimi, A. S., Ali, M. E., & Ismail, M. R. (2012). Evaluation of antioxidant properties and mineral composition of purslane (*Portulaca oleracea* L.) at different growth stages. *International journal of molecular sciences*, 13(8), 10257-10267.
- [22]. Abdel-Moneim, A. E., Dkhil, M. A., & Al-Quraishy, S. (2011). The redox status in rats treated with flaxseed oil and lead-induced hepatotoxicity. *Biological trace element research*, 143, 457-467.
- [23]. Simopoulos, A. P., Norman, H. A., Gillaspay, J. E., & Duke, J. A. (1992). Common purslane: a source of omega-3 fatty acids and antioxidants. *Journal of the American College of Nutrition*, 11(4), 374-382.
- [24]. Dweck, A. (2001). *Purslane-the global panacea*.
- [25]. Razi, M. Z. (1968). *Al-Hawi fi'l-tibb (Comprehensive book of medicine)*. Hyderabad: Osmania Oriental Publications Bureau, 20, 548-553.

- [26]. Leung, A. Y., & Foster, S. (1996). Encyclopedia of common natural ingredients used in food, drugs, and cosmetics.
- [27]. Ullah, M., Khan, M. U., Mahmood, A., Malik, R. N., Hussain, M., Wazir, S. M., ... & Shinwari, Z. K. (2013). An ethnobotanical survey of indigenous medicinal plants in Wana district south Waziristan agency, Pakistan. *Journal of ethnopharmacology*, 150(3), 918-924.
- [28]. Lamendin, H. (2007). *Soignez votre bouche par les plantes*. Editions Le Harmattan.
- [29]. Benlemleh, M., & Ghanam, D. (2012). Polyphénols d'huile d'olive, Trésors santé! Medicatrix macro pietteur editeur. ISBN 978-2-87211-117-6.
- [30]. WANG, K.J., LI, X.H., (2012). Phylogenetic relationships, interspecific hybridization and origin of some rare characters of wild soybean in the subgenus *Glycine soja* in China. *Genet.Resour.*(59): 1673–1685.
- [31]. VAUGHAN J.G. and GEISSLER C.A. (2009). other oil producing plants. In *Foodplants* Oxford university, New York, 30p.
- [32]. MEGHENEZ N, M ZAID M, (2013). Evaluation des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja à l'état brut et raffiné, après friture avec et sans sel. Etude réalisée à CO.G.B La belle, page 4.
- [33]. Lecerf, J. M., & Fressin, C. (1995). L'intérêt nutritionnel du soja. *Nutrition clinique et métabolisme*, 9(3), 137-144.
- [34]. Cossut, J., Defrenne, B., Desmedt, C., Ferroul, S., Garnet, S., Roelstraete, L., ... & Vidal, D. (2002). *Les corps gras: Entre tradition et modernité*. Projet du DESS QUALIMAPA, Université des Sciences et Technologies de Lille, France. !
- [35]. Roussel, M. (2005). *Les miracles du soja: manger un peu de soja tous les jours éloigne les maladies pour toujours*. Alpen Editions sam.
- [36]. DRUMMOND D C, NOBLE C O, HAYES M E, PARK J W, KIRPOTIN D B J PHARM SCI. (2008), Pharmacocinétique et in vivo taux de libération de médicaments dans le développement de nanotransporteurs liposomaux. Volume 97, Issue 11, p 4696-4740.
- [37]. Lucaccioni, F., DENEYER, R., & Tilquin, B. (1993). Pour une analyse des huiles essentielles. *Chimie nouvelle*, 11(43), 1253-1257.
- [38]. Lafon, J. P., Tharaud-Prayer, C., & Lévy, G. (1985). *Biologie des plantes cultivées*.

- [39]. Sallé, J. L., & Pelletier, J. (1991). Les huiles essentielles: synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie. Editions Frison-Roche.
- [40]. Valnet, J. (1984). Aromathérapie: traitement de maladie par les plantes. Maloine SA Editeur.
- [41]. CHOUITAH, O. (2012). Composition chimique et activité antibactérienne des huiles essentielles des feuilles de *Glycyrrhiza glabra* (Doctoral dissertation, Université d'Oran1-Ahmed Ben Bella).
- [42]. Bruneton, J. (1993). Pharmacognosie, phytochimie, Plantes médicinales. 2eme édition Lavoisier, Paris.
- [43]. Guignard, J. L. (1996). Biochimie végétale: Jean-Louis Guignard. Masson.
- [44]. Bruneton, J. P., & Phytochimie 2nd, P. M. (1993). Tec & Doc Lavoisier: Paris.
- [45]. Bruneton, J. (1995). Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales. English.
- [46]. Mayer, F. (2012). Utilisations thérapeutiques des huiles essentielles: Etude de cas en maison de retraite (Doctoral dissertation, Université de Lorraine).
- [47]. Huete, A. (2012). Huiles essentielles pour tous les jours. Ed. Artémis.
- [48]. Piochon, M. (2008). Étude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne: composition chimique, activités pharmacologiques et héli-synthèse. Université du Québec à Chicoutimi.
- [49]. Luque-Garcia, J. L., & Luque de Castro, M. D. (2004). Ultrasound-assisted Soxhlet extraction: An expeditive approach for solid sample treatment-application to the extraction of total fat from oleaginous seeds. *Journal of Chromatography A*, 1034, 213-242
- [50]. Dictionnaire de l'Académie française. (2005). Tome 2. Imprimerie Nationale/Fayard (8e édition).
- [51]. Chavanne, M., Beaudoin, G., Julien, A., & Armand, E. (1986). Chimie organique expérimentale. Edition MODULO 'CANADA'.
- [52]. Bruneton, J. (1999). Pharmacognosie, Plantes médicinales. Édition Tec and Doc, Lavoisier, Paris, 575.

- [53]. Bzndjillali, B., Agric, J., Aloui, S., & Foud Chem. (1990). Séminaire Magrébin sur les plantes aromatiques, Tlemcen le 29-31 Mai.
- [54]. Seu-Saberno, M., & Blakeway, J. (1984). mai. La moule de chêne, une base de la parfumerie». Pour la science, Edition Française de Scientific American.
- [55]. Sallé, J. L., & Pelletier, J. (1991). Les huiles essentielles: synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie. Editions Frison-Roche.
- [56]. Guignard, J. L. (1996). Biochimie végétale: Jean-Louis Guignard. Masson.
- [57]. Čmolík, J., Pokorný, J., Doležal, M., & Svoboda, Z. (2007). Geometrical isomerization of polyunsaturated fatty acids in physically refined rapeseed oil during plant-scale deodorization. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 109(7), 656-662.
- [58]. Karleskind, A. (Ed.). (1992). Manuel des corps gras. Technique et Documentation-Lavoisier.
- [59]. Apfelbaum, M., Romon-Rousseaux, M., Romon, M., & Dubus, M. (2009). Diététique et nutrition. (DEPRECIATED).
- [60]. MAZOYER M. (2002). Larousse agricole. Edition : Larousse, pp : 458 – 626.
- [61]. Karleskind, A. (Ed.). (1992). Manuel des corps gras. Technique et Documentation-Lavoisier.
- [62]. Čmolík, J., Pokorný, J., Doležal, M., & Svoboda, Z. (2007). Geometrical isomerization of polyunsaturated fatty acids in physically refined rapeseed oil during plant-scale deodorization. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 109(7), 656-662.
- [63]. Karleskind, A. (Ed.). (1992). Manuel des corps gras. Technique et Documentation-Lavoisier.
- [64]. Charles, A., & Den, G. (1997). Abrégé de Biochimie alimentaire. 4ème Edition Masson.
- [65]. Frénot, M., & Vierling, E. (2002). Biochimie des aliments: diététique du sujet bien portant. Wolters Kluwer France.
- [66]. Formo, M. W. (1979). Physical properties of fats and fatty acids. *Bailey's industrial oil and fat products*, 1(4), 177-232.
- [67]. Masson, O. (2002). Biochimie: bases biochimiques de la diététique. Editions Tec & Doc.

- [68]. Djadoun, S. (2011). Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes (Doctoral dissertation, Tizi-Ouzou).
- [69]. Delgado-Adámez, J., Baltasar, M. N. F., Yuste, M. C. A., & Martín-Vertedor, D. (2014). Oxidative stability, phenolic compound and antioxidant potential of a virgin olive oil enriched with natural bioactive compound. *Journal of Oleo Science*, 63(1), 55-65.
- [70]. Clodoveo, M. L., Dipalmo, T., Crupi, P., Durante, V., Pesce, V., Maiellaro, I., ... & Franchini, C. (2016). Comparison between different flavored olive oil production techniques: Healthy value and process efficiency. *Plant Foods for Human Nutrition*, 71, 81-87.
- [71]. Achat, S., Tomao, V., Madani, K., Chibane, M., Elmaataoui, M., Dangles, O., & Chemat, F. (2012). Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. *Ultrasonics sonochemistry*, 19(4), 777-786.
- [72]. Veillet, S., Tomao, V., & Chemat, F. (2010). Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil. *Food Chemistry*, 123(3), 905-911.
- [73]. Peñalvo, G. C., Robledo, V. R., Callado, C. S. C., Santander-Ortega, M. J., Castro-Vázquez, L., Lozano, M. V., & Arroyo-Jiménez, M. M. (2016). Improving green enrichment of virgin olive oil by oregano. Effects on antioxidants. *Food chemistry*, 197, 509-515.
- [74]. Li, Y., Fabiano-Tixier, A. S., Tomao, V., Cravotto, G., & Chemat, F. (2013). Green ultrasound-assisted extraction of carotenoids based on the bio-refinery concept using sunflower oil as an alternative solvent. *Ultrasonics sonochemistry*, 20(1), 12-18.
- [75]. Dim, P. E., Adebayo, S., & Musa, J. (2013). Extraction and characterization of oil from sesame seed. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*, 4(2), 752-757.
- [76]. LION.PH. (1955). *Travaux pratiques de chimie organique*. Edition Dunod, Paris.
- [77]. Wolff J. P, 1968: *Manuel d'analyses des corps gras*. Ed. Aznulay, Paris.
- [78]. Olle M ; 2002 l'analyse de corps gras .bases document : technique d'analyse référence p 3325 : Ed. Technique de l'ingénieure.

- [79]. Boukhatem, M. N., Hamaidi, M. S., Saidi, F., & Hakim, Y. (2010). Extraction, composition et propriétés physico-chimiques de l'huile essentielle du Géranium Rosat (*Pelargonium graveolens* L.) cultivé dans la plaine de Mitidja (Algérie). *Nature & Technology*, (3), 37.
- [80]. Olympiades de la chimie. (2007). Épreuves pratiques des éliminatoires régionales Poitou-Charentes.
- [81]. Yahiaoui, N. (2012). Etude de l'absorption des composés phénologiques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif (Doctoral dissertation, Tizi Ouzou).
- [82]. Benaïssa, A. (2011). Etude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique et d'un tensioactif. Doc. Génie des procédés. Université Mentouri Constantine.
- [83]. Mesaoudi, A. (2012). Contribution à l'étude de la qualité d'huile de lin par des méthodes physico-chimiques [Mémoire]. Université de Tlemcen.
- [84]. Conseil oléicole international. (2018). Les données du COI pour la campagne oléicole 2017/18 montrent une augmentation interannuelle de la production d'huile d'olive
- [85]. Bruneton, J. (2008). Pharmacognosie-Phytochimie, plantes médicinales (2ème édition). Tec-Doc-Editions médicales internationales.
- [86]. Tenscher, E., Anton, R., & Lobstein, A. (2005). Plantes Aromatiques. Epices, Aromates, Condiments Et Huiles Essentielles. Tec & Doc.
- [87]. Traikia, A., & Mansouri, M. (2020). Etude des caractéristiques physiques et chimiques des huiles essentielles du clou de girofle et de l'eucalyptus [Mémoire du projet de fin d'étude Master 2].
- [88]. AFNOR. (2000). Recueil de normes : les huiles essentielles. Tome 2. Monographies relatives aux huiles essentielles. AFNOR
- [89]. Hellal, Z. (2011). Contribution à l'étude des propriétés antimicro.

Résumé

L'objectif de cette étude est l'extraction et la caractérisation de l'huile essentielle de la plante *Portulaca oleracea* connue sous le nom « Redjla » par deux méthodes différentes hydrodistillation et Soxhlet et l'étude de son effet sur la stabilité oxydative de l'huile de soja. La stabilité de celle-ci à l'oxydation a été évaluée par l'analyse de quelques paramètres physico-chimiques et spectroscopiques pendant 15 et 30 jours de stockage. Les résultats obtenus ont montré que l'huile essentielle étudiée inhibe la formation de produits d'oxydation pendant le stockage de l'huile de soja. Les résultats de ce travail, suggèrent que l'huile essentielle de *Portulaca Oleracea* peut être utilisée pour augmenter la stabilité oxydative des huiles végétales.

Mots clés : Huile de soja, huile essentielle, *Portulaca Oleracea*, stabilité et oxydation.