

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA - Bejaia

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Sciences Alimentaires
Filière : Sciences Alimentaires
Spécialité : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire



Réf:

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Etude des facteurs influençant la qualité du
safran (*Crocus sativus L.*)**

Présenté par :

HAMLAT BILLEL & IDIR RACHID

Soutenu le : 06/07/2024

Devant le jury composé de :

Mr. Bachir Bey Mustafa
Mr. Kati Djamel Edine
Mme Tazart Karima

Professeur
Professeur
MCA

Président
Encadreur
Examineur

Année universitaire : 2023/2024

Remerciements

Au terme de ce travail, nous tenons à remercier dieu pour nous avoir donné la santé et la volonté pour réaliser cette étude.

Nous tenons à remercier notre promoteur Mr Kati Djamel Edine, pour son aide, sa grande disponibilité, ses encouragements, ses précieux conseils, sa confiance et sa patience tout au long de la réalisation de ce mémoire.

Nos remerciements vont aussi aux membres du jury, Mme Tazart Karima et M. Bachir Bey Mustapha qui ont accepté d'évaluer ce travail.

Nous tenons aussi à remercier la doctorante, Mlle Tansaout Fatima, doctorante au laboratoire de Biochimie appliquée, pour sa disponibilité, ses conseils et orientations. Ainsi que Madame Adouane Keltouma, cultivatrice de safran pour avoir bien voulu mettre à notre disposition les différents échantillons de safran.

Billel, Rachid

Dédicaces

Avec l'expression de ma reconnaissance nous dédions ce modeste travail :

A nos chers parents

Auxquels nous sommes plus que reconnaissant qui ont sacrifiées pour notre éducation et notre réussite, et qui ont été présent dans toutes les étapes de notre vie et cela en toutes sorte de support. Un remerciement ou une dédicace ne sont plus suffisant pour exprimer nos gratitude pour tout ce qu'ils ont fait pour nous, mais une chose est certaine il viendra des jours où nous seront être avec vous. Avec tous nos expressions d'amour. Que Dieu les garde en pleine santé, on vous aime.

Billel, Rachid

Liste des abréviations

ISO	Organisation Internationale de Normalisation
pH	Potentiel d'hydrogène
FAO	Food and agriculture organization
Rpm	Rotation par minute
UV	Ultra-violet
Vis	Visible
DPPH	2,2 Diphényl1-Pycril- Hydrazyl
Abs	Absorbance
PI	Pourcentage d'inhibition

Liste des figures

Numéro	Titre de la figure	Page
1	Fleur de la plante <i>Crocus sativus</i>	02
2	Principaux pays producteurs de safran	05
3	Principaux aires de la culture de safran en Algérie.	06
4	Organisation du corne (a) et formation de nouveaux <i>cormus</i> (b).	06
5	Bouton floral dans sa spathe translucide	07
6	Stigmates du safran	07
7	Feuilles de safran	08
8	Cycle de développement annuel de <i>Crocus sativus</i>	10
9	Récolte du safran	11
10	Cueillette des fleurs de safran	12
11	Emondage des stigmates de safran	13
12	Chauffage et séchage des stigmates de safran	13
13	Séchage de safran à l'air libre	14
14	Structure chimique de la crocine	17
15	Structure chimique de la picrocrocine	17
16	Structure chimique de safranal	18
17	Stigmates des cinq régions	19
18	Echantillon de safran (a), broyage (b) et conservation (c).	20
19	Extraction par agitation magnétique.	20
20	Centrifugation des extraits	21
21	Effet des conditions de conservation sur la concentration des crocines (temps et température).	24
22	Effet des conditions de conservation sur la concentration en picrocrocine (temps et température).	25

23	Effet des conditions de conservation sur la concentration en safranal (temps et température).	26
24	Comparaison des concentrations des composés caractéristiques des safrans des cinq régions..	28
25	Effet des conditions de conservation sur la concentration en composés phénoliques (temps et température).	29
26	Teneurs en composés phénoliques du safran provenant des cinq régions.	31
27	Effet des conditions de conservation sur l'activité antioxydante du safran (temps et température).	32
28	Pourcentages d'inhibition du DPPH des safrans des cinq régions.	33

Liste des figures en annexe

Numéro	Titre de la figure
29	Mécanisme proposé pour la création et la conversion des composés importants du safran

Liste des tableaux

Numéro	Titre de tableau	Page
Tableaux I	Descriptif général de la plante	04
Tableaux II	Composition macromoléculaire des différentes parties de la plante <i>Crocus sativus</i>	09

Liste des tableaux en annexe

Tableaux	Titre du tableau
III	Spécifications chimiques du safran en filaments, filaments coupés et en poudre.
IV	Classification du safran en filament et en filaments coupés sur des critères Physiques.

Table des matières

Introduction	1
--------------------	---

Partie Théorique

Chapitre I :Généralités sur le Safran.

I .1. Définition	2
I.2. Historique et origine.....	3
I.3. Description de la plante	3
I.4. Distribution géographique	4
I.4.1. Echelle mondiale.....	4
I.4.2. Le safran en Algérie	5
I.5. Organes de la plante	6
I.6. Composition des différentes parties de la plante	8
I.7. Aspect agronomique	9
I.7.1. Culture du safran	9
I.7.2. Récolte du safran	11
I.8. Domaines d'application.....	15
I.8.1. Domaine alimentaire	15
I.8.2. Domaine thérapeutique	16
I.8.3. Domaine cosmétique.....	16
I.9. Principaux composants bioactif du safran	17
I.9.1. Crocine.....	17
I.9. 2.. Picrocrocine	17
I.9.3. Safranal	18
I.10. Détermination de la qualité du safran et normalisation	18

Partie expérimentale

Chapitre II :Matériels et Méthodes

II.1. Matières végétales	19
II.2. Etude de l'effet de la température sur la concentration des trois composés bioactifs du safran.....	20

II.3. Préparation de l'extrait	21
✓ Mesure de l'humidité du safran :	21
II.4. Étude des teneurs en trois principaux composés du safran.....	22
II.5. Dosage des composés phénoliques	22
II.6. Évaluation de l'activité antioxydante.....	22

Chapitre III :Résultats et discussion

III.1. Effet des conditions de conservation sur la qualité du safran.....	24
III.1.1. Effet sur les crocines.....	24
III.1.2. Effet sur la picrocrocine.....	25
III.1.3. Effet sur le safranal.....	26
III.1. 4. Variation des composés bioactifs du safran par régions.....	27
III.2. Teneur en composés phénoliques du safran	29
III.2.1. Evolution de la teneur en composés phénolique au cours de stockage.....	29
III.2.2. Effet sur les composés phénoliques des cinq régions.....	30
III.3. Activité antioxydante du safran.....	31
III.3.1. Evaluation de l'activité antioxydante à différentes températures.....	31
III.3.2. Variations de l'activité antioxydant (les 5 régions)	33
Conclusion.....	34

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Introduction

L'histoire des plantes aromatiques et médicinales est associée à celle des civilisations. Effectivement, l'évolution des peuples à travers les différentes régions du globe témoigne de l'importance de ces plantes en médecine, dans la création de parfums et dans les préparations culinaires (**Lahmadi et al., 2013**).

Le safran présente de nombreux avantages en raison de sa composition riche en substances bioactives. De nombreux chercheurs se sont penchés sur le safran afin d'approfondir sa composition et de trouver le plus de vertus à exploiter et à valoriser. Ils se sont également intéressés aux autres parties de la plante de *Crocus sativus L.*, à savoir la corne, les feuilles et les pétales, afin de déterminer les autres potentialités de cette plante (**Hassan-Beygi, 2010**); (**Palomares, 2015**) ; (**Jadouali et al., 2018**) ; (**Jadouali et al., 2019**).

La culture du safran en Algérie a pris de l'ampleur ces 15 dernières années et près de 500 cultivateurs de safran ont été répertoriés (**Benmihoub et al., 2022**). Toutefois, la qualité de la production est étroitement liée à la conduite de la culture, à la récolte, au séchage du safran et aux conditions de conservation (**Ordoudi and Tsimidou, 2007**). Ainsi, le but de notre travail est d'étudier l'effet du temps et de la température sur la qualité du safran durant sa conservation, puis de réaliser une étude comparative de plusieurs safrans cultivés dans différentes régions de la wilaya de Bejaia.

Parmi ces plantes aromatiques, nous avons étudié le *Crocus sativus L.*, le safran de la famille des *iridacées*, qui se distingue par des stigmates de la fleur qui représentent le safran lui-même (**Lahmadi et al., 2013**).

A cet effet, nous avons réalisé une étude bibliographique afin de mettre en évidence les avancées récentes dans le domaine du safran, en particulier en ce qui concerne les éléments qui peuvent impacter la qualité du safran et sa composition, notamment la fraction bioactive. Dans le premier chapitre, nous allons examiner l'origine, l'histoire et la répartition géographique du safran à l'échelle mondiale et nationale. La description et l'aspect agronomique, ainsi que les différents domaines d'application de la plante *Crocus sativus L.*, seront ensuite établis. Le second chapitre est consacré à la composition chimique et les analyses des molécules d'intérêt du safran. Les chapitres suivants détaillent le matériel et les méthodes utilisés et les résultats et discussion.

Partie Théorique

Chapitre I

Généralités sur le Safran.

Chapitre I : Généralités sur le safran

I.1. Définition

Le safran, le stigmate séché de la plante *Crocus sativus L.*, est un géophyte herbacé pérenne de la famille des *Iridacées*. Il se propage par voie végétative par cormes, et sa reproduction ne peut se faire sans l'intervention de l'homme (**Belmahi and Boukhlif, 2021**).

Le mot safran vient du mot latin safranum, aussi ancêtre du portugais açafrào, de l'italien safferano et de l'espagnol azafran, lui-même inspiré de l'arabe "zaafarân" dont la racine exprime une notion essentielle, la couleur jaune. Il ne s'agit pas d'une plante sauvage car elle doit tout à la main de l'homme qui a su la cultiver, la choyer, et l'importer tout autour du bassin méditerranéen (**Chahine, 2014**).

Le terme « sativus » quant à lui, signifie « cultivé » (**Dupont, 2001**). L'origine étymologique des mots « Crocus » et « safran » est proche-orientale. Le terme « Crocus » est issu des grec krokus qui signifié « fil » et désigne le stigmate du safran.



Figure 01 : Fleur de la plante *Crocus sativus* (**Birouk et al., 2011**).

Chapitre I : Généralités sur le safran

I.2. Historique et origine

Le safran est un produit agricole classé dans la famille des épices. Il découle de la culture de l'espèce *Crocus sativus* L. depuis la plus haute Antiquité (**Bergoin, 2005**).

Entre 1600-1700 ans avant J-C, le safran a été déjà trouvé sur une fresque du palais de Minos en Crète, représentant des personnages cueillant ce dernier (**Bergoin, 2005**).

Depuis plus de 3 000 ans, le safran est considéré comme une panacée, selon les médecines Ayurvédiques, mongoles, chinoises, égyptiennes, grecques et arabes (**Djenouhat and Rais, 2020**).

D'autres études démontrent qu'il serait né quelque part entre la Turquie et l'Inde, se propageant ensuite autour du bassin méditerranéen oriental. Quoiqu'il en soit, il s'est lentement propagé à travers l'Eurasie, atteignant plus tard l'Afrique du Nord et l'Océanie (**Boutet, 1999**).

I.3. Description de la plante

La plante du safran appartient à la famille des Iridacées. C'est une plante herbacée, pérenne, qui atteint de 10 à 25 cm de hauteur et qui se développe à partir de ses cornes. (**Occidentale and Agriculture, 2015**).

Crocus sativus L. est une plante triploïde et stérile qui se reproduit en propageant la plante à l'aide de son corne, un organe semblable à une pousse (**Tableau I**). C'est une plante vivace car elle se conserve en hiver grâce à son corne. Contrairement à d'autres espèces de gousses de pluie telles que *C. vernus*, *C. sativus* a des caractéristiques végétales non variables. En effet, la floraison a lieu d'octobre à novembre, tandis que la période de dormance a lieu pendant les mois d'été (**Palomares, 2015**).

Chapitre I : Généralités sur le safran

Tableau I : Descriptif général de la plante (Palomares, 2015).

Famille	Iridacées
Taille	-16 à 30 cm
Spécificité	-Annuelle Corme
Racine	-Pas de particularités
Rhizome	
Tige	-Acaule
Feuilles	-Radicales -Dressées -Réunies dans une gaine membraneuse à la base. -Limbe étroit et linéaire et cilié sur le bord
Fleur	-Presque régulière
Inflorescence	-Pourpre-violacée -Solitaire
Fruit	-Capsule membraneuse
Semences	-Nombreuses graines sub-globuleuses -Album en corné
Épice	-Stigmates de la fleur
Flaveur-odeur-saveur	-Flaveur spécifique, âcre, irritante, légèrement poivrée -Saveur amère

I.4. Distribution géographique

I.4.1. Echelle mondiale

Aujourd'hui, le safran est cultivé de manière plus ou moins importante en Iran, en Inde, en Grèce, au Maroc, en Espagne, en Italie, en France, au Pakistan et en Azerbaïdjan (**Figure 02**) Actuellement, l'Iran est le principal producteur mondial de safran, représentant 80 % de la production mondiale (estimation de 160 tonnes par an) (**Yildirim et al., 2020**). La province du Khorasan représente à elle seule 137 tonnes du total. En deuxième position, l'Inde est souvent mentionnée avec la province du Cachemire, qui produit entre 8 et 10 tonnes, principalement

Chapitre I : Généralités sur le safran



Figure 03 : principales aires de culture du safran en Algérie (Halil and Guebli, 2021).

I.5. Organes de la plante

- **Partie souterraine (Cormus)**

La plante est issue d'une corne connue sous le nom de *cormus* (Figure 04), qui est un rhizome vertical court d'environ 4 cm de large et 3 cm de diamètre. La partie interne, blanche et charnue, est riche en amidon, et la partie postérieure est composée de nombreuses fibres foncées sur le côté, fibres réticulées qui sont des fibres protectrices et qui sont également issues des feuilles et des fleurs. Puisqu'il y a reproduction dans les plantes, après la floraison, chaque tubercule va augmenter sa part sur les tubercules plus petits au fur et à mesure de leur pourrissement, ce qui fait que la taille du sol augmente de 2 cm par an. Le tubercule n'a qu'une seule fleur et les fleurs s'accroissent plusieurs fois par an. Au cours de sa première année, la corne peut donner une à trois fleurs (Palomares, 2015).



Figure 04: organisation du corme (a) et formation de nouveaux cormus (b) (Palomares, 2015).

Chapitre I : Généralités sur le safran

En automne, six à dix feuilles poussent verticalement à partir de chaque bulbe. Ils apparaissent après l'apparition des fleurs et persistent tout au long de l'hiver, finissant par disparaître à mesure qu'elles s'étendent et sèchent fin avril. Ces feuilles vertes, plates et étroites (jusqu'à 3 mm de large), poussent à partir de la tige où commence le corne (**Palomares, 2015**).

- **Fleurs**

Les fleurs de *Crocus sativus* apparaissent au début du printemps et à la fin septembre. D'une gaine blanche (**Figure 05**), translucide nommée spathe sortira un bouton floral d'une couleur pourpre (**Palomares, 2015**).

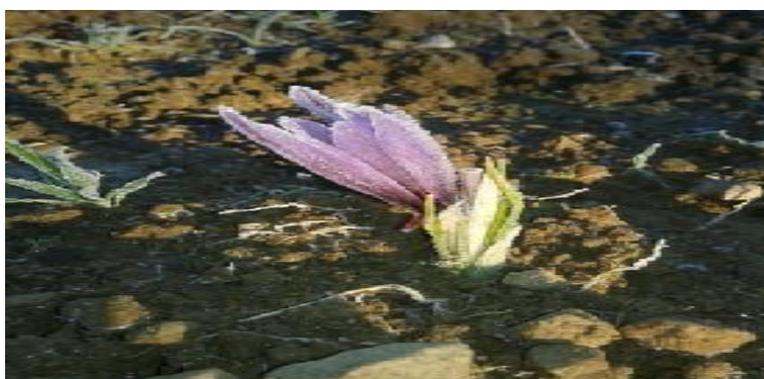


Figure 05 : bouton floral dans sa spathe translucide (**Palomares, 2015**).

- **Stigmates**

C'est la partie de la fleur qui représente le futur safran. (**Figure 06**) Les Stigmates contiennent le pigment naturel du safran. Ce sont des filaments rouge vif, odorants qui mesurent 2,5 à 3,5 cm prenant une forme de cornet suite à l'enroulement sur eux-mêmes (**Bergoin, 2005**).

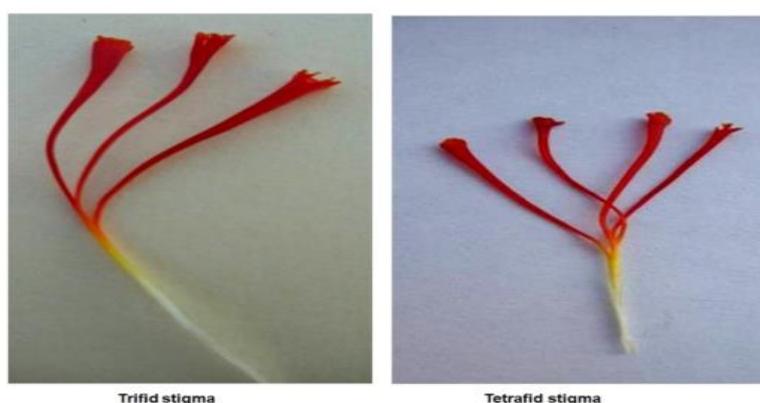


Figure 06 : Stigmates du safran (**Mir, 2013**).

Chapitre I : Généralités sur le safran

- **Feuilles**

Les feuilles de safran sont longues et fines (**Figure 07**) et ressemblent à d'autres plantes monocotylédones, comme la plupart des *iridacées*. Ils peuvent atteindre une hauteur de 50 cm. Chaque bourgeon peut produire de 6 à 15 feuilles (**Ayari, 2021**).



Figure 07 : Feuilles de safran (**Halil and Guebli, 2021**).

I.6. Composition des différentes parties de la plante

Le tableau II regroupe la composition macromoléculaire des différentes parties de la plante *Crocus sativus* L. rapportée par plusieurs auteurs :

- Les pétales (**Jadouali et al., 2019**).
- Les stigmates (**Palomares, 2015**).
- Les bulbes (**Hassan-Beygi, 2010**).
- Les feuilles (**Jadouali et al., 2018**).

Chapitre I : Généralités sur le safran

Tableau II: Composition macromoléculaire des différentes parties de la plante *Crocus sativus*

	Eau	Protéines	Lipides	Glucides	Fibres	Minéraux Na, k, Ca, Fe, Zn (mg/kg) N(%)						
						Na	K	Ca	N	Fe	Zn	Minéraux totaux
Pétales	92%	6,35%	0,03%	71,16%	11,25%	45,85	23,75	39,25	1,01	149,5	47,23	7,3%
Stigmates séchés	10%	12%	5%	63%	5%	5% minéraux						
Corme	62- 65,5%	2%	-	14%	-	-						
Feuilles	76,48%	7,24%	6	-	-	55,4	55,4	13,85	1,15	985,59	20,59	5,36%

(-) : signifie absence d'information La composition en molécules organiques des pétales est exprimée en matière sèche Le taux d'humidité a été mesuré sur un bulbe frais, tant dis que le taux de protéines et de glucides s'est fait sur un bulbe sec.

I.7. Aspect agronomique

I.7.1. Culture du safran

La culture du safran nécessite des conditions spécifiques de climat, d'exposition au soleil, de sol et de plantation pour assurer une floraison optimale et une production de safran de qualité (Palomares, 2015).

Chapitre I : Généralités sur le safran

- **Cycle de croissance**

Crocus sativus se cultive de manière saisonnière, avec une végétation en hiver et une dormance débutant en été (**Figure08**). La multiplication végétative à partir de la corne souterraine assure la pérennisation de la plante (**Palomares, 2015**).

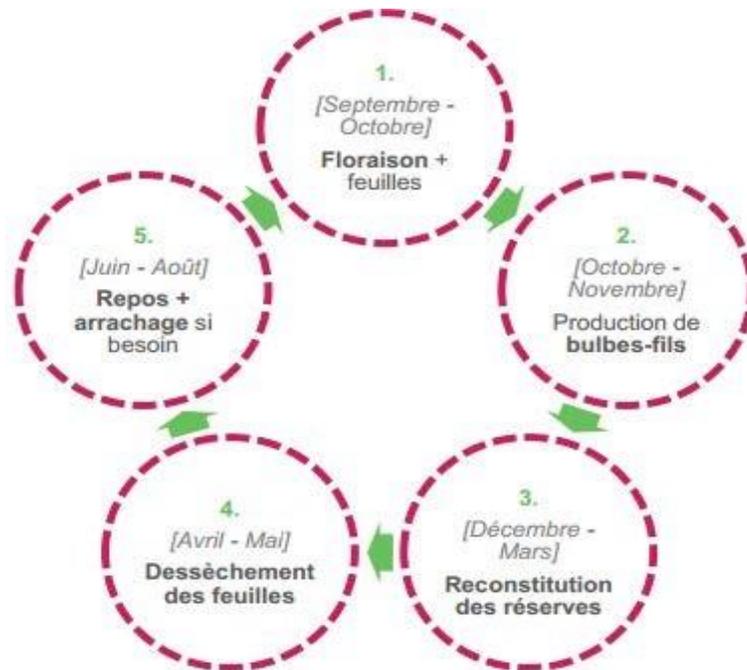


Figure 08 : cycle de développement annuel de *Crocus sativus* (**Palomares, 2015**).

- **Climat et exposition au soleil**

Le crocus prospère dans divers climats et altitudes, nécessitant des étés secs et chauds ainsi que des automnes doux et frais. L'exposition au plein soleil est préférable, notamment au sud ou au sud-est, pour une croissance optimale (**Palomares, 2015**).

- **Sol**

Le sol doit être léger, perméable, riche en matières organiques, avec un pH neutre. Une texture légère et un bon drainage sont essentiels. Les terrains non cultivés depuis longtemps, de prédominance calcaire ou argilo-calcaire, sont idéaux (**Palomares, 2015**).

- **Plantation**

La plantation se fait en été après avoir préparé le sol. Les bulbes sélectionnés sont exposés au soleil avant d'être plantés à une profondeur de 20 cm, espacés de 5 à 10 cm. Une

Chapitre I : Généralités sur le safran

profondeur de plantation de plus de 20 cm est recommandée pour protéger les bulbes (Palomares, 2015).

- **Floraison**

Crocus sativus fleurit en automne, avec une période de floraison de quatre à six semaines. La multiplication des bulbes amplifie la floraison d'année en année. Les fleurs ont une durée de vie éphémère, s'épanouissant en vingt-quatre à quarante-huit heures avant de faner (Palomares, 2015).

I.7.2. Récolte du safran

A la fin du mois d'octobre, les fleurs du safran commencent à sortir, et cette floraison dure environ trois semaines (Figure 09). Il se passe une période de floraison intensive qui dure de deux à six jours. Les fleurs qui apparaissent pendant la nuit doivent être récoltées à l'aube le jour suivant, au moins avant midi pour éviter que les pétales se fanent. Il est préférable de récolter des fleurs encore *endormies* ou fermées pour s'assurer d'obtenir des filaments de safran de haute qualité. La récolte du safran est l'objectif principal dans l'ensemble du projet et le processus le plus complexe de chaque saison où on a besoin de main-œuvre, de techniques et de patience (Galfout et al., 2020).



Figure 09 : Récolte du safran (Palomares, 2015).

- **Arrachage**

Le déterrement (l'arrachage) des bulbes s'effectue à partir du 15 mai jusqu'à la période de plantation (fin août). L'arrachage des bulbes s'effectue manuellement à l'aide des outils de jardinage ou mécaniquement à l'aide d'un tracteur en utilisant la charrue de labour s'il s'agit d'une grande surface. La collection des bulbes doit être manuelle (Palomares, 2015).

Chapitre I : Généralités sur le safran

Après une étape de sélection des bulbes en fonction de leur calibre, ces derniers sont classés avec soin. Les bulbes destinés à la vente sont séparés de ceux qui seront replantés dans une autre parcelle, après la période de stockage (Palomares, 2015).

- **Cueillette**

Traditionnellement, toute la famille participe à la cueillette du safran, qui a lieu, vers début octobre. Elle s'étale sur trois semaines et se fait quotidiennement dès le petit matin, à la rosée, puisqu'une fois les fleurs épanouies, elles sont rapidement sensibles à l'action de la lumière et de l'air, ce qui peut donner une décoloration des stigmates et une diminution de leur parfum. Les fleurs sont cueillies (figure 10) à leur base, à deux mains et sont ensuite déposées dans un panier (Favre, 2008).



Figure 10 : Cueillette des fleurs de safran (Chahine, 2014).

- **Emondage du stigmate de safran**

L'émondage est la séparation des stigmates de la fleur

- Période : la même journée que la récolte.
- Activité 100% manuelle : coût de main d'œuvre trop élevée en l'Algérie.
- 635 fleurs /personnes /heure.

L'émondage des fleurs, est l'action de séparer les trois stigmates des autres organes de la fleur de crocus (Figure 11). L'objectif est de couper le style ni trop haut ni trop bas afin de garantir une qualité optimale. C'est également une opération manuelle qui est effectuée en fin de journée de récolte. Il faut compter 3 fois plus de temps de travail que pour la récolte, soit environ 12h d'émondage pour une production de 100 m² de culture (Halil and Guebli, 2021).

Chapitre I : Généralités sur le safran



Figure 11 : Emondage des stigmates de safran (Galfout et al., 2020).

- **Séchage**

Les filaments de safran sont placés dans une pièce spéciale chauffée entre 35°C et 40°C pendant 8 à 10 heures. Une méthode plus moderne consiste à utiliser un déshydrateur, réglé à une température de 50°C pendant 2 heures. La durée semble dépendre de la quantité de filaments à faire sécher. Mais le plus important c'est de ne pas les surchauffer car cela réduira la qualité et le prix des filaments de safran (Galfout et al., 2020).

Les stigmates récoltés doivent être déshydratés en les faisant griller à une température ne dépassant pas les 50°C. Il faut faire particulièrement attention à ce que les filaments ne soient pas trop grillés. La personne assignée à cette tâche a donc un rôle très délicat dans la production d'une épice de safran de qualité. Après cette étape, les filaments auront extrêmement réduit en taille et en poids, à 80% environ (Galfout et al., 2020).



Figure 12: Chauffage et séchage des stigmates de safran (Galfout et al., 2020).

Chapitre I : Généralités sur le safran

Les techniques de séchage adoptées jusqu'à présent consistent à étaler, sur des récipients plats ou sur une étoffe de tissu, les filaments de safran récoltés et à les exposer au soleil pendant quelques heures, allant de 2 à 6 heures et parfois plus (**Figure 13**), selon l'intensité des rayons solaires. A l'ombre, la durée de déshydratation peut durer plusieurs jours, surtout en période de pluies (**Baelhadj and Hammou, 2023**).



Figure 13 : Séchage de safran à l'air libre (**Benmostefa and Guellil, 2017**).

- **Conservation du Safran**

Pendant le processus de séchage, les stigmates perdent environ 80 % de leur poids, la teneur en humidité du safran étant réduite à 7-10 % (**Mokhtari and Pourabdollah, 2013**).

La conservation du safran n'est pas très appréciée par les producteurs, les grossistes ou les détaillants. Le safran, comme d'autres herbes et épices est exposé au changement d'humidité de l'environnement. Un emballage approprié pourrait être la solution, mais il est bien connu que la plupart du safran produit dans le monde entier est transporté en grandes quantités, dans des boîtes en carton, sacs ou boîtes en fer blanc sans contrôle continu de l'humidité et de la température de l'environnement. Le safran est produit chaque année et le moyen le plus sûr est de le vendre dans l'année de la récolte. La récolte (octobre-novembre), le traitement et le tri prennent environ 2 à 3 mois, ce qui favorise la libération des composés volatiles et par conséquent l'amélioration dans la qualité sensorielle. Il est recommandé que chaque région standardise le meilleur moment de vente puisque la décision des clients dépend des caractéristiques sensorielles (**Ordoudi and Tsimidou, 2007**).

En ce qui concerne l'évolution de l'amertume et de l'arôme au cours du stockage, il est apparu que cette dernière est favorisée dans un environnement à humidité relative intermédiaire de 5 à 23%. Il faut tenir compte avec prudence du fait que les conditions optimales pour le

Chapitre I : Généralités sur le safran

développement de l'arôme ne sont pas favorables à la stabilité des pigments (Ordoudi and Tsimidou, 2007).

Lorsque le safran est commercialisé en tant qu'épice, il convient d'utiliser des valeurs de aw comprises entre 0,33 et 0,43 et des températures pas très basses (Ordoudi and Tsimidou, 2007).

Pour conserver le Safran dans des conditions optimales, les stigmates séchés doivent être placés à l'abri de l'air, de la lumière et de l'humidité, Le Safran peut garder sa saveur de longues années, mais il est préférable de le consommer après un mois de séchage (Halil and Guebli, 2021).

I.8. Domaines d'application

Les stigmates séchés de *Crocus sativus L.* (safran) sont utilisés dans différentes domaines : comme assaisonnement alimentaire et colorant ainsi qu'en médecine traditionnelle à des fins thérapeutiques et cosmétiques.

I.8.1. Domaine alimentaire

✓ Exhausteur de goût

Depuis l'antiquité à nos jours, la plus grande partie du safran produite est utilisée dans le domaine culinaire, pour la préparation du poisson, du riz et de différents plats traditionnels (Joukar et al., 2010). Sa composition en crocines, picrocrocines et le safranal, qui contribuent à la couleur, saveur et arôme respectivement (Palomares, 2015).

✓ Pouvoir colorant

La crocine et le flavonoïde donnent aux stigmates de safran une teinte jaune-orangée éclatante. Cette intense couleur se transforme rapidement en un jaune pâle et crémeux. Il est utilisé pour colorer le beurre, le fromage, certaines sauces, différentes pâtisseries, des liqueurs et des bonbons. De plus, il joue un rôle essentiel dans la teinture de certains tapis d'Orient et de tissus (Chevalier, 1926) ; (Teuscher, 2005).

✓ Pouvoir antioxydant

Les antioxydants naturels pouvant être utilisés comme additifs alimentaires, sont largement plébiscité, non seulement pour leur propriété de piégeage radicalaire, mais aussi grâce à l'allégation de produits d'origines naturels.

En effet, les extraits éthanoliques et aqueux de safran ont une activité antioxydante avérée en in vitro. Les crocines, caroténoïdes majeurs du safran et le safranal, un aldéhyde

Chapitre I : Généralités sur le safran

monoterpénique, jouent un rôle important dans l'activité antioxydante, par leur intervention dans la diminution du niveau de peroxydation des lipides (Assimopoulou *et al.*, 2005).

✓ Pouvoir aromatisant

Le safran est traditionnellement utilisé comme colorant et/ou aromatisant. Toutefois, au cours du processus de déshydratation, des modifications importantes en termes de couleur, de goût et d'arôme ont lieu dans le safran. Le safranal (2,6,6-triméthyl-1,3-cyclohexadiène-1-carboxaldéhyde) étant le principal composé volatile responsable de l'arôme caractéristique du safran (Özdemir and Azarabadi, 2018), sa concentration dépend fortement des conditions de séchage et de stockage. Le safranal n'est cependant pas perceptible dans les stigmates récemment cueillis, il n'est libéré qu'après dégradation enzymatique et thermique pendant la phase de stockage (Condurso *et al.*, 2016).

I.8.2. Domaine thérapeutique

Le safran présente plusieurs propriétés pharmacologiques, parmi les constituants de l'extrait de safran, la crocétine est principalement responsable de ses activités pharmacologiques comme l'activité hypolipidémique et anti-Alzheimer, les effets anticonvulsivants, antiprurigineux et émoullissants (Mokhtari and Pourabdollah, 2013).

I.8.3. Domaine cosmétique

Compte tenu de l'ensemble des actions pharmacologiques du safran, un intérêt renouvelé pour son exploitation sous différentes formes de cosmétiques est apparue. Les extraits du safran sont utilisés dans la production des crèmes hydratantes, des lotions pour le corps, des shampoings, des produits de soins capillaires, des savons liquides ainsi que dans la production des huiles essentielles (Fagot *et al.*, 2018).

I.9. Principaux composants bioactif du safran

I.9.1. Crocine

Les crocines (**Figure 14**), qui sont des apo-caroténoïdes hydrophiles, sont des esters polyènes monoglycosylés ou diglycosylés de la crocétine (**Abdullaev et al., 2003**). Elles représentent environ 6 à 16% de la matière sèche totale du safran, est varié selon la variété, les conditions de croissance et les méthodes de traitement (**Gregory et al., 2005**). L'action d'une enzyme, la glucosyltransférase, sur la fonction carboxylique de la crocétine et un groupement hydroxyle du sucre pour former la liaison ester permettant de synthétiser la crocine (**Moraga et al., 2009**). Son activité est optimale à une température de 40°C (**Bergoin, 2005**).

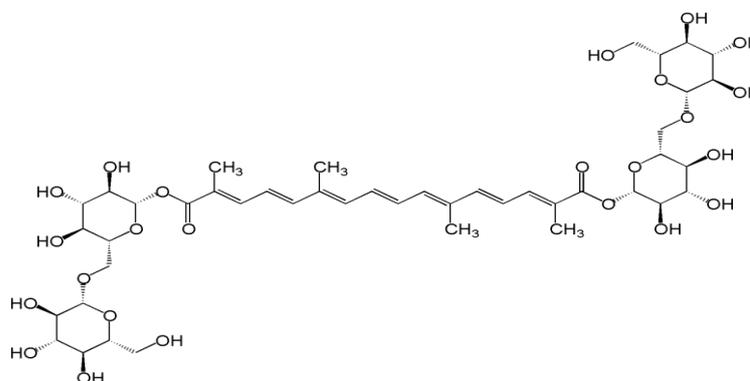


Figure 14 : Structure chimique de la crocine

I.9.2.. Picrocrocine

La picrocrocine (**Figure 15**), est le second composé le plus important en masse, représentant entre 1 et 13 % des matières sèches du safran (**Jalali-Heravi et al., 2009**). Effectivement, il s'agit d'un monoterpène glycosylé, qui est produit lors de la dégradation d'un caroténoïde appelé zéaxanthine et qui est le précurseur d'un autre composé chimique essentiel : le safranal (**Melnyk et al., 2010**). Outre son rôle dans la saveur amère du safran (**Abdullaev et al., 2003**), elle a également des propriétés antioxydantes, insecticides et pesticides (**Benmostefa and Guellil, 2017**).

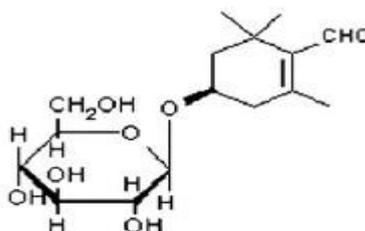


Figure 15 : Structure chimique de la picrocrocine

I.9.3. Safranal

Il y a entre 0,4 et 1,3 % d'huile essentielle dans le safran. On a signalé que le safranal (**Figure 16**), un aldéhyde aromatique, est le principal élément biologiquement actif. Effectivement, il constitue 82,82 % des substances volatiles (**He et al., 2010**), ce qui en fait le composé principal de la fraction volatile du safran (**Stureia et al., 2005**), et qui est développé lors de la torréfaction. Selon (**Kuhn and Löw, 2006**), la présence ou l'absence de safranal dans les stigmates frais dépend des conditions de séchage et de conservation du safran, qui sont des facteurs déterminants de sa qualité.

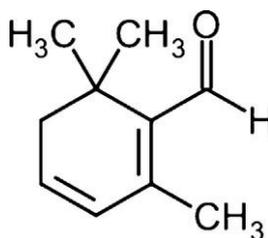


Figure 16 : structure chimique du safranal

I.10. Détermination de la qualité du safran et normalisation

Afin de garantir la pureté du safran, il est nécessaire de mettre en place des méthodes de contrôle, d'inspection et d'analyse (**Birouk et al., 2011**).

De nos jours, différentes méthodes analytiques ont été mises au point afin de mesurer non seulement la qualité du safran, mais aussi le type et le degré d'adultération observés (**Melnyk et al., 2010**).

Les normes de qualité du safran sont établies dans plusieurs pays, tels que la France avec les normes NF V32-120-1 et NF V32-120-2, et l'Iran avec la norme ISIRI 259-2 (**Lachaud, 2012**). Dans le but d'harmoniser la classification du safran à l'échelle mondiale, l'Organisation Internationale de Normalisation a défini plusieurs catégories standards de safran regroupées sous les ISO 3632. Ces informations sont mises à jour tous les 3 ans (**ISO3632-2, 2010**).

Les tableaux III et IV (Voir annexe n°1.) présentent les critères physiques ainsi que les propriétés chimiques du safran, qui déterminent la qualité de ce dernier. Les safrans de qualité plus supérieure sont classés en catégorie I (**ISO3632-2, 2010**).

Trois classes I, II et III sont définies par ISO 3632 en fonction de l'intensité de la couleur, du goût et du pouvoir aromatique. La classification est également basée sur son niveau d'humidité et sa quantité de cendres (**Birouk et al., 2011**).

Partie expérimentale

Chapitre II

Matériels et Méthodes

Chapitre II: Matériels et Méthodes

II.1. Matières végétales

La matière végétale utilisées dans cette étude est les stigmates de *Crocus Sativus L.* Deux récoltes de fleurs ont été réalisées :

❖ La première récolte : Au mois d'octobre 2023 au niveau de 5 régions (Ath Melikech, El Flaye, Adekar, Toudja et Sidi Ali Levhar), voir la **figure 17**.

- **Ath Mlikech** : Zone en altitude (780 m) considérée ayant un climat semi-aride.
- **El Flay** : Zone à altitude (277m) moyenne considérée ayant un climat sublittoral.
- **Toudja** : Zone à altitude (776m) moyenne considérée ayant un climat littoral à sublittoral.
- **Sidi Ali Levhar** : Zone sans altitude (5m) considérée ayant un climat littoral.
- **Adekar** : Zone en altitude (1092 m) considérée ayant un climat sublittoral.

Cette partie du travail est réalisée afin de comparer les safrans provenant des différentes régions et dans le but de connaître l'influence des facteurs pédoclimatiques et géographiques sur la qualité du safran. Il est important de signaler que les safrans cultivés sont de la même variété vue que les cultivateurs se sont procuré les cornes chez le même fournisseur (Madame Adouane Keltouma).

Dans le cadre de cette étude, 10 mg de poudre de safran s ont été pesés pour chaque région géographique afin de préparer des extraits. Ces échantillons de poudre ont été extraits avec 25 ml de solvant à base d'éthanol à 70%. Les extraits ainsi obtenus ont ensuite été analysés directement à température ambiante.



Figure 17 : Les stigmates des cinq régions

Chapitre II: Matériels et Méthodes

❖ La deuxième récolte : Au mois de Novembre 2023 à Adekar.

Les stigmates séchés de la récolte d'Adekar (novembre 2023) ont été broyés pour obtenir une poudre de safran, qui a été pesée et stockée dans des sachets en plastique à 20 mg par sachet. Des prélèvements de 10 mg ont été effectués à différentes températures (4°C, 25°C, 50°C) et durées (15 jours, 30 jours, 60 jours).

4°C : simuler une conservation par réfrigération.

25°C : simuler une conservation à température ambiante.

50°C : simuler une conservation dans les régions pouvant atteindre des hautes températures.



Figure 18 : Echantillon de safran (a), broyage (b) et conservation (c).

II.2. Etude de l'effet de la température sur la concentration des trois composés bioactifs du safran

Afin de déterminer la teneur des trois composés bioactifs du safran, les composés phénoliques et l'activité antioxydante, une méthode d'extraction conventionnelle qui est la macération a été utilisée durant cette étude.



Figure 19 : Extraction par agitation magnétique.

II.3. Préparation de l'extrait

La préparation de l'extrait de safran a été réalisée par macération. Pour cela, 10 mg de poudre de safran ont été placés dans un petit bécher, avec un solvant à base d'éthanol à 70%. Le mélange a été agité à l'aide d'une plaque d'agitation magnétique, à une vitesse de 600 rotations par minute, pendant 20 minutes, conformément à **la norme ISO 3632-2:2010**. Après cette étape d'extraction, l'extrait a été centrifugé à 5000 tours par minute pendant 10 minutes.



Figure 20 : Centrifugation des extraits

✓ **Mesure de l'humidité du safran :**

Peser avec une balance analytique de précision de +/-0,001g, 2,5 g du safran dans un verre de montre préalablement séché, ensuite placer dans l'étuve à 103°C +/- 2°C pendant 16h. Les résultats sont exprimés suivant la formule :

$$\text{Humidité (\%)} = (m1 - m2) / P \times 100$$

Dont :

m1 : Masse du capsule + échantillon avant séchage (g).

m2 : Masse du capsule + échantillon après séchage (g).

P : Masse de la prise d'essai (g).

II.4. Étude des teneurs en trois principaux composés du safran

Dans le cadre de cette étude, la cinétique d'extraction des trois principaux composés caractéristiques du safran (picrocrocine, safranal et crocine) a été évaluée en utilisant une méthode conventionnelle, à savoir la macération (notée « EM » pour « Extraction par Macération »). La procédure d'extraction suivie s'appuie sur la norme ISO 3632 : 2003, avec quelques adaptations. Elle consiste à extraire 10 mg de poudre de safran dans 25 ml d'éthanol à 70%. Après l'étape d'extraction, l'extrait est centrifugé à 5000 tours par minute pendant 10 minutes, à l'aide d'une centrifugeuse de marque nüvé NF 200. Les trois composés cibles du safran (picrocrocine, safranal et crocine) sont ensuite quantifiés par spectrophotométrie UV-Visible, en mesurant leurs absorbances respectives aux longueurs d'onde maximales de 257 nm, 330 nm et 440 nm. Les résultats sont exprimés en fonction de l'intensité d'absorption obtenue pour chaque composé :

$$E_{\lambda_{\max}}^1 = \frac{A_{\lambda_{\max}} \times 10000}{m(100 - H)}$$

Dont : A est l'absorbance à λ max,

m est la masse de l'échantillon du safran (g),

H est la fraction massique de l'humidité et de teneur en matières volatiles de l'échantillon, qui est de 8 %. 10000 est le facteur de dilution.

II.5. Dosage des composés phénoliques

La teneur en polyphénols des différents extraits a été déterminée par la méthode décrite par (Ali-Rachedi et al., 2018). 200µl de chaque extrait sont additionnés de 1ml du réactif de folin-ciocalteu (dilué à 1/10). Après trois minutes, 500µl de Na₂CO₃ (7,5%) sont ajoutés. Après incubation à température ambiante à l'obscurité pendant 1 heure, les absorbances sont mesurées à 765 nm. La quantité des polyphénols correspondante à chaque extrait est rapportée en mg équivalent d'acide gallique (EAG)/g de poids sec et déterminée par une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique.

II.6. Évaluation de l'activité antioxydante

Afin d'étudier l'activité antiradicalaire des extraits, la méthode au DPPH (2,2 Diphényl-1-Pyridyl-Hydrazyl) est utilisée (Sumardi et al., 2018). Un volume de 600 µl d'extrait est ajouté à 1ml de la solution méthanolique de DPPH. Le mélange réactionnel est agité vigoureusement

Chapitre II: Matériels et Méthodes

et laissé à l'obscurité pendant 30 min à température ambiante. Les absorbances sont mesurées à 515 nm par un spectrophotomètre UV-Vis. Les résultats sont exprimés en pourcentages d'inhibition du DPPH (PI) selon la formule suivante :

$$\text{PI} = (\text{Abs contrôle} - \text{Abs extrait}) / \text{Abs contrôle} \times 100$$

PI : Pourcentage d'inhibition du DPPH ; Abs contrôle : Absorbance du contrôle, mélange réactionnel contenant le solvant à la place de l'extrait ; Abs extrait : Absorbance du mélange réactionnel en présence de l'extrait.

Chapitre III

Résultats et discussion

III.1. Effet des conditions de conservation sur la qualité du safran

III.1.1. Effet sur les crocines

Les crocines sont les molécules responsables de la pigmentation du safran (Sánchez et al., 2008). La figure 21 montre l'évolution de la concentration des crocines en fonction du temps et de la température de conservation.

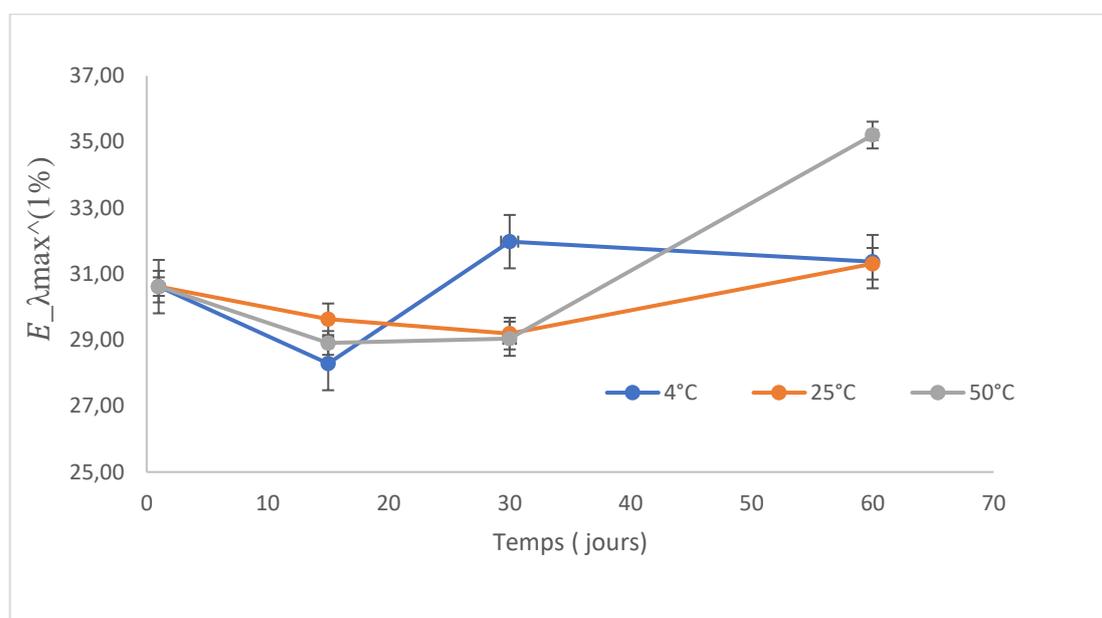


Figure 21 : Effet des conditions de conservation sur la concentration des crocines (temps et température).

Les résultats ont montré une variation de la concentration des crocines tout au long de la période de conservation et à différentes températures. En effet, une légère diminution d'environ 0,5% est observée à 15 jours quel que soit la température.

Entre 15 et 30 jours, la concentration des crocines des échantillons conservés à 25 et 50°C se stabilise. Toutefois, leur concentration augmente légèrement dans l'échantillon conservé à 4°C. Entre 30 et 60 jours, une augmentation de la concentration des crocines est observée pour les échantillons conservés à 25 et 50°C, alors qu'elle semble être stable pour l'échantillon conservé à 4°C.

Les résultats obtenus corroborent avec ceux trouvés par de plusieurs auteurs qui rapportent la stabilité globale des crocines durant le premier mois (Ordoudi and Tsimidou, 2007).

Chapitre III : Résultats et discussion

L'augmentation de la concentration des crocines à 25 et 50°C peut être expliquée, par l'effet de la température sur la poudre du safran (stigmates) provoquant la libération des structures caroténoïdes (crocines et crocétines) des structures cellulaires. D'autres part, vu que le safran a été réduit en poudre, il est possible de supposer le réarrangement de la molécule de crocétine en crocine sous l'action de l'enzyme UDPG-glucosyltransferase (UGTs) (Sereshi et al., 2018).

III.1.2. Effet sur la picrocrocine

La picrocrocine est la molécule responsable du goût amer du safran (Sánchez et al., 2008). La figure 22 montre l'évolution de la concentration de la picrocrocine en fonction du temps et de la température de conservation.

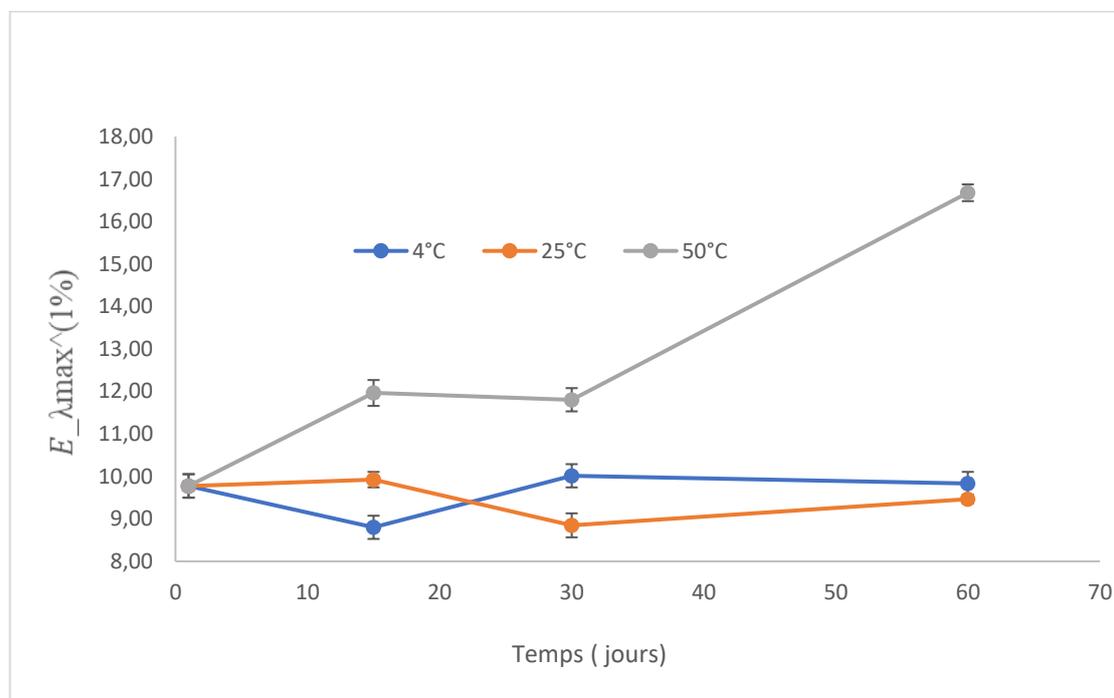


Figure 22 : Effet des conditions de conservation sur la concentration en picrocrocine (temps et température).

Les résultats ont montré une variation de la concentration de la picrocrocine tout au long de la période de conservation à différentes températures. En effet, une légère diminution de 10% est observée à 15 jours à 4°C. Ensuite on remarque une augmentation de 10% entre 15 et 30 jours. Dans l'autre côté à 25°C, la picrocrocine se stabilise jusqu'à 15 jours, puis diminue légèrement de 1% entre 15 et 30 jours. Entre 30 et 60 jours, la concentration de la picrocrocine des échantillons conservés à 4 et 25°C se stabilise.

Chapitre III : Résultats et discussion

Pour les échantillons conservés à 50°C, une augmentation de la picrocrocine (2%) est observée après 15 jours. L'allure se stabilise entre 15 et 30 jours, puis une forte augmentation de 50% est enregistrée entre 30 et 60 jours de conservation.

Les résultats obtenus montrent que la concentration en picrocrocine reste stable à basse température (4°) et à température ambiante (25°C), alors que la conservation à haute température (50°C) semble augmenter sa concentration et par conséquent la possible augmentation de l'amertume du safran.

Les résultats de l'augmentation de la concentration de la picrocrocine à haute température peut être expliquée par l'effet de la température sur le déploiement des structures cellulaires sous l'effet de la température, libérant ainsi les métabolites secondaires. Cette augmentation peut également être expliquée par la condensation du 4-hydroxy-2,6,6-triméthyl-1-cyclohexen-1-carboxaldehyde (HTCC), précurseur de la picrocrocine, avec un sucre (Sereshti et al., 2018).

III.1.3. Effet sur le safranal

Le safranal est la molécule responsable de l'arôme du safran (Sánchez et al., 2008).. La **figure 23** montre l'évolution de la concentration de safranal en fonction du temps et de la température de conservation.

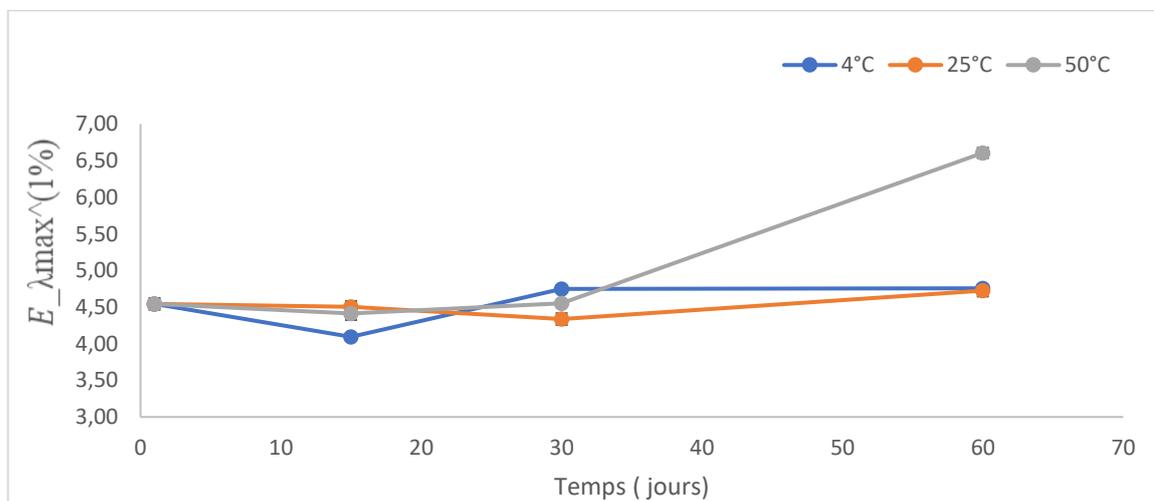


Figure 23 : Effet des conditions de conservation sur la concentration en safranal (temps et température).

Les résultats ont montré une variation de la concentration de safranal tout au long de la période de conservation et à différentes températures. Entre le premier et le 30^e jour, la

Chapitre III : Résultats et discussion

concentration de safranal des échantillons conservés semble stable quel que soit la température de conservation. Toutefois, à 4°C la concentration du safranal diminue légèrement au 15^e jour et 30 jours dans l'échantillon conservé. Entre 30 et 60 jours, une augmentation de la concentration de safranal est observée pour l'échantillon conservés à 50°C, alors qu'elle semble être stable pour les échantillons conservés à 4°C et 25°C.

Les résultats obtenus sont similaires à ceux trouvés par plusieurs auteurs qui rapportent l'augmentation de la concentration en safranal dans le temps sous l'effet de la température (**Ordoudi and Tsimidou, 2007**). Cette augmentation est probablement due à l'hydrolyse de la picrocrocine libérant la partie aglycone (le safranal). L'augmentation de la concentration en safranal peut également être expliquée en partie par la transformation de son précurseur, le HTCC, en safranal (**Palomares, 2015**) ; (**Sereshti et al., 2018**). Il est également rapporté que dans les stigmates frais du safran, le safranal est présent en état de traces ou totalement absent. Sa concentration dépend des conditions de séchage et de stockage de safran (**Bergoin, 2005**).

✓ Discussion globale sur l'effet des conditions de conservation sur la qualité du safran

Les résultats obtenus montrent que les variations des concentrations des composés caractéristiques du safran sont globalement faibles durant 60 jours de conservation de la poudre de safran, notamment à basses températures (4 et 25°C). Toutefois, il apparaît que la conservation à 50°C, provoque d'importantes variations et une augmentation des concentrations des trois composés (crocines, picrocrocine et safranal).

Les variations observées peuvent être attribuées à plusieurs facteurs : dont l'humidité du produit, l'humidité relative, la température ambiante, le stockage et la lumière. Ces facteurs affectent significativement la qualité du safran pendant le stockage et peuvent entraîner une dégradation et une réduction de la qualité du safran (**Bolandi et al., 2004**) ; (**Gregory et al., 2005**).

III.1. 4. Variation des composés bioactifs du safran par régions

La **figure 24** montre l'évolution des concentrations des composés bioactifs de safrans provenant de plusieurs régions de la wilaya de Bejaïa (Ath Mlikeche, El Flaye, Adekar, Toudja, Sidi Ali Levhar).

Chapitre III : Résultats et discussion

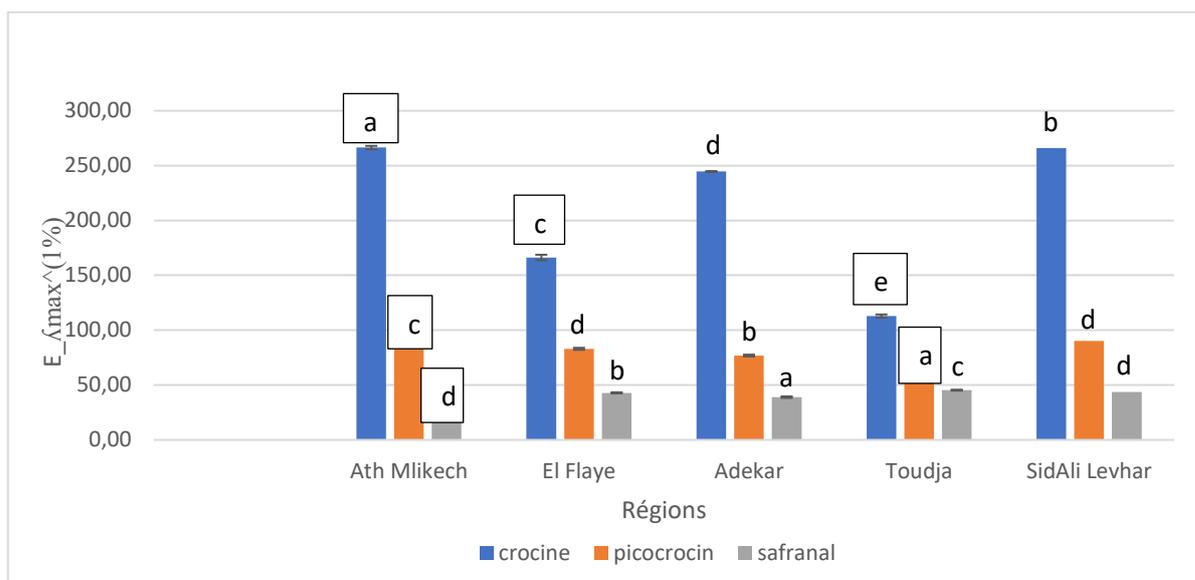


Figure 24 : Comparaison des concentrations des composés caractéristiques des safrans des cinq régions.

Les valeurs de composés caractéristiques de safran portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ; les lettres en minuscules indiquent les différences entre les composés caractéristiques des safrans des cinq régions. ($a > b > c > d > e$). Les barres verticales représentent les écarts types.

Les concentrations des 3 composés clés de safran varient d'une région à une autre. Premièrement les crocines : des différences remarquables ont été observées pouvant être classées de l'échantillon le plus concentré jusqu'au moins concentré : la région d'Ath Mlikeche vient en tête avec une concentration de 266,49, suivie de Sidi Ali Levhar avec une concentration de 265,98, puis vient le safran de Adekar avec une concentration de 244,6, celui de El Flaye avec une concentration de 166,27 et enfin le safran de Toudja avec une concentration de 112,93.

Deuxièmement la picrocrocine : Nous avons observé de légères différences de concentration de la picrocrocine entre les échantillons, qui peut être classée du plus concentré jusqu'au moins concentré. La région d'Ath Mlikeche vient en premier avec une concentration de 94,75, suivi par l'échantillon de Sidi Ali Levhar avec une concentration de 90,22, puis celui de El Flaye avec une concentration de 83,01, celui de Adekar avec une concentration de 76,85 et enfin le safran de Toudja avec une concentration de 68,3.

Troisièmement le safranal qui a été observé avec des variations plus proches qu'on peut classer du plus concentré jusqu'au moins concentré. L'échantillon de la région de Toudja vient en premier avec une concentration de 45,33, suivi de celui de Sidi Ali Levhar avec une

Chapitre III : Résultats et discussion

concentration de 43,62, ensuite celui de El Flaye avec une concentration de 42,86, celui de Adekar avec une concentration de 38,91 et enfin Ath Mlikeche avec une concentration de 28,04.

Les variations observées peuvent être dues à de nombreux facteurs : les conditions culturales et facteurs pédoclimatiques (sol, précipitation, température et humidité relative) (Kianimanesh *et al.*, 2022), et les facteurs géographiques (Caballero-Ortega *et al.*, 2004). La méthode et conditions de séchage et de conservation influence également la composition et la qualité du safran (Bolandi *et al.*, 2004) ; (Gregory *et al.*, 2005). Nous rappelons que la principale différence réside dans les conditions pédoclimatique et géographique, car les cormes de safran ont une même origine et la méthode de séchage est supposée être la même.

III.2. Teneur en composés phénoliques du safran

III.2.1. Evolution de la teneur en composés phénolique au cours de stockage

Les résultats de dosage des composés phénoliques du safran sont montrés sur la **Figure 25**.

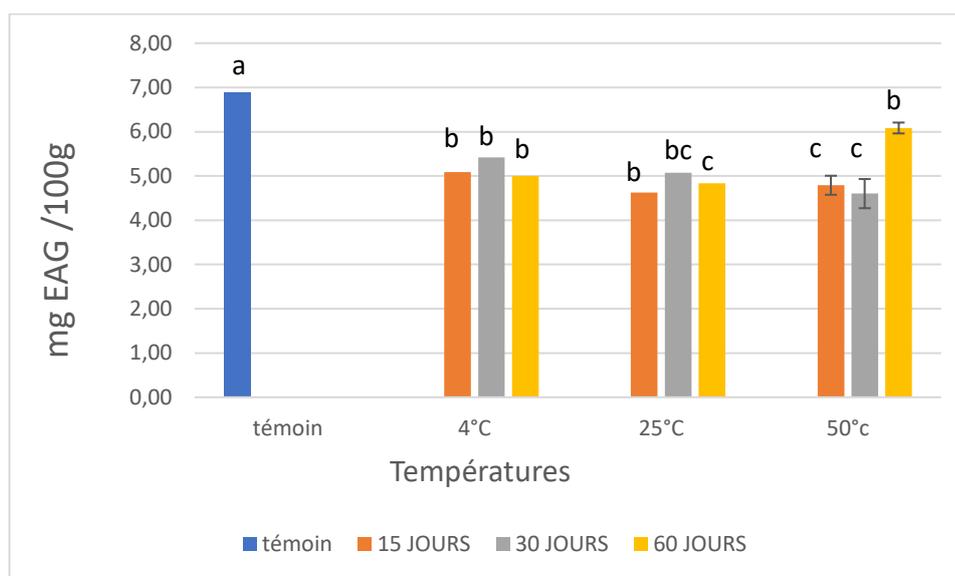


Figure 25 : Effet des conditions de conservation sur la concentration en composés phénoliques (temps et température).

Les valeurs de composés phénoliques portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ; les lettres en minuscules indiquent les différences entre les valeurs de composés phénoliques ($a > b > c$). Les barres verticales représentent les écarts types.

Les résultats ont montré une variation de la concentration en composés phénoliques durant la conservation à différentes températures. En effet, une diminution importante de la

Chapitre III : Résultats et discussion

concentration des composés phénoliques des échantillons conservés à différentes températures par rapport au témoin qui a une concentration de 6,88 mg EAG/100g.

Après 15 jours, la concentration des composés phénoliques des échantillons conservés à 4°C diminue à une concentration de 5,09 mg EAG/100g. Par contre à 30 jours on observe une légère augmentation de la concentration jusqu'à 5,42 mg EAG/100g pour diminuer une autre fois à une concentration de 4,99 mg EAG/100g après 60 jours de conservation.

Pour les échantillons conservés à 25°C, une diminution de 4,62 mg EAG/100g après 15 jours est observée, puis augmente jusqu'à 5,07 mg EAG/100g après 30 jours et enfin se diminue une autre fois jusqu'à 4,83 mg EAG/100g après 60 jours de conservation.

Concernant les échantillons conservés à 50°C, une diminution jusqu'à 4,79 mg EAG/100g a été observée après 15 jours, puis continue à diminuer jusqu'à atteindre une concentration de 4,60 mg EAG/100g après 30 jours. Puis on observe une augmentation significative avec une concentration de 6,08 mg EAG/100g après 60 jours de conservation.

Généralement, nos résultats corroborent avec ceux trouvés par de plusieurs auteurs qui rapportent la diminution de la concentration en composés phénoliques à différentes températures (**Brahmi et al., 2015**). D'ailleurs, rapporté que les pertes de teneur totale en polyphénols ont été observées pour les échantillons ayant subi un traitement thermique (**Chan et al., 2009**). Cependant, nous n'avons pas pu expliquer l'augmentation de la concentration des PPT au 60^e jour de conservation pour les échantillons conservés à 50°C.

III.2.2. Effet sur les composés phénoliques des cinq régions

Les résultats de dosage des composés phénoliques du safran des cinq régions sont montrés dans la **Figure 26**.

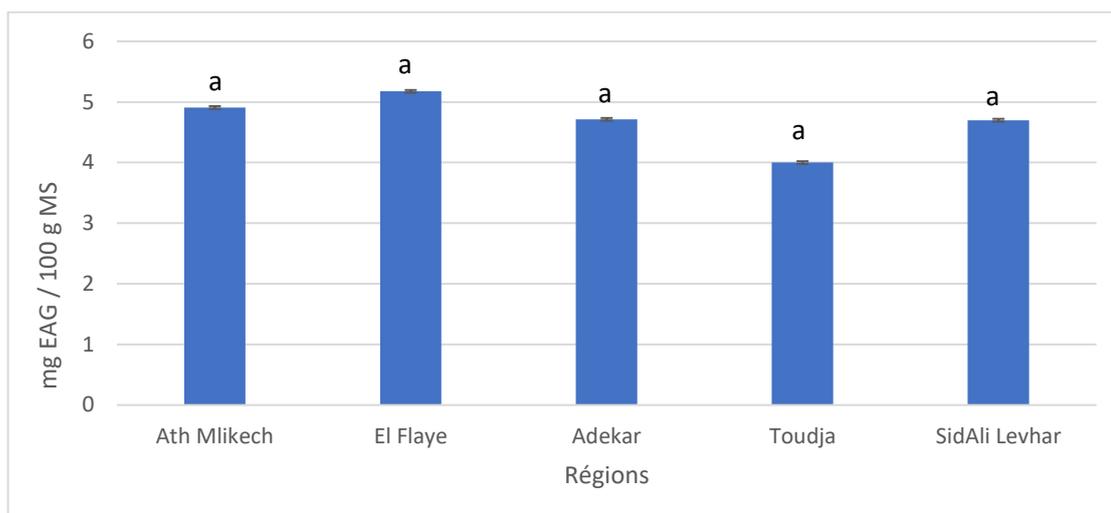


Figure 26 : Teneurs en composés phénoliques du safran provenant des cinq régions.

Les valeurs de composés phénoliques portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative (a).

La concentration en PPT du safran de la région d'El Flaye est en première position avec une teneur de 5,17 mg EAG/100g MS, suivi par celui de la région d'Ath Mlikeche avec une concentration de 4,90 mg EAG/100g MS, puis celui de Adekar avec une concentration de 4,71 mg EAG/100g MS, celui de Sidi Ali Levhar avec une concentration de 4,70 mg EAG/100g MS et enfin celui de la région de Toudja avec une concentration de 3,99 mg EAG/100g MS (Hassan-Beygi, 2010).

Les résultats obtenus montrent que les concentrations en composés phénoliques varient d'une région à une autre, cela peut être due à une corrélation positive entre les teneurs en composés phénoliques et les paramètres climatiques (température et rayonnement solaire). Il est rapporté que les paramètres climatiques et l'altitude mais également selon l'année de récolte. Etant donné que ces paramètres peuvent influencer l'expression du métabolisme secondaire (Vestalys, 2018).

III.3. Activité antioxydante du safran

III.3.1. Evaluation de l'activité antioxydante à différentes températures

Les résultats de la stabilité de l'activité antioxydant des échantillons conservés à différentes températures sont montrés dans la **Figure 27**.

Chapitre III : Résultats et discussion

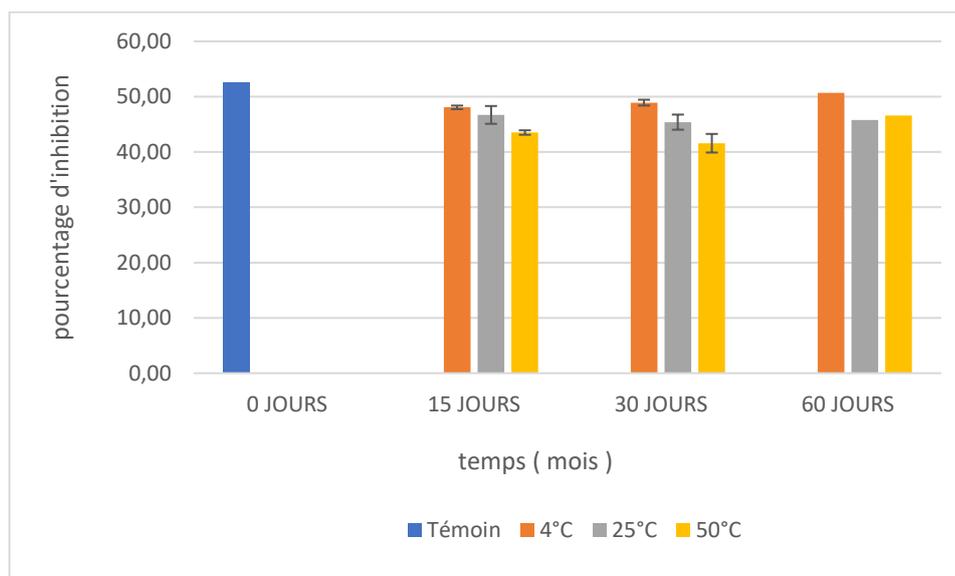


Figure 27 : Effet des conditions de conservation sur l'activité antioxydante du safran (temps et température).

Les résultats ont montré une variation dans l'activité antioxydante des échantillons tout au long de la période de conservation et à différentes températures. En effet, on remarque une diminution de l'activité antioxydante des échantillons conservés à différentes températures par rapport au témoin qui a un pourcentage de 52,62%.

Après 15 jours de conservation, une diminution de (à 48,06%) est observée dans les échantillons conservés à 4°C, et les échantillons conservés à 25°C (diminution de 46,70%). La diminution est de 43,51% pour les échantillons conservés à 50°C.

Après 30 jours, une légère augmentation de 48,06% à 48,91% a été observée à basse température (4°C), mais semble stable à 25°C. Enfin, une légère diminution est observée à 50°C (diminution de 43,51% à 41,58%).

Après 60 jours, une légère augmentation de l'activité antioxydante a été observée (de 48,91% jusqu'à 50,66%) à température de 4°C, stable à 25°C, et une augmentation de 41,58% à 46,57% a été observée à 50°C.

La diminution de l'activité antioxydante pour les échantillons conservés à différentes températures est attribuée à la dégradation thermique des agents antioxydants, notamment les composés phénoliques (Chan et al., 2009).

Chapitre III : Résultats et discussion

III.3.2. Variations de l'activité antioxydant (les 5 régions)

Les résultats de la stabilité de l'activité antioxydant des échantillons des cinq régions sont montrés dans la **Figure 28**.

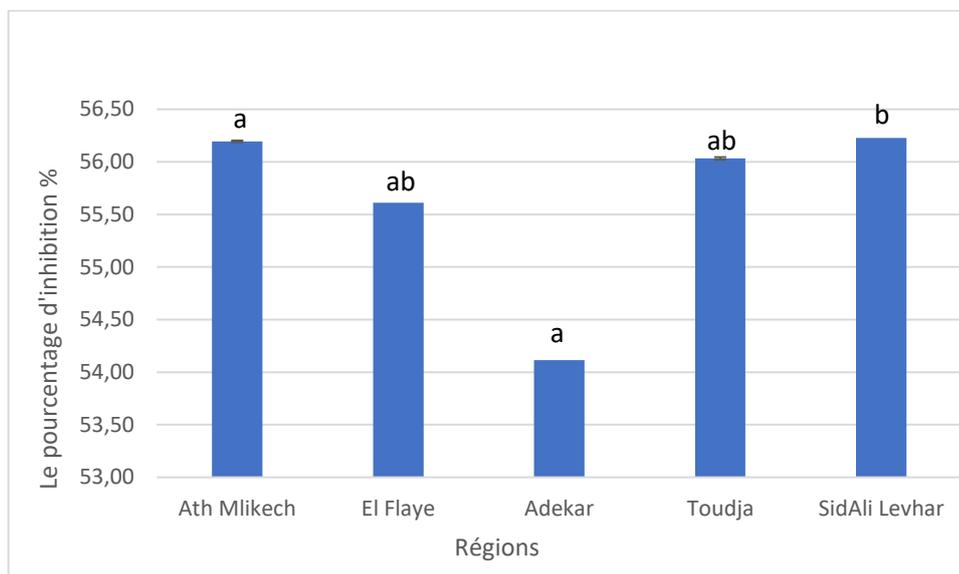


Figure 28 : Pourcentages d'inhibition du DPPH des safrans des cinq régions.

Les valeurs de l'activité antioxydante portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ; les lettres en minuscules indiquent les différences entre les valeurs de l'activité antioxydante ($a > ab$). Les barres verticales représentent les écarts types.

L'activité antioxydante varie d'une région à une autre. En effet, on observe les pourcentages d'inhibition les plus élevés dans la région d'Ath Mlikeche et Sidi Ali Levhar et Toudja qui sont relativement proches : 56,26%, 56,2% et 56% respectivement, suivi par El Flaye avec un pourcentage d'inhibition de 55,6 % et enfin Adekar avec un pourcentage d'inhibition de 54,11%.

Les résultats obtenus rapportent que l'activité antioxydante varie d'une région à une autre. Cela peut être due à une corrélation positive entre les teneurs en composés antioxydants, notamment les composés phénoliques avec les paramètres climatiques (température et rayonnement solaire, ...). En effet, les paramètres climatiques évoluent différemment selon les caractéristiques de chaque région et affectent en conséquence le métabolisme des végétaux et la biosynthèse des métabolites secondaires bioactives (**Vestalys, 2018**).

Conclusion

Au terme de notre étude sur les facteurs influençant la qualité du safran : temps (jusqu'à 60 jours) et température (4, 25 et 50°C). Le but était de suivre la cinétique de dégradation des substances bioactives à savoir les crocines la picrocrocine et le safranal. A cela s'ajoute une étude comparative entre plusieurs safrans provenant de cinq localités (Ath Mlikeche, El Flaye, Adekar, Toudja, Sidi Ali Levhar) qui a été réalisé dans le but de connaître les différences entre les composés clé du safran, ainsi que les composés phénoliques et l'activité antioxydante des extraits (test d'inhibition du DPPH).

Il été montré que les crocines, picrocrocines et le safranal subissent certains changements durant la période de conservation, notamment l'effet de la conservation à haute température sur ces trois composés bioactifs en déclenchant des réactions chimiques et peut être enzymatiques. En effet, le stockage à 50°C entraine une augmentation prononcée dans les concentrations en substances bioactives du safran durant les 60 premiers jours.

Il est également montré que les composés phénoliques sont influencés par les facteurs de l'étude, notamment la température.

Les conditions de stockage à basse température (4°C) stabilisant les concentrations des substances bioactives du safran. Il est clair que le stockage à basse température contribue à maintenir la qualité du safran sur une périodes plus longue par rapport à un stockage à des température plus élevées.

Par ailleurs, le dosage des trois composés caractéristiques du safran des cinq régions à révéler des variations significatives dans les concentrations en substances bioactives du safran. Ces résultats suggèrent que les facteurs pédoclimatiques influencent la concentration des composés bioactives.

En perspectives, il serait intéressant de prolonger la durée de stockage et de tester d'autres températures. Cette étude sera poursuivie par Tensaout Fatima par la prolongation de la période de stockage des échantillons.

Notre travail s'inscrit dans un projet global sur le safran SAFFROMFOOD financé par le programme PRIMA.

Références bibliographiques

- Abdullaev, F. I., Riverón-Negrete, L., Caballero-Ortega, H., Manuel Hernández, J., Pérez-López, I., Pereda-Miranda, R., and Espinosa-Aguirre, J. J. (2003). Use of in vitro assays to assess the potential antigenotoxic and cytotoxic effects of saffron (*Crocus sativus* L.). *Toxicology in Vitro* **17**, 731-736.
- Abir, D., and Safa, R. (2020). Étude bibliographique du potentiel biologique du Safran, Université laarbi tebessi tebessa.
- Ali-Rachedi, F., Meraghni, S., Touaibia, N., and Mesbah, S. (2018). Analyse quantitative des composés phénoliques d'une endémique algérienne *Scabiosa Atropurpurea* sub. *Maritima* L. *Bulletin de la société royale des sciences de liège* **87**.
- Assimopoulou, A., Sinakos, Z., and Papageorgiou, V. (2005). Radical scavenging activity of *Crocus sativus* L. Extract and its bioactive constituents. *Phytotherapy research : PTR* **19**, 997-1000.
- Ayari, M. A. (2021). Développement d'une régie de culture du safran (*Crocus sativus*) adaptée aux conditions climatiques québécoises.
- Baelhadj, A., and Hammou, A. (2023). Inventaire des bioagresseurs du safran dans la région de Ghardaïa.
- Belmahi, N., and Boukhelif, H. (2021). la pouvoir hypoglycémiant de safran (*crocus sativus* L), université de Telemcen.
- Benmihoub, A., Akli, S., Ameer, F., Ooulmane, A., Faysse, N., Mokani, M., and Belhadi, A. (2022). The emerging saffron value chain in the M'Zab valley – southern Algeria: an analysis of ongoing dynamics and strategic development options. *New Medit* **21**.
- Benmostefa, I., and Guellil, Z. (2017). Dosage des polyphénols de la fleur de *crocus sativus* L.
- Bergoin, M. (2005). Application of the agrosresource refining concept to saffron (*crocus sativus*) aiming the utilisation of its by-products for aroma and dyeing purposes
- Application du concept de raffinage végétal au safran du Quercy (*Crocus sativus*) pour la valorisation intégrée des potentiels aromatiques et colorants, Institut National Polytechnique (Toulouse).

Références bibliographiques

- Birouk, A., ABouDrArE, A., Ait-ouBAhou, A., Kenny, L., and El Bennoury, H. (2011). Guide des bonnes pratiques de production du safran dans la région de Taliouine-Tazenakht. *Rapport de la FAO*.
- Bolandi, M., Aminlari, M., Karbassi, A., Ghoddusi, H., and Mesbahi, G. (2004). Effect of drying methods and light on the chemical characteristics of saffron (*Crocus sativus* L.) during storage. **18**.
- Boutet, G. (1999). "Ils étaient de leur village," Gallimard.
- Brahmi, F., Madani, K., Mohamed, C., and Auteurs, A. (2015). "Impact du séchage conventionnel des feuilles de la mélisse officinale de la région de Bejaia sur la teneur en composés phénoliques et l'activité antioxydante de leur extrait méthanolique."
- Caballero-Ortega, H., Pereda-Miranda, R., Riverón-Negrete, L., Hernández, J. M., Medécigo-Ríos, M., Castillo-Villanueva, A., and Abdullaev, F. I. (2004). Chemical composition of saffron (*Crocus sativus* L.) from four countries. *ACTA HORTICULTURAE.*, 321-326.
- Chahine, N. (2014). Effet protecteur du safran contre la cardiotoxicité de la doxorubicine en condition ischémique.
- Chan, E., Lim, Y., Wong, S. K., Lim, K. K., Tan, S. P., Lianto, F. S., and Yong, M. (2009). Effects of different drying methods on the antioxidant properties of leaves and tea of ginger species. *Food Chemistry - FOOD CHEM* **113**, 166-172.
- Chevalier, A. (1926). La culture du Safran (Suite et fin). *Journal d'agriculture traditionnelle et de botanique appliquée*, 490-501.
- Condurso, C., Cincotta, F., Tripodi, G., and Antonella, V. (2016). Bioactive volatiles in Sicilian (South Italy) saffron: safranal and its related compounds. *Journal of Essential Oil Research* **29**, 1-7.
- Djenouhat, A., and Rais, S. (2020). Étude bibliographique du potentiel biologique du Safran. (U. d. Tebessa, ed.).
- Dupont, J. (2001). Dimensions culturelles et culturelles du safran en France. *Empan*.
- Fagot, D., Pham, D. M., Laboureau, J., Planel, E., Guerin, L., Nègre, C., Donovan, M., and Bernard, B. A. (2018). Crocin, a natural molecule with potentially beneficial effects against skin ageing. *Int J Cosmet Sci* **40**, 388-400.
- Favre, E. (2008). Le safran-l'anti kilo l'anti déprime. *Terre d'hommes* **177**, 172.

Références bibliographiques

- Galfout, L., KHLIFA, Z., and KHRAIS, C. (2020). Analyse de la performance technico économique des plantes aromatiques et médicinales dans la région de Tiaret: cas du safran, université ibn khaldoun-tiaret.
- Gregory, M. J., Menary, R. C., and Davies, N. W. (2005). Effect of Drying Temperature and Air Flow on the Production and Retention of Secondary Metabolites in Saffron. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **53**, 5969-5975.
- Halil, K. N., and Guebli, F. (2021). Etude technico-culturale de safran *Crocus sativus* L. dans la région de Hamadia, Tiaret.
- Hassan-Beygi, S. (2010). Some physical properties of saffron crocus corm. *Cercetări Agronomice în Moldova XLIII , No.1*, 1-9.
- He, P., Tang, J., Zhang, D., Zeng, Y., and Shao, L. (2010). Release of volatile organic compounds during bio-drying of municipal solid waste. *Journal of Environmental Sciences* **22**, 752-759.
- ISO3632-2 (2010). Épices — Safran (*Crocus sativus* L.).
- Jadouali, S. M., Atifi, H., Mamouni, R., Majourhat, K., Bouzoubaâ, Z., Laknifli, A., and Faouzi, A. (2018). Chemical characterization and antioxidant compounds of flower parts of Moroccan crocus sativus L. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* **18**, 476-480.
- Jadouali, S. M., Atifi, H., Mamouni, R., Majourhat, K., Bouzoubaâ, Z., Laknifli, A., and Faouzi, A. (2019). Chemical characterization and antioxidant compounds of flower parts of Moroccan crocus sativus L. *Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences* **18**, 476-480.
- Jalali-Heravi, M., Parastar, H., and Ebrahimi, H. (2009). Characterization of volatile components of Iranian saffron using factorial-based response surface modeling of ultrasonic extraction combined with gas chromatography-mass spectrometry analysis. *Journal of chromatography. A* **1216**, 6088-97.
- Joukar, S., Najafipour, H., Khaksari, M., Sepehri, G., Shahrokhi, N., Dabiri, S., Gholamhoseinian, A., and Hasanzadeh, S. (2010). The effect of saffron consumption on biochemical and histopathological heart indices of rats with myocardial infarction. *Cardiovasc Toxicol* **10**, 66-71.

Références bibliographiques

- Kianimanesh, K., Lebaschi, M. H., Jaimand, K., Abdossi, V., and Tabaei Aghdaee, S. R. (2022). Evaluating the application of organic and chemical fertilizers for safranal, crocin, and picrocrocin of saffron (*Crocus sativus* L.) under dryland farming system. *Journal of Medicinal Plants and By-products* **11**, 171-179.
- Kuhn, R., and Löw, I. (2006). Über das Flavonolglykosid aus *Crocus*-Pollen. *Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft (A and B Series)* **77**, 196-202.
- Lachaud, C. M. (2012). "La bible du safranier: tout savoir sur le *Crocus sativus* et sur le safran," CM Lachaud.
- Lahmadi, S., Guesmia, H., Zeguerrou, R., Maaoui, M., and Belhamra, M. (2013). LA CULTURE DU SAFRAN (*CROCUS SATIVUS* L.) EN REGIONS ARIDES ET SEMI ARIDES CAS DU SUD EST ALGERIEN. *Journal Algérien des Régions Arides* **12**, 18-27.
- Melnyk, J. P., Wang, S., and Marccone, M. F. (2010). Chemical and biological properties of the world's most expensive spice: Saffron. *Food Research International* **43**, 1981-1989.
- Mokhtari, B., and Pourabdollah, K. (2013). Extraction of saffron ingredients and its fingerprinting by nano-emulsion membranes. *Indian Journal of Chemical Technology* **20**, 222-228.
- Moraga, Á. R., Rambla, J. L., Ahrazem, O., Granell, A., and Gómez-Gómez, L. (2009). Metabolite and target transcript analyses during *Crocus sativus* stigma development. *Phytochemistry* **70**, 1009-1016.
- Occidentale, R. d. M., and Agriculture, D. D. d. I. (2015). "Livre blanc, Le safran en Europe," ALEXANDROS -SRL/Ed.
- Ordoudi, S., and Tsimidou, M. (2007). Saffron Quality: Effect of Agricultural Practices, Processing and Storage. pp. 209-260.
- Özdemir, F., and Azarabadi, N. (2018). DETERMINATION OF CROCIN CONTENT AND VOLATILE COMPONENTS IN DIFFERENT QUALITIES OF IRANIAN SAFFRON. *Gıda* **43**, 476-489.
- Palomares, C. (2015). Saffron, precious spice or precious medicine ?
, Université de Lorraine.
- Sánchez, A. M., Carmona, M., Prodanov, M., and Alonso, G. L. (2008). Effect of Centrifugal Ultrafiltration on the Composition of Aqueous Extracts of Saffron Spice (*Crocus sativus* L.). *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **56**, 7293-7301.

Références bibliographiques

- Sereshti, H., Poursorkh, Z., Aliakbarzadeh, G., and Zarre, S. (2018). Quality control of saffron and evaluation of potential adulteration by means of thin layer chromatography-image analysis and chemometrics methods. *Food Control* **90**.
- Stureia, M, T, O, S, and hyssopus (2005). Les plantes aromatiques et huiles essentielles à Grasse : Botanique-Culture-Chimie-Production et marché. L'Harmattan, Paris.
- Sumardi, S., BASYUNI, M., and WATI, R. (2018). Antimicrobial activity of polyisoprenoids of sixteen mangrove species from North Sumatra, Indonesia. *Biodiversitas Journal of Biological Diversity* **19**, 1243-1248.
- Teuscher, E. (2005). Medicinal spices. 480.
- Tozanli, S. (2018). Étude du marché algérien intérieur et import/export de la pistache, de la câpre, de l'amande amère et du safran. *PAP ENPARD Algérie* **75**.
- Vestals, I. R. (2018). Biochemical and genetic markers of the adaptation of cultivated coffee to climatic variations
- Recherche de marqueurs biochimiques et génétiques de l'adaptation des caféiers cultivés aux variations climatiques, Université Montpellier
- Université d'Antananarivo.
- Yildirim, M. U., Sarihan, E., and Khawar, K. M. (2020). Ethnomedicinal and Traditional Usage of Saffron (*Crocus sativus* L.) in Turkey. pp. 21-31.
- Zaoui, K. (2020). CONTRIBUTION A L'ETUDE SOCIO-ECONOMIQUE DE LA CULTURE DU SAFRAN EN ALGERIE & PERSPECTIVE DE DEVELOPPEMENT.
- Zobeidi, Z., and Benkhalifa, A. (2014). "La culture du Safranier (*Crocus sativus* L.) en Algérie."

Webographie

Thèse de doctorat de JAVID IQBAL MIR (2013) photo des stigmates de safran. Site web: <https://www.researchgate.net/profile/Javid-Mir/publication/339899147/figure/fig5/AS:868486767210496@1584074789517/Variability-in-stigma-number-shown-by-some-clonal-selections-of-saffron-413.png>. (Consulté le 22 mai 2024).

Annexes

Annexes

Annexe 1 :

Tableau III : spécifications chimiques du safran en filaments, filaments coupés et en poudre

Caractéristiques	Spécifications			Méthodes d'essai
	Catégories			
	I	II	III	
Humidité et teneur en matières volatiles (fraction massique), %max	12	12	12	ISO 3632-2 2010, article 7
Safran sous forme de filaments et filaments coupés	10	10	10	
safran sous forme de poudre				
Cendres totales (masse), sur matières sèche, % max	8	8	8	ISO 928 et ISO 3632-2 : 2010, article 12
Cendres insolubles dans l'acide (fraction massique), %, sur matières sèche, max	1,0	1,0	1,0	ISO 930 et ISO 3632-2 : 2010, article 13
Extrait soluble dans l'eau froide, (fraction massique), %, sur matière sèche, max	65	65	65	ISO 941 et ISO 3632-2 : 2010, article 11
Saveur amère (exprimé en picrocrocine) $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 257 nm, sur matière sèche, min (à cette longueur d'onde, l'absorbance de la picrocrocine est maximale)	70	55	40	ISO 3632-2 : 2010, article 14

$E_{1cm}^{1\%}$ Pouvoir aromatique (exprimé en safranal) 330nm, sur matière sèche, min max (à cette longueur d'onde, l'absorbance du safranal est maximale)	20 50	20 50	20 50	ISO 3632-2 : 2010, article 14
$E_{1cm}^{1\%}$ Pouvoir colorant (exprimé en crocine) 440 nm, sur matière sèche, min (à cette longueur d'onde, l'absorbance de la crocine est maximale)	200	170	120	ISO 3632-2 : 2010 : article 14
Colorants artificiels	absence	Absence	absence	ISO 3632-2 : 2010, article 16 et / ou 17

NOTE : des analyses complémentaires peuvent être réalisées (l'azote total et l'indice d'insoluble dit cellulosique), si nécessaire et si l'on dispose d'un échantillon suffisant.

Tableau IV : Classification du safran en filament et en filaments coupés sur des critères Physiques.

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

Annexe 2 :

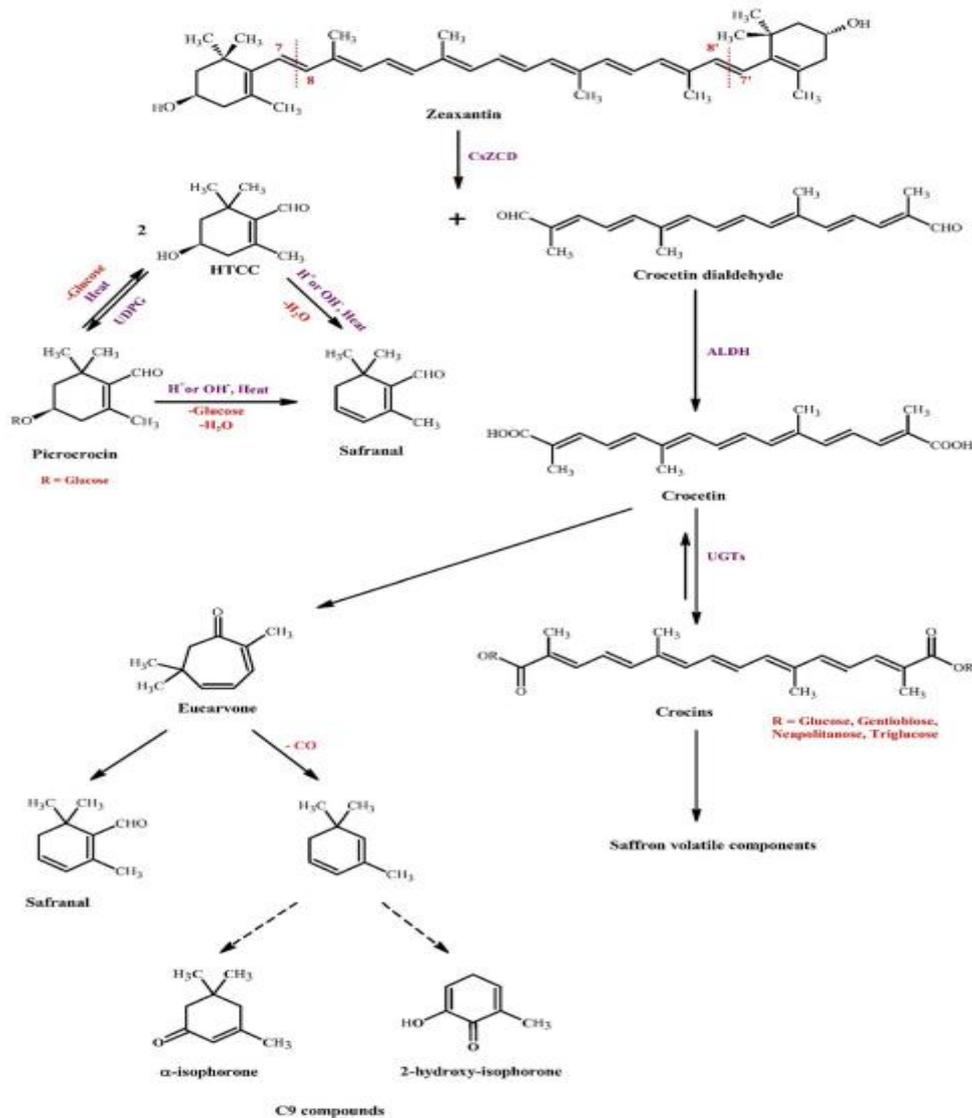


Figure 29 : Mécanisme proposé pour la création et la conversion des composés importants du safran (Sereshti et al., 2018)..

Résumé

Les composés bioactifs principaux de safran sont la picrocrocine, le safranal et la crocine, qui contribuent significativement à sa qualité, en mettant l'accent sur l'influence des conditions climatiques et de stockage. Les objectifs principaux sont de comprendre l'impact de la température de conservation sur les substances bioactives du safran, et de comparer la qualité du safran provenant de différentes régions. La méthodologie inclut la conservation du safran à différentes températures pour observer la dégradation des crocines, picrocrocine et safranal, ainsi que la mesure des composés phénoliques et de l'activité antioxydant des échantillons de cinq régions. Les résultats montrent que les substances bioactives se dégradent à des températures plus élevées, et que l'activité antioxydant varie selon les régions, suggérant une corrélation avec les paramètres climatiques locaux. L'étude conclut que pour préserver la qualité du safran, il est recommandé de le stocker à basse température, et que les conditions environnementales spécifiques à chaque région jouent un rôle crucial dans sa composition chimique.

Mots clés: Safran, Picrocrocine, Safranal, Crocine, Activité antioxydante, Stockage, Temperature.

Abstract

The main bioactive compounds of saffron are picrocrocin, safranal, and crocin, which significantly contribute to its quality, emphasizing the influence of climatic and storage conditions. The primary objectives are to understand the impact of storage temperature on the bioactive substances of saffron and to compare the quality of saffron from different regions. The methodology includes storing age of saffron at various temperatures to observe the degradation of crocins, picrocrocin, and safranal, as well as measuring the phenolic compounds and antioxidant activity of samples from five regions. The results show that bioactive substances degrade at higher temperatures and that antioxidant activity varies by region, suggesting a correlation with local climatic parameters. The study concludes that to preserve saffron quality, it is recommended to store it at a low temperature and that the specific environmental conditions of each region play a crucial role in its chemical composition

Key words: Saffron, Picrocrocin, Safranal, Crocin, Antioxidant activity, Storage, temperature.