

Comparaison des Huiles des Graines du Laurier, de Pen d'Alep et de Figuier de Barbarie

Chaaben Hayet¹, Motri Samia², Ben Selma Zied³, Khantouche Linda⁴

¹DGET, département génie des procédés, ISET Zaghouan, 1121 Mograne.

²DGET, département génie des procédés, ISET Sfax, BP 88 A - 3099 El Bustan Sfax

³Laboratoire nature d'orient, El Knais M'saken, 4014 Sousse

⁴DGET, département génie des procédés, ISET Zaghouan, 1121 Mograne

Résumé: Les huiles sont considérées comme une source primordiale de matières premières recherchées en cosmétique. Pour valoriser la fabrication des produits nouveaux et sous produits locaux à bases des huiles tunisiennes et vu l'émergence du secteur de la cosmétique issue d'unités semi-industrielles, Nous avons étudié, dans ce présent travail, la caractérisation des huiles des graines de différents plantes, le laurier (*Lauris nobilis*), le Pen d'Alep (*Pinus halepensis*), et la figue de barbarie (*Opuntia ficus indica*) ainsi que la composition de ces huiles en acides gras. La collecte des fruits a été faite au mois de septembre et d'octobre de 2014. L'extraction des huiles a été réalisée en utilisant la technique Soxhlet et la teneur en acide gras a été déterminée par chromatographie en phase gazeuse. Le rendement de l'huile extraite des graines du Pen d'Alep et du laurier a été respectivement de 21,60 % et 11%, valeurs plus élevées que l'huile extraite des graines du figuier de barbarie (8,74 %). Ces huiles se révèlent plus riches en acides gras insaturés, avec un profil de type linoléique-oléique (26,36–62,19%) pour l'huile de Pen d'Alep, oléique – linoléique (41,09 – 34,48%) pour le laurier et linoléique - oléique (62,55 % – 19,48 %) pour le figuier de barbarie. Les pourcentages des acides gras poly - insaturés sont élevés dans l'huile extraite des graines de Pen d'Alep (63,08 %) et du figuier de barbaries (62,78 %). Cependant, pour l'huile de laurier, les acides gras mono insaturés (43,38%) sont les plus abondants. Vu leur composition originale en acides gras, ces huiles auraient un potentiel certain en cosmétique.

Mots Clés - qualité, huiles, graines, laurier, figue de barbarie, Pen d'Alep

I. Introduction

Les plantes sont exploitées pour leurs principes actifs, qui peuvent être constitués de substances. On y trouve les composés volatiles (composés terpéniques), flavonoïdes, tanins, saponosides, vitamines, protéines, acides aminés, phospholipides, caroténoïdes, phytohormones, composés phénoliques et acides gras [1, 2].

Aujourd'hui, les extraits végétaux sont considérés comme des substances indispensables à la cosmétique et c'est ce qu'on appelle la phytocosmétique, du fait de leurs propriétés fonctionnelles ou structurales et le marché des cosmétiques reposant, en grande partie, sur la nouveauté. Ils sont extrêmement nombreux à être de plus en plus utilisés pour leurs principes naturels en fonction de leurs activités comme hydratantes et nourrissantes, astringentes, cicatrisantes, amincissantes, antiseptiques, anti-oxydantes et même aussi comme colorantes [3].

La Tunisie bénéficie de conditions éco-géographiques favorables pour le développement d'une flore riche et variée comprenant un important potentiel en plantes aromatiques et médicinales, dont une grande partie sont endémiques. Cette endémicité lui confère l'avantage de produire de nouveaux produits cosmétiques naturels à valeur ajoutée.

On se propose dans la présente étude de caractériser les huiles des graines de différents fruits de plantes locales : de laurier noble (*Laurus nobilis*), de Pen d'Alep (*Pinus halepensis*) et de figuier de barbarie (*Opuntia ficus indica*) ainsi que la composition de ces huiles en acides gras.

II. Matériel Et Methodes

2.1. Matériel végétal

Le matériel végétal évalué est constitué des graines prélevées sur des fruits collectés de différentes régions du Tunisie. Nous avons travaillé sur 3 plantes, le laurier (*Laurus nobilis*), le Pen d'Alep (*Pinus halepensis*), et la figue de barbarie (*Opuntia ficus indica*).



(a)



(b)



(c)

Figures 1 : (a) Fruit de Pen d'Alep (b) Fruit de Laurier non mures et séchés (c) Fruit de figuier de barbarie

2.2. Extraction des huiles

Le protocole d'extraction suivi est la méthode normalisée du Soxhlet décrite par la méthode standard d'AFNOR NF EN ISO 659 (1998) [4].

Les graines ont été séparées des fruits, séchées dans l'étuve à 25 °C pendant 3 heures puis broyées à l'aide d'un mixeur, jusqu'à l'obtention d'une poudre fine et homogène. Après le broyage, vingt grammes de poudre ainsi broyées ont été soumis à une extraction par l'éther de pétrole (100 ml) distillant entre 40 et 60 °C dans un soxhlet. Le temps d'extraction total est de 4h.

Après évaporation du solvant sous pression réduite à l'aide d'un évaporateur rotatif à 40-60°C, la teneur en huile est calculée et exprimée en pourcentage de matière sèche de graines selon la formule suivante :

$$\% \text{ de matière grasse} = m1 \times 100/m2$$

Soit :

m1 = masse de la matière grasse extraite (g)

m2 = masse de la prise d'essai (g)

Les huiles extraites sont conservées à une température de -4°C afin de les utiliser ultérieurement.

2.3. Détermination de la teneur en acides gras par chromatographie en phase gazeuse.

La teneur en acides gras a été déterminée par analyse des esters méthyliques d'acides gras en chromatographie phase gazeuse (CPG) selon la norme AFNOR, T60-233 et T60-234.

1.3.1. Préparation des esters méthyliques

Les huiles obtenues ont été soumises à l'action d'une solution méthanolique de KOH 2N. A 1g de l'huile on ajoute 2 ml d'éther de pétrole ou l'hexane et 3 ml du KOH méthanolique à 2N, après agitation pendant 30 secondes, on laisse reposer 24 h jusqu'à ce que la phase supérieure de la solution devienne claire. Cette fraction contient les esters méthyliques des acides gras (E.M.A.G) prête après dilution pour l'injection.

1.3.2. Dosage des esters méthyliques d'acides gras par CPG

La séparation et le dosage des esters méthyliques d'acides gras a été effectuée par chromatographie en phase gazeuse (CPG). Cette technique de séparation des composants d'un mélange repose sur la différence d'affinité des substances à analyser vis-à-vis d'une phase mobile courante appelée gaz vecteur et d'une phase stationnaire non-volatile. Dans le cas des acides gras la séparation dépend de la longueur de la chaîne de carbone et le nombre des doubles liaisons.

Le chromatographe utilisé de type Varian CP 3380 à détecteur à ionisation de flamme, équipé d'une colonne capillaire garnie d'une phase stationnaire: CPWAX 52 CB (la longueur: 25 m, le diamètre interne: 0,25 mm, le diamètre externe: 0,39 mm). Le calibrage de la méthode d'analyse en CPG se fait via l'interface informatique qui permet de programmer tous les paramètres utiles, et en particulier la température qui permet d'optimiser la séparation des acides gras. Le gaz vecteur utilisé est l'Azote ; Chaque échantillon a été analysé en deux déterminations.

Les esters d'acides gras sont identifiés par comparaison des temps de rétention avec ceux d'étalons. Ces derniers sont les esters méthyliques des acides : palmitique, héptadécanoïque, stéarique, arachidique, palmitoleïque, heptadécénoïque, oléique, gadoleïque, linoléïque, linoléinique.

III. Resultats Et Discussion

3.1. Le rendement en huile

La teneur en huile des graines de laurier, de Pen d'Alep et de figuier de barbarie ne constitue pas en soit un critère de détermination de la qualité de l'huile mais c'est surtout un critère à envisager lors d'une sélection variétale. Les résultats obtenus montrent qu'il y a une différence hautement significative concernant le taux d'extraction de l'huile. D'une façon générale, les graines de Pen d'Alep détiennent le meilleur taux d'extraction de l'huile (21,6%) suivi de laurier (11%). La valeur la plus faible a été observée chez le figuier de barbarie (8,74 %). La couleur et la texture des huiles du laurier, du Pen d'Alep et du figuier de barbarie diffèrent. Les résultats sont présentés dans le tableau 1.

Tableau 1 : Teneur moyenne en huile de graine de laurier, Pen d'Alep et figuier de barbarie

	Teneur en huile (%)	Caractéristiques particulières
Laurier	11	Huile verdâtre foncé, très visqueuse, voire pâteuse à température ambiante (15 - 30°C) et inodore
Pin d'Alep	21,6	En général, grande similitude entre les huiles : huile fluide à température ambiante (15 -30°C), de couleur jaune foncé avec une odeur caractéristique du Pen d'Alep
Figuier de Barbarie	8,74	Huile fluide à température ambiante (15 - 30°C), relativement inodore, de couleur variant de : jaune claire et jaune pâle et au jaune – verdâtre

3.2. Composition en acides gras (AG)

Les analyses réalisées par chromatographie en phase gazeuse permettent de distinguer les acides gras majoritaires des huiles de graines de laurier, de figuier de barbarie et de Pen d'Alep. D'une manière générale, une séparation efficace des 10 acides gras est observée. L'ordre d'apparition est croissant en fonction de l'augmentation de la longueur de la chaîne carbonée de C16 à C20. En analysant les valeurs moyennes de chaque espèce, il s'avère que les huiles des graines du figuier de barbarie et du laurier sont plus riches en acide linoléique et oléique que celles des graines du Pen d'Alep. Cependant, on note que les valeurs les plus élevées en acide linoléique sont chez le figuier de barbarie et la même chose pour l'acide oléique chez le laurier. En revanche, chez l'huile du Pen d'Alep, on note aussi la présence en quantité élevée de l'acide linoléique. L'examen du tableau 2 montre que la composition en acides gras des huiles testées du laurier, du figuier de barbarie et du Pen d'Alep est variable et nettement influencée par le facteur variétal.

Tableau 2 : Composition moyenne de l'huile des graines de: laurier, Pen d'Alep et figuier de barbarie

Acides gras	Laurier	Pen d'Alep	Figuier de Barbarie
Palmitique (C16 :0)	15,06	5,67	12,68
Héptadécanoïque (C17 :0)	0,10	0,072	0,22
stéarique (C18 :0)	2,03	3,56	3,42
Arachidique (C20 :0)	0,33	0,24	0,35
Palmitoleïque (C16 :1)	0,41	0,27	0,61
Heptadécénoïque (C17 :1)	0,03	0,029	0,22
Oléique (C18 :1)	41,09	26,36	19,48
Gadoleïque (C20 :1)	1,85	0,67	0,40
Linoléique (C18 :2)	34,48	62,19	62,55
Linoléénique (C18 :3)	1,47	0,89	0,23
AGS	17,22	9,54	16,64
AGMI	43,38	27,32	20,70
AGPI	35,95	63,08	62,78

AGS : acides gras saturés; AGMI : acides gras mono-insaturés ; AGPI : acides gras polyinsaturés.

3.2.1. Le Pen d'Alep

L'huile du Pen d'Alep est une huile fortement insaturée où les quatre acides gras majoritaires sont l'a. Oléique (26,36%), l'a. linoléique (62,19 %), l'a. palmitique (5,67 %) et l'a. stéarique (3,56 %). En général, il y a une prédominance nette des AGI (90,40 %) par rapport aux AGS (9,54 %) et avec la dominance des AGPI (63,08%) par rapport aux AGMI (27,32 %) (Tableau 2). Leercf J.M. [5] a montré dans son étude qu'une huile très mono-insaturée a une faible fluidité et lors du chauffage, la stabilité d'une huile sera plus grande par rapport à celle riche en acides gras polyinsaturés.

3.2.2. Le laurier

L'huile de laurier est aussi une huile fortement insaturée (79,33%) avec dominance de l'a. linoléique (34,48%). On remarque aussi que la teneur en AGPI (35,95%) est presque double de la teneur en AGS (17,22%) mais reste inférieure par rapport aux AGMI (43,38%).

3.2.3. Le figuier de barbarie

L'huile du figuier de barbarie est aussi fortement insaturée (83,48 %). Sa teneur en AGPI est de 62,78 %, avec la dominance de l'acide. Linoléique (62,55 %) (Tableau 2). Cependant, la teneur moyenne en AGS dans l'huile de figuier de barbarie est de 16,64 %. Les dominants sont: l'a. Palmitique (12,68%), l'a. stéarique (3,42%) et l'a. arachidique (0,35%). Les travaux de Ramadan et Mörsel [6], ont prouvé que la composition en acides gras de l'huile du Figuier de barbarie, est très influencée par les facteurs climatiques, le type de sol et les facteurs génétiques dans lesquelles ils sont cultivés.

La composition de l'huile du figuier de barbarie ressemble aux autres huiles très utilisées dans la cosmétique comme: l'huile d'onagre et de tournesol où l'acide gras majoritaire est l'acide linoléique [7]. Ces huiles sont très utilisées en cosmétologie et dans des préparations homéopathiques pour la peau sèche enflammée [8]. Holman a découvert l'essentialité de l'a. Linoléique. Il a démontré que cet acide a un effet contre la chute de Poils, le dessèchement de la peau et la desquamation. [9,10]. Des études avaient montré que la carence en a. linoléique entraîne une diminution des acides gras essentiels qui en dérivent. Ce qui peut entraîner une peau sèche, une desquamation fine et exagérée, [11]. D'après notre étude, l'huile de figuier de barbarie pourrait corriger cette déficience. Sa richesse à la fois en a. oléique et en a. palmitique, lui confère des vertus ré structurantes régénératrices et hydratantes. Ainsi à partir de cette huile, l'élaboration d'une gamme des sous-produits contre le vieillissement cutané peuvent être commercialisés sur le marché tunisien et à l'échelle internationale.

IV. Conclusion

Par ce travail consacré à l'étude des huiles des graines du laurier, du Pen d'Alep et du figuier de barbarie, nous avons voulu établir un profil de quelques caractéristiques chimiques de chaque huile.

Cette étude a permis de démontrer la variabilité statistiquement significative entre l'huile du laurier, du Pen d'Alep et du figuier de barbarie. Ces différences soulignent que chaque huile a une spécificité particulière et que la teneur en huile et la composition en acides gras sont influencées peut être par l'environnement.

L'huile du laurier, du Pen d'Alep et du figuier de barbarie, s'avèrent riches en acides gras insaturés, ce qui représente du point de vue alimentaire un intérêt certain. La fraction saponifiable des huiles du Pen d'Alep et du figuier de barbarie montre que ces dernières renferment les mêmes composés d'acides gras habituels (oléique, linoléique, palmitique et stéarique) mais avec des proportions variables.

La présence de l'acide linoléique en faible quantité dans l'huile du Pen d'Alep et du figuier de barbarie et l'absence des acides gras à liaisons conjuguées présente un avantage technologique : l'huile du Pen d'Alep et du figuier de barbarie sont peu susceptibles de s'oxyder ou de se polymériser pendant la conservation, l'utilisation ou une transformation. Cependant, le Pen d'Alep a le rendement le plus élevé en huile (21,6%) restent moins chers par rapport à l'huile du figuier de barbarie et peuvent intéresser les unités de production des produits agroalimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques. Cette caractérisation permettrait à l'ensemble des unités exploitant ces huiles dans leurs préparations artisanales ou industrielles, et leurs commercialisations sur le marché national et international, soit en totalité soit par la fabrication des produits nouveaux à bases de ces huiles tunisiennes. Et pour leurs donner une valeur ajoutée, l'analyse des autres paramètres comme la teneur en poly phénols totaux, l'activité anti-inflammatoire et la capacité antioxydant s'avère nécessaire.

Remerciement

A la fin de cette étude, il nous est agréable d'adresser nos vifs remerciements à tout le personnel de l'Office National d'Huile (ONH), de laboratoire nature d'orient et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

References Bibliographiques

- [1]. Rossignol C. A., Applications dermo-cosmétiques des huiles végétales, *French Institute for Fats Oils*.(2008).
- [2]. Legrand P., *Cah. Nutr. Diét.* 42 (2007) 7 - 12.
- [3]. Actualités pharmaceutiques. (2011) 506.
- [4]. Norme AFNOR, Graine oléagineuses - Détermination de la teneur en huile (Méthode de référence). 659 (1998).
- [5]. Lecerf J. M., les huiles végétales : particularité et utilités. *Médecine des maladies Métaboliques*. 5 (2011) 5257 - 262.
- [6]. Ramadan M. F. b., Mörsel J. T., *Food Chem.* 82 (2003) 339 - 345.
- [7]. Ail El Cadi M., Huiles végétales en pharmaceutiques. Thèse de Doctorat n°43, Faculté de médecine et de pharmacie de Rabat, (2001).
- [8]. Miller C. C., Tang W., Ziboh V. A., Fletcher M. P., *J. Invest. Dermatol.*, 96 (1991) 98 - 103.
- [9]. Holman R.T., *Prog. Chem. Fats Lipids*. IX. 9 (1970) 607 - 682.
- [10]. Holman R.T., *J. Nutr.* 128 (1998) 427 - 433.
- [11]. Boelsma E., Hendriks F. J., Roza L., *Am. J. Clin. Nutr.* 73 (2001) 853 - 864.