

*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 des sciences alimentaires  
Spécialité : Qualité des Produits et Sécurité Alimentaire



Réf :.....

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

**MASTER**

*Thème*

**Caractérisation physicochimique des amandes  
amères, essai de valorisation**  
*(Prunus amygdalus amara)*

Présenté par :

**AIT SAMADI Nedjma & AFFROUNE Hanane**

Soutenu le : 16 septembre 2020

Devant le jury composé de :

MmeMEDOUNI Sonia  
M<sup>r</sup> BOUKHALFA Farid  
MmeTAZRART Karima

Présidente  
Encadreur  
Examinatrice

**Année universitaire : 2019/2020.**

# Remerciement

---

En premier lieu, nous remercions Allah tout puissant de nous avoir donné le courage et santé pour réaliser cette étude.

Nos sincères remerciements et gratitude s'adressent tout particulièrement : à Monsieur **BOUKHALFA FARID**, pour son aide, sa disponibilité, ses orientations et ses conseils.

Nous exprimons notre profonde et respectueuse gratitude à Madame **MEDOUNI Sonia** qui nous a fait l'honneur de présider notre jury. Il m'est agréable d'adresser nos plus vifs remerciements à **TAZRART Karima** d'avoir bien voulu examiner le présent travail.

Nous ne pouvons bien sur oublier tous nos enseignants, nous sommes reconnaissantes de nous avoir donné toutes les connaissances qui nous ont enseignées.

En fin nous exprimons nos éternelles reconnaissances à nos **parents**, pour nous avoir constamment soutenus durant nos études et notamment dans les moments difficiles.

Nos remerciements sont aussi pour tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin à élaborer ce modeste travail.

# DÉDICACE

*Je dédie ce modeste travail à :*

*Mes chères parents que Dieu les protège, qu'ils sachent que ce travail est en partie le fruit de leur soutien, je leur est très reconnaissante, leur fierté à mon égard aujourd'hui et pour moi la meilleure des récompenses.*

*Ma chère sœur Saliha qui m'a entouré avec sa tendresse et qui n'a pas cessé de prier pour moi.*

*Mes frères : Arabe, Menade, Laazize*

*Mon cher mari : Youcef*

*Ma binôme : Nedjma*

*Tous mes amis sans exceptions qu'ils soient proche ou loin.*

**Hanane**

# Dédicace

Mon **dieu** qui m'a donnée la santé, la force, le courage, la croyance, le soutien « malgré toutes les difficultés » pour être là aujourd'hui présenter ce modeste travail.

Je le dédie à toute mes familles AITSAMADI et NAITSLIMANE pour les quelles j'exprime mon amour et mon respect le plus dévoué.

Mes très chers **parents**, mes frères **Mourad** et **Yacine**, ma sœur **Lynda** pour leur soutien, affection et amour, leur confiance et patience et pour leurs sacrifices infinis,

Mes nièces **Aylice** et **aya**

Mes tantes, Mes oncles et mes cousins(es).

Dédicaces aussi pour mes proches **Thiziri, Rabiaa, katia Taoues, Kahina, Hanane Karima et Djamel**

Et toutes mes amis

Toutes les personnes qui me reconnaissent et qui mon aidées et contribuées à la réalisation de ce modeste travail.

**AIT SAMADI NEDJMA**

## Liste des abréviations

<b>AG</b>	Acide gras
<b>BM</b>	Bleu de méthylène
$C_0$	Concentration initiale
<b>Ca</b>	Calcium
<b>CA</b>	Charbon actif
<b>CAa</b>	Charbon actif acide
<b>CAb</b>	Charbon actif basique
<b>E%</b>	Rendement en pourcentage
<b>Fe</b>	Fer
<b>H%</b>	Taux d'humidité en pourcentage
$H_2SO_4$	Acide sulfurique
$H_3PO_4$	Acide phosphorique
<b>HCl</b>	Acide chlorhydrique
<b>IA</b>	Indice d'acide
<b>IE</b>	Indice d'ester
<b>IR</b>	Indice de réfraction
<b>IS</b>	Indice de saponification
<b>K</b>	Potassium
<b>Kcal</b>	Kilocalorie
<b>KOH</b>	Hydroxyde de potassium
<b>Mg</b>	Magnésium
$NaCO_3$	Carbonate de sodium
$NaHCO_3$	Bicarbonate de sodium
<b>nm</b>	Nanomètre
<b>p</b>	poids
<b>P</b>	Phosphore
<b>PCA</b>	Poudre de coquille d'amande
<b>PM</b>	Poids moléculaire
<b>qt</b>	Quantité
<b>R-OH</b>	Alcool
<b>tr/min</b>	tour par minute

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure</b>	<b>Page</b>
<b>Figure 01</b> : Photographie des fleurs, feuilles, graines et fruits d'amandes amères	<b>03</b>
<b>Figure 02</b> : Photographie des graines d'amande douce (A) et d'amande amère (B)	<b>04</b>
<b>Figure 03</b> : Photographie la coque (A), la coquille (B) et le noyau+la peau (C)	<b>05</b>
<b>Figure 04</b> : Représentation schématique de la structure cristalline du graphite (a) et de la structure "graphitique" d'un charbon actif (b)	<b>10</b>
<b>Figure 05</b> : La structure chimique du BM	<b>11</b>
<b>Figure 06</b> : Squelette de base des flavonoïdes	<b>14</b>
<b>Figure 07</b> : Structure d'un caroténoïde	<b>15</b>
<b>Figure 08</b> : Schéma illustrant les différents traitements suivis au cours de l'essai de valorisation des amandes entières	<b>15</b>
<b>Figure 09</b> : Photographies des coquilles d'amandes amères ( <i>Prunus amygdalus</i> )	<b>17</b>
<b>Figure 10</b> : Photographie de la poudre de coquille d'amande, obtenue après tamisage	<b>18</b>
<b>Figure 11</b> : Photographie des noyaux des amandes amères	<b>21</b>
<b>Figure 12</b> : Photographie des graines d'amande amère sans la pellicule	<b>22</b>
<b>Figure13</b> : Photographie de la pellicule d'amande amère	<b>22</b>
<b>Figure 14</b> : Photographie des poudres : d'amande blanc et de pellicules	<b>22</b>
<b>Figure 15</b> : Photographie de l'extraction de l'huile d'amande en utilisant le soxhlet	<b>23</b>

<b>Figure16</b> : Effet de la carbonisation et de la méthode d'activation sur l'adsorption du bleu de méthylène par les poudres de coquille d'amande.	<b>29</b>
<b>Figure17</b> : Teneurs en humidité des poudres des amandes, des pellicules et des coquilles ainsi que d'huile d'amande amère.	<b>28</b>
<b>Figure18</b> : Potentiel d'hydrogène (pH) des poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huile d'amande amère	<b>32</b>
<b>Figure19</b> : Acidité titrable des poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huile d'amande amère.	<b>33</b>
<b>Figure20</b> : Taux de cendre des poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huile d'amande amère.	<b>34</b>
<b>Figure 21</b> : Teneurs en composés phénoliques totaux des poudres des amandes, de coquilles et pellicules ainsi que d'huiles d'amandes étudiés	<b>35</b>
<b>Figure22</b> : Taux de flavonoïdes totaux dans les poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huiles d'amandes étudiés.	<b>36</b>
<b>Figure23</b> : Teneurs en caroténoïdes des poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huiles d'amandes étudiés	<b>37</b>
<b>Figure24</b> : Activité inhibitrice du radical DPPH*, exprimée par la concentration inhibitrice (IC50), des poudres ; de coquilles, de pellicules, d'amande et d'huile d'amande amère.	<b>38</b>
<b>Figure25</b> : Pouvoir réducteur, des extraits de poudres des amandes, de coquilles et de pellicules ainsi que d'huile d'amande amère.	<b>39</b>

## LISTE DES TABLEAUX

Titre	page
<b>Tableau I :</b> Taxonomie de l'amandier ( <i>Prunus amygdalus</i> )	05
<b>Tableau II :</b> Composition chimique d'amandier	07
<b>Tableau III :</b> Composition en acides gras (%) de l'huile d'amande	12



*Table des matières*

**Remerciements**

**Dédicace**

**Liste des abréviations**

**Liste des figures**

**Liste des tableaux**

**Introduction**.....01

**I. Synthèse bibliographique**

I.1. Historique.....03

I.2. Description de l'amandier.....03

I.3. variétés d'amandier.....03

I.4. Taxonomie de l'amandier.....04

I.5. Morphologie de l'amande.....05

    I.5.1. Le noyau.....05

    I.5.2. La coquille.....06

    I.5.3. l'endocarpe.....06

I.6. Composition chimique de l'amande.....06

I.7. Toxicité des amandes amère.....07

I.8. Différentes utilisations des amandes amère .....08

    I.8.1. Le charbon actif .....09

    I.8.2. Le bleu de méthylène.....10

    I.8.3. L'huile d'amande amère.....11

I.8.3.1. Composition chimique de l'huile d'amande amère.....	12
I.8.3.2. Utilisation de l'huile d'amande amère.....	12
I.8.4. La pellicule d'amande amère.....	13
I.9. Les composés bioactifs et la capacité antioxydante.....	13
I.9.1. Les polyphénols.....	13
I.9.2. Les flavonoïdes.....	14
I.9.3. Les caroténoïdes.....	15
<b>II. Matériels et méthodes</b>	
II.1. Matériel végétal.....	16
II.1.1. Traitement de la coquille d'amande.....	17
II.1.1.1. Préparation du charbon actif .....	18
II.1.1.2. Adsorption du Bleu de méthylène par les poudres de charbon actif préparées .....	20
II.1.2. Traitement de l'amande amère.....	21
II.2. Caractérisation physicochimique des poudres et de l'huile étudiées .....	24
II.2.1. Détermination du taux d'humidité(%).....	24
II.2.2. Détermination du potentiel d'hydrogène (pH) .....	24
II.2.3. Mesure de l'acidité titrable.....	24
II.2.4. Mesure du taux de cendres.....	25
II.3. Dosage des composés bioactifs et détermination de la capacité antioxydante des poudres et de l'huile étudiées.....	25
II.3.1. Préparation des extraits.....	25
II.3.2. Dosage des polyphénols totaux.....	26

II.3.3. Dosage des flavonoïdes.....	26
II.3.4. Dosage des caroténoïdes.....	27
II.4. Détermination du pouvoir antioxydant.....	27
II.4.1. Détermination du pouvoir antiradicalaire vis-à-vis le DPPH.....	27
II.4.2. Détermination de pouvoir réducteur des ions ferriques (PAR).....	28
II.5.analyse statistique.....	28
<b>III.Résultats et discussions</b>	
III.1. Adsorption du bleu de méthylène par charbon actif.....	29
III.2. Caractérisation physicochimique.....	30
III.2.1. Humidité(%) .....	30
III.2.2. Potentiel d'hydrogène .....	31
III.2.3. Acidité titrable.....	32
III.2.4. Taux de Cendres(%).....	33
III.3. Teneurs en composés bioactifs.....	34
III.3.1. Teneurs en Composés phénoliques totaux .....	34
III.3.2.Teneurs en Flavonoïdes .....	36
III.3.3. Teneurs en Caroténoïdes.....	37
III.4. Activité antioxydante et antiradicalaire.....	38
III.4.1. Neutralisation du radical DPPH*.....	38
III.4.2. Pouvoir réducteur.....	39
<b>Conclusion .....</b>	<b>41</b>
<b>Références bibliographiques</b>	
<b>Annexes</b>	



# Introduction

Pendant longtemps, l'amandier, qui fait partie des cultures traditionnelles des régions Méditerranéennes, a servi de complément à l'alimentation familiale, en restant confiné aux terres pauvres et non irriguées. Il n'y'a pas si longtemps que des pays ont commencé à développer cette culture sur une base moderne pour l'approvisionnement de leur marché intérieur et même pour l'exportation (**Grasselly et Crossa, 1997**).

Les amandes sont des fruits de l'amandier (*Prunus amygdalys*). leurs applications sont diverses en industrie alimentaire, en pharmaceutique et en cosmétique (**Moayed et al .,2010**).

Il existe deux principales variétés d'amandes, les amandes amères (*prunus amygdalus Amara*) et les amandes douces (*prunus amygdalus dulcis*) ; (**Agunbiade et al ., 2006**), Les amandes amères se différencient de celles dites douces par leur contenance en amygdaline, responsable de leur amertume ; (**Yada et al., 2011**).

En Algérie, la production d'amandes est caractérisée par sa faiblesse ; dans les régions montagneuses d'Aomar, les fruits des variétés douces sont plus récoltés et utilisées, par contre les amandes amères sont à l'abandon. Pourtant la valorisation de cet arbre et de ses fruits, passant nécessairement par une prise de conscience de ses potentialités, pourrait constituer une valeur ajoutée pour la région (**Anonyme, 2002**).

L'intérêt mondial croissant porté à la préservation de l'environnement des déchets solides induits par les différentes activités et transformations humaines, a suscité l'attention des industriels à trouver les moyens techniques pour réduire, sinon valoriser ces déchets.

Pour le cas des résidus ligno-cellulosiques 'noyaux d'olive, de pêche, les coques d'amandes, etc., les fabricants ont trouvé des applications dans la production de charbons actifs. Ces charbons sont utilisés à leurs tours dans les filières de traitement des eaux, purification de produits, adsorption de gaz etc (**Hazourli et al., 2007**).

De nombreuses études ont été effectuées pour la détermination des propriétés chimiques, thérapeutiques, médicales et aromatiques des amandes.

Malgré leur importance et disponibilité en Algérie, les amandes amères restent, à notre connaissance, ignorées quant à leur caractérisation physicochimique.

Dans cette optique, notre étude sera une contribution à la caractérisation des pellicules, des graines et de l'huile d'amande amère de la région Beni maouche (Wilaya de Bejaia), et à l'essai de la valorisation de la coquille d'amande amère par l'obtention d'un charbon actif.

Pour cela, le travail est subdivisé en trois chapitres :

***Le chapitre I*** : Une synthèse bibliographique qui nous renseigne sur les amandes amères, leur huile, le charbon actif et les composés bioactives

***Le chapitre II*** : Intitulé « matériel et méthodes » dans lequel est citée:

- Traitement de la coquille d'amande amère : obtention du charbon actif par activation chimique à chaud, puis d'investiguer sa capacité d'adsorption sur le bleu de méthylène (BM).
- Traitement de la graine d'amande amère : obtention de son huile.
- Traitement de la pellicule d'amande amère.
- Caractérisation physicochimique des poudres et de l'huile étudiées.
- Dosage des composés bioactives et détermination de la capacité antioxydante des poudres et de l'huile étudiées.

***Le chapitre III*** : Consacré à la présentation des différents résultats ainsi que leur discussion.

**Synthèse**

**bibliographique**





## **I.1. Historique**

La patrie des Amandiers est la Perse et l'ancienne Grèce, et sont maintenant naturalisés en Italie, en Espagne et en Provence de l'Europe. L'amandier semble également être spontané en Afrique septentrionale où des bois d'amandiers sont retrouvés dans les montagnes d'Algérie et du Maroc, mais certains en doutent et n'y verraient que des « ensauvagés » issus d'anciennes cultures parvenu de la Grèce, l'Italie et l'Espagne (**Gallouin et al., 2013**).

## **I.2. Description de l'amandier**

L'amandier est un petit arbre de 10 à 12 mètres de haut. Il peut vivre jusqu' à une centaine d'années ; son aire de dispersion est identique à celle de l'olivier. Les feuilles, d'une dizaine de centimètres, sont étroites, lancéolées, à bord finement dentelé, portées par un court pétiole ; les fleurs blanches ou rosâtre apparaissent bien avant les feuilles, dès la fin de l'hiver vers février. Le fruit est une drupe ovale, verte et veloutée dont la partie charnue n'est pas comestible. Elle entoure une coque ligneuse et criblée de trols, contenant une, parfois deux, graines comestibles, enveloppées d'un fin tégument couleur cannelle (**Hammiche, 2013**).la **figure01** illustre les fleurs, les feuilles, les graines et les fruits d'amande amère.



**Figure 01** : Photographie des fleurs, feuilles, graines et des fruits d'amandes amères  
([canope.ac-besancon.fr](http://canope.ac-besancon.fr))

## **I.3. Variétés d'amandes**

On distingue deux variétés d'amandiers fort tranchée quant aux fruits, dans l'une, ses fruits doux et s'appellent amandes douces (*prunus amygdalus dulcis*), dans l'autre, ils sont

amères d'où ils prennent le nom d'amande amères (*prunus amygdalus amara*). La première est la plus cultivée, l'autre est fort peu. Les semis d'amandes douces en donnent parfois d'amères et vice versa (Mérat et Delens, 2009).

Les amandes douces sont alimentaires, on les sert sur les tables, soit fraîches, elles ont alors un goût excellent. Quoiqu'un peu pesantes sur l'estomac, soit sèches, état dans lequel elles sont encore fort prisées surtout les variétés à coque tendre comme les amandes dites princesses. Les amandes amères se différencient de celles dites douces par leur teneur en amygdaline, responsable de leur amertume ; Selon Yada et al., 2011 la concentration en amygdaline dans les graines est significative et peut atteindre en moyenne 9 %. Les amandes amères ne doivent donc pas rentrer dans la consommation alimentaire, mais il est reconnu que l'huile d'amandes amères peut être utilisée pour des fins esthétiques et thérapeutiques vu qu'elle ne présente aucun inconvénient d'intoxication à condition que l'extraction ait été faite à sec. La figure 02 illustre les deux variétés d'amandes, douce et amère.



**Figure 02 :** Photographie des graines d'amande douce (A) et d'amande amère (B)

(Thomas, 2011)

#### **I.4. Taxonomie de l'amandier amer**

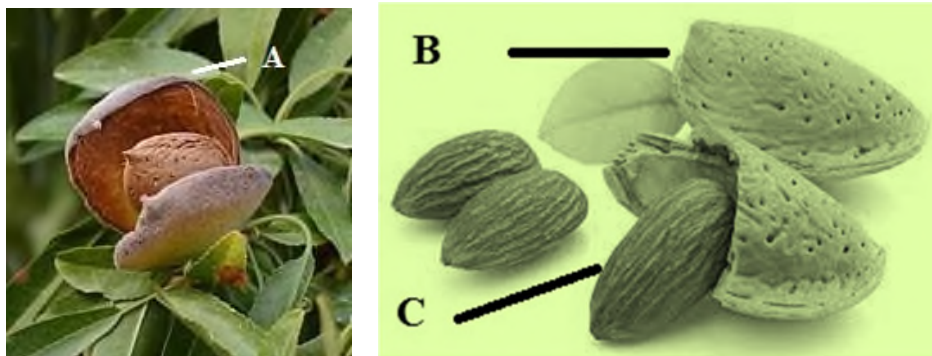
Les amandes amères sont classées dans la famille des Rosaceae (Tableau. I).

**Tableau I** : Taxonomie de l'amandier (*Prunus amygdalus*) selon Felipe(2000).

<b>ordre</b>	Rosales
<b>Famille</b>	Rosaceae
<b>Sous famille</b>	Amygdaloideae
<b>genre</b>	<i>Prunus</i>
<b>Sous genre</b>	<i>Amygdalus</i>
<b>Espèce</b>	<i>Prunus amygdalus</i>
<b>Variété</b>	<i>amara</i>

### I.5. Morphologie de l'amande

L'amande est constituée fondamentalement de 3 parties (fig3) ; Le noyau, la coquille (au milieu) et la coque (à l'extérieur).



**Figure 03** : Photographie de la coque (A), la coquille (B) et le noyau+la peau (C)

([www.vulgaris-medical.com](http://www.vulgaris-medical.com))

#### I.5.1. Noyau

Les amandes se composent de deux cotylédons, et d'un embryon, protégés par des téguments plus ou moins lisses, dont la couleur peut varier du beige clair au brun noir selon

les variétés (**Vidaud, 1982**). Le noyau de l'amande amère est utilisé pour l'extraction de l'huile d'amande.

### **I.5.2. Coquille**

Elle est constituée de la matière ligneuse formant l'endocarpe épais ou brou de l'amandier et représente 50% au poids sec du fruit. C'est une source de charbon actif, utilisée en industrie chimique, pharmaceutique et alimentaire (**Ali et al., 2010**).

### **I.5.3. L'endocarpe (l'écale)**

C'est la partie interne du péricarpe. Il protège l'amande contre les chocs mécaniques tout particulièrement. Il est utilisé comme additif alimentaire, en pharmaceutique et comme aliment de bétail (**Ali et al., 2010**).

## **I.6. Composition chimique de l'amande**

L'amande est très nutritive et énergétique. À maturité, l'amande contient beaucoup de vitamines A, peu de vitamines B, de la vitamine E et des sels minéraux (Ca, P, S, Fe, Mg, K,) en quantités importantes. L'amande contient aussi des protides (15%), lipides (60%), du sucre et un ferment (**Tableau II**).

Les amandes ont un contenu élevé en antioxydants. En effet, la présence d' $\alpha$  tocophérol (25 à 27 mg/100 g d'amande sèche) est un excellent apport d'antioxydants alimentaires.

Par ailleurs, la teneur en sodium de l'amande étant très faible (1 à 2 mg/ 100 g), le rapport potassium/sodium est compris entre 360 et 900 ce qui est exceptionnel pour un aliment naturel. Ceci peut être utile dans le traitement des régimes hyposodés. La composition de l'amande n'entraîne pas de prise de poids et est bénéfique chez les hypocholestérolémiants (**Tessier, 2014**).

Certains amandiers donnent des fruits aux graines amères. Celle-ci referment une proportion importante (4%) d'un glucoside cyanogénétique (amygdalosite). Ce dernier, comme nous l'avons déjà vu, se transforme sous l'action d'un ferment (émulsine ou amygdalase) et d'eau en glucose, en aldéhyde benzoïque essence d'amande amère, très aromatique et en acide cyanidrique qui est toxique (**Couplan, 2009**).

**Tableau II:** Composition chimique d'amandier selon **Guy(1999)**.

<b>Composants</b>	<b>Quantités</b>
Protéines	18,1-21,2g
Glucides totaux	16-20g dont sucres simples : 4,5-5,0g
Fibres alimentaires insolubles	8,3-14,4g
Fibres solubles	0,8-1,9g
Potassium	728-900mg
Phosphore	440-520mg
Calcium	248-280mg
Magnésium	170-275mg
Fer	3,7-4,5mg
Sodium	1-2mg
Zinc, sélénium et antioxydants	Faibles quantités
Vitamine E (tocophérol)	25-28mg
Vitamine B2(Riboflavine)	0,35-0,8mg
Vitamine PP(Niacine)	3,5-4,6mg

### **I.7. Toxicité des amandes amère**

La molécule indirectement responsable de l'amertume et de la toxicité de l'amande est l'amygdaline. Elle peut s'accumuler dans les amandes amères à un taux mille fois supérieur à celui présent dans les amandes douces (**Thodberg et al., 2018**).

L'amygdaline est un glycoside cyanogène présent dans les tissus de nombreuses plantes qui s'hydrolyse (par l'action d'un complexe enzymatique) après lésion des cellules en donnant de l'acide cyanhydrique (HCN), du benzaldéhyde et du glucose. La réaction qui s'effectue en plusieurs étapes, a pour bilan final :



Le benzaldéhyde est un liquide à odeur d'amande amère qui est utilisé comme arôme alimentaire, par exemple dans le kirsch fantaisie ou le traitement des vins. L'acide cyanhydrique possède aussi un léger goût d'amande amère.

Après ingestion, l'amygdaline est hydrolysée en cyanure dans l'intestin grêle par action des  $\beta$ -glucuronidases du microbiote intestinal. Sinon le simple broyage d'amandes amères, suffit à mettre en contact l'amygdaline avec la  $\beta$ -glucuronidase des tissus de l'amande (émulsine) et à provoquer son hydrolyse.

La toxicité provient de la formation de l'ion cyanure ( $\text{N}\equiv\text{C}^-$ ) qui après absorption par l'humain, se fixe sur les atomes de fer contenus dans l'hémoglobine et le cytochrome oxydase mitochondriale. Par cette action, il empêche alors l'utilisation de l'oxygène apporté par le sang. Certaines cellules, comme les neurones situés au niveau de la base de la moelle allongée (bulbe) où se trouve le centre respiratoire, sont particulièrement sensibles à cette action. Par conséquent, le cyanure entraîne une diminution de l'activité respiratoire à l'origine de multiples atteintes neurologiques, respiratoires et cardio-vasculaires.

Le cyanure a une toxicité aiguë très élevée. La dose orale létale du cyanure a été estimée chez l'homme à environ 0,5 à 3,5 mg/kg de masse corporelle (Thiry, 2016).

## **I.8. Différentes utilisations des amandes amères**

Depuis l'antiquité, il est conseillé dans plusieurs cultures des pays du pourtour méditerranéen de consommer 2-3 amandes par jour pour une bonne digestion. Cependant, ce conseil ne concerne que les adultes, les enfants peuvent en mourir en cas de consommation des amandes amères, même en petite quantité.

On emploie l'amande, en petite quantité, ou l'extrait, pour aromatiser les pâtisseries (pâte d'amandes, macarons) et les confiseries. L'extrait qui a les mêmes usages sert, par ailleurs, à la fabrication de liqueurs (amaretto) et de sirops (Orgeat) (**Hammiche et al., 2013**).

Dans les pays du Maghreb et du Moyen-Orient, la poudre d'amande amère est intégrée dans plusieurs recettes de pâtisserie et de confiserie pour son parfum et son goût distinctif (**Tozanli, 2018**).

L'huile d'amande amère a été utilisée par voie externe en cosmétique et parfumerie par les anciens Égyptiens et les Hellénique et Avicenne (Ib'nSina) en mentionne dans son pharmacopée, Al-Qànunfil'tibb. De nos jours, cette huile est utilisée dans les soins capillaires en raison de sa propriété de bien nourrir la racine des cheveux lorsqu'elles sont séchées. Elle est aussi efficacement employée pour le nettoyage et l'hydratation de la peau. Elle est reconnue pour ses vertus d'éliminer les taches de rousseur et l'eczéma (**Tozanli, 2018**). Elle peut être utilisée dans la fabrication de biodiesel (**Atapour, 2011**).

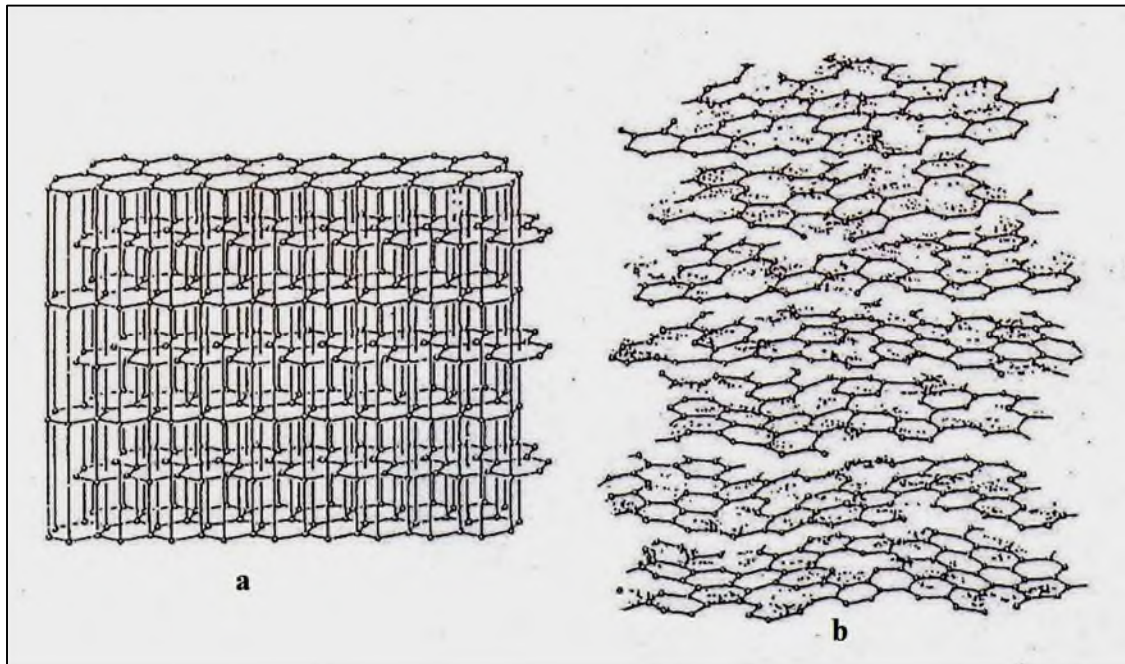
Les coquilles peuvent être utilisées pour la production de charbon actif pour adsorber le bleu de méthylène (**Tarachi, 2015**), et ses pellicules sont riches en antioxydants (**Mandalari et al., 2010**).

### **I.8.1. Le charbon actif**

Le charbon actif est, historiquement parlant, le premier matériau adsorbant utilisé à grande échelle. C'est un matériau obtenu par pyrolyse du bois, noix de coco, charbon, lignine, et en général tout composé organique. Depuis quelques années, des charbons actifs sont préparés également à partir de fibres naturelles ou synthétiques.

Le charbon actif est un terme général qui décrit une large gamme de substances carbonées présentant un très haut degré de porosité associé à une grande surface développée (500 – 2000 m<sup>2</sup> .g<sup>-1</sup>).

La structure du charbon actif est assez voisine de celle du graphite (Fig. 04). Le cristal de graphite est formé de couches planes d'atomes de carbone ordonnés en hexagones réguliers, similaires aux cycles aromatiques. Au niveau de chaque couche, chaque atome de carbone est lié à trois autres par des liaisons  $\sigma$  (hybridation  $sp^2$ ) et possède un électron  $\pi$  délocalisé (liaison inter-atomique C-C de 1,42 Å et elles sont disposées suivant la séquence ABAB (Al Mardini,200



**Figure 04 :** Représentation schématique de la structure cristalline du graphite (a) et de la structure "graphitique" d'un charbon actif (b)

([www.docplayer.fr](http://www.docplayer.fr))

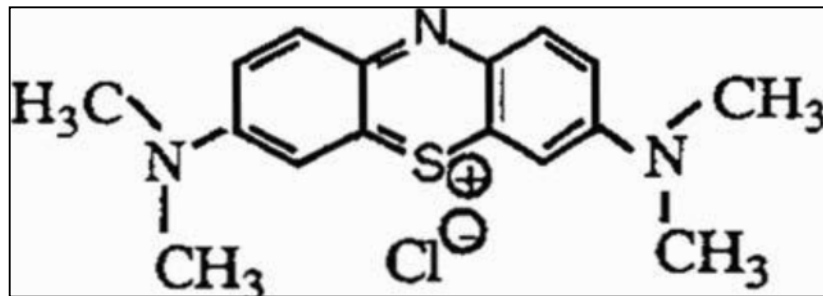
### I.8.2. Le bleu de méthylène

Le bleu de méthylène ou chlorure de méthylthioninium est un composé de la famille des phénothiazines (figure 05), de formule générale  $C_{16}H_{18}ClN_3S$  et de poids moléculaire  $PM=319,85$  g/mol. Il a été Découvert en 1876, il a d'abord été exploité comme colorant dans l'industrie du textile avant d'être décrit comme le "premier médicament entièrement synthétique utilisé en médecine ". Avec près d'un siècle et demi d'histoire dans de multiples applications cliniques et thérapeutiques, le bleu de méthylène est surtout connu pour son indication dans le traitement d'urgence des méthémoglobinémies acquises, induites par des agents toxiques oxydants.



Le bleu méthylène a trouvé un emploi pour les recherches colorées des microbes .C'est avec son concours que l'on a découvert les bacilles de la tuberculose et du choléra (**Petit, 2015**).

En thérapeutique, le bleu de méthylène, outre des propriétés antiseptiques locales, est utilisé en intraveineux dans différentes prises en charge chirurgicales, dont les parathyroïdectomies, pour localiser les glandes parathyroïdes, pour le traitement de la méthémoglobinémie et dans différents types de choc hypotensif (**Spreux, 2012**).



**Figure 05** : Structure chimique du bleu de méthylène

([www.researchgate.net](http://www.researchgate.net))

Les effets indésirables du bleu de méthylène à forte dose sont : des nausées, des vomissements, des douleurs céphalées, vertiges, dyspnée, anémie hypolytique méthémoglobinémisante (**Mehring et al., 2019**).

### **I.8.3. L'huile d'amande amère**

L'huile d'amande est un liquide jaune pâle et de saveur agréable .Elle est composée d'acide gras ainsi qu'une fraction insaponifiable contenant des phytostérols. Elle contient en outre une quantité non négligeable de zinc, un oligoélément anti-inflammatoire qui assure une peau et des cheveux en bonne santé et qui renforce les défenses immunitaires. Côtés vitamines, outre la vitamine E qui est un antioxydant présent à haute dose, on bénéficie de la présence de vitamines B2 et PP impliquées dans l'apport d'énergie et d'oxygène aux cellules (**ALBERT, 2018**).

**I.8.3.1. Composition chimique de l'huile d'amande amère**

Il existe 3 acides gras prédominants dans l'huile d'amande (Tableau III) : acide oléique, acide linoléique, acide palmitique, acide palmitique et acide stéarique (**Garcia et al., 1996**).

**Tableau III** : Composition en acides gras (%) de l'huile d'amande (**Garcia et al., 1996**)

Types d'acide gras	Quantité
Acide oléique (C18 : 1)	57.5 - 78.7 %
Acide linoléique (C18 : 2)	12- 33.9 %
Acide palmitique (C16 : 0)	5.2 -6.7 %

**I.8.3.2. Utilisation de l'huile d'amande amère**

L'huile d'amande est largement utilisée en aromathérapie pour le massage du corps, c'est une huile hautement absorbable avec une grande émollissante rendant la peau douce, par son effet lubrifiant et elle permet à la peau de maintenir un équilibre hydrolipidique normal (**Jacqueline et al., 2007**).

Elle est considérée comme anti-inflammatoire, immunitaire, anti-hépatotoxique et peut aussi réduire l'incidence du cancer du côlon (**Ahmad, 2010**).

Elle est bien absorbée et riche en vitamines liposolubles E et A. L'huile d'amande réduit les cicatrices de la peau et rajeunissante (**Mibarki, 2017**).

En savonnerie, les acides gras saturés confèrent aux huiles d'amandes un pouvoir détergent et moussant très intéressants (**Morin et al., 1994**).

#### **I.8.4. Pellicule d'amande amère**

La pellicule d'amande a de couleur jaune rougeâtre, groffe et uni, elle est recouverte d'une poussière âcre qui irrite la gorge, excite la toux et rend l'amande plus indigeste. Les Peaux d'amande (*prunus Amygdalus*) sont connus pour avoir un certain nombre d'avantages nutritionnels, principalement basés sur la présence de polyphénols et la teneur élevée (12%) en fibres alimentaires et en proanthocyanidines (**Mandalari.G et al., 2010**).

#### **I.9. Les composés bioactifs et la capacité antioxydante**

Selon Marc et al. (2004), un antioxydant est par définition, une espèce chimique plus ou moins complexe, diminuant le stress oxydant au sein de l'organisme. Il est un agent de prévention qui permet de prévenir, retarder ou ralentir les processus d'oxydation. Il existe différents composés qui ont un effet antioxydant : les polyphénols (flavonoïdes, acides phénoliques), certaines vitamines (vitamines C, E et caroténoïdes) et quelques minéraux (sélénium, zinc).

##### **I.9.1. Les polyphénols**

Anthocyanes, tanins, acides hydroxybenzoïques et hydroxycinnamiques, vanilline, thymol, tocophérols, tocotriénols, quinones...: la famille des polyphénols compte plusieurs milliers de molécules, dont les propriétés intéressent vivement les industries agroalimentaires et vitivinicoles : responsables du brunissement, impliqués dans les sensations d'astringence et dans l'amertume, mais également molécules aromatiques et colorées, les polyphénols exercent un effet majeur sur les caractères organoleptiques des produits ; par leurs propriétés antiseptiques, antibactériennes, antifongiques... ;(**Sarmi et al ., 2006**).

Le monde des polyphénols est parmi les plus extraordinaires dans le domaine des micronutriments ;(**Rémésy-CH., 2005**).

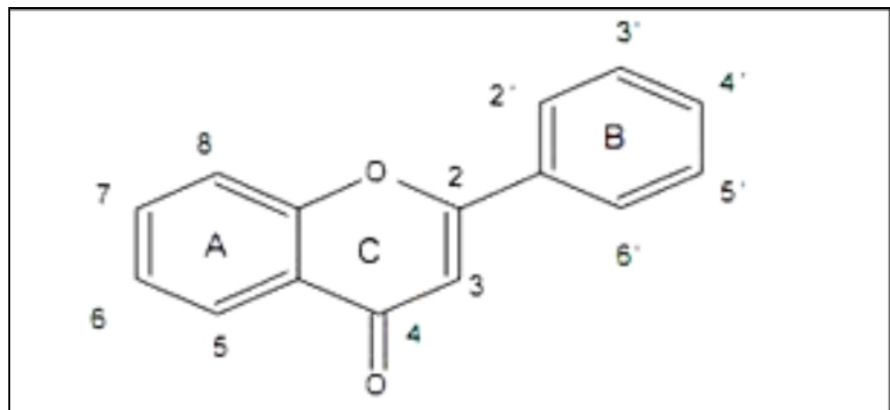
La consommation d'aliments riches en composés phénoliques peut se révéler bénéfique pour inhiber l'oxydation des LDL .Elle assure également une protection contre les maladies coronariennes ;(**Marcheix.J.J et al . 2005**).

### I.9.2. Les flavonoïdes

Les flavonoïdes (fig06) rassemblent de nombreux composés naturels répartis en plusieurs familles, dont les plus importants sont les flavones les isoflavones. Ce sont des pigments naturels qui donnent leurs couleurs aux plantes .On les trouve donc dans les plantes très colorées comme les légumes verts foncés ou les fruits rouges.

Ils permettent de réduire les taux des mauvais cholestérols. Certaines études ont également montré que la consommation d'aliments riches en flavonoïdes diminuerait le risque de cancers notamment ceux du sein et de la prostate (**Causse, 2004**).

Ces composés peuvent empêchés les dommages oxydatifs par différents mécanismes d'actions : soit par capture des radicaux hydroxyles, superoxydes, alkoxyles et peroxydes, soit par chélation des métaux (le fer et le cuivre) qui sont d'importance majeure dans l'initiation des réactions radicalaires (**Hodek et al., 2002**) .



**Figure 06:** Squelette de base des flavonoïdes

([www.researchgate.net](http://www.researchgate.net))

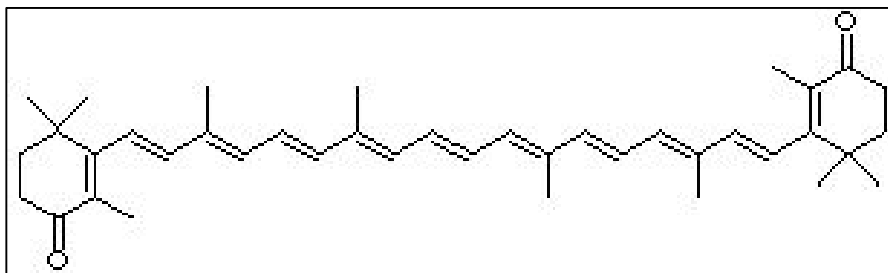
### I.9.3. Les caroténoïdes

Selon Fardet et *al.* (2013), les caroténoïdes sont des micro-constituants de notre alimentation. Plus de six cent caroténoïdes sont identifiés.

Dans la nature, outre leur rôle de pigments, ils participent à la production antioxydante, certains caroténoïdes ( $\beta$  carotène et autres) sont précurseurs de la vitamine A et autres rétinoïdes, dont ils constituent la principale source dans notre alimentation.

Des caroténoïdes non provitamines pourraient être impliqués dans la prévention de maladies dégénératives (dégénérescences maculaire liée à l'âge, cancers et maladies cardiovasculaires) ;

Ils sont de tetraterpènes provenant de l'évolution du lycopersène hydrocarbure à huit doubles liaisons non conjuguées et quarante atomes de carbones.



**Figure 07:** Structure d'un caroténoïde.

([www.fracademic.com](http://www.fracademic.com))

# Partie

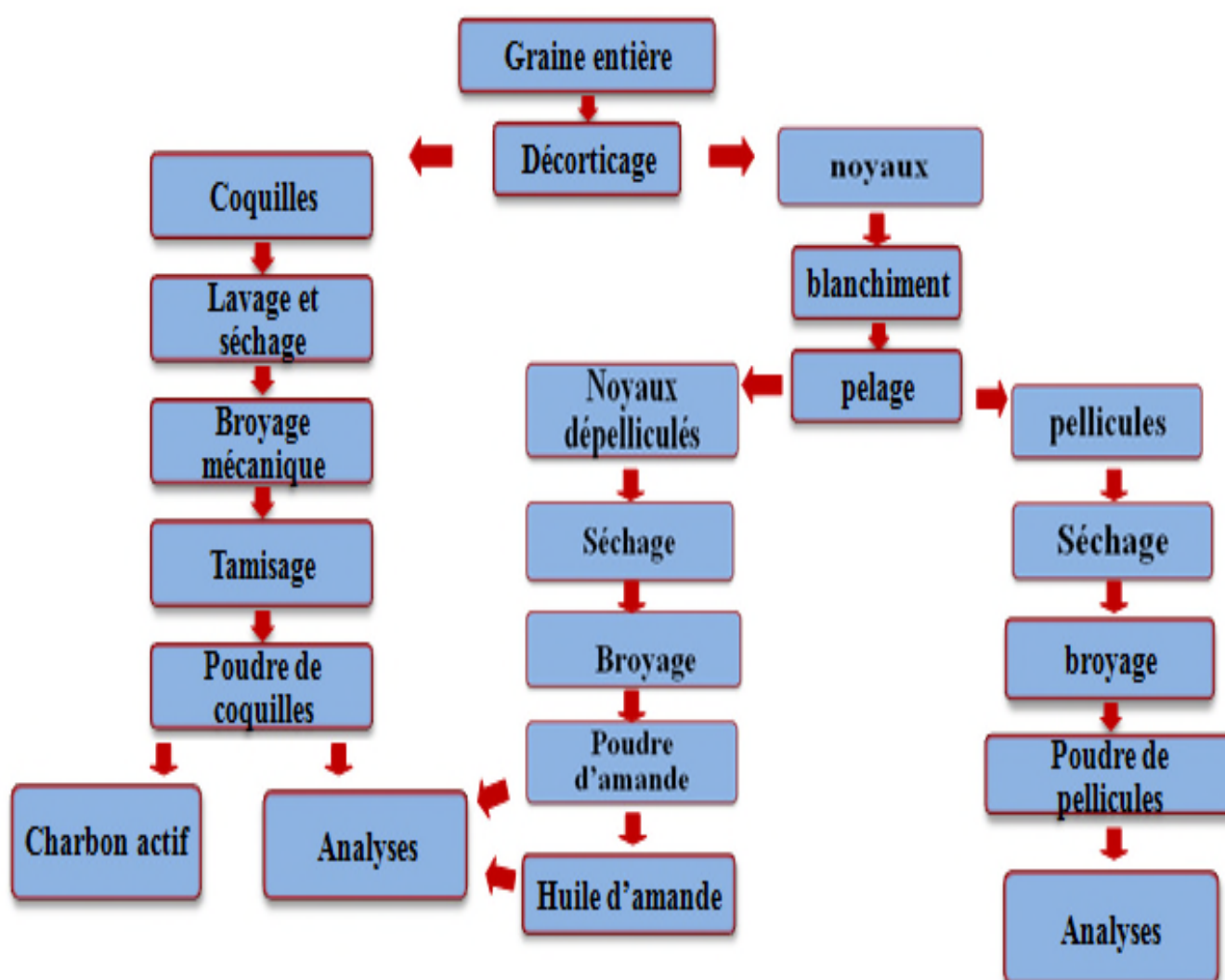
# expérimentale



## II.1. Matériel végétal

Afin d'atteindre les objectifs de la présente étude, les amandes amères ont été récoltées en novembre 2019 dans la région Beni Maouche (Bejaia, Algérie). Il s'agit de préciser que se sont des fruits d'une plante sauvage (*Prunus amygdalus amara*).

Les différents traitements que subissent ces fruits, réalisés au niveau de laboratoire de technologie alimentaire de la faculté des sciences de la nature et de la vie de l'université Abderrahmane Mira de Bejaia, sont résumés dans la figure suivante :



**Figure 08** : Schéma illustrant les différents traitements suivis au cours de l'essai de valorisation des amandes entières

### **II.1.1. Traitement de la coquille d'amande**

La coquille d'amande (**figure 09**) est le matériel lignocellulosique formant l'endocarpe épais du fruit d'amandier qui présente plus de 50 % du poids total de la graine. Elle constitue par ce pourcentage une quantité importante de l'exploitant (sous-produits), qui doit être valorisé non seulement pour améliorer les profils économiques de cette culture mais aussi pour éviter tout risque agroécologique. Parmi les objectifs de notre étude est d'essayer de les valoriser pour la préparation des poudres de charbons actifs afin de substituer et de remplacer les filtres synthétiques.



**Figure 09** : Photographies des coquilles d'amandes amères (*Prunus amygdalus*)

Les coquilles d'amandes, lavées pour éliminer les poussières, puis séchées et broyées mécaniquement avec un mortier, sont alors tamisées pour obtenir une poudre fine de diamètre inférieur à 250 $\mu$ m (**figure 10**). Cette dernière est répartie en deux lots ; l'un est utilisé pour la préparation du charbon actif, l'autre pour étudier la composition physicochimique, la composition phytochimique et les activités antioxydantes.





**Figure 10** : Photographie de la poudre de coquille d'amande, obtenue après tamisage.

#### **II.1.1.1. Préparation du charbon actif**

Dans le but de valoriser la coquille d'amande amère, le lot de poudre de coquille destiné pour étudier la valorisation sous forme de charbon actif a été divisé en deux groupes. Le premier va subir d'abord une carbonisation, puis une activation acide ou basique, alors que le seconde va subir uniquement l'activation soit acide ou basique.

La carbonisation des poudres est réalisée dans un four à moufle à 400°C pendant une heure selon le protocole rapporté par **Nabais et al.(2011)**.

L'activation des poudres est réalisée soit par un acide, le plus souvent acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) à 85% (**Soleimani et kaghazchi, 2008**), soit basique avec une solution de l'hydroxyde de potassium (KOH) concentré (**Olivares-Marin et al., 2006**). Le but de l'activation consiste à Metmenter le pouvoir adsorbant, notamment en éliminant les goudrons qui obstruent les pores.

##### **➤ Activation acide**

L'activation acide est réalisée avec de l'acide phosphorique selon le protocole décrit par **soleimani et kaghazchi (2008)** avec quelques modifications mineures.

La poudre de la coquille d'amande (PCA) est imprégnée avec une solution de  $H_3PO_4$  à 85 % avec un rapport iso-massique (m/m). Le mélange est étuvé à 100 °C pendant 24 h.

La poudre ainsi obtenue (Charbon actif acide : Gln) est lavée d'abord avec de l'eau distillée puis avec la solution de  $Na_2CO_3$  afin de neutraliser l'acidité, enfin, elle est rincée à l'abondant avec de l'eau distillée plusieurs fois jusqu'à atteindre un pH de 6 dans l'eau résiduelle. A la fin de cette opération de rinçage, la poudre est séchée à 100 °C jusqu'à l'évaporation totale de l'eau de la poudre.

### ➤ Activation basique

L'activation basique est réalisée avec une solution de l'hydroxyde de potassium (KOH) concentré selon le protocole décrit par **Olivares-Marin *et al.*, (2006)** avec quelques modifications mineures.

La poudre de coquille d'amande (PCA) est d'abord trempée dans une solution d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) à 98 % (déshydratant, oxydant et agent d'élimination des matières minérales) pendant 24 heures puis lavée avec l'eau distillée jusqu'à atteindre un pH 6 dans le liquide résiduel.

Une quantité (50 g) de ce dernier est immergée dans un volume de 200 ml de KOH, et l'ensemble est alors laissé sous agitation à 85 °C pendant 2 heures, puis filtré pour récupérer la poudre de coquille ainsi activée par la base (charbon actif basique (Cab)). Cette dernière est séchée à 100 °C pendant 24heures.

A la fin de ces opérations, quatre poudres de charbons actifs ont été préparés, à savoir :

- Poudre de charbon actif carbonisée et activée avec  $H_3PO_4$  à 85% ;
- Poudre de charbon actif carbonisée et activée avec KOH concentré ;
- Poudre de charbon actif non carbonisée et activée avec  $H_3PO_4$  à 85% ;
- Poudre de charbon actif non carbonisée et activée avec KOH.

### II.1.1.2. Adsorption du Bleu de méthylène par les poudres de charbon actif préparées

La capacité absorbante des poudres de charbons préparées a été évaluée par le test d'adsorption du bleu de méthylène selon la méthode décrite par Qada et al., (2006).

L'adsorption est étudiée après l'activation, en utilisant le bleu de méthylène comme adsorbat. Dans une cellule électrochimique, où des échantillons de 0,2g de charbon actif sont mis en contact avec des solutions aqueuses de bleu méthylène de 100 ml de volume (0.1mM), à un pH donné. Le mélange est soumis à une agitation mécanique d'environ 200 tr/mn et des prélèvements de la phase aqueuse ont été effectués en fonction du temps pour la détermination du rendement d'adsorption (E(%)). Ces échantillons sont analysés par spectroscopie Ultra-Violet-Visible avec une longueur d'onde  $\lambda_{max} = 664$  nm. Les pH initiaux et finaux de la phase aqueuse sont mesurés à l'aide d'un pH-mètre du laboratoire.

La détermination de la concentration résiduelle du colorant est effectuée grâce à une analyse utilisant un Spectrophotomètre Ultraviolet-Visible à double faisceau "UV-2300" à la longueur d'onde 664 nm, déterminée auparavant (courbe d'étalonnage du bleu de méthylène dans l'annexe I).

La quantité adsorbée est déterminée par la formule suivante :

$$qt = V(C_0 - C_t) / m$$

Avec :

qt : Quantité de bleu de méthylène adsorbée par la poudre étudiée (mg/g).

C<sub>0</sub> : Concentration initiale du colorant dans la phase aqueuse (mg/L).

C<sub>t</sub>: Concentration résiduelle de la solution de bleu de méthylène à l' instant *t* à (mg/L).

m : Masse d'adsorbant (g).

V : Volume initial de solution de colorant (ml).

Le taux d'élimination est défini comme étant le rendement de la réaction d'adsorption. C'est le rapport de la quantité du colorant adsorbé à l'instant t donné sur celle qui s'y trouve initialement dans la solution aqueuse. Il est déterminé selon la formule suivante :

$$E = (C_0 - C_t) / C_0 * 100$$

Avec :

$E$  : taux d'élimination de bleu de méthylène par la poudre étudiée (%).

$C_0$  : Concentration initiale du colorant dans la phase aqueuse (mg/L).

$C_t$  : Concentration résiduelle de la solution de bleu de méthylène à l' instant  $t$  à (mg/L).

### **II.1.2. Traitement de l'amande amère**

L'amande amère (**figure 11**) est la partie intérieure du grain de l'amandier, recouvert par la coquille et enrobé par une enveloppe charnue de couleur brune appelée la pellicule.



**Figure 11** : Photographie des noyaux des amandes amères.

Afin de séparer les pellicules, les noyaux d'amandes ont été blanchis dans une solution d'eau chaude (95 °C) et laissés pendant un temps de 15 min. Une fois refroidis et égouttés, un pelage à la main est réalisé pour enlever les peaux (pellicules). Les grains d'amande sans pellicule (**figure 12**) et les pellicules (**figure 13**) sont étuvés séparément dans l'étuve a 40°C, avant qu'ils soient broyés à l'aide d'un broyeur de laboratoire pour l'obtention de poudres fines. Ces poudres « d'amande blanc, de pellicules » (**figure 14**) sont tamisées a l'aide de tamis d'un diamètre de 250µm.



**Figure 12 :** Photographie des graines d'amande amère sans la pellicule



**Figure13 :** Photographie de la pellicule d'amande amère.



**Figure14 :** Photographie des poudres : d'amande blanc et de pellicules

La poudre de la pellicule obtenue est mise dans un flacon opaque, et conservé a l'abri de la lumière et de l'air. Elle est utilisée pour étudier la caractérisation physicochimique et la composition phytochimique et l'activité antioxydante.

La poudre de grains d'amande dépelliculés est répartie en deux lots, le premier lot est destiné pour l'étude de la caractérisation physicochimique, la composition phytochimique et l'activité antioxydante, et le second lot est destiné pour l'extraction chimique de l'huile d'amande en utilisant le soxhlet du laboratoire (**figure 15**).



**Figure 15** : Photographie de l'extraction de l'huile d'amande en utilisant le soxhlet.

Une cartouche en papier, contenant environ 100g de poudre d'amandes, est placée dans la chambre d'extraction du Soxhlet, qui se trouve en contact d'un ballon contenant 500ml d'hexane. Une fois, l'ensemble mis en marche, l'hexane s'évapore (67 °C) pour gagner le refroidisseur qui se trouve en haut de l'appareil. Il se condense pour retomber sur la cartouche, entraînant ainsi les matières grasses, cette opération, est maintenue pendant 6h.

A la fin de cette extraction, le ballon contenant le mélange hexane et matière grasse, est évaporé au rotavapeur, pour récupérer l'huile d'amande. L'huile ainsi récupérée est séchée à l'étuve à 40°C pendant 24heures avant d'être mise dans un flacon opaque, et sera conservée pour les différentes analyses.

## **II.2. Caractérisation physico-chimique des poudres et de l'huile étudiées**

### **II.2.1. Détermination du taux d'humidité(%)**

La teneur en eau est déterminée par la méthode normalisée, décrite par **AFNOR (1982)**, qui consiste en un étuvage d'un échantillon d'une gamme de matière à  $102 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ . Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$\mathbf{H(\%) = \frac{M1-M2}{P} \times 100}$$

Avec :

H% : humidité ;

M1 : masse de l'ensemble (capsule +matière fraîche avant étuvage) ;

M2 : masse de l'ensemble après étuvage ;

P : masse de prise d'essai.

### **II.2.2. Détermination du Potentiel d'hydrogène (pH)**

Le potentiel hydrogène des légumes étudiés, est évalué à l'aide d'un pH-mètre, selon la méthode décrite par **AFNOR (1986)**.

Une prise d'essai de 3g d'échantillon est mélangée avec 25 ml d'eau distillée, l'ensemble est laissé sous agitation pendant 30 minutes. Le filtrat obtenu est placé au pH-mètre et la mesure est réalisée en cinq répétitions.

### **II.2.3. Mesure de l'acidité titrable**

L'acidité titrable est déterminée selon la méthode décrite par **AFNOR (1982)** et relative aux produits d'origine végétale.

L'acidité titrable des poudres est exprimée en équivalence de l'acide citrique, alors que celle de l'huile est exprimée en équivalence d'acide oléique. L'acidité est calculée par la formule suivante :

$$\mathbf{Acidité = \frac{Nb*Vb*M}{Va*P}}$$

Avec :

**M:** Masse molaire de l'acide citrique (192,13 g/mol), ou de l'acide oléique (282.26g/mol).

**Va:** Volume en millilitres de la prise d'essai.

**Vb:** Volume en millilitres de la solution d'hydroxyde de sodium utilisé.

**Nb:** Normalité de la solution d'hydroxyde de sodium utilisé (0,01 N).

**P :** Nombre de protons

#### II.2.4. Mesure du taux de cendres (%)

Le taux des cendres est évalué selon la méthode décrite par **Leterme et al. (2006)**, avec une légère modification.

Une prise d'essai de 5 g est incinérée dans un four à moufle pendant 5h à 500° C. Le taux de cendres est calculé par la formule suivante :

$$\text{Taux de cendres} = \frac{P(v + e) - Pv}{P}$$

Avec :

**P<sub>(v+e)</sub> :** Poids des creusets avec l'échantillon.

**P<sub>v</sub> :** Poids des creusets vides.

**P:** prise d'essai.

### II.3. Dosage des composés bioactifs et détermination de la capacité antioxydante des poudres et de l'huile étudiées

#### II.3.1. Préparation des extraits

Une masse de 3g de la poudre a été mélangé à 30ml de méthanol en différents proportions et maintenue sous agitation continue à 80C° pendant 30 min (système réfrigéré pour éviter l'évaporation). Le mélange a été centrifugé à 5000 tr/min pendant 30 min. L'extrait phénolique a été récupéré et conservé a froid (+4C°) jusqu'a son utilisation. Le même extrait est utilisé pour le dosage de flavonoïde, La mesure du pouvoir réducteur et l'activité anti-radicalaire (**Marc et al., 2004**).

L'extraction des composés phénoliques contenus dans l'huile d'amande est réalisée suivant le protocole de **Franco et al. (2014)**, avec quelques modifications, en utilisant une méthode d'extraction solide-liquide. D'abord une colonne SPE diol est conditionnée avec 10



ml de méthanol et 10 ml d'hexane. Ensuite 1g d'huile dissout dans 10ml d'hexane sont introduits a travers cette colonne qui retient les composes phénoliques, suivie par un lavage avec 10ml d'hexane. Finalement l'analyte est élué avec 10ml de méthanol.

### II.3.2. Dosage des polyphénols totaux

La teneur des extraits en polyphénols totaux a été déterminée selon la méthode décrite par **Wood *et al.*(2002)**.

2,5 mL de réactif de Folin Ciocalteu dilué au 1/10ème sont ajoutés à 30  $\mu$ L d'extrait. Le mélange est maintenu pendant 2 min à l'obscurité à température ambiante ( $30 \pm 2$  °C). On y ajoute 2 mL de  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ( $75 \text{ g.L}^{-1}$ ). Le mélange est incubé à 50 °C dans un bain marie pendant 15 min pour permette le total développement de la coloration bleue du mélange réactionnel. L'absorbance est lue au spectrophotomètre UV-visible à la longueur d'onde  $\lambda = 760 \text{ nm}$ . Cette absorbance est proportionnelle à la concentration en polyphénols totaux de l'extrait dosé. Les polyphénols totaux dosés sont exprimés en milligramme Equivalent d'acide Gallique par gramme de matière sèche (mg/g EAG MS). Tous les dosages ont été réalisés en triple.

La quantité des polyphénols est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique (Voir annexe II).

### II.3.3. Dosage des flavonoïdes totaux

La teneur des extraits en flavonoïdes totaux a été déterminée selon **Marinova *et al.*(2005)**.

0,3 mL de  $\text{NaNO}_2$  à 5% (m/v) ont été ajoutés à 0,3 mL d' $\text{AlCl}_3$  à 10% (m/v) et 1 mL d'extrait des poudres et de l'huile. Après 5 min de réaction à température ambiante ( $30 \pm 2$  °C), le mélange a été additionné de 2 mL de  $\text{NaOH}$  (1 M). Le volume du mélange a été ajusté à 10 mL avec de l'eau distillée. Après agitation vigoureuse du mélange, l'absorbance de la solution obtenue a été mesurée au spectrophotomètre à  $\lambda = 510 \text{ nm}$ . La quantité de flavonoïdes totaux dosés a été exprimée en milligramme EQ (Equivalent Quercétine) par gramme de matière sèche. Tous les dosages sont réalisés en triple.

Les résultats ont été déterminés à l'aide d'une courbe d'étalonnage réalisée avec la quercétine (l'annexe III).

### **II.3.4. Dosage des caroténoïdes totaux**

La teneur des échantillons étudiés en caroténoïdes totaux est déterminée selon le protocole de **Soto-Zamora *et al.* (2005)**. La méthode consiste à faire extraire les caroténoïdes en homogénéisant 5g d'échantillon avec 30ml de solvants (hexane, acétone méthanol : 15 :8 :7) pendant 15min.

Un volume de 2ml de KOH (1M) est ajouté au mélange qui sera gardé à l'abri de la lumière pendant 16h, ensuite 30ml d'hexane sont ajoutés suivis de 30ml de solution de sulfate de sodium (1%) après une minute. Le mélange est laissé décanter.

Les caroténoïdes sont récupérés à partir de la phase supérieure et la mesure d'absorbance est effectuée à 450nm.

La teneur des échantillons en caroténoïdes est déterminée en se référant à une courbe d'étalonnage obtenue en utilisant le  $\beta$ -carotène (Annexe IV).

### **II.4. Détermination du pouvoir antioxydant**

Le pouvoir antioxydant est estimé par deux approches:

- Détermination de pouvoir d'inhibition du radical (DPPH) ;
- Détermination de pouvoir réducteur des ions ferriques (PR).

#### **II.4.1. Détermination du pouvoir antiradicalaire vis-à-vis le DPPH**

Le pouvoir antiradicalaire, par la neutralisation du radical DPPH\* des extraits est évalué selon la méthode décrite par **Ao *et al.* (2008)**.

2ml d'une solution méthanolique de DPPH\* (0.06mg/ml) sont mélangés avec 500  $\mu$ l d'extrait. Le mélange obtenu est ensuite gardé à l'abri de la lumière à température ambiante pendant 30 min, et l'absorbance est mesurée à 517 nm contre un témoin.

Le pouvoir anti radicalaire des extraits est exprimé en pourcentage d'inhibition du radical DPPH\* (Annexe V).

$$PI\% = \left(1 - \frac{Abs E}{Abs T}\right) * 100$$

Avec :

**Abs T:** Absorbance du témoin après 30 min.

**Abs E:** Absorbance des échantillons mesurée après 30min.

Les résultats obtenus sont exprimées en concentration inhibitrice 50 (IC50).

### II.4.2. Détermination de pouvoir réducteur des ions ferriques (PAR)

Le potentiel réducteur a été estimé d'après la méthode **d'Oyaizu (1986)** . 1,25 ml de la solution tampon phosphate (0,2M, pH 6,6) et 1,25 ml de ferricyanure de potassium ((K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>) à 1%) ont été ajoutés à 0,5ml de l'extrait d'amande. Le mélange a été incubé à 50° C pendant 20 min. 1,25 ml d'acide trichloroacétique (TCA) (10%) ont été additionnés au mélange, le tout centrifugé pendant 10 min à 3000 rpm. L'eau distillée (1,25ml) et le chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub>) (250µl à 0,1%) ont été ajoutés à 1,25ml du surnageant. L'absorbance a été mesurée à 700nm contre un blanc. L'acide ascorbique a été utilisé comme contrôle positif.

La quantité d'antioxydants ayant un pouvoir réducteur est déterminée à partir d'une courbe d'étalonnage réalisée avec la vitamine C, les résultats sont exprimés en mg (Annexe VI).

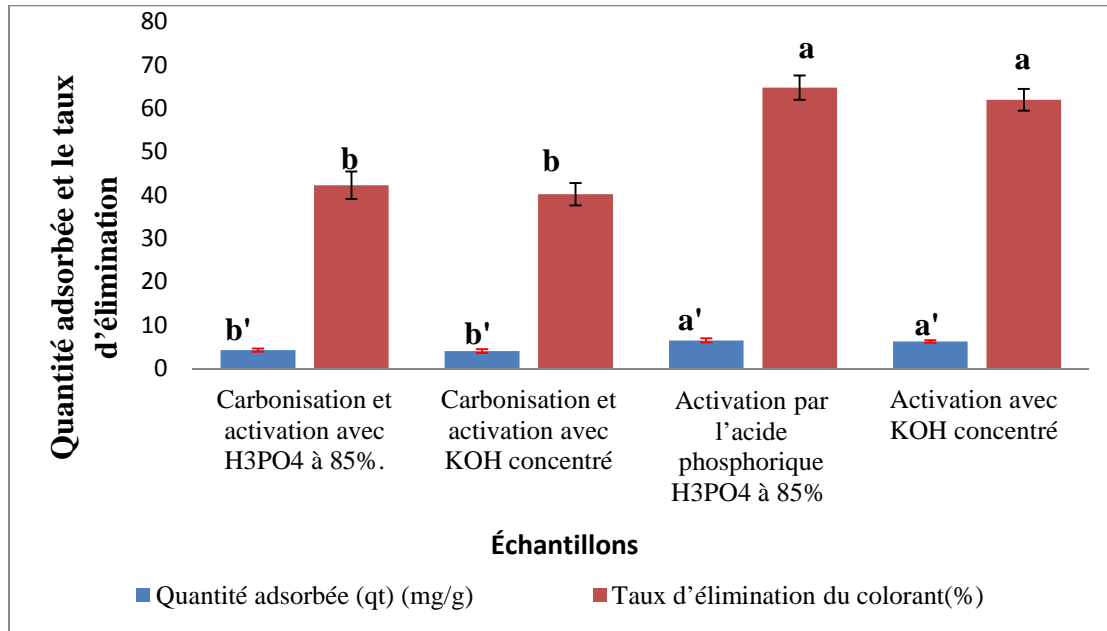
### II.5.analyse statistique

Une étude statistique des données est réalisée à l'aide du logiciel STATISTICA. Les résultats sont représentés par une moyenne de cinq répétitions  $\pm$  Ecartype.

Afin de mettre en évidence les différences significatives entre les échantillons pour chaque paramètre, une analyse de la variance (ANOVA/MANOVA) à un facteur suivie du test LSD (la plus petite différence significative) est appliquée, et le niveau de signification est pris à  $p < 0,05$ .

### III.1. Adsorption du Bleu de méthylène par le charbon actif

Les résultats obtenus sur l'étude de l'effet de la carbonisation et de la méthode d'activation sur l'adsorption du bleu de méthylène par les poudres de coquille d'amande sont représentés dans la figure 16.



**Figure 16 :** Effet de la carbonisation et de la méthode d'activation sur l'adsorption du bleu de méthylène par les poudres de coquille d'amande.

Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions,  
 Les barres verticales représentent les écarts types.  
 Les lettres (a, b, et a', b') représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ )

Après un temps de contact de (50 min), la quantité adsorbée (mg/g) et le taux d'élimination (%) du bleu de méthylène par les poudres de coquille d'amande, varie de 4,04(40,21%) pour la coquille carbonisé et activé avec KOH concentré à 6,51mg/g (64,80%) pour la coquille activé sans carbonisation par l'acide phosphorique H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

Ces résultats montrent que la quantité adsorbée et le taux d'élimination du colorant de bleu de méthylène par les coquilles d'amande non carbonisées et activées semblent supérieurs aux valeurs retrouvées dans les poudres de coquilles d'amande carbonisées et activées.

Les résultats de l'analyse statistique montrent l'existence de différences significatives ( $p < 0.05$ ), entre les quantités de bleu de méthylène absorbées et le taux d'élimination du colorant par les poudres d'amandes carbonisée et non carbonisée.

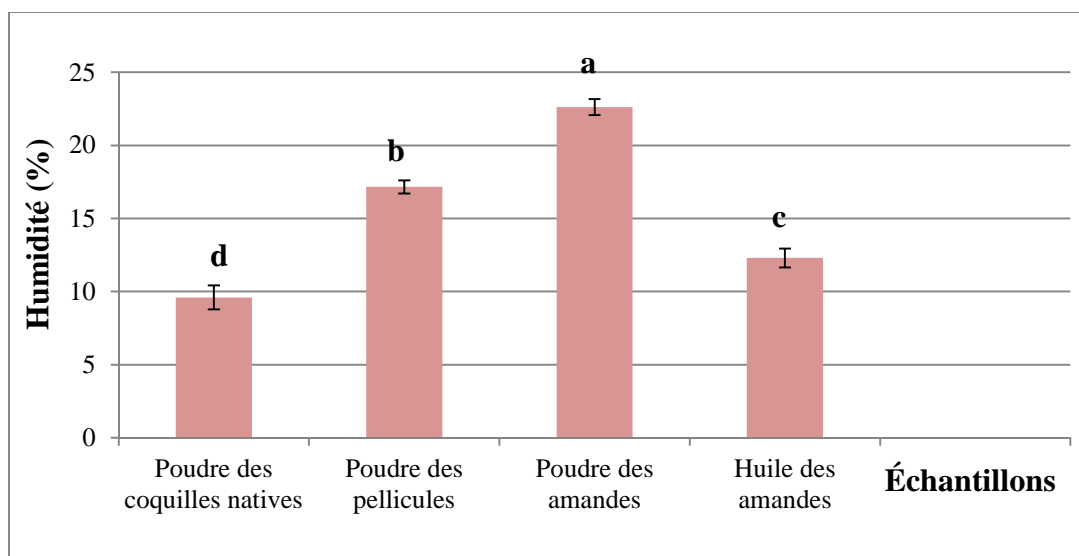
La valeur de la quantité adsorbée du bleu de méthylène par la coquille d'amande non carbonisée et activée avec l'acide  $H_3PO_4$  (6.51mg/g) est supérieure à celles de la méthode avec la base KOH (6.23mg/g). Par contre, l'analyse statistique ne montre aucune différence significative ( $p < 0,05$ ), des quantités de bleu de méthylène absorbés et le taux d'élimination du colorant, en fonction de la méthode d'activation, que ce soit pour les poudres d'amandes carbonisées ou non carbonisées.

## III.2. Caractérisation physicochimique

### III.2.1. Humidité(%)

La teneur en eau est un critère utilisé essentiellement pour apprécier la qualité du produit testé. Elle renseigne sur la stabilité du produit contre les risques d'altérations durant la conservation.

Les résultats de la teneur en humidité (%) des poudres : de coquilles, de pellicules, d'amande et d'huile d'amande amère sont représentés dans la figure 17.



**Figure 17 :** Teneurs en humidité des poudres des amandes, des pellicules et des coquilles ainsi que d'huile d'amande amère.

*Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions,  
Les barres verticales représentent les écarts types.  
Les lettres (a, b, c, d) représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ ).*

D'après la présente étude, la teneur en eau varie de 9,6 à 22,62 %, dont la valeur la plus faible est retrouvée dans la poudre de coquilles, suivie respectivement par l'huile d'amande (12,3%) et les pellicules (17,16%), tandis que les poudres d'amandes renferment le taux le plus élevé d'humidité avec une valeur de 22,62%.

L'étude statistique montre l'existence d'une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les teneurs d'humidité des quatre échantillons étudiés (poudre de coquilles, poudre de pellicule, poudre d'amandes et l'huile d'amandes).

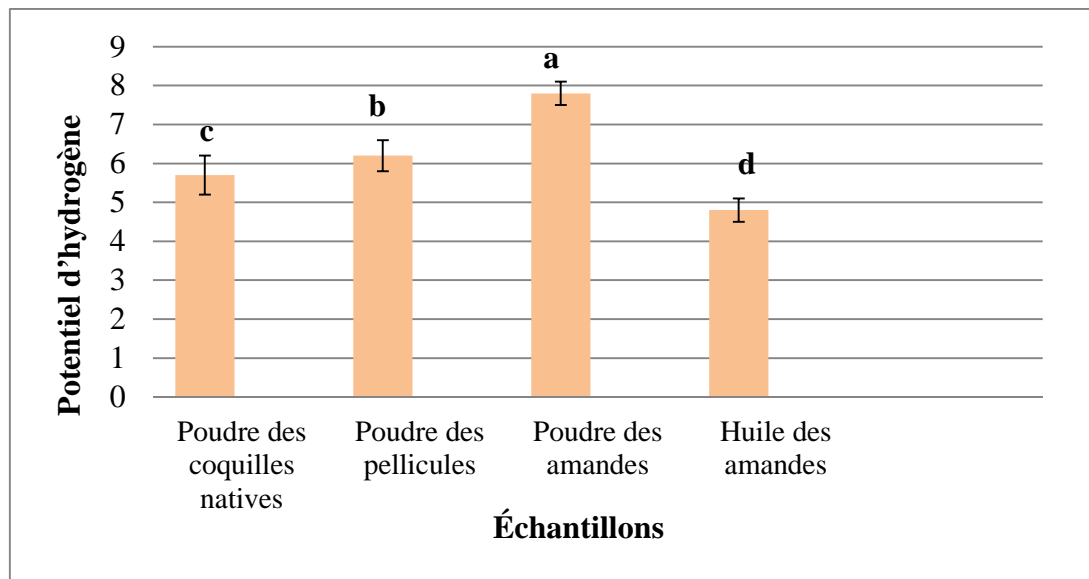
Ces teneurs sont supérieures à celles retrouvées par **Trachi (2015)**, qui rapporte des teneurs de l'ordre de 7,02 pour les coquilles et de 8,39 pour les poudres d'amandes amères. Selon **Aydin (2003)**, la teneur en eau des amandes oscille de 2,77 à 24,97%.

Cette différence est probablement liée à plusieurs paramètres tels que la région, la variété, la période de récolte, la méthode de conservation, le système d'irrigation et aussi l'intervalle de temps entre la récolte et l'effectuation des analyses.

### **III.2.2. Potentiel d'hydrogène (pH)**

Le Potentiel d'hydrogène (pH) est parmi les principaux facteurs qui contrôlent la rapidité avec laquelle s'effectue l'altération des aliments et la croissance des microorganismes (**FAO, 2018**).

Les résultats du potentiel d'hydrogène des poudres ; de coquilles, de pellicules, d'amande et d'huile d'amande amère sont représentés dans la figure 18.



**Figure 18 :** Potentiel d'hydrogène (pH) des poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huile d'amande amère.

*Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions,  
Les barres verticales représentent les écarts types.  
Les lettres (a, b, c, d) représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ ).*

D'après la présente étude, la valeur du pH varie de 4,8 à 7,8, dont la valeur la plus faible est retrouvée dans l'huile d'amandes amères, suivie respectivement par la coquille d'amande (5,7) et les pellicules (6,2), tandis que les amandes renferment le pH le plus élevé avec une valeur de 7,8.

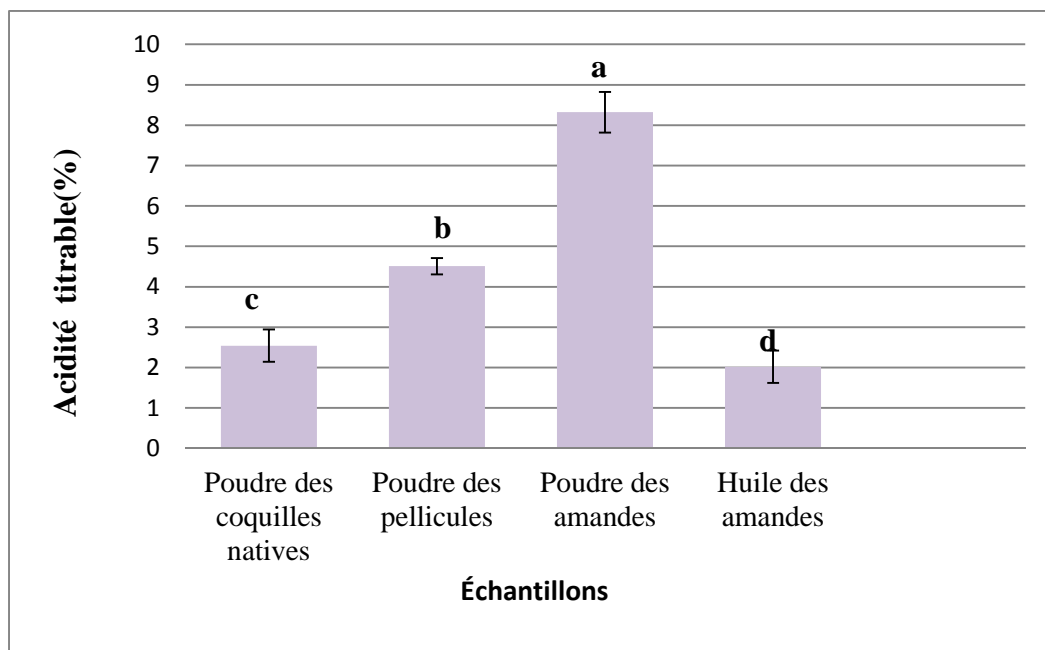
L'étude statistique montre l'existence d'une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les valeurs de pH des quatre échantillons étudiés (poudre de coquilles, poudre de pellicule, poudre d'amandes et l'huile d'amandes).

Ces résultats sont supérieurs à ceux retrouvés par **Trachi (2015)**, qui rapportent des valeurs de l'ordre 5,38 pour les coquilles et de 6,41 pour les poudres d'amandes amères.

### III.2.3. Acidité titrable

L'acidité titrable renseigne sur la quantité d'acides organiques présente dans les échantillons. Ils sont, en général des intermédiaires des processus métaboliques, influence la croissance des micro-organismes et affectent la qualité de conservation des produits (**Doukani et Tabak, 2015**).

Les résultats de l'acidité titrable des poudres : de coquilles, de pellicules, d'amande et d'huile d'amande amère sont représentés dans la figure 19.



**Figure 19:** Acidité titrable des poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huile d'amande amère.

*Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions,  
Les barres verticales représentent les écarts types.  
Les lettres (a, b, c, d) représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ ).*

D'après la présente étude, la teneur en acidité titrable varie de 2,02 à 8,32%, dont la valeur la plus faible est retrouvée dans l'huile d'amandes amères, suivie respectivement par la coquille d'amande (2,54%) et les pellicules (4,51%), tandis que les amandes renferment le pH le plus élevé avec une valeur de 8,32%.

L'étude statistique montre l'existence d'une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les valeurs de l'acidité titrable des quatre échantillons étudiés (poudre de coquilles, poudre de pellicule, poudre d'amandes et l'huile d'amandes).

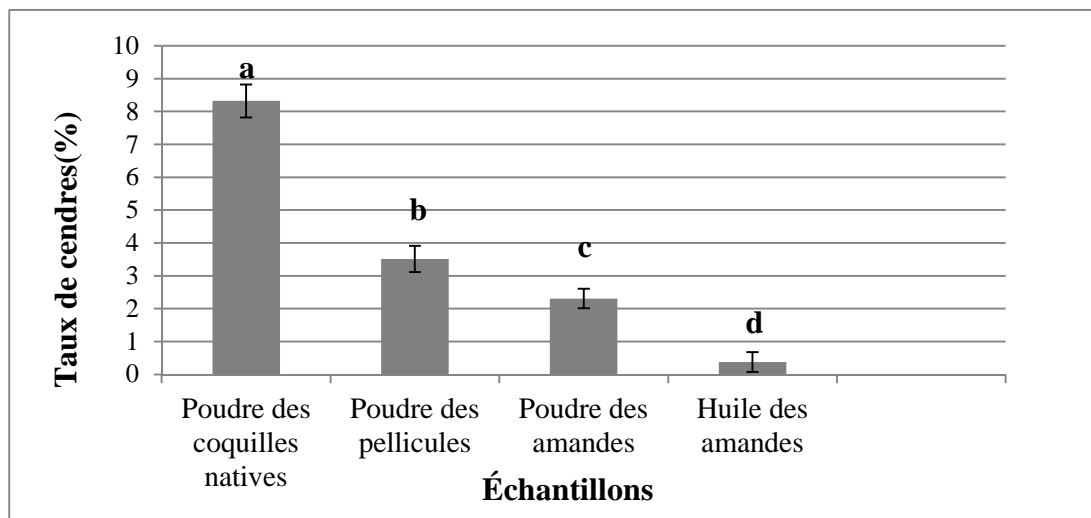
Ces résultats sont supérieurs à ceux retrouvés par **Trachi (2015)**, qui rapporte des valeurs de l'ordre 1,65 pour les coquilles et de 1,18 pour les poudres d'amandes amères.

#### III.2.4. Taux de cendres(%)

La détermination de la teneur en matière minérale renseigne sur la qualité nutritionnelle de l'échantillon étudié (**Doukani et Tabak, 2015**). Les résultats du taux de



condres des poudres ; de coquilles, de pellicules, d'amande et d'huile d'amande amère sont représentés dans la figure 20.



**Figure 20 :** Taux de cendre des poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huile d'amande amère.

*Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions.  
Les barres verticales représentent les écarts types.  
Les lettres (a, b, c, d) représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ ).*

D'après la présente étude, la teneur en cendres varie de 1,38 à 8,32%, dont la valeur la plus faible est retrouvée dans l'huile d'amandes amères, suivie respectivement par la l'amande (2,31%) et les pellicules (3,51%), tandis que la coquille d'amandes renferme le pH le plus élevé avec une valeur de 8,32%.

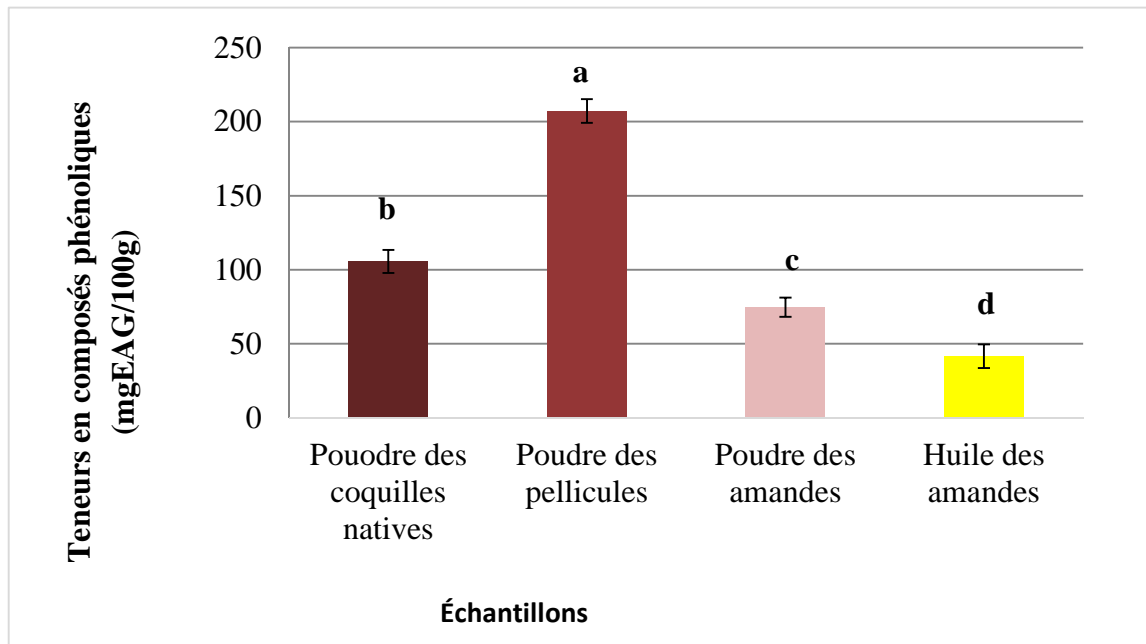
L'étude statistique montre l'existence d'une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les taux de cendre des quatre échantillons étudiés (poudre de coquilles, poudre de pellicule, poudre d'amandes et l'huile d'amandes).

Ces résultats sont inférieurs à ceux retrouvés par **Trachi (2015)**, qui rapporte des valeurs de l'ordre 9,1 pour les coquilles et de 2,79 pour les poudres d'amandes amères. Cette variabilité dans la proportion varie selon la composition du sol des arbres.

### III.3. Teneurs en composés bioactifs

#### III.3.1. Teneurs en composés phénoliques totaux

Les résultats obtenus pour les dosages des composés phénoliques totaux dans les poudres de coquilles, pellicules, amandes et l'huiles d'amandes étudiées sont représentés dans la figure 21.



**Figure 21** : Teneurs en composés phénoliques totaux des poudres des amandes, de coquilles et pellicules ainsi que d'huiles d'amandes étudiés.

Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions,  
Les barres verticales représentent les écarts types.  
Les lettres (a, b, c, d) représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ ).

Les résultats obtenus montrent que le taux des composés phénoliques totaux varie de 41,6 à 207,16 mg E.A.G/100g de matière sèche, dont la poudre des pellicules présente la teneur la plus élevée, suivie respectivement par les poudres de coquilles (105,6 mg/100g) et des amandes (74,62 mg/100g). La teneur en composés phénoliques de l'huile d'amande amère retrouvée est de 41,6 mg E.A.G/100g.

L'étude statistique montre l'existence d'une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les teneurs en composés phénoliques des quatre échantillons étudiés (poudre de coquilles, poudre de pellicule, poudre d'amandes et l'huile d'amandes).

Le taux en composés phénoliques totaux de la poudre d'amande amère sont dans l'intervalle rapporté par **Barreira et al. (2008)**. Ces derniers ont estimé des taux de l'ordre de 9,22 à 163,71 mg/100g.

Selon **Milbury et al. (2006)** les teneurs moyennes des amandes en polyphénols oscillent entre 61 à 162 mg /100 g.

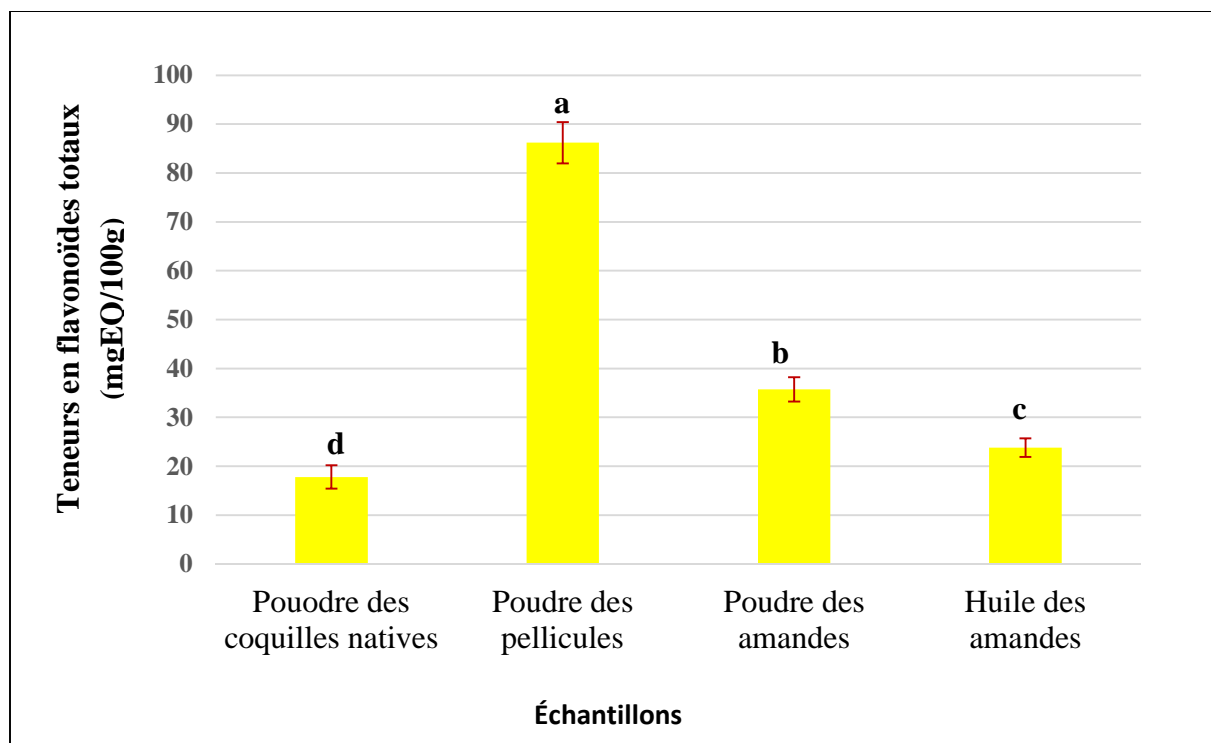
Cette richesse suggère des effets potentiels sur la fonction anti-oxydante, la détoxification et la fonction anti-inflammatoire.

Notons que le taux des composés phénoliques peut varier en fonction de la méthode d'extraction, la nature de récolte et les conditions de stockage (Trachi, 2015).

### III.3.2. Teneurs en flavonoïdes

Une couleur jaune est observée après l'ajoute du chlorure d'aluminium à la solution éthanolique de quercétine. Cette couleur est aussi observée dans le cas des extraits des amandes amères, indiquant ainsi la présence de complexes par corrélation des ions aluminium avec les flavonoïdes (Ribereau-gayon, 1968).

Les résultats obtenus pour le dosage des flavonoïdes dans les poudres de coquilles, pellicules, amandes et l'huiles d'amandes étudiées sont représentés dans la figure 22.



**Figure22 :** Taux de flavonoïdes totaux dans les poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huiles d'amandes étudiés.

Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions,

Les barres verticales représentent les écarts types.

Les lettres (a, b, c, d) représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ ).

Les résultats obtenus montrent que le taux des flavonoïdes varie de 17.8 à 86.2 mg EQ/100g de matières sèches, dont la poudre des pellicules possède la teneur la plus élevée

suivie respectivement par la poudre d'amandes (35.7mg/100g) et l'huile d'amande (23.8 mg/100g). La teneur en flavonoïdes de la poudre des coquilles retrouvée est de 17.8 mg EQ/100g.

L'étude statistique montre l'existence d'une différence significative ( $p < 0.05$ ) entre les teneurs en flavonoïdes des quatre échantillons étudiés (poudre de coquilles, poudre de pellicule, poudre d'amandes et l'huile d'amandes).

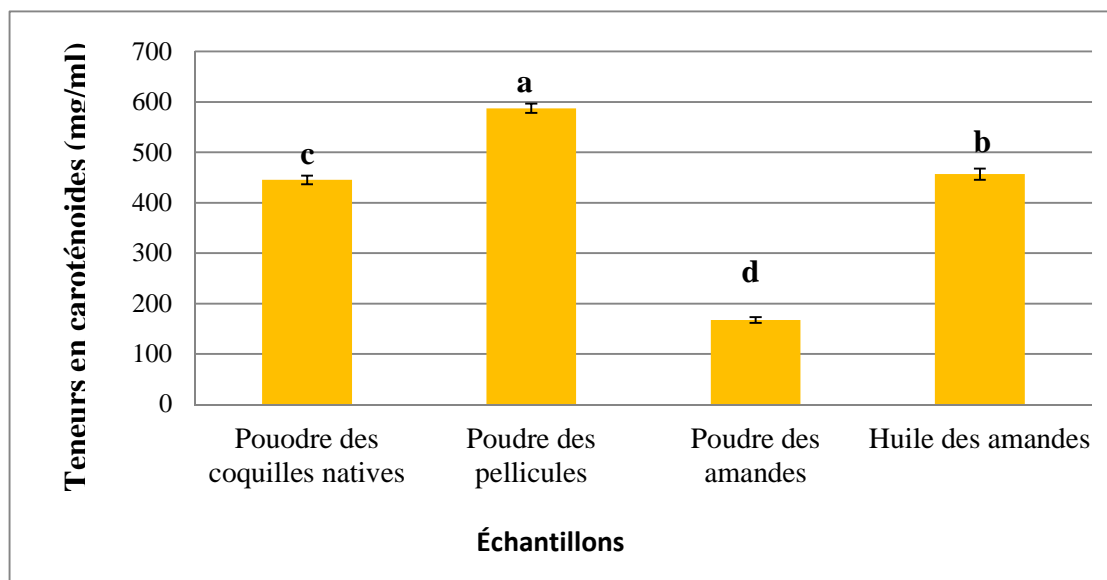
Les résultats obtenus pour la poudre d'amande amère sont dans l'intervalle rapporté par **Madison (2018)**, qui ont estimé des taux de l'ordre de 13,0 à 93,8 mg/100g.

Selon **Milbury et al. (2006)** les teneurs moyennes de l'huile d'amande en flavonoïdes oscillent entre 16 à 27 mg/100g.

### III.3.3. Teneurs en caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments responsables de la coloration rouge, orange, et jaunes des fruits et légumes dont  $\beta$ -carotène est le composé majoritaire de la carotte (**Lotfy et Fawzy, 2014**).

Les résultats obtenus pour le dosage des caroténoïdes dans les poudres de coquilles, pellicules, amandes et l'huiles d'amandes étudiées sont représentés dans la figure 23.



**Figure 23 :** Teneurs en caroténoïdes des poudres des amandes, des coquilles et des pellicules ainsi que d'huiles d'amandes étudiés

Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions,  
Les barres verticales représentent les écarts types.  
Les lettres (a, b, c, d) représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ ).

Les résultats obtenus montrent que les teneurs en caroténoïdes varient de 167,3 à 587,3 mg/ml, dont la poudre des pellicules présente la teneur la plus élevée suivie respectivement par l'huile d'amande (456,7mg/ml) et la poudre des coquilles (445,32 mg/ml). La teneur en caroténoïdes de la poudre d'amandes retrouvée est de 167,3 mg/ml.

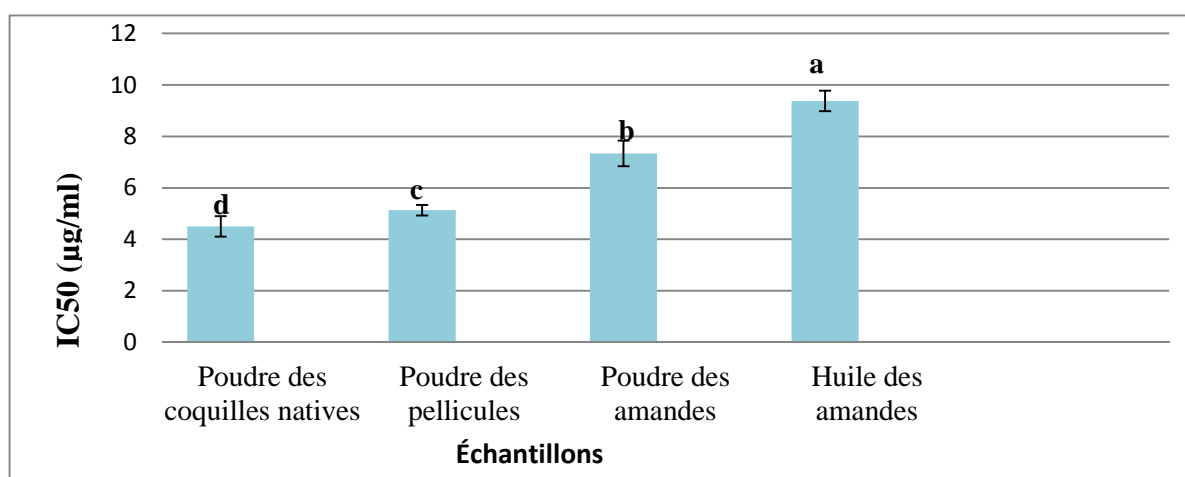
L'étude statistique montre l'existence d'une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre les teneurs en caroténoïdes des quatre échantillons étudiés (poudre de coquilles, poudre de pellicule, poudre d'amandes et l'huile d'amandes).

La composition en caroténoïdes varie avec la saison ; en saison fraîche et pluvieuse la teneur en caroténoïdes est plus faible, comparés à celles des produits en saison relativement sèche et chaude (Rodriguez-Amaya, 2010). D'autres facteurs peuvent influencer la composition en caroténoïdes tel que la famille botanique, l'origine géographique, le degré d'ensoleillement, les méthodes d'extraction et de dosage ainsi que le stade de maturité de fruit (Su et al, 2002).

### III.4. Activité antioxydante et anti-radicalaire

#### III.4.1. Neutralisation du radical DPPH\*

Les résultats des concentrations inhibitrices à 50% (IC50) du DPPH\* des poudres : de coquilles, de pellicules, d'amande et d'huile d'amande amère sont représentés dans la figure 24.



**Figure 24 :** Activité inhibitrice du radical DPPH\*, exprimée par la concentration inhibitrice (IC50), des poudres ; de coquilles, de pellicules, d'amande et d'huile d'amande amère.

Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions.

Les barres verticales représentent les écarts types.

Les lettres (a, b, c, d) représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ ).

Les résultats obtenus montrent que l'activité inhibitrice du radical DPPH\*, exprimée par les concentrations inhibitrices (IC50), varie de 4,5 à 9,38 µg/ml, dont l'huile d'amande est la valeur la plus élevée suivie respectivement par la poudre d'amande (7,34 µg/ml) et la poudre des pellicules (5,13 µg/ml). La valeur d'IC50 de la poudre des coquilles retrouvée est de 4,5 µg/ml.

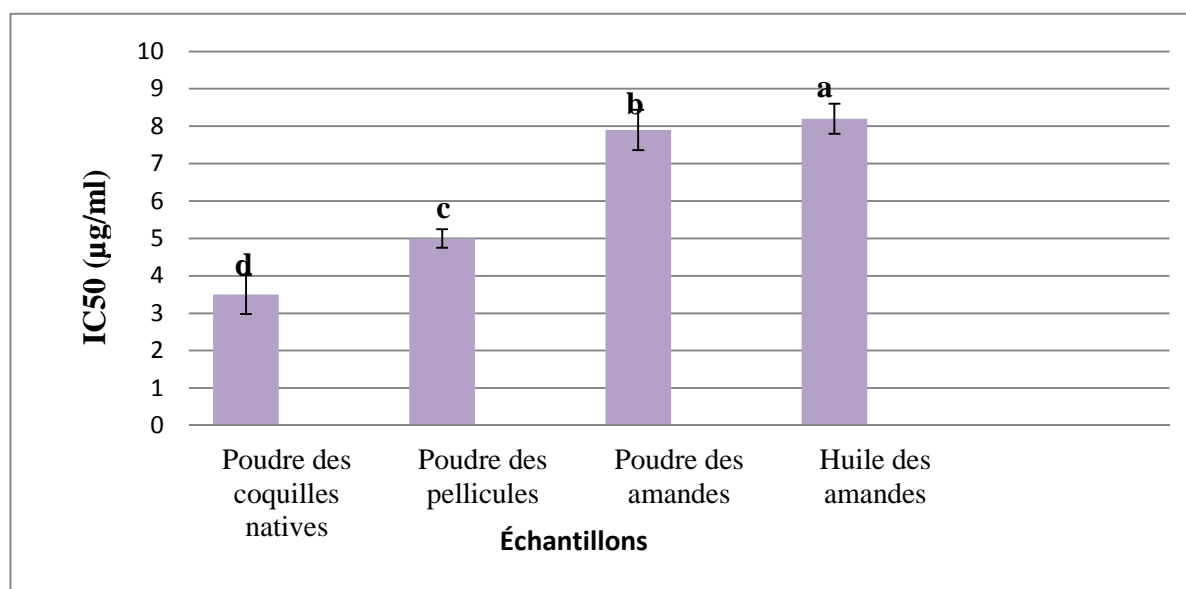
L'étude statistique montre l'existence d'une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre l'activité inhibitrice du radical DPPH\*, exprimée par la concentration inhibitrice (IC50) des quatre échantillons étudiés (poudre de coquilles, poudre de pellicule, poudre d'amandes et l'huile d'amandes).

Selon **Trachi (2014)**, la valeur d'IC50 oscille de 7,501 à 13,163 µg/ml pour l'amande amère et elle est environ de 5 µg/ml pour la coquille d'amande.

### III.4.2. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur est la capacité d'une substance à transférer un électron ou à libérer un atome d'hydrogène (**Sahreen et al., 2010**).

Les résultats de pouvoir réducteur des extraits des poudres : de coquilles, de pellicules, d'amande et d'huile d'amande amère sont représentés dans la figure 25.



**Figure 25 :** Pouvoir réducteur, des extraits de poudres des amandes, de coquilles et de pellicules ainsi que d'huile d'amande amère.

Les valeurs représentent la moyenne de trois répétitions,  
Les barres verticales représentent les écarts types.  
Les lettres (a, b, c, d) représentent les différences significatives ( $p < 0,05$ ).

Les résultats obtenus montrent que le pouvoir réducteur, exprimée par les concentrations inhibitrices (IC50) varie de 3,5 à 8,2 µg/ml, dont l'huile d'amande révèle la valeur la plus élevée, suivie respectivement par la poudre d'amandes (7,9 µg/ml) et la poudre de pellicules (5 µg/ml). La valeur d'IC50 de la poudre des coquilles retrouvée est de 3,5 µg/ml.

L'étude statistique montre l'existence d'une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre le pouvoir réducteur, exprimé par la concentration inhibitrice (IC50, des quatre échantillons étudiés (poudre de coquilles, poudre de pellicule, poudre d'amandes et l'huile d'amandes).

Plusieurs auteurs ont rapporté la contribution de composés phénoliques dans la capacité réductrice qui dépend surtout de la teneur mais également de leur structure et la position des groupements hydroxyle sur le noyau aromatique de la molécule (**Lugasi et al., 2003 ; Sharififar et al., 2009**).

# Conclusion



## Conclusion

---

Le présent travail s'intéresse à la valorisation de la coquille d'amande amère par, d'abord, l'essai de la production du charbon actif par activation chimique, puis d'investiguer sa capacité d'adsorption sur le bleu de méthylène (BM), cette propriété étant déterminante dans la dépollution de divers effluents industriels.

D'autre part, la détermination de la capacité anti-oxydante de l'amande amère et l'essai de sa valorisation par l'extraction de l'huile.

Enfin, étudier la richesse de la pellicule d'amande amère en composés bioactifs et déterminer sa capacité antioxydante.

A la lumière de nos résultats on conclut que :

Il est très possible d'obtenir un adsorbant actif (charbon actif) à partir de la coquille, par activation chimique (acide ou alcaline) et sans recours aux procédés de carbonisation.

La méthode de l'activation de la coquille d'amande par l'acide phosphorique ( $H_3PO_4$ ) semble plus efficace à cause de son obtention plus abordable comparée à celle associant l'hydroxyde du potassium(KOH).

La différence dans les caractéristiques physicochimiques étudiées entre l'amande amère, la coquille, la pellicule et l'huile d'amande est très nette. En effet, pour la majorité des paramètres, les valeurs trouvées sont plus élevées dans l'amande amère, seuls le taux de cendres présentent une valeur plus importante dans la coquille.

Les propriétés antioxydantes obtenues se sont avérées plus importantes dans les pellicules que dans les amandes, l'huile et les coquilles.

Les pellicules sont une bonne source des polyphénols (207.16mg /100g), des flavonoïdes (86.2mg/100g) et des caroténoïdes (587.3 mg/ml).

L'amande a des teneurs importantes en polyphénols (74.6mg /100g), flavonoïdes(35.7mg/100g) et des caroténoïdes (167.3 ml/mg).

L'analyse de l'huile extraite a permis pour une contribution à une meilleure connaissance de cette huile. Les valeurs des dosages des composés bioactifs ont révélé la richesse de notre huile en composés phénoliques (41.6mg /100g), en flavonoïdes (23.8mg/100g) et en caroténoïdes (456.7 mg/ml).

De même, les coquilles ont des teneurs non négligeables en polyphénols (105.6mg /100g), flavonoïdes(17.8mg/100g) et des caroténoïdes (445.32 ml/mg).

D'après les résultats de l'étude du pouvoir réducteur, les valeurs varient de 4.5 à 9.38  $\mu$ g EAG/100g. Les pellicules et les coquilles possèdent la meilleure activité réductrice.

## Conclusion

---

L'estimation de la concentration inhibitrice à 50% (IC50) du DPPH a révélé que les pellicules et les coquilles sont les plus actives vis-à-vis le radical DPPH\*.

On constate que cette richesse suggère des effets potentiels sur la fonction anti-oxydante, la détoxification et la fonction anti-inflammatoire.

En termes de perspectives, et afin de compléter la présente étude, il est souhaitable :

- D'élargir l'étude de l'amande amère afin de mieux l'utiliser à des fins diverses.
- D'étudier le profil des lipides de cette huile afin de mieux consommer l'amande amère (prévention de la maladie cardiovasculaire) ;
- De rechercher avec des moyens très avancés la méthode la plus appropriée quant à l'éventuelle extraction des composants phénoliques et d'autres tests pour la mise en évidence l'activité antioxydante dans l'amande amère.
- De procéder à l'analyse sensorielle pour l'évaluation de la qualité de l'huile d'amande.
- D'élargir l'étude biochimique sur les autres composants macro et micro nutriments tels que les vitamines, les acides aminés et les acides gras mono et polyinsaturés.

**Références**

**bibliographiques**

## *Références bibliographiques*

### A

-**AFNOR (1982)**. Recueil de normes françaises des produits dérivés des fruits et légumes jus de fruits. *ED. AFNOR*.

-**AGUNBIADE.S.O ET OLANLOKUN.J.O., (2006)** : Evaluation of some nutritional characteristics of Indian Almond (*Prunus amygdalus*) Nut(Nigeria).Pakistan journal of Nutrition 5(4) : 316-318.

-**AHMAD.Z.,(2010)** :The uses and properties of almond oil.complementary therapies in clinical practice.16(1),10-12.

-**ALBERT VIEILLE, 2018** : journal sur huile essentielle amande amère Maroc *Prunus Armenia* l. page 01.

- **ALI JAHANBAN ESFAHLAN, RASHID JAMEI, RANA JAHANBAN ESFHLAN, 2010**: The importance of almond (*Prunus amygdalus*) and its by-products. Food chemistry, Volume 120, P 349 – 360.

-**ALMARDINI.F., (2008)** : Etude de l'adsorption de pesticides de bromoacil sur charbon actif en poudre en milieu aqueux. Effet compétiteur des matières organiques naturelles. Thèse pour l'obtention du grade de docteur de l'université de politique. Page188.

-**ANONYME.,(2002)** :Statistiques agricoles, séries b, ministère de l'agriculture.

-**Ao, C., Li, A., Elzaawely, A.A., Xuan, T.D., Tawata, S.,( 2008)**. Evaluation of antioxidant and antibacterial activities of *Ficus microcarpa* L. fil. extract. Food control 19, 940-948.

-**Atapour M., et Kariminia H-R., (2011)**. characterization and transesterification of Iranian bitter almond oil for biodiesel production. *Elsevier Ltd*, doi:10.1016/j. apenergy. 2011.01.014.

-**AYDIN C, 2003**: physical properties of almond nut and kernel, department of agricultural machinery, faculty of agriculture, university of selcuk, 42031 konya, turkey accepted 5 february.

### B

-**BARREIRA JOAO C.M ,FERREIRA ISABEL C.F.R.,OLIVEIRA M.BEATRIZ P.P.,PERREIRA JOS2 ALBERTO.(2008)** :Antioxydant activity and bioactive compound of ten portugues regional and commercial almond cultivars.Food and chemical toxicology,V.46,p2230-2235.

## *Références bibliographiques*

### C

**-CAUSSE.C ;(2004) :** les secrets de santé des antioxydants .plus jeune, plus longtemps avec les antioxydants. C'est naturel, c'est ma santé. Alpen Edition s.a.m. Page 44-45.

**-COUPLAN.F., (2009) :** Le régale végétal .Plantes sauvages comestibles. Encyclopédie des plantes sauvages comestibles et toxiques de l'Europe. Édition Ellebore.page256.

### D

**-Doukani, K., Tabak, S., (2015).** Profil Physicochimique du fruit " Lendj"(Arbutus unedo L.).Nature & Technology, 51.

### F

**-FAO (2018):** Food Agriculture Organisation; organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture.

**-FELIPE, A.J., (2000) :** El almendro : El material vegetal.Miraeditors.

**-Franco, M. N., Galeano-Díaz, T., López, Ó., Fernández-Bolaños, J. G., Sánchez, J., De Miguel, C., ... & Martín-Vertedor, D. (2014).** Phenolic compounds and antioxidant capacity of virgin olive oil. *Food Chemistry*, 163, 289-298.

### G

**-GALLOUIN.FRANCOIS ., (2013) :** Des fruits et des graines comestibles du monde entier, Lavoisier. Page 59.

**-GARCIA-LOPEZ.C,GRANE-TERUEL.N,BERBENGUER-NAVARRO.V, GARCIA-GARCIA.J.E ET MARTIN CARRATALA.M.L., (1996) :** Major fatty acid composition of 19 almond cultivars of different origins.A chemotrica proach.Journal of agricultural and food chemistry, 44(7), page1751-1755.

**-GRASSELLY.G ET CROSSA-RAYAUD.P.,(1997) :** L'amandier :techniques agricoles et productions méditerranéennes.gp.maisonneuve et lavose 977597.

### H

**-Hammiche V., Merad R., Azzouz M., (2013).** Plantes toxiques à usage médicinal du pourtour méditerranéen, *Springer*, Paris, p 409.

## *Références bibliographiques*

**-HAZOURLI.S, ZIATI.M, HAZOURLIA ET CHERIFI.M ., (2007) :** Valorisation d'un résidu naturel ligno-cellulosique en charbon actif. Exemple des noyaux de dettes .Revue des énergies renouvelables ICR ESD-of Tlemcen .page187-192.

**-Hodek P., Trefil P., Stiborova M., (2002) :** Flavonoids-potent and versatile biologically active compounds interacting with cytochromes. Chem. Biol. Interact, 139: p 1–21.

### **J**

**-JACQUELINE M. MCGRATH, PHD, RN, NNP, FNAP, MARIA THILLET, RN, BSN, CIM, AND LINDSAY VAN CLEAVE, RN, BSN, 2007:** newborn and infant nursing reviews, vol 7, no 1, pages 39 – 46.

**-JUAN BARAVO ., (1990) :** Amélioration de la qualité de l'huile d'olive. Edition Madrid.

### **L**

**-Leterme, P., Buldgen, A., Estrada, F., Londoño, A.M., (2006).** Mineral content of tropical fruits and unconventional foods of the Andes and the rain forest of Colombia. Food Chemistry 95, 644-652.

**-Lotfy, S., Fawzy, Y.,( 2014).** Characterization and enhancement of the electrical performance of radiation modified poly (vinyl) alcohol/gelatin copolymer films doped with carotene. Journal of Radiation Research and Applied Sciences 7, 338-345.

**-Lugasi A., Hóvári J., Sági K.V. et Bíró L. (2003).** The role of antioxidant phytonutrients in the prevention of diseases. *Acta Biologica Szegediensis* **47**:119-125

### **M**

**-MACHEIX.J.J, FLEURIET.A, JAY-ALLEMAND.CH., (2005) :** Les composés phénoliques des végétaux.une exemple de métabolites secondaires d'importance économique. PRUR presses polytechniquespage156.

**-MANDALARI.G, FAULKS.R.M, BISIGNANO.C, WICKAM.M.S.J AND NARBAD.A., (2010) :** Invitro evaluation pf thr prebiotique propreties of almond skins(*amygdalus communis.L*).FEMS Microbiology letters,301(2),116-122.

## *Références bibliographiques*

**-Marinova, D., Ribarova, F., Atanassova, M.,( 2005).** Total phenolics and total flavonoids in Bulgarian fruits and vegetables. Journal of the university of chemical technology and metallurgy 40, 255-260.

**-MEHRING.M ET MENU.E.,(2019) :** Toxicologie .de Boeck supérieure.page31.

**-MÉRAT.F.J et DELENS.A.J ., (2009) :** Amygdalus, Dictionnaire universel de matière médicale et de thérapeutique générale contenant l'indication, la description et l'emploi de tous les médicaments connus dans les diverses parties de Globe. Bruxelles, société Belge de librairie, page121-122.

**-Mibarki.A., (2017).** Contribution à l'étude de la qualité des huiles d'amande douce (*Prunus amygdalus dulcis*) et amère (*Prunus Amygdalus amara*) par des méthodes physico-chimiques, et leur activité antioxydante, Université de Abou Bekr Belkaid-Tlemcen, Pp.1-51.

**-MILBURY PE, CHEN CY, DOLNIKOWSKI GG, BLUMBERG JB, 2006:**

Determination of flavonoids and phenolics and their distribution in almonds. J agric food chem.. P 27–33.

**-MOAYEDIA, KARAMATOLLAH.R, SOHRAB.M, BEHNAM.K., (2010) :** Chemical compositions of oils from several wild almond species J.Am.oil chem.soc, in press.Doi :10.1007/s11746-010-1701-Z.

**-MORIN.L, DRONNE.Y, REQUILLANT.V ., (1994) :** La demande non alimentaire des huiles et graisses oleag.corp gras, lipides, 3,188-191.

### N

**-NABAIS J.M.V, LAGINHAS C.E.C, CAROTT P.J.M, RIBEIRO-CARROTT M.M.L ., (2011) :** Production of activated carbons from almond shell, Fuel process technology, v.92, page 234-240.

### O

**-OLIVARES-MARIN .M, FERNENDEZ-GONZALEZ .C, LACIAS-GARCIA .A, GOMEZ-SERRANO.V ., (2006) :**Préparation of activated carbons from chemy stones by activation with pottassium hydroxide.Applied surface science ,v.252, page 5980-5983.

**- Oyaizu, M. (1986) :** Studies on products of browning reactions: antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. Jap. J. Nutr 44 . 307-315.

## *Références bibliographiques*

### P

**-PETIT CAROLINE ., (2015) :**Bleu de méthylène :Application thérapeutiques et cliniques .page1.

### Q

**-Qada, E. N., Allen, S. J., & Walker, G. M. (2006).** Adsorption of methylene blue onto activated carbon produced from steam activated bituminous coal: a study of equilibrium adsorption isotherm. *Chemical Engineering Journal*, 124(1-3), 103-110.

### R

**-RÉMÉSY-CHRISTIAN ., (2005) :** Que mangerons-nous demain. Editeur : Odile Jacob. Page 155.

**-RIBEREAU GAYON, 1968 :** Les composés phénoliques des végétaux. ED: dunod, paris, P 254.

**-Rodriguez-Amaya D.B. (2010).** Quantitative analysis, in vitro assessment of bioavailability and antioxidant activity of food carotenoids—A review. *Journal of Food Composition and Analysis*. 23:726-740.

### S

**-Sahreen S., Khan M.R. et Khan R.A. (2010).** Evaluation of antioxidant activities of various solvent extracts of *Carissa opaca* fruits. *Food chemistry*. 122:1205-1211.

**-Sharififar, F., Dehghn-Nudeh, G., Mirtajaldini, M., (2009).** Major flavonoids with antioxidant activity from *Teucrium polium* L. *Food Chemistry* 112, 885-888.

**-SARMI-MANCHADO.P, CHEYNIER.V., (2006) :** Les polyphénols en agroalimentaire. Édition Tec et doc.

**-SPREUX-VAROQUAX.O ., (2012) :** Sérotine .aspects biologiques et cliniques. Lavoisier. Médecine Sciences publication. Page 426.

**-SOLEIMANI M., KAGHAZCHI T., 2008.**Adsorption of gold ions from industrial wastewater using activated carbon derived from hard shell of apricot stones-An agriculture waste.Biosource Technology,V.99,page5374-5383.



## *Références bibliographiques*

-**Soto-Zamora, G., Yahia, E.M., Brecht, J.K., Gardea, A., (2005)**. Effects of postharvest hot air treatments on the quality and antioxidant levels in tomato fruit. *LWT-Food Science and Technology* 38, 657-663.

-**Su Q., Rowley K., Itsiopoulos C. et O'Dea K. (2002)**. Identification and quantitation of major carotenoids in selected components of the Mediterranean diet: green leafy vegetables, figs and olive oil. *European Journal of Clinical Nutrition*. 56:1149.

### **T**

-**Tessier A., (2014)**. L'amandier : Douleur des contusions, des brûlures, laxatif, vieillissement de la peau... Riche en potassium- *Articles scientifique phyto-Aroma (thérapie)*.

-**Thiry E., (2016)**. Comité scientifique de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne Alimentaire, « Proposition d'une limite d'action pour l'acide cyanhydrique dans les amandes d'abricot amères et douces », *SciCom*.

-**Thodberg S., (2018)**. Elucidation of the Amygdalin Pathway Reveals the Metabolic Basis of Bitter and Sweet Almonds (*Prunus dulcis*), *Plant Physiol.*, vol. 178, no 3, 2018, p 1096-1111.

-**THOMAS SILBERFELD, 2011** : plantes mellifères l'amandier. Fiche pratique sur abeilles & fleurs enseignant en biologie végétale à l'université pierre-et-marie-curie. N°725. P 19-20.

-**Tozanli S., (2018)**. Étude du marché algérien intérieur et import/export de la pistache, de la câpre, de l'amande amère et du safran. *Expert chaîne globale de valeur. PAP.ENPARD*.

-**TRACHI.M, BOURFIS.N, BENAMARA.S ET GOUGAM.H ., (2014)** : Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de la coquille d'amande (*prunus amygdalus*) amère. *Biotechnol.agron.soc.environ*, 18(4), page 492-502.

-**Trachi M., (2015)**. Caractérisation physicochimique des amandes amères : possibilité de valorisation. *Thèse, Université M'hamed Bougara-Boumèdes, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, Sétif*, p 149.

### **V**

-**VIDAUD ., (1982)** : L'amandier. Centre technique interprofessionnel des fruits et légumes .Paris .116. Page 1.

### **Y**

## *Références bibliographiques*

**-YADA.S, KAREN.L, GUANGUEREL.H ., (2011) :** A review of compositions studies of cultivated almonds : macro nutriments and micronutriments.Food compositions analysis.

**-[https://canope.ac-besancon.fr/flore/Rosaceae/especes/prunus\\_dulcis.htm](https://canope.ac-besancon.fr/flore/Rosaceae/especes/prunus_dulcis.htm)**

**- <https://www.vulgaris-medical.com/phytotherapie/amande>**

**-<https://docplayer.fr/70845291-Traitement-de-potabilisation-des-eaux-de-surface-adsorption-sur-charbon-actif.html>**

**- [https://www.researchgate.net/figure/Structure-chimique-du-Bleu-de-methylene\\_fig1\\_312042459](https://www.researchgate.net/figure/Structure-chimique-du-Bleu-de-methylene_fig1_312042459)**

**-[https://www.researchgate.net/figure/Squelette-de-base-des-flavonoides-Bruneton-1999\\_fig2\\_318405784](https://www.researchgate.net/figure/Squelette-de-base-des-flavonoides-Bruneton-1999_fig2_318405784)**

**- <https://fracademic.com/dic.nsf/frwiki/292749>**

# Annexes

## Annexe I

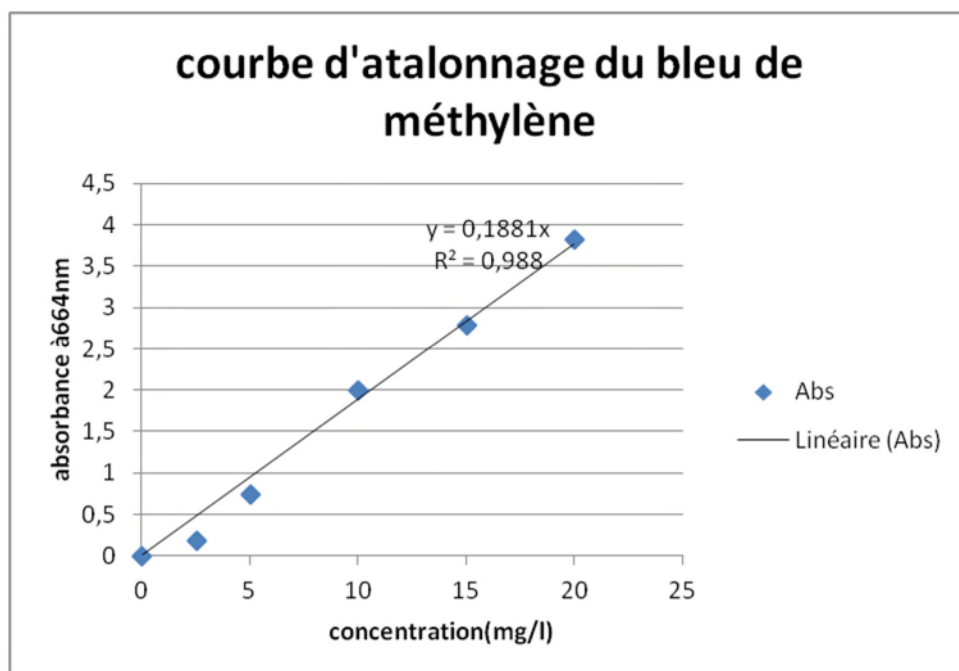
### ❖ Traçage de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène :

On utilise une spectrophotométrie (SHIMADZU UV-2401PC) pour déterminer les absorbances de solution colorée de Bleu Méthylène. Pour cela on prépare d'abord une solution mère de BM avec une concentration de 1g.L-1 , à partir de cette solution on prépare des solutions filles diluées dans des fioles de 25 ml .

La longueur d'onde du maximum d'absorption de colorant bleu de méthylène est de : 664nm.

### • **Tableau** : variation de l'absorbance en fonction de concentration de BM

<b>C (mg/l)</b>	0	205	5	10	15	20
<b>Abs</b>	0	0.186	0.735	1.999	2.783	3.818



**Figure** : Courbe d'étalonnage de Bleu Méthylène.

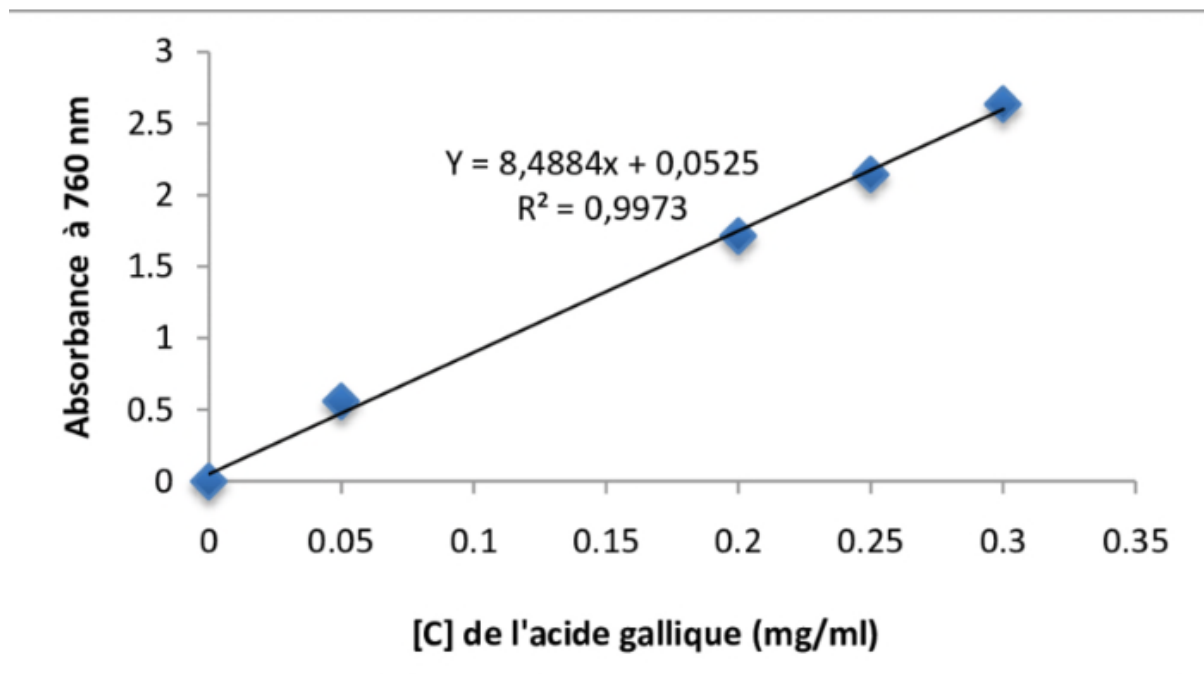
La courbe est une droite passe par l'origine, avec un coefficient de corrélation plus élevé ( $R^2 = 0,988$ ).  $Abs = 0.188C$ .

## Annexe II

### ❖ Traçage de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique :

A partir d'une solution mère aqueuse préparée de l'acide gallique de concentration massique 0.5 g/l, des solutions filles sont ainsi préparées de concentration allant de 0.06 g/l jusqu'a 0.28 g/l.

A l'aide d'une micropipette, 100 ml de chaque solution est introduite dans des tubes a essais, suivi de l'addition de 500 ml du réactif de Folin-Ciocalteu (10 fois dilue dans l'eau), après 2 minutes 2 ml de carbonate de sodium  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  a 20% (m/v) ont été ajoutés (favoriser un milieu alcalin pour déclencher la réaction d'oxydoréduction), par la suite ces solutions sont maintenues a l'obscurité pendant 30 minutes a température ambiante. La lecture de l'absorbance de chaque solution est effectuée a l'aide d'un spectrophotomètre de Shimadzu (1601) a une longueur d'onde de 760 nm contre un blanc (même solution sans la solution d'acide gallique) ce qui nous permet de tracer la courbe d'étalonnage.

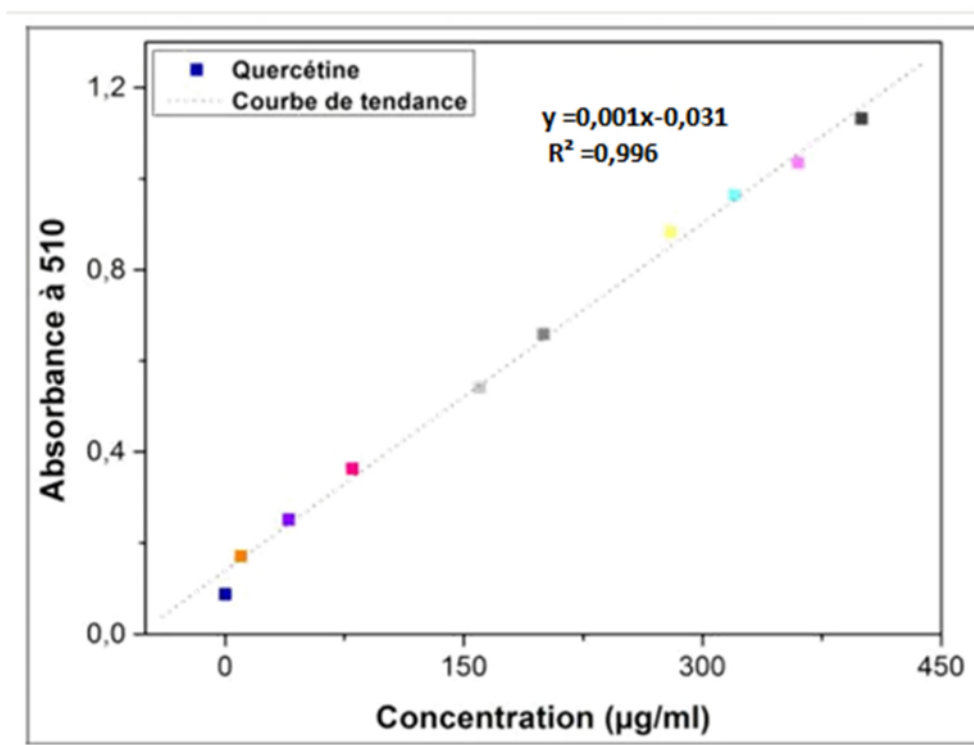


**Figure :** la courbe d'étalonnage de l'acide gallique ( $DO_{760nm} = 8.4554x + 0,0525$   
 $R^2 = 0,9973$ ).

## Annexe III

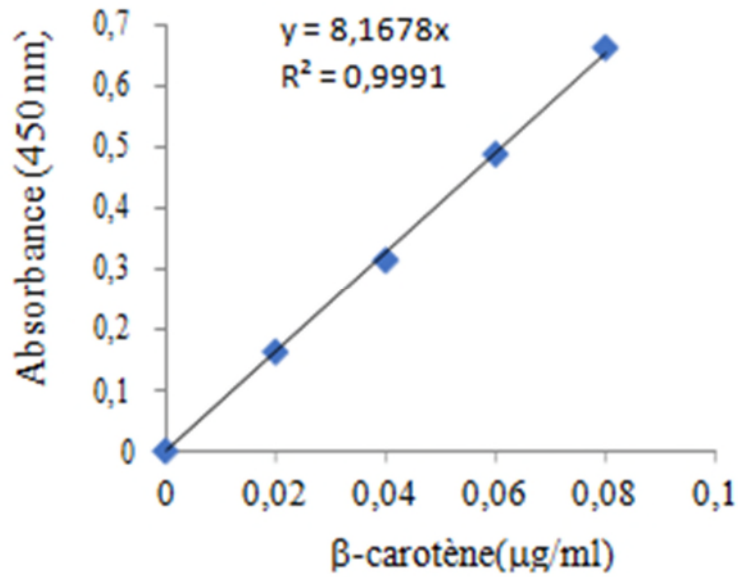
### ❖ Traçage de la courbe d'étalonnage de la quercétine :

Une solution méthanolique de quercétine a été préparée. Des solutions filles préparées à partir de la solution mère à différentes concentrations comprises entre 0 et 1000 µg/ml, permettront de tracer la courbe d'étalonnage. Les absorbances sont lue immédiatement à **510 nm**.



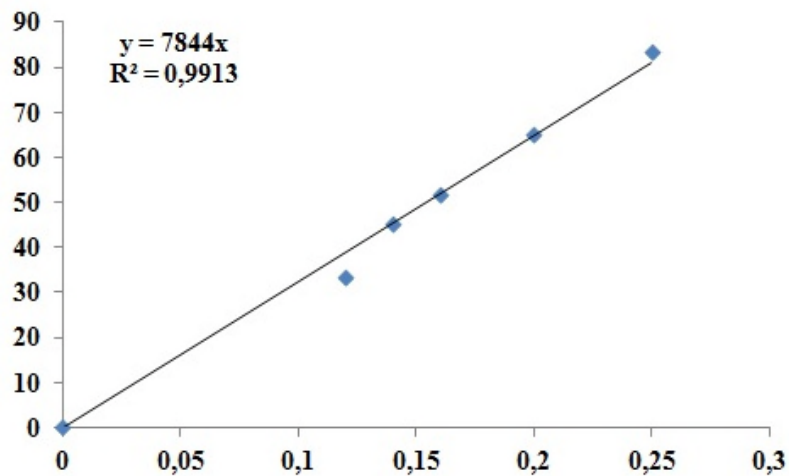
**Figure :** la courbe d'étalonnage de la quercétine µg/ml ( $DO_{510nm} = 0,001x - 0,031$ ,  $R^2 = 0,996$ )

## Annexe IV



**Figure :** Courbe d'étalonnage des caroténoïdes réalisée avec la β-carotène.

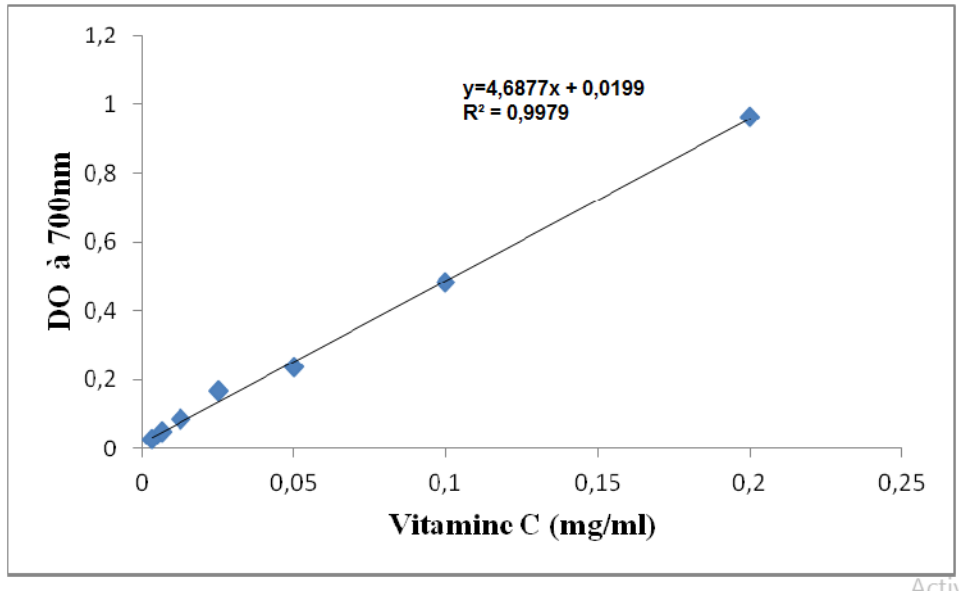
## Annexe V



**Figure :** Pourcentage d'inhibition de DPPH\* en fonction de la concentration en acide gallique

## Annexe VI

### ❖ Traçage de la courbe d'étalonnage de la vitamine C :



**Figure :** La courbe d'étalonnage de vitamine C ( $DO_{700nm} = 4,6877x + 0,0199$ ,  $R^2 = 0,9979$ )



# Résumé

L'objectif de ce travail porte principalement sur la valorisation de l'amande amère (*Prunus amygdalus amara*). Le matériel végétal utilisé provient d'une plante sauvage poussant dans la région BENI MAOUCHE(Bejaïa). L'application de la cinétique d'adsorption du bleu de méthylène (BM), colorant cationique, sur les coquilles des amandes activé (charbon actif), qui sont un adsorbant naturel et disponible ont montrés une élimination remarquable plus efficace par la méthode d'acide phosphorique (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) non carbonisée. Les essais de dosage des composés bioactifs faite pour la poudre des coquilles, des pellicules, d'amandes et l'huile d'amande ont montrés que ces derniers possèdent des concentrations acceptables en composés phénoliques(105.6,207.16,74.62et 41.6mg /100g ) flavonoïdes(17.8,86.2,35.7et 23.8mg/100g) et caroténoïdes(445.32,587.3,167.3et 456.7mg/ml) respectivement. L'activité anti-oxydante est évaluée par deux testes (le test de chlorure ferrique et neutralisation du radical de DPPH<sup>\*</sup>). Les coquilles d'amandes présentent la meilleure activité réductrice et anti-radicalaire.

**Mots clés :** amande amère, coquilles d'amande, pellicule, l'huile d'amande, charbon actif, bleu de méthylène, les antioxydants.

# Abstract

The objective of this work is mainly to enhance the value of bitter almond (*Prunus amygdalus amara*). The plant material used comes from a wild plant growing in the BENI MAOUCHE region (Bejaïa). The application of the adsorption kinetics of methylene blue (MB), cationic dye, on the shells of activated almonds (activated charcoal), which are a natural and available adsorbent have shown a remarkable more efficient elimination by the method of uncarbonized phosphoric acid (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>). Dosage tests for bioactive compounds made for powdered shells, skins, almonds and almond oil have shown that the latter have acceptable concentrations of phenolic compounds (105.6,207.16,74.62 and 41.6mg / 100g ) flavonoids (17.8,86.2,35.7 and 23.8mg / 100g) and carotenoids (445.32,587.3,167.3 and 456.7mg / ml) respectively. The antioxidant activity is evaluated by two tests (the ferric chloride test and neutralization of the DPPH \* radical). Almond shells have the best reducing and anti-free radical activity.

**Keywords:** bitter almond, almond shells, skin, almond oil, activated charcoal, methylene blue, antioxidants.