

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche scientifique*  
**Université A.MIRA– Béjaia**

*Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie*  
*Département de Microbiologie*  
*Spécialité: Biotechnologie Microbienne*



Réf:.....

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

**MASTER**

*Thème*

**Caractérisation physicochimique d'un  
mélange de *Dittrichia viscosa* et d'huile  
d'olive vierge extra**

Présenté par:

**REMILI Houria & SADOUNI Ouassila**

Soutenu le: **29 septembre 2021**

Devant le jury composé de:

Mme. ARKOUB.W

MCA

Présidente

Mme. KERAMANE.B

MCB

Examinatrice

Mme. LAINCER.F

MCA

Promotrice

**Année universitaire:2020/2021**

## Remerciements

Tout d'abord on remercie ALLAH le tout puissant qui nous a éclairé le chemin et nous a donné le courage, la volonté, la santé et la patience pour réaliser et mener à terme ce modeste travail.

Nos vifs remerciements à notre promotrice **M<sup>me</sup> Laincer F**, pour avoir dirigé ce travail, pour son encadrement et sa disponibilité qui nous ont permis de mener à bien ce mémoire.

Nous adressons nos sincères remerciements aux membres du jury, et nous remercions vivement : **M<sup>me</sup> Arkoub W** de nous avoir fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire. Nous remercions également notre examinatrice : **M<sup>me</sup> Keramane B**, pour nous avoir fait l'honneur d'accepter d'examiner ce modeste travail.

Un immense merci également à l'ensemble du personnel du laboratoire génie biologique de bloc 12 : **Badria et Souhila** d'avoir mis à notre disposition le matériel et les moyens nécessaires à la réalisation de notre travail, et pour leurs encouragements et leurs conseils. Quelles trouvent ici notre profonde reconnaissance.

Nos remerciements vont particulièrement au Professeur **Tamandjari A**, d'avoir mis à notre disposition tout le matériel de laboratoire nécessaire pour la réalisation de ce travail.

Que toute personne ayant participé de près ou de loin à l'élaboration de ce travail, trouve ici l'expression de nos très vifs remerciements.

*Houria & Ouassila*

# ❧ Dédicaces ❧

J'ai le plaisir de dédier ce mémoire aux êtres les plus chers au monde :

A mes très chers parents, pour l'amour qu'ils m'ont toujours donné, leurs encouragements et toute l'aide qu'ils m'ont apportés durant mes études. Aucun mot, aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma considération, et mon amour pour les sacrifices qu'ils ont consentis pour mon instruction.

A mes très chères sœurs et frère **Toutou** , **Tasnim** et **Sofiane**, qui m'ont soutenu sur tous les plans avec leurs encouragements et leurs aides. Je leur souhaite beaucoup de réussite et tout le bonheur du monde. Qu'ils trouvent dans ce travail la preuve modeste d'une reconnaissance infinie et d'un profond amour.

A mes chers grands-parents, que dieu vous protèges et vous prête une longue et heureuse vie.

A mes meilleures amies, **Nouna** et **Lydia**, ensemble nous avons partagés d'agréables moments durant notre cursus universitaire.

A l'ensemble des professeurs qui m'ont suivi durant mes années d'études, du primaire jusqu'à l'université, témoignage de ma reconnaissance aux efforts qu'ils ont consentis en ma faveur.

Une spéciale dédicace à une personne qui a été toujours à mes côtés avec son soutien moral et qui ne cesse pas de m'encourager mon meilleur ami **Rahim**.

Sans oublier ma chère collègue et amie **Wassila**, qui a partagé avec moi les moments de joie ainsi que les moments de peine tout au long de ce travail.



*Houria*

# ❧ Dédicaces ❧

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à :

Mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour et leur soutien tout au long de mon parcours. Aucun hommage ne pourrait être à la hauteur de l'amour dont ils ne cessent de me combler, que dieu leur procure bonne santé et longue vie.

Mes chères sœurs : **Lynda, Dihia, Melissa** qui n'ont pas cessée de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études.

Mes chers frères : **Loucif, Djilali, Hanafi.**

Mes adorables nièces : **Imane, Meriem, Amélia.** Que dieu les protège et leurs offre la chance et le bonheur.

A ceux qui ont partagé avec moi tous les moments d'émotion lors de la réalisation de ce travail, particulièrement mon ami **Taki** qui ne cesse pas de m'encourager.

Sans oublier ma très chère binôme **Houria** pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet.



*Ouassila*

# Table de matière

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction ..... 1

## Chapitre I : Synthèse bibliographique

### I) Généralités sur l'huile d'olive

I.1) Définition de l'huile d'olive ..... 4

I.2) Différents types d'huiles d'olive ..... 4

I.3) Composition chimique de l'huile d'olive ..... 4

I.4) Intérêt nutritionnelle et thérapeutiques de l'huile d'olive ..... 8

### II) Généralités sur *Dittrichia Viscosa* L

II.1) *Dittrichia Viscosa* (L) ..... 10

II.2) Systématique ..... 10

II.3) Description Botanique de *Dittrichia viscosa* (L) ..... 10

II.4) Repartition géographique ..... 12

II.5) Les substances bioactives de *Dittrichia Viscosa* (L) ..... 12

II.6) Utilisation thérapeutique de la plante *Dittrichia Viscosa* (L) ..... 14

## Chapitre II : Matériels et Méthodes

I) Matériel végétal ..... 16

I.1) Echantillonnage ..... 16

I.2) Lavage et Séchage ..... 18

I.3) Broyage ..... 18

I.4) Macération des feuilles de *D. viscosa* dans l'huile d'olive vierge ..... 18

I.5) La Filtration ..... 19

II) Extraction des polyphénols ..... 20

III) Détermination des indices de qualités ..... 21

III.1) Indice d'acide et acidité.....	21
III.2) Indice de Peroxyde .....	22
<b>IV) Dosage des polyphénols totaux.....</b>	<b>23</b>
<b>V) Activité antiradicalaire contre le radical DPPH .....</b>	<b>24</b>
<b>VI)Modélisation statistique par les plans d'expériences de l'activité antiradicalaire contre le radical DPPH.....</b>	<b>26</b>
<b>VII) Etude statistique.....</b>	<b>27</b>

### **Chapitre III : Résultats et discussions**

<b>I) Indices de qualité de l'huile d'olive.....</b>	<b>29</b>
<b>I.1) Acidité .....</b>	<b>29</b>
<b>I.2) Indice de peroxyde .....</b>	<b>30</b>
<b>II) Dosage des polyphénols totaux .....</b>	<b>31</b>
<b>III) Evaluation de l'activité antioxydante des différents extraits d'huiles.....</b>	<b>33</b>
<b>IV) Modélisation et optimisation de l'activité antiradicalaire contre le radical DPPH.....</b>	<b>34</b>
<b>IV.1) Calcul des coefficients du modèle.....</b>	<b>36</b>
<b>IV.2) Analyse statistique de l'équation de régression.....</b>	<b>36</b>
<b>IV.3) Diagramme des résidus.....</b>	<b>38</b>
<b>IV.4) Optimisation du l'activité antiradicalaire contre le radical DPPH .....</b>	<b>39</b>
<b>Conclusion.....</b>	<b>43</b>

### **Références bibliographiques**

**Annexes**

**Résumé**

**Abstract**

## Liste des figures

<b>Figure 1</b> : Réaction de formation de triglycéride .....	5
<b>Figure 2</b> : Structure générale d'un tocophérol.....	7
<b>Figure 3</b> : Photographie de la plante <i>Dittrichia viscosa</i> ( <b>Rinat B., et al. 2019</b> ).....	11
<b>Figure 4</b> : Les fleurs de <i>Dittrichia viscosa</i> ( <b>Zaki M et al.,2020</b> ) .....	11
<b>Figure 5</b> : Répartition géographique de <i>Dittrichia Viscosa</i> (L) ( <b>Benyahia, 2014</b> ).....	12
<b>Figure 6</b> : Monoterpènes extraits des racines et des feuilles de <i>D. viscosa</i> .....	13
<b>Figure 7</b> : structure chimique de (E)-nérolidol ( <b>Nawres G et al .2019</b> ).....	13
<b>Figure 8</b> : Huile d'olive utilisé. ....	16
<b>Figure 9</b> : La récolte de la plante.....	17
<b>Figure 10</b> : Localisation du lieu de récolte avec Google Earth.....	17
<b>Figure 11</b> : Broyage des feuilles de <i>Dittrichia viscosa</i> .....	18
<b>Figure 12</b> :L'huile témoin et l'huile + <i>D.viscosa</i> .....	18
<b>Figure 13</b> : Aspect de la macération huile-plante.....	19
<b>Figure 14</b> : <b>a</b> : filtration avec le tissu filtrant ; <b>b</b> : filtration avec le papier filtre .....	20
<b>Figure 15</b> : Avant ( <b>a</b> ) et après ( <b>b</b> ) homogénéisation du mélange à l'aide d'un vortex .....	20
<b>Figure 16</b> : Centrifugation des échantillons .....	21
<b>Figure 17</b> : Séparation des deux phases après centrifugation.....	21
<b>Figure 18</b> : La couleur du mélange après incubation .....	24
<b>Figure 19</b> : Réaction de réduction du DPPH° .....	25
<b>Figure 20</b> : Réactif de DPPH.....	26
<b>Figure 21</b> : Mesure d'absorbance de la solution DPPH .....	26
<b>Figure 22</b> : Histogramme des résultats de l'acidité des échantillons d'huile témoin et huile mélangée avec les feuilles de <i>Dittrichia viscosa</i> .....	29
<b>Figure 23</b> : Histogramme des résultats de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile d'olive témoin et huile d'olive mélangée avec les feuilles de <i>Dittrichia viscosa</i> .....	30
<b>Figure 24</b> : Histogramme de la teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huile témoin et huile mélangée avec les feuilles de <i>Dittrichia viscosa</i> .....	32
<b>Figure 25</b> : Histogramme des activités antioxydantes des échantillons d'huile témoin et d'huile mélangée avec les feuilles de <i>Dittrichia viscosa</i> .....	33
<b>Figure 26</b> : Diagramme des résidus.....	39
<b>Figure 27</b> : Courbe de surface de réponses.....	40
<b>Figure 28</b> : Courbe isoréponse ou surface de niveaux.....	41
<b>Figure 29</b> : Diagramme de désirabilité. ....	41

## Liste des tableaux

<b>Tableau I:</b> Les principaux triglycérides de l'huile d'olive ( <b>Boskou <i>et al.</i>,2006</b> ) .....	6
<b>Tableau II :</b> Les coordonnées de lieu de récolte .....	17
<b>Tableau III :</b> Valeurs extrêmes des paramètres opératoires étudiés .....	26
<b>Tableau IV :</b> Matrice des expériences du plan composite centré.....	27
<b>Tableau V :</b> Résultats du plan composite centré pour deux facteurs (k=2) .....	35
<b>Tableau VI :</b> La concentration inhibitrice médiane au centre du domaine d'étude .....	35
<b>Tableau VII :</b> Valeurs des coefficients du modèle.....	36
<b>Tableau VIII :</b> Valeurs de $t_j$ calculées de chaque coefficient .....	37



## Liste des abréviations

**°C** : degrés Celsius

**μL** : Microlitre

**A** : Acidité

**AGMI** : Acides gras monoinsaturés

**AGPI** : Acides gras polyinsaturés

**AGS** : Acides gras saturés

**C.O.I** : Conseil Oléicole International

**CCD** : central composite design

**DPPH** : 2,2-diphényl 1-picrylhydrazyle

**EAG** : équivalent d'acide gallique

**g** : gramme

**h** : Heure

**IC50** : Concentration inhibitrice médiane

**IP** : Indice de peroxyde

**Méq** : Milliéquivalents

**mg** : Milligramme

**min** : minute

**mL** : Millilitre

**mm** : Millimètre

**nm** : nanomètre

**Rpm** : Rotations par minute

**A<sub>c</sub>** : Absorbance du contrôle

**A<sub>e</sub>** : Absorbance de l'échantillon

# **Introduction**

## Introduction

L'olivier (*Olea europea*) est un arbre béni. Son existence remonte à l'époque antique. Il fait partie de la vie, du paysage et de la culture des populations et civilisations diverses. Il est parmi les plus vieux arbres cultivés dans le monde. C'est un arbre typique largement cultivé dans les régions méditerranéennes pour sa production en huile et olives de table.

L'huile d'olive est la plus ancienne huile connue, sa consommation remonte à l'antiquité. C'est la seule huile végétale extraite d'un fruit, toutes les autres sont issues de graines, obtenue par des procédés mécaniques. Les propriétés nutritionnelles, biologiques, gustatives, et physicochimiques de l'huile d'olive expliquent l'intérêt du consommateur pour cette huile qui est reconnue pour être un composant essentiel de la diète méditerranéenne (**Claude, 2014**). Les régimes alimentaires à base d'huile d'olive sont bénéfiques pour la santé humaine en diminuant le risque de maladies cardiaques en empêchant la formation de caillot sanguin causant les infarctus. Elle améliore la santé du cœur en permettant aussi de diminuer les niveaux sanguins de mauvais cholestérol et de triglycérides causant ces problèmes (**Benabid, 2009**).

Depuis toujours, l'homme a eu recours aux plantes pour se nourrir et se soigner. Parmi ces plantes, l'inule visqueuse (*Dittrichia viscosa*) qui est utilisée en médecine traditionnelle depuis l'Antiquité. Toutes les grandes civilisations anciennes (Chinoise, Indienne, Egyptienne, Grec, Romaine, etc.) ont eu recours à ce savoir-faire traditionnel pour se soigner (**Viguié, 2006**) sans connaître réellement les propriétés de ces plantes. A travers les siècles, l'homme a pu, grâce à ses expériences et son intelligence, accumuler un savoir important des vertus médicinales des plantes (**Boullard, 2001**).

L'inule visqueuse est un désinfectant et une sorte de cicatrisant. Elle a été largement utilisée comme traitement pour : les plaies avec l'application de feuilles fraîches, ou des saignements sur des plaies ouvertes ou les résultats des brûlures à l'arrêt de l'hémorragie. Le traitement d'*Inula viscosa* est préféré par les villageois aux médicaments modernes, car il favorise la cicatrisation plus rapide. L'inule visqueuse connue dans les régions méditerranéennes pour ces propriétés antiseptiques et son efficacité contre les inflammations de la peau. La poudre de la feuille d'*Inula viscosa* séchée et mélangée avec de l'huile et appliquée à l'extérieur des parties touchées du corps et ainsi elle adoucit les peaux sèches et rugueuses. Cette plante est également utilisée contre les affections pulmonaires et les maux de tête (**Djerroumi et Nacef, 2004**). L'inule visqueuse possède

## Introduction

---

également une activité antimicrobienne et antifongique. Elle a été utilisée couramment pour prolonger la durée de conservation de nourriture dans médecine traditionnelle (**Adam et al., 1962**).

Le but de notre travail est de réaliser une recette médicinale traditionnelle avec des produits du territoire, la recette consiste à la combinaison des feuilles d'*Inula viscosa* implantée dans la région de Bejaia ainsi que de l'huile d'olive commerciales on passera par la suite à la détermination des caractères physicochimiques ainsi qu'une évaluation de l'activité antioxydante des huiles témoins et ceux mélangées avec la plante. Le deuxième onglet du travail est de réaliser un plan d'expériences afin d'optimiser la bonne combinaison en temps de contact et quantité des différents constituants

Ce modeste travail est subdivisé en deux parties : une première qui inclut la synthèse bibliographique et résumé des généralités sur l'huile d'olive et l'inule visqueuse. Tandis que la deuxième partie est consacrée à la partie expérimentale qui présente le matériel et les méthodes utilisées pour : la préparation de la macération, détermination des caractéristiques physicochimiques, des teneurs en composés phénoliques totaux et estimer ainsi l'activité biologique des extraits d'huiles d'olives analysées. Dans cette partie, les différents résultats obtenus sont présentés et interprétés. A la fin de ce travail nous terminons par une conclusion générale.

# **Chapitre I :**

# **Synthèse bibliographique**

## I) Généralités sur l'huile d'olive

### I.1) Huile d'olive

L'huile d'olive est l'huile provenant exclusivement de l'olive, fruit de l'olivier (*Olea europaea L.*) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions thermiques, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, à l'exclusion des huiles obtenues par extraction avec des solvants, par des procédures de réestérification, ou par n'importe quel mélange avec d'autres types d'huiles (COI, 2019).

### I.2) Différents types d'huiles d'olive

Selon le Conseil Oléicole International (COI, 2019), différentes classes d'huile d'olive existent :

**a) L'huile d'olive vierge** qui renferme les catégories suivantes :

1/ Les huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état :

- L'huile d'olive vierge extra (acidité libre  $\leq 0.8\%$  d'acide oléique).
- L'huile d'olive vierge (acidité libre  $\leq 2\%$  d'acide oléique).
- L'huile d'olive vierge courante (acidité libre  $\leq 3.3\%$  d'acide oléique).

2/ Huile d'olive vierge qui doit faire objet d'un traitement avant sa consommation (Huile d'olive vierge lampante : acidité libre  $> 3.3\%$  d'acide oléique).

**b) L'huile d'olive raffinée** (acidité libre  $\leq 0,3\%$  d'acide oléique).

**c) L'huile d'olive qui est un mélange de l'huile d'olive vierge et de l'huile d'olive raffinée** (acidité libre  $\leq 1\%$  d'acide oléique).

**d) L'huile de grignons d'olives** (acidité libre  $\leq 1\%$  d'acide oléique) : elle est commercialisée selon les dénominations ci-après :

- Huile de grignons d'olive
- Huile de grignons d'olive brute.
- Huile de grignons d'olive raffinée.

### I.3) Composition chimique de l'huile d'olive

L'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable avec un pourcentage de 96 à 98% et d'une fraction insaponifiable avec un pourcentage de 2 à 4% de l'huile (Sébastien., 2010). Cette composition est influencée par le type de la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique.

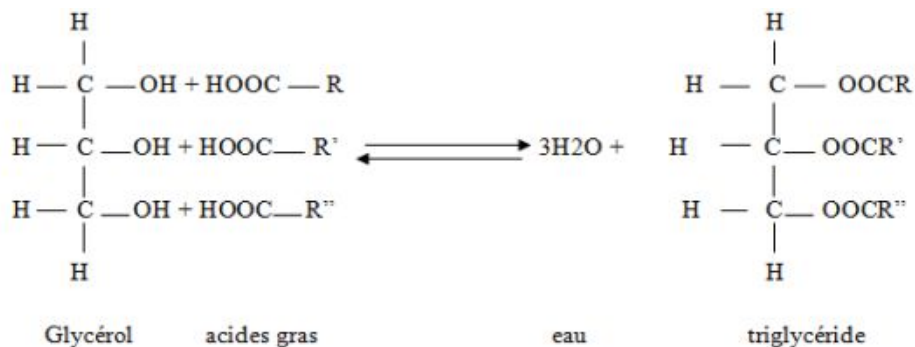
## a. Fraction saponifiable

### 1- Les acides gras

Les acides gras sont des composés organiques à base de carbone, d'hydrogène et d'oxygène. Ils sont formés d'une chaîne hydrocarbonée et d'un groupe carboxyle. Ils peuvent se présenter à l'état saturé, monoinsaturé ou polyinsaturé. La composition en acide gras de l'huile d'olive joue un rôle important pour sa qualité nutritionnelle et organoleptique. Divers facteurs, tels que la variété, le climat et le degré de maturité des olives au moment de la récolte, ont une incidence sur le profil de composition en acides gras de l'huile d'olive (**Faghim *et al.*, 2016**). L'huile d'olive vierge se compose majoritairement d'acides gras monoinsaturés (AGMI) et polyinsaturés (AGPI) et minoritairement d'acides gras saturés (AGS), principalement sous forme d'esters de glycérol (**Guo *et al.*, 2018**).

### 2- Les triglycérides

La plupart des acides gras de l'huile d'olive sont présents sous forme de triglycérides. Ils résultent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par trois acides gras (figure 1) (**Benrachou., 2013**).



**Figure 1:** Réaction de formation de triglycéride (**Bouassila & Mayouf., 2017**)

Les triglycérides sont couramment désignés par trois lettres correspondant aux abréviations des acides gras qui estérifient le glycérol (**Benrachou., 2013**). Le triglycéride majoritaire se présente sous forme de trioléine ou le trioléoylglycérol (**Lopez *et al.*, 2014**). Les principaux triglycérides présents dans l'huile d'olive sont présents dans le tableau suivant.

**Tableau I:** Les principaux triglycérides de l'huile d'olive (**Boskou et al., 2006**).

Triglycéride	Nom du triglycéride	Teneur en %
OOO	la trioléine	40 à 59
POO	la dioléopalmitine	12 à 20
OOL	la dioléolinoléine	12.5 à 20
POL	la palmitooléolinoléine	5.5 à 7
SOO	la dioléostéarine	3 à 7

**O** : Acide Oléique  
**P** : Acide Palmitique  
**L** : Acide Linoléique  
**S** : Acide Stéarique

## b. Fraction non saponifiable

### 1- Les pigments

La coloration de l'huile d'olive vierge est le résultat des teintes vertes et jaunes en raison de la présence de chlorophylles et caroténoïdes, respectivement. Les principaux pigments de l'huile d'olive appartenant aux caroténoïdes et aux chlorophylles sont le  $\beta$ -carotène et la phéophytine, respectivement. La phéophytine «a» est le constituant majeur de l'huile d'olive (36-49%) suivi du  $\beta$ -carotène (16-30%), phéophytine «b», lutéine (5-8%) et néoxanthine (3-4%) (**Giuffrida et al., 2007**).

La variation de la couleur de l'huile d'olive est due aux concentrations en différents pigments (**Cichelli et Pertesana., 2004**). Les olives vertes produisent une l'huile verte en raison de la teneur élevée en chlorophylle contenue, tandis que les olives mûres donnent de l'huile jaune en raison de pigments caroténoïdes (**Guo et al., 2018**).

### 2- Les stérols

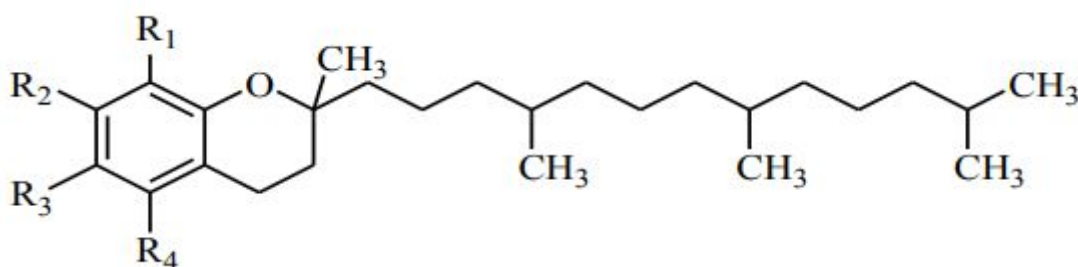
Le principal stérol dans l'huile d'olive, est le  $\beta$ -sitostérol, représentant jusqu'à 90-95% du total, et qui a une action anti-carcinogène (**Awadet al., 2000**). Le campestérol et le stigmastérol comptent respectivement pour 3% et 1% du total. Les teneurs en stérols varient en fonction de la variété et de la maturité des olives. L'huile d'olive est la seule huile qui contient un taux particulièrement élevé de  $\beta$ -sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol alimentaire (**Ostlund., 2002**).

### 3- Les tocophérols (vitamine E)

Les tocophérols sont des vitamines liposolubles. Ils jouent le rôle d'antioxydants naturels, et contribuent à la stabilité de la qualité nutritionnelle de l'huile d'olive. Ils sont quatre isomères ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ ). L'alpha- tocophérol représente 90% de la totalité des tocophérols (figure 2) (**Graille., 2003**). C'est la forme la plus active de la classe des tocophérols (**Khalil., 2002**). Elle possède la plus forte activité



vitaminique, et s'oppose au rancissement et à la polymérisation de l'huile (Sherwin., 1976). La beta, gamma et le delta tocophérol n'est présente qu'à l'état de trace (Psomiadou *et al.*, 2000).



**Figure 2** : Structure générale d'un tocophérol.

#### 4- Les composés aromatiques

Les composés volatils ou aromatiques sont des molécules qui définissent les caractéristiques organoleptiques de l'huile d'olive (Kalua *et al.*, 2007). Ce sont des molécules de faible poids moléculaire (inférieur à 300 Da) possédant une volatilité à température ambiante. L'odeur de l'huile est due à la capacité de certaines de ces molécules volatiles à atteindre les récepteurs olfactifs du nez (Angerosa., 2002). Ces composés volatiles sont majoritairement des produits de l'oxydation des acides gras insaturés. Plus de 70 molécules composent la fraction volatile des huiles d'olive (Fedeli., 1997). Ces molécules sont réparties en aldéhydes, cétones, alcools, esters et hydrocarbures.

#### 5- Les composés phénoliques (antioxydants)

Les composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles (Brenes., 2000). Ils sont indispensables pour la qualité de l'huile d'olive car ils fournissent une stabilité contre l'oxydation. Chaque variété d'olive doit être récoltée au moment optimal pour obtenir une huile de haute qualité avec la plus haute teneur en phénol (Guo *et al.*, 2018). Leur rôle est de neutraliser les radicaux libres afin d'assurer la stabilité de l'huile. Une huile pauvre en polyphénols rancira plus vite. La structure des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Ollivier *et al.*, 2004) est illustrée dans annexe (1).

#### 6- Les hydrocarbures

Le squalène (C<sub>30</sub> H<sub>50</sub>) est l'hydrocarbure prédominant dans l'huile d'olive. C'est un triterpène qui

apparaît dans la voie de biosynthèse de cholestérol et d'autres stérols (**Assman et Wahburg., 2000**). Il a des propriétés antioxydantes et l'effet scavenger des radicaux libres (**Berra., 1998**). La présence de squalène est considérée comme partiellement responsable des effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé et de son action chimiopréventive contre certains cancers (**Smith et al., 1998**).

#### **I.4) Intérêts nutritionnels et thérapeutiques de l'huile d'olive**

L'huile d'olive est l'une des huiles les plus appréciées des consommateurs pour des raisons organoleptiques (riche en arômes et en saveurs), mais aussi pour des raisons de santé humaine comme agent préventif (**Samaniego-Sanchez et al., 2007**). Plusieurs études indiquent que l'huile d'olive, et en particulier l'huile d'olive vierge et l'huile d'olive vierge extra, sont efficaces dans la prévention et/ou la réduction de l'athérosclérose, de l'hypertension, de l'obésité, du diabète de type II et des processus inflammatoire (**Moreno Esteban and Solís., 2015**).

L'utilisation de l'huile d'olive en médecine date depuis l'ancien temps. Les acides gras monoinsaturés ont une influence sur le métabolisme des lipoprotéines de haute densité qui ont un effet protecteur contre l'athérosclérose et les maladies cardiovasculaires. **Kratz et al., 2002** ont démontré qu'un régime riche en acides gras monoinsaturés, réduisait le cholestérol total et fait baisser le taux de cholestérol des lipoprotéines de basse densité (LDL) (dit « mauvais cholestérol ») dans le sang, sans affecter le cholestérol des lipoprotéines de haute densité (HDL).

Les propriétés digestives de l'huile d'olive ont conduit à son utilisation dans le traitement des troubles gastriques, biliaires, et de la constipation. La stimulation de la sécrétion hépatique de la bile et assurent le bon fonctionnement de la digestion (**Benlemlih and Ghanam., 2012**).

Ces propriétés thérapeutiques sont également corrélées avec sa composition riche en acides gras monoinsaturés (l'acide oléique), qui est liée à la diminution de la sécrétion acide de l'estomac, et qui permet d'améliorer l'absorption du calcium et de la vitamine D par l'organisme, exerçant ainsi un rôle important au moment de la croissance et dans la prévention de l'ostéoporose (**Henry., 2003**).

Néanmoins, tous les effets bénéfiques de la consommation d'huile d'olive ne sont pas dus à l'acide oléique. D'autres composants secondaires de l'huile d'olive ont des effets bénéfiques sur la santé.

Le squalène, le  $\beta$ -sitostérol, l' $\alpha$ -tocophérol et la teneur élevée en acide oléique auraient un rôle très important contre le développement de certains cancers (du sein, des ovaires, de l'estomac et du colon) (**Baccouri et al., 2008**).

Les antioxydants, tel que les polyphénols, particulièrement l'hydroxytyrosol et le tyrosol sont des agents anti microbiens, qui jouent un rôle important dans le renforcement du système immunitaire et la protection de certains tissus et organes contre les dommages oxydatifs : cerveau, foie, globules sanguins, muscles et artères (**Edwin *and* Frankel., 2011**).

Les polyphénols de l'huile d'olive, essentiellement l'hydroxytyrosol et la rutine sont dotés d'une propriété anti-inflammatoire (**Carralafuente., 2003**).

L'huile d'olive est largement utilisée dans les produits cosmétiques. On la retrouve dans de nombreuses formulations du savon, crèmes où elle joue un rôle d'inducteur de pénétration.

## II) Généralités sur *Dittrichia Viscosa* L

### II.1) *Dittrichia Viscosa* (L)

*Inula viscosa* L. Aiton (syn: *Dittrichia viscosa.greuter*) est une espèce de plante vivace de la famille des Astéracées, réparti dans différentes régions du bassin méditerranéen et qui pousse dans des environnements rudéraux (bords des routes, bordures des champs...) (**Dor et Hershenhorn., 2012**). Elle est connue en Algérie sous le nom de Magramen ou Mersitt (**Zeguerrou et al., 2013**).

*Dittrichia viscosa* est une plante pérenne dont l'ancien nom du genre (*Inula*) auquel appartenait l'espèce viendrait du grec : **Inéo** qui signifie : je purge (Allusion à une propriété thérapeutique de la plante) et **viscosa** qui veut dire visqueuse, d'où vient le nom « Aunée visqueuse ». (**Gueribis., 2020**)

### II.2) Systématique

L'inule visqueuse est classée selon **Bock et al., (2015)**, comme suit :

**Règne :** Plantae

**Embranchement :** Spermaphyte

**Classe :** Dicotylédone

**Ordre :** Astérales

**Famille :** Astéracées

**Genre :** *Dittrichia*

**Espèce :** *Dittrichia viscosa*

### Noms vernaculaires

**Français :** Inule visqueuse, Aunée visqueuse (**Boumaza., 2011**).

**Anglais :** Sticky fleabane (**Boumaza., 2011**).

**Berbère :** Amagramane (**Baba Aissa., 2000**).

**Arabe :** El Tibek, El Tayoun, El Rassen, El Dabik, Trehla (**Boumaza., 2011**).

### II.3) Description Botanique de *Dittrichiaviscosa*

*Dittrichiaviscosa* est une plante médicinale de la famille des astéracées. C'est une famille importante des plantes dicotylédones (**Zaki et al., 2020**), qui est constituée de deux parties : une partie aérienne (la tige, les feuilles, les fleurs, les fruits) et une partie souterraine (les racines).

**Zaki et al., (2020)** décrivent *Dittrichia viscosa* comme étant une plante vivace, herbacée avec une

racine pivotante, qui pousse jusqu'à 1,50 mètre. Ses tiges offrent un feuillage dense, avec l'âge elles deviennent boisées et sombres à la base. Les feuilles alternes, allongées à lancéolées, et sont insérées directement sur la tige sans pétioles (**figure 3**).

Les fleurs de *D. viscosa* sont regroupées en capitules (**figure 4**), d'environ 10 à 20mm de diamètre. Il existe deux types de fleurs :

- Des fleurs ligulées à pétale soudées en languettes jaune qui se situent à l'extérieure du capitule,
- Des fleurs tubulées jaune orange au centre du capitule et la floraison débutent dès le mois de septembre.

Toute la plante est couverte de poils glanduleux visqueux qui libèrent une résine odoriférante et collante. Les fruits sont des akènes (fruits secs) cylindriques brusquement contractés sous le pappus avec des poils pappus (**Laura et al ., 2019**).



**Figure 3:** Photographie de la plante *Dittrichia viscosa* (**Rinat et al., 2019**)

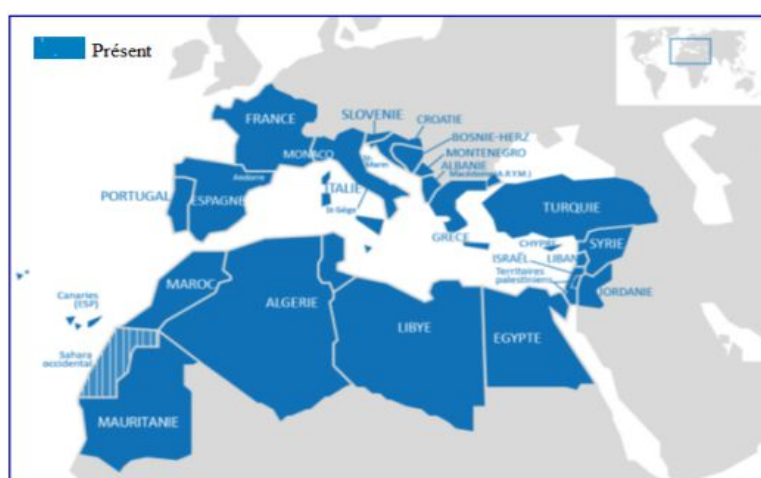


**Figure 4:** Les fleurs de *Dittrichia viscosa* (**Zaki et al., 2020**)

## II.4) Répartition géographique

*Dittrichia viscosa* est une plante vivace répartie dans différentes régions du bassin méditerranéen. Son aire d'origine comprend les côtes du sud Europe ( France , Espagne ..), le moyen-orient ( Israël , Jordanie ) ainsi que l'Afrique du nord ( Algérie , Maroc , Egypte..) (**figure 5**) (**Parolin P et al ., 2014**).

*Dittrichia viscosa* se rencontre dans les lieux propices à la végétation : bords de chemins, terrains abandonnés , apprécie les sols salés et les zones humides des prairies et sur les bords des rivières et des routes, elle affectionne les lieux perturbés par les travaux ou le passage du feu, et pousse autant sur les sols argileux que sableux (**Zaki et al ., 2020**).



**Figure 5:** Répartition géographique de *Dittrichia Viscosa* (L) (**Benyahia., 2014**)

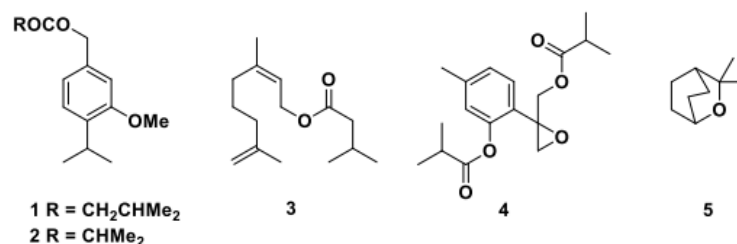
## II.5) Les substances bioactives de *Dittrichia viscosa*

L'espèce *Dittrichia viscosa* est riche en composés bioactifs. Des analyses chimiques d'extraits de différents organes de la plante *Dittrichia viscosa* ont révélé la présence de plusieurs molécules bioactives appartenant aux différentes classes de métabolites tels que les sesquiterpènes, les flavonoïdes, les terpénoïdes, et les dérivés d'acides caféiques plus, l'huile essentielle de *D. viscosa* riche en métabolites volatils à chaîne courte avec des fonctions aldéhydes, alcools et ester. (**Laura et al., 2019**). L'analyse HPLC-DAD des extraits méthanoliques des composés phénoliques a révélé que *I. viscosa* était une source importante de kaempférol (**Ozkan et al., 2019**).

Les extraits lipidiques des feuilles de *Dittrichia viscosa* sont riches en acides gras et en tocophérols. Les acides linoléiques et linoléiques sont les acides gras essentiels les plus abondants tandis que les

$\alpha$ -tocophérol et  $\delta$ -tocophérol sont les tocophérols les plus dominants (**Rhimiet *et al.*, 2018**).

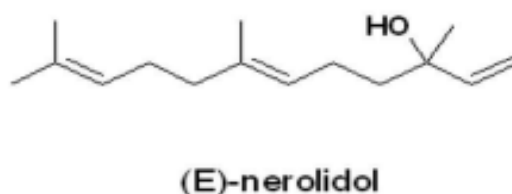
Des études sont réalisées sur l'espèce *Dittrichia viscosa* ont révélé la présence des dérivés monoterpéniques de 3-méthoxy-p-cymen-7-ol (**figure 6**): **1**, **2** et **3** et du thymol **4** de l'extrait de racine de *Dittrichia viscosa*. Les feuilles fraîches de *Dittrichia viscosa* contiennent de l'eucalyptol **5**, ce qui explique les propriétés antiseptiques attribuées à la plante (**Zaki *et al.*, 2020**).



**Figure 6:** Monoterpènes extraits des racines et des feuilles de *D. viscosa* (**Zaki *et al.*, 2020**)

L'analyse par GC-MS d'huile essentielle des feuilles d'*Inula viscosa* (L.), plantée en Algérie lui révèle une composition de , 12-carboxyeudesma-3,11 (13) diène (28,88 %) ; acide linoléique (7,80 %) ; acide palmitique (5,38 %) ; le butyl hydroxy toluène (4,11 %) et le fokiénol (3,37 %), 12-carboxyeudesma-3,11 (13) diène (56,81 %) ; acide 2,3-didéhydrocostique (3,25 %) ; butyl hydroxy toluène (2,63 %) et pentacosane (2,31 %) (**Haoui *et al.*, 2015**).

La composition chimique des huiles essentielles de *Dittrichia viscosa* extraites de différents organes (fleurs, feuilles et l'ensemble des parties aériennes) ont montré une forte proportion des sesquiterpènes oxygénés et plus particulièrement les (E)-nérolidol (**figure 7**) qui peut expliquer leur potentiel antioxydant et antibactérienne (**Nawres *et al.*, 2019**).



**Figure 7:** Structure chimique de (E)-nérolidol (**Nawres *et al.*, 2019**)

## II.6) Utilisation thérapeutique de la plante *Dittrichia viscosa*

Les plantes sont considérées comme une source naturelle à partir de laquelle on peut découvrir de nouvelles molécules biologiquement actives. Les espèces appartenant au genre *Dittrichia*, dont *D.viscosa*, largement utilisées dans la médecine traditionnelle grâce à leurs nombreuses qualités biologiques et activités pharmacologiques, comme antipyrétique, anti-inflammatoire, antiasthmatique, antiviral, antibactérienne et activités antifongiques (**Laura et al., 2019**).

L'inule visqueuse connue dans le secteur méditerranéen pour ces propriétés antiseptiques et son efficacité contre les inflammations de la peau. La décoction des parties aériennes de la plante sont efficaces pour le traitement du diabète, de l'hypertension, et des maladies rénales (**Boumaza., 2011**). De nombreuses études ont démontré une gamme élargie des activités biologiques de cette plante, à savoir l'effet anti-inflammatoire, antiviral, anti tumoral, antiseptique, antibactérien, cicatrisant, et antifongique. Elle est couramment utilisée pour sa large durabilité de conservation alimentaire. Elle peut donc être exploitée dans l'industrie agroalimentaire afin d'accroître la durée de vie de certains produits (**Gueribis., 2020**).

*Dittrichia viscosa* est largement utilisée comme un traitement pour les plaies par l'application des feuilles fraîches ou une poudre de feuille séchée, ou de saignement sur des plaies ouvertes, ou les résultats des brûlures à l'arrêt de l'hémorragie, et sert comme antiseptique et anti-inflammatoire. Aussi utilisée comme un traitement pour l'hémorroïdes par l'utilisation d'une pâte préparée à partir des feuilles broyées et mélangées avec l'huile d'olive et appliquées comme une pommade (**Ramli., 2013**).



# Chapitre II :

# Matériel & méthodes



La première partie pratique de notre étude est effectuée au niveau du laboratoire de génie biologique de l'université de Bejaia. Une deuxième partie au sein du groupe CEVITAL dans le laboratoire d'analyses physico-chimiques des huiles.

L'objectif de cette étude est de permettre la caractérisation physicochimique d'un mélange *Dittrichia viscosa* et l'huile d'olive vierge extra.

## I. Matériel végétal

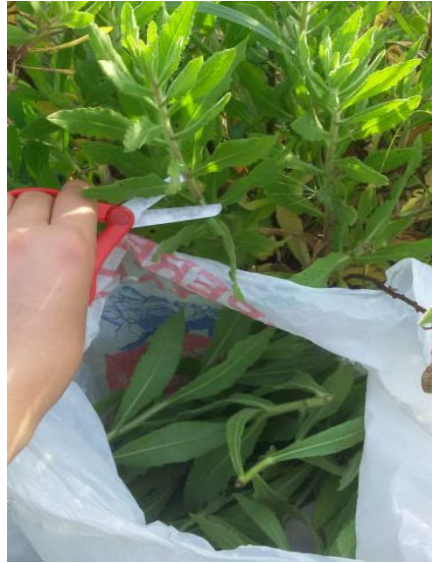
Le matériel végétal utilisé dans cette étude est les feuilles de la plante *Dittrichia Viscosa* et l'huile d'olive vierge extra commerciale de marque AZEMMOUR, récoltée en décembre 2020 (figure 8).



**Figure 8:** L'huile d'olive utilisée

### I.1) Echantillonnage

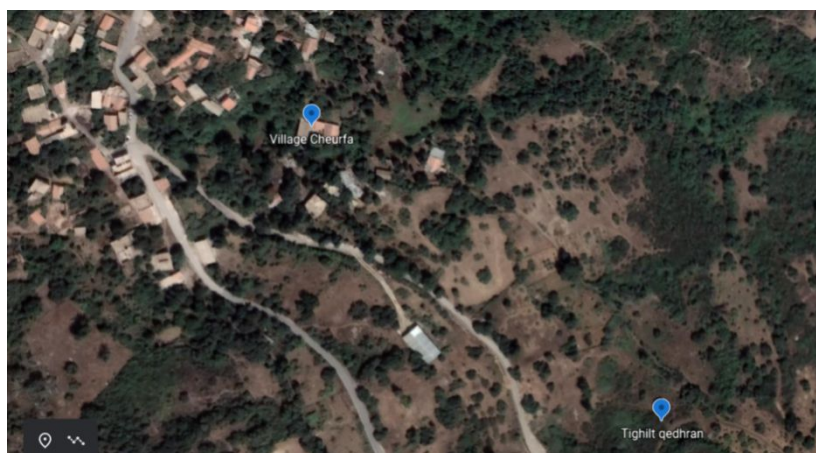
La plante *Dittrichia viscosa* a été collectée dans la région Cheurfa commune d'Ouzellaguen dans la wilaya de Bejaia durant le mois de Juin 2021 (**Figure9**). Les échantillons de *Dittrichia viscosa* récoltés ont été identifiés par le botaniste Mr Bouadam de la Faculté des sciences de la nature et de la vie de l'université de Bejaia. Les coordonnées et la situation géographique du site de récolte de la plante *Dittrichia viscosa* sont notées dans le tableau ci-dessous (**Tableau II**) et (**figure 10**).



**Figure 9:** La récolte de la plante *Dittrichia viscosa*

**Tableau II :** Les coordonnées de lieu de récolte

Wilaya	<b>Bejaia</b>
Région	Cheurfa, Ouzellaguen
Situation géographique	Sud-ouest de Bejaia
Altitude	767m
Coordonnée géographique en DMS	36°32'13''N 4°33'36''E
Climat	Méditerranéen



**Figure 10 :** Localisation du lieu de récolte avec Google Earth

## I.2) Lavage et Séchage

Les feuilles de *Dittrichia viscosa* ont été rincées avec de l'eau de robinet, puis séchées à l'air libre, à l'abri de la lumière pendant toute la nuit.

Le rinçage a pour but d'éliminer toutes sortes de débris et des éléments étrangers sous les feuilles. Le séchage a pour but d'abaisser la teneur en eau des feuilles récoltées afin d'éviter toute réaction d'altération et la prolifération des microorganismes.

## I.3) Broyage

Dans cette étape 25g des feuilles de *Dittrichia viscosa* ont été broyées manuellement à l'aide d'un mortier en verre comme montré dans la **figure 11**.



**Figure 11** : Broyage des feuilles de *Dittrichia viscosa*

## I.4) Macération des feuilles de *D. viscosa* dans l'huile d'olive extra vierge

Le macérât de l'huile d'olive et des feuilles de *Dittrichia viscosa* est préparé selon la méthode traditionnelle. On mélange les feuilles broyées avec 150 ml d'huile d'olive vierge extra dans un bocal en verre fumé pour un temps de contact de 4 jours à l'obscurité et à température ambiante. Une huile témoin est préparée dans les mêmes conditions (**Figure 12**).



**Figure 12** : L'huile témoin et l'huile + *D.viscosa*



**Figure 13:** Aspect de la macération huile-plante

### **I.5) La Filtration**

Une filtration du macérât a été réalisée afin de récupérer l'huile.

#### **Principe :**

La filtration est un procédé de séparation permettant de séparer les constituants d'un mélange qui possèdent une phase liquide et une phase solide.

#### **Mode opératoire :**

Pour récupérer l'huile filtrée, deux filtrations ont été effectués :

- Filtration avec le tissu filtrant :

Dans un récipient en verre, à l'aide d'un tissu filtrant, on verse le macérât sur le tissu et presser pour récupérer toute l'huile et extraire un maximum de principe actif de la plante, comme illustré dans la **figure 14.a**. Le résidu de filtration est jeté tandis que le filtrat est refiltré à travers un papier filtre.

- Filtration avec le papier filtre :

Mettre en place l'entonnoire avec du papier filtre dans un erlenmeyer, et verser le filtrat obtenu de la première filtration sur le papier filtre. Laisser l'huile s'écouler à travers le papier filtre, comme illustré dans la **figure 14.b**. L'huile récupérée (le filtrat) est conservée dans un flacon en verre brun de 200mL.





**Figure 14 :** **a** : filtration avec le tissu filtrant ; **b** : filtration avec le papier filtre.

## II) Extraction des polyphénols

L'extraction est réalisée selon le protocole de **Christophoridou et Dais (2009)** :

Dans un tube à essais, 8g de l'huile mélangée dans 8g de la solution méthanol/eau (80/20) puis homogénéisé à l'aide d'un vortex pendant 10 minutes (**Figure 15**). Le mélange est ensuite centrifugé à 3000 rpm pendant 10 min (**Figure 16**). Une séparation des deux phases est observée après centrifugation (**Figure 17**). La phase méthanolique qui contient les composés phénoliques est récupérée à l'aide d'une micropipette et transférée dans un tube à essais propre, la phase apolaire subit une deuxième et une troisième extraction pour récupérer la phase méthanolique restante. Les extraits méthanoliques obtenus, sont séchés à l'étuve ventilée jusqu'à l'obtention d'un poids sec.



**Figure 15:** Avant (**a**) et après (**b**) homogénéisation du mélange à l'aide d'un vortex.



Figure 16 : Centrifugation des échantillons.

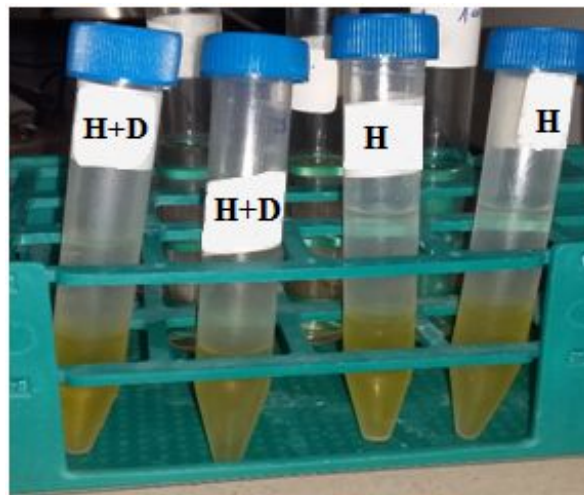


Figure 17 : Séparation des deux phases après centrifugation.

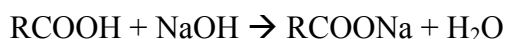
### III) Détermination des indices de qualité

#### III.1) Indice d'acide et acidité

- **L'indice d'acide** : est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaires pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de matière grasse.
- **L'acidité** : est le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement en acide oléique. Elle se déduit de l'indice d'acide. Ces deux indicateurs chimiques ont été déterminés suivant la norme (NE. 1. 2.97, 1988).

**Principe**

Le principe consiste en un titrage des acides gras libres par une solution éthanolique d'hydroxyde de sodium (NaOH), en présence de phénol phtaléine.

**Mode opératoire**

Dans un erlenmeyer, 10 g d'échantillon d'huile est dissous dans 75 mL d'éthanol absolu et neutralisée en présence de 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine. Le mélange est chauffé pendant 1 minute. Une agitation et un titrage avec la solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 0,1N est effectué jusqu'à l'obtention d'un virage de l'indicateur colorée vers le rose. Un essai à blanc (sans huile) est effectué de la même façon.

Les résultats sont exprimés en pourcentage d'acide oléique selon l'équation suivante :

$$\text{Acidité (\% d'acide oléique)} = (V - V_0) \cdot (N \cdot 282,5) / (m \cdot 10)$$

$V, V_0$  : Volume en mL de NaOH nécessaire pour neutraliser l'échantillon et le blanc, respectivement.

$N$  : normalité de la solution de (NaOH) mol/L.

$282,5$  : masse molaire d'acide oléique en g/mol.

$m$  : masse de la prise d'essai en g.

**III.2) Indice de Peroxyde**

L'indice de peroxyde (IP) d'un corps gras est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif contenu dans un kilogramme de produit (meq d'O<sub>2</sub> actif /Kg). Ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation des huiles.

**Principe**

Cette méthode utilise un dosage indirect des molécules de diode (I<sub>2</sub>) formés par réaction d'oxydoréduction entre des ions iodures (I<sup>-</sup>) en excès et les hydroperoxydes présents dans l'huile. Le I<sub>2</sub> réagira en présence de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) lors d'une seconde réaction d'oxydoréduction entraînant la diminution jusqu'à l'extinction de la couleur violet-aubergine en présence d'empois d'amidon.





### Mode opératoire

5g d'échantillon d'huile sont pesés dans un erlenmeyer de 250mL auquel on ajoute 12mL de chloroforme et 18 mL d'acide acétique avec 1 mL de la solution saturée d'iodure de potassium (KI). Le mélange est agité pendant 1min et laissé reposer pendant 1 min à l'abri de la lumière. Au bout de ce temps, 75 mL d'eau distillée sont additionnés ainsi que quelques gouttes d'empois d'amidon (1g/100mL) comme indicateur coloré, suivi d'un titrage de l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) (0,01N), en agitant vigoureusement jusqu'à décoloration complète du mélange. Un essai à blanc (sans huile) est effectué de la même façon.

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

$$\text{IP}(\text{meq d'O}_2/\text{kg}) = (\text{V}-\text{V}_0) (\text{N}.1000) / \text{m}$$

$\text{V}$ ,  $\text{V}_0$  : Volume en mL de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  nécessaire pour le titrage de l'échantillon et de l'essai à blanc, respectivement.

$\text{N}$  : normalité de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

$\text{m}$  : masse en gramme de la prise d'essai.

## IV) Dosage des polyphénols

### Principe

L'ensemble des composés phénoliques totaux est oxydé par le réactif de Folin. Ce dernier, est de couleur jaune, constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ( $\text{H}_3\text{PW}_{12}\text{O}_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $\text{H}_3\text{PMO}_{12}\text{O}_{40}$ ). Le principe de la méthode est basé sur l'oxydation des composés phénoliques par ce réactif, qui entraîne la formation d'un nouveau complexe d'oxydes métalliques de tungstène et de molybdène de couleur bleu (**figure 18**) lors de l'oxydation des phénols. L'intensité de la coloration bleue produite est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans l'extrait. Le dosage des phénols se fait dans le visible à une longueur d'onde de 760nm.

### Mode opératoire

L'estimation de la teneur en composés phénoliques est réalisée selon la méthode au Folin utilisée par (**Diabate et al., 2009**). Une quantité de 300  $\mu\text{L}$  d'extrait méthanolique est introduite dans des tubes à essais, mélangée avec 1700  $\mu\text{L}$  de méthanol/eau pour avoir un volume total de 2mL. 5mL d'eau distillé et 0,5 mL du réactif de Folin sont ajoutée. Après 3 min d'incubation, 4 mL de la solution de carbonate de sodium à 10% sont additionnés au milieu réactionnel. Ajustement du volume jusqu'à 20 mL en ajoutant 8.5 mL d'eau distillée. Après 90 minutes d'incubation à la température ambiante et à

l'abri de la lumière, la lecture de l'absorbance est mesurée à 760nm à l'aide d'un spectrophotomètre. Pour chaque essai un témoin (sans extrait méthanolique) est préparé de la même façon.

La concentration des polyphénols totaux a été calculée à partir de l'équation de régression de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique. Celle-ci est exprimée en mg d'équivalent d'acide gallique par milligramme d'extrait (mg EAG/g d'extrait).

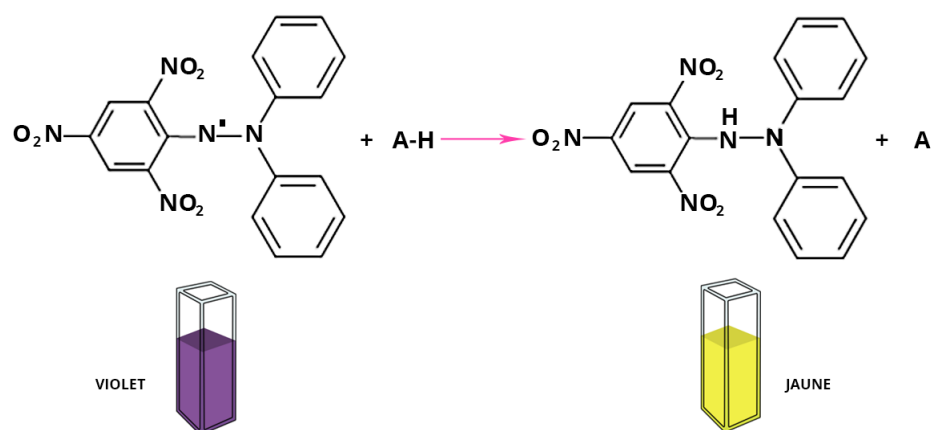


**Figure 18** : La couleur du mélange après incubation.

## V) **Activité antiradicalaire contre le radical DPPH**

### **Principe**

L'activité antiradicalaire des extraits est déterminée par une méthode basée sur la réduction du radical DPPH (diphénylpicrylhydrazyl), suite à un transfert d'hydrogène qui provient des différents antioxydants qui se trouvent dans le milieu réactionnel. Le piégeage des radicaux libres de DPPH provoque un changement de couleur de la solution initiale du violet foncé au jaune suite à la réduction du DPPH en DPPH-H (diphénylpicrylhydrazine) qui est mesurée par un spectrophotomètre à 515 nm. Ci-dessous, la figure représentant la réduction du radical libre DPPH.



**Figure 19** : Réaction de réduction du DPPH°

### Mode opératoire

L'effet des extraits méthanoliques des différents échantillons d'huile d'olive sur le radical DPPH est mesuré, en utilisant le protocole décrit par **Brand-Williams et al. (1995)**.

La solution DPPH est préparée par dissolution d'environ 0,003g de DPPH dans 100mL de méthanol pur, dans un erlenmeyer (**Figure 20**). Agitation manuelle jusqu'à dissolution totale du DPPH et l'obtention de la couleur violette. Mesurer son absorbance avec un spectrophotomètre à 515 nm (**Figure 21**). Sa valeur doit être comprise dans l'intervalle [0.7-0.8]. L'absorbance de la solution de DPPH qui est l'absorbance de contrôle  $A_c$  est notée.

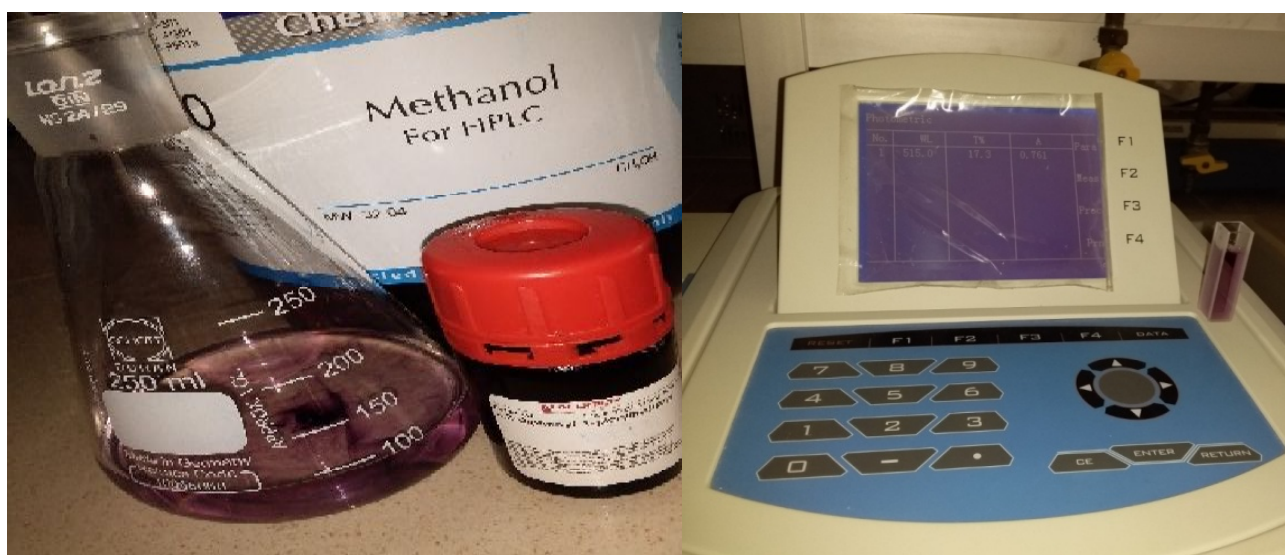
200 $\mu$ L de l'extrait méthanolique (dans notre cas, une série de dilutions a été effectuée allant de 5 $\mu$ L jusqu'à 50 $\mu$ L d'extrait) additionner de 3mL de la solution DPPH. L'absorbance est mesurée à 515 nm après 30min d'incubation à l'obscurité. Cette expérience est répétée deux fois pour les mêmes concentrations et les mêmes échantillons. Les  $IC_{50}$  ont été déterminées pour chaque extrait, et définies comme étant la concentration du substrat qui entraîne la perte de 50 % de l'activité du DPPH.

L'inhibition du radical libre de DPPH en pourcentage (**I %**) est calculée avec la relation suivante :

$$\% \text{ d'inhibition du DPPH} = (A_c - A_e / A_c) \cdot 100$$

$A_c$  : Absorbance du contrôle.

$A_e$  : Absorbance de l'échantillon.



**Figure 20 :**Réactif de DPPH.

**Figure 21:** Mesure d'absorbance de la solution DPPH.

## VI) Modélisation statistique par les plans d'expériences de l'activité antiradicalaire contre le radical DPPH

Après fixation à différents niveaux (**tableau III**) les facteurs pouvant influencer l'activité antiradicalaire contre le radical DPPH, une modélisation de la concentration de l'extrait inhibant 50% du radical DPPH est réalisée par le biais d'un plan composite centré afin d'évaluer les effets d'interactions de ces facteurs et déterminer leurs optimums. Onze échantillons ont été préparés avec variation des facteurs opératoires à savoir la masse des feuilles de *Dittrichia viscosa* et le temps de macération de celle-ci dans l'huile d'olive vierge. La matrice d'expériences pour deux facteurs ( $k=2$ ), ( $N = N_f + N_0 + N_a = 4 + 3 + 2(2) = 11$ ) est représentée dans le tableau IV.

**Tableau III :** Valeurs extrêmes des paramètres opératoires étudiés.

Niveau des facteurs	-1,41	-1	0	1	+1,41
Temps (jrs)	1	2	4	6	7
Masse (g)	5	11	25	39	45

**Note :**  $X_1$  : Temps (jour) ,  $X_2$  : Masse (g).

**Tableau IV** : Matrice des expériences du plan composite centré pour deux facteurs

Expériences	t (jour)	m (g)	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>
1	2	11	-1	-1
2	6	11	+1	-1
3	2	39	-1	+1
4	6	39	+1	+1
5	4	25	0	0
6	4	25	0	0
7	4	25	0	0
8	1	25	-1,41	0
9	7	25	+1,41	0
10	4	5	0	-1,41
11	4	45	0	+1,41

## VII) Etude statistique

Pour chaque test, trois essais ont été réalisés. L'étude statistique consiste en une analyse de la variance (ANOVA) suivie du test de « Newman-Keuls » à l'aide du logiciel STATISTICA 5.5 Fr. Le degré de signification des données est estimé à la probabilité  $p < 0,05$ .

Les coefficients de corrélation sont obtenus par l'analyse de régression linéaire à travers le coefficient de Pearson à la probabilité  $p < 0,05$ .

L'analyse de la composante principale (ACP) ainsi que la classification ascendante hiérarchique (CAH) sont réalisées avec le logiciel R (R Core Team (2016)).

# Chapitre III

# Résultats & discussions

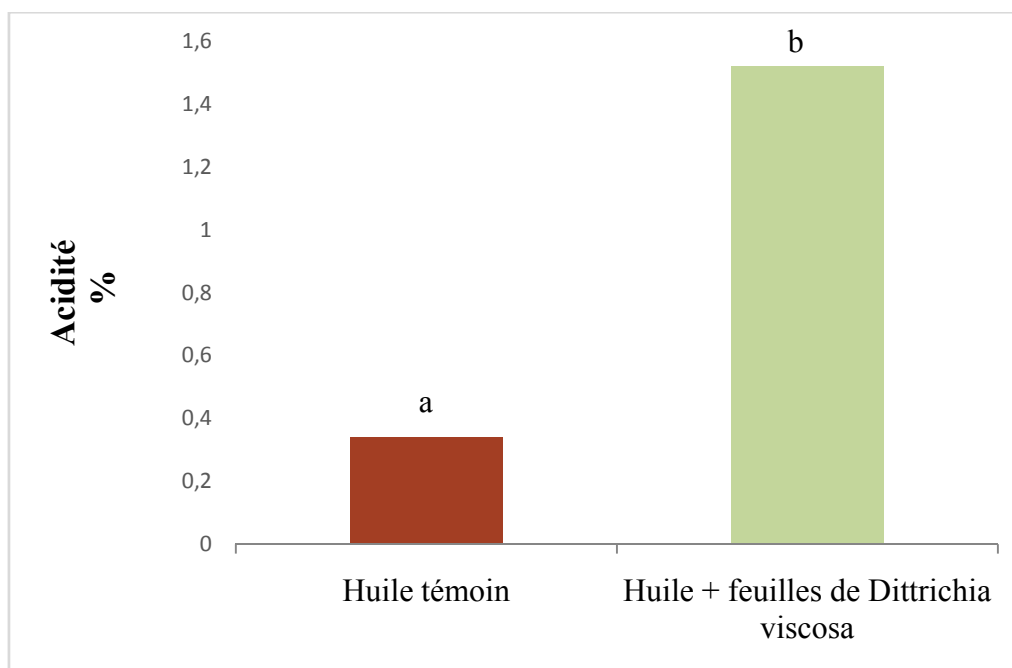


## I) Indices de qualité de l'huile d'olive

### I.1) Acidité

L'acidité est un critère de base pour la classification d'une huile d'olive. C'est un indicateur qui permet d'évaluer l'altération de la matière grasse, consécutive à des mauvais traitements ou une mauvaise conservation (**Jihad *et al.*, 2016**). Les résultats en pourcentage d'acidité sont exprimés dans l'histogramme ci-dessous (**figure 22**).

Des différences significatives sont détectées entre les deux échantillons. L'acidité de l'huile témoin est de 0,34 %. Cette valeur correspond à la norme impliquée par le COI (2019) pour une huile d'olive vierge extra. L'huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* a une acidité égale à 1,5 %. Cette valeur est plus élevée par rapport à l'huile témoin. Ce résultat nous indique que la présence des feuilles de *Dittrichia viscosa* influe négativement sur la qualité de l'huile d'olive. Elle entraîne l'oxydation de cette dernière et contribue à son altération.



**Figure 22** : Histogramme des résultats de l'acidité des échantillons d'huile témoin et huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa*

\* les valeurs portant les mêmes lettres dans une même colonne ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),

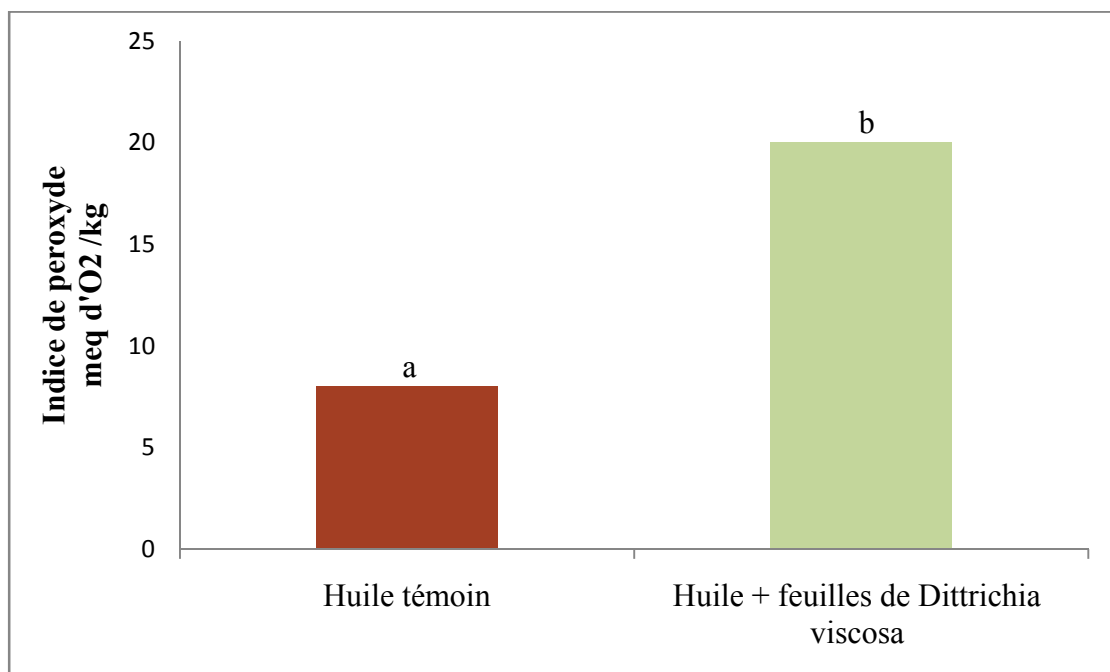
**Bendi Djelloul *et al.*, (2020)** ont rapporté que l'acidité diffère d'une huile à une autre selon sa variété et son origine. L'acidité de l'huile témoin est moins importante que les huiles étudiées par **Boulfane *et al.*, (2015)**. Nos résultats sont similaires à ceux rapportés par **Laribi *et al.*,**

(2011) sur les huiles d'olive algériennes qui ont noté une acidité inférieure à 0.8%. L'augmentation de l'acidité de l'huile macérée avec les Fruits et Feuilles de *Laurus nobilis* est observée par **Chaaben et al.,(2015)**. Cette augmentation est expliquée par la teneur d'eau contenue dans les feuilles fraîches de la plante utilisée en macération. La présence d'eau engendre l'auto-oxydation de l'huile. L'oxygène se fixe sur les acides gras et entraîne l'oxydation de l'huile. Ceci nous laisse suggérer que la macération des feuilles sèches à la place des feuilles fraîches de *Dittrichia viscosa* est plus souhaitable.

## I.2) Indice de peroxyde

Ce paramètre nous renseigne sur l'oxydation de l'huile d'olive induisant à la formation de peroxydes qui sont des intermédiaires de la réaction d'auto-oxydation, la détermination de l'indice de peroxyde est approuvée pour évaluer l'entité d'oxydation primaire de l'huile selon les normes de régulation européenne (**Montesano et al., 2019**).

Les résultats obtenus pour la teneur en peroxyde sont représentés dans l'histogramme ci-dessous (**figure 23**). Les résultats sont exprimés en milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme d'huile (méq O<sub>2</sub> actif / kg d'huile olive).



**Figure 23 :** Histogramme des résultats de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile d'olive témoin et huile d'olive mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa*.

Les deux échantillons présentent des indices de peroxyde (IP) de 8 et 20 méq d'O<sub>2</sub>/kg



(**figure23**) pour l'huile témoin et celle mélangés avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* respectivement. Ces valeurs ne dépassent pas la norme établie par le COI 2019 pour une huile d'olive vierge extra ( $\leq 20$  méqO<sub>2</sub>/kg d'huile olive). Les valeurs d'indice de peroxyde des deux échantillons sont significativement différentes, on constate que la valeur d'IP de l'huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* est nettement supérieure à celle de l'huile seule.

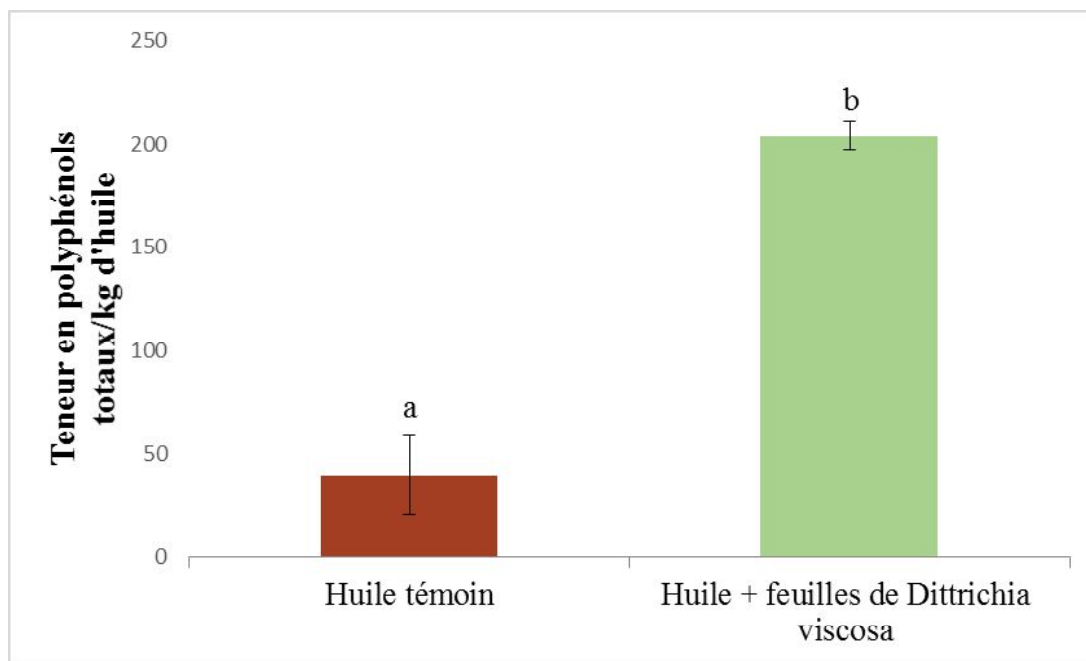
Ces résultats nous indiquent que les feuilles de *Dittrichia viscosa* augmentent l'IP de l'huile d'olive. **Ammar et al., (2017)**, ont rapporté des valeurs similaires pour des huiles d'olive macérées avec des fleurs d'*Opuntia ficus-indica*. Par contre **Salvador et al., (2003)** ont rapporté des valeurs bien plus inférieures (7,8 et 12,9 méq O<sub>2</sub>/kg d'huile d'olive) pour des variétés d'huiles d'olive d'Espagne.

L'ajout des feuilles de *Dittrichia viscosa* dans l'huile d'olive semble induire une légère augmentation de la formation de peroxydes. Ce qui n'est pas le cas de l'huile seule. D'après **Conde and Philcox., (2008)**, les radicaux libres d'oxygène attaquent les doubles liaisons d'acides gras insaturés pour former des peroxydes lipidiques ce qui explique le résultat obtenu pour l'huile mélangé avec la plante.

## II) Dosage des polyphénols totaux

Les polyphénols sont les principaux composés responsables de la stabilité de l'huile d'olive pendant le stockage. Ils sont capables de réduire les espèces réactives de l'oxygène et divers substrats organiques et minéraux (**Paola et al., 2019**).

Les résultats de la teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huile témoin et huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* sont représentés dans l'histogramme ci-dessous (**figure 24**). Ils sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique/kg d'huile d'olive.



**Figure 24:** Histogramme de la teneur en polyphénols totaux des échantillons d'huile témoin et huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa*.

La teneur en polyphénols totaux pour les échantillons de l'huile témoin et huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* est de 39,71 et 204,08 mg EAG/kg respectivement. Une différence significative est observée pour les deux échantillons. La macération des feuilles de *Dittrichia viscosa* dans l'huile d'olive fait augmenter la teneur en composés phénoliques.

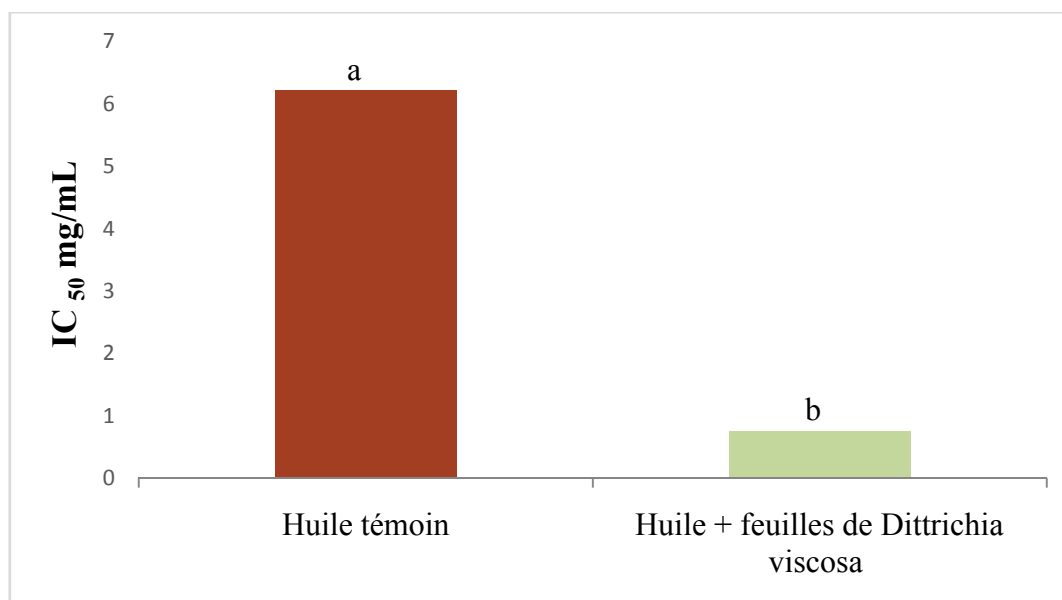
Nos valeurs sont inférieures à celles rapportées par **Chahmi et al., (2015)** dans leur étude sur les activités antioxydantes et teneur totale en phénol d'extraits d'*Inula viscosa* sélectionnés dans trois régions du Maroc qui varient de 140 à 274 mg EAG/g d'extrait sec. Ces résultats nous indiquent que *Dittrichia viscosa* est riche en polyphénols.

L'augmentation de la teneur en polyphénols est due à l'ajout des feuilles de *Dittrichia viscosa* dans l'huile d'olive. Les polyphénols contenus dans les feuilles de *Dittrichia viscosa* sont transférés vers l'huile. Nos résultats sont en accord avec ceux de **Debib et al., (2018)** qui ont supposé une diffusion des polyphénols de la figue sèche vers les huiles d'olive après macération au bout de 60 jours de contact. Ceci nous laisse suggérer que la macération des feuilles de *Dittrichia viscosa* avec l'huile d'olive enrichit cette dernière en polyphénols.

### III) Evaluation de l'activité antioxydante des différents extraits d'huiles

L'évaluation de l'activité antioxydante de l'huile d'olive extra vierge et l'huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* a été réalisée en utilisant le test de piégeage du radical libre DPPH. Le radical DPPH est largement utilisé pour évaluer la capacité des composés antioxydants d'agir en tant que piègeurs des radicaux libres ou donateurs d'hydrogène (Molyneux, 2004).

Les résultats des activités antioxydants des échantillons sont représentés dans l'histogramme ci-dessous (figure 25). Ils sont exprimés par la valeur  $IC_{50}$  (la capacité de piéger les radicaux libres qui représente la concentration nécessaire pour piéger 50% du radical libre DPPH).



**Figure 25 :** Histogramme des activités antioxydantes des échantillons d'huile témoin et d'huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa*.

\* les échantillons portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ( $p < 0,05$ ),

D'après, les valeurs  $IC_{50}$  qui sont respectivement de 6,2 et 0,75 mg/mL pour les extraits d'huile témoin et d'huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* (figure 25). On constate que l'activité antiradicalaire diffère significativement entre les deux échantillons d'huiles. L'activité manifestée par l'huile témoin est plus faible que celle de l'huile macérée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa*.

Ces résultats montrent que l'extrait méthanolique de l'huile issue de la macération inhibe 50% du radical libre DPPH à une  $IC_{50}$  très faible, c'est à dire qu'il présente un pouvoir de piégeage

du radical DPPH et une activité antioxydante élevés (relation inversement proportionnelle). Cet échantillon se caractérise par une teneur élevée en polyphénols totaux (204,08 mg EAG/kg). Les résultats obtenus indiquent une relation entre l'activité antioxydante de l'huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* et sa teneur en composés phénoliques.

Ces résultats concordent avec ceux de **Ozkan *et al.*, (2019)** qui ont démontré que la plante *I. viscosa* a une forte activité antioxydante (20.4 µg/ mL), et peut être utilisée comme source disponible de supplément antioxydant naturel. Par contre, **Gharred *et al.*, (2019)**, ont rapporté que la valeur de l'activité antioxydante des huiles essentielles extraites des feuilles de *Dittrichia viscosa* est de 9,75 mg/mL dans leur étude sur la composition chimique, activités antibactériennes et antioxydantes des huiles essentielles de fleurs, feuilles et parties aériennes de *Dittrichia viscosa* tunisienne.

Par ailleurs, nos résultats sont supérieurs à ceux rapportés par **Gökbulut *et al.*, (2013)** dans leur travail sur les activités antioxydantes, antimicrobiennes et composés phénoliques d'espèces d'*Inula* récoltées en Turquie (0,42 mg/mL pour l'extrait méthanolique des feuilles d'*Inula viscosa*).

#### **IV) Modélisation et optimisation de l'activité antiradicalaire contre le radical DPPH**

Dans notre présente étude, il a été décidé d'utiliser un plan d'expériences afin de modéliser et optimiser l'activité antiradicalaire contre le radical DPPH par les feuilles de la plante *Dittrichia viscosa*. A cet effet, un plan composite centré (CCD) a été élaboré.

Deux facteurs opératoires sont choisis, à savoir le temps de macération ( $X_1$ ) et la masse des feuilles ( $X_2$ ), afin d'étudier leurs influences sur l'activité antiradicalaire contre le radical DPPH. Les résultats obtenus de ce plan sont regroupés dans la matrice des expériences présentée dans le **tableau V**. Ce plan est composé de quatre essais du plan factoriel (essai 1 à 4) et de trois essais réalisés au centre du domaine (essai 5 à 7) et enfin de quatre essais du plan en étoile (essai 8 à 11).

**Tableau V:** Résultats du plan composite centré pour deux facteurs ( $k = 2$ )

Expériences	t (jours)	m (g)	$X_1$	$X_2$	y(mg/mL)	$IC_{50}\hat{y}$ (mg/mL)
1	2	11	-1	-1	0,5486	0,6468
2	6	11	+1	-1	1,2061	1,4780
3	2	39	-1	+1	2,6722	1,8808
4	6	39	+1	+1	0,8616	0,2440
5	4	25	0	0	<b>0,8590</b>	<b>0,7509</b>
6	4	25	0	0	<b>0,7523</b>	<b>0,7509</b>
7	4	25	0	0	<b>0,6456</b>	<b>0,7509</b>
8	1	25	-1,41	0	0,8982	1,0349
9	7	25	+1,41	0	0,5768	0,4670
10	4	5	0	-1,41	1,3752	1,3702
11	4	45	0	+1,41	1,0092	1,3702

**Note :**  $X_1$  : Temps (jours),  $X_2$  : Masse (g).

La moyenne des 11 réponses expérimentales:  $y_{moy} = 1,0368$ mg/mL

Le nombre ( $n_0$ ) d'expériences au centre du domaine expérimental (la masse de feuilles est de 25 g et un temps de macération de 4 jours) est de 3 essais.

Les concentrations inhibitrices médianes obtenues sont rassemblées dans le tableau suivant :

**Tableau VI:** Concentrations inhibitrices médianes au centre du domaine d'étude

$n_0$	$y_0$ (mg/ mL)
1	<b>0,8590</b>
2	<b>0,7523</b>
3	<b>0,6456</b>

La moyenne des concentrations inhibitrices médianes pour les trois essais au centre du domaine :  $\bar{y}_0 = 0,7523$  (mg/mL).

### IV.1) Calcul des coefficients du modèle

Le calcul des coefficients de l'équation de régression s'obtient à partir du produit suivant :

$$\mathbf{B} = [\mathbf{X}^T \cdot \mathbf{X}]^{-1} \cdot [\mathbf{X}]^T \mathbf{Y}$$

Les résultats de ce calcul sont rassemblés dans le tableau ci-après :

**Tableau VII** : Valeurs des coefficients du modèle

Terme constant	Effets linéaires		Effets d'interactions et quadratiques		
$b_0$	$b_1$	$b_2$	$b_{12}$	$b_{11}$	$b_{22}$
0,7509	-0,2013	0,1583	-0,6170	0,0827	0,3114

### IV.2) Analyse statistique de l'équation de régression

#### a. Vérification de la signification des coefficients par le test de Student

Le test de Student permet de déterminer si parmi les coefficients du modèle, il existe des coefficients non significatifs, lesquels seront éliminés de l'équation de régression car leur influence sur la concentration inhibitrice médiane est négligeable.

Ce test consiste à déterminer :

- La variance de reproductibilité qui est estimée par celle calculée au centre du domaine

expérimental :

$$S_{\text{rep}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_{i0} - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1}$$

$y_{i0}$  : Valeur des concentrations inhibitrices médianes des essais au centre ;

$\bar{y}_0$  : Moyenne des essais au centre ;

$n_0$  : Nombre d'essais au centre ;

Ainsi on aura :  $S^2_{\text{rep}} = 0,0113$

- Pour identifier les coefficients non significatifs par le test de Student, on détermine les valeurs de  $t_j$  pour chaque coefficient avec :

$$t_j = \frac{|b_j|}{S_{b_j}}$$

- En ce qui concerne la variance des coefficients du modèle de second degré, on multiplie les éléments  $C_{jj}$  de la diagonale de la matrice de dispersion avec la variance de reproductibilité comme suit (**tableau VIII**) :

$$S_{bj}^2 = C_{jj} \cdot S_{rep}^2$$

**Tableau VIII** : Valeurs de  $t_j$  calculées de chaque coefficient

Terme constant	Effets linéaires		Effets d'interactions et quadratiques		
$t_0$	$t_1$	$t_2$	$t_{12}$	$t_{11}$	$t_{22}$
12,1921	5,3308	4,1919	11,5670	1,8366	6,9104

En utilisant la table de Student relative à un test bilatéral (Annexe 2), on détermine la valeur de  $t_{\alpha}(f)$  pour le niveau de signification  $\alpha = 0,05$  et le nombre de degrés de liberté.  $f = n_0 - 1$  qui est égale à 2, soit  $t_{0,05}(2) = 4,3$ , d'après les résultats du tableau précédent, on remarque que la valeur de  $t_2$  et  $t_{11}$ , sont inférieures à la valeur tabulée du test de Student (4,3), déduisant ainsi que les coefficients correspondants ( $b_2$ ) et ( $b_{11}$ ) ne sont pas significatifs donc ils seront éliminés de l'équation de régression.

### b. Tests de validation de l'équation de régression

#### ▪ Recherche du biais

Avant de valider le modèle postulé, nous devons vérifier l'absence du biais. Pour cela, on calcule la variance résiduelle qu'on va comparer à la variance de reproductibilité par le test de Fisher Snedecor (**Ozil et al., 1997**). F est donné par le rapport :

$$F = \frac{S_{rés}^2}{S_{rep}^2}$$

Avec :

$$S_{rés}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2}{N - \ell}$$

La valeur calculée de la variance résiduelle pour  $N = 11$  et  $\ell = 4$  est :  $S_{rés}^2 = 0,1821$

Ce qui conduit à **F = 16,0040**

La valeur tabulée du test de Fisher pour le niveau de signification  $\alpha = 0,05$  et les nombres de degrés de liberté  $(N - \ell) = 7$  et  $(n_0 - 1) = 2$  est égale à 19,4 (Annexe3).

Cette valeur étant supérieure à la valeur calculée, le modèle est alors considéré sans biais.

### ▪ Test de signification de la régression

La valeur calculée du test de Fisher est égale à :  $F = 4,5380$ , alors que la valeur tabulée pour le niveau de signification  $\alpha = 0,05$  et les nombres de degrés de liberté  $(\ell - 1) = 3$  et  $(N - \ell) = 7$  est égale à 4,35. La valeur de F calculée étant supérieure à celle tabulée (Annexe 3) l'équation de régression est adéquate et le modèle est valide à 95%. L'équation retenue pour le modèle s'écrit donc:

$$\hat{y} = 0,7509 - 0,2013 X_1 - 0,6170 X_1 X_2 + 0,3114934 X_2^2 \dots\dots\dots (1)$$

D'après le modèle obtenu (équation 1) par l'application d'un plan composite centré, nous remarquons que le seul facteur à effet linéaire est le temps de macération ( $X_1$ ), ce dernier exerce une influence négative sur la réponse ( $b_1 = - 0,2013$ ). Le signe négatif signifie qu'en augmentant le temps de macération de la valeur minimale (1 jours) à la valeur maximale (7 jours), la concentration inhibitrice médiane diminue dans l'huile. Donc la concentration inhibitrice médiane est importante quand le temps de macération est faible. Concernant le facteur masse ( $X_2$ ), son influence seule n'est pas significative d'après le test de Student ( $b_2 = 0,1583$ ), par contre il influence sur la réponse en interaction avec le temps, donc il dépend de la valeur du temps ( $b_{12} = - 0,6170$ ).

### IV.3) Diagramme des résidus

Les variations des résidus (la différence entre la valeur de la concentration inhibitrice médiane expérimentale est prédite par le modèle) en fonction des valeurs prédites de la réponse est présentée dans la figure 26.



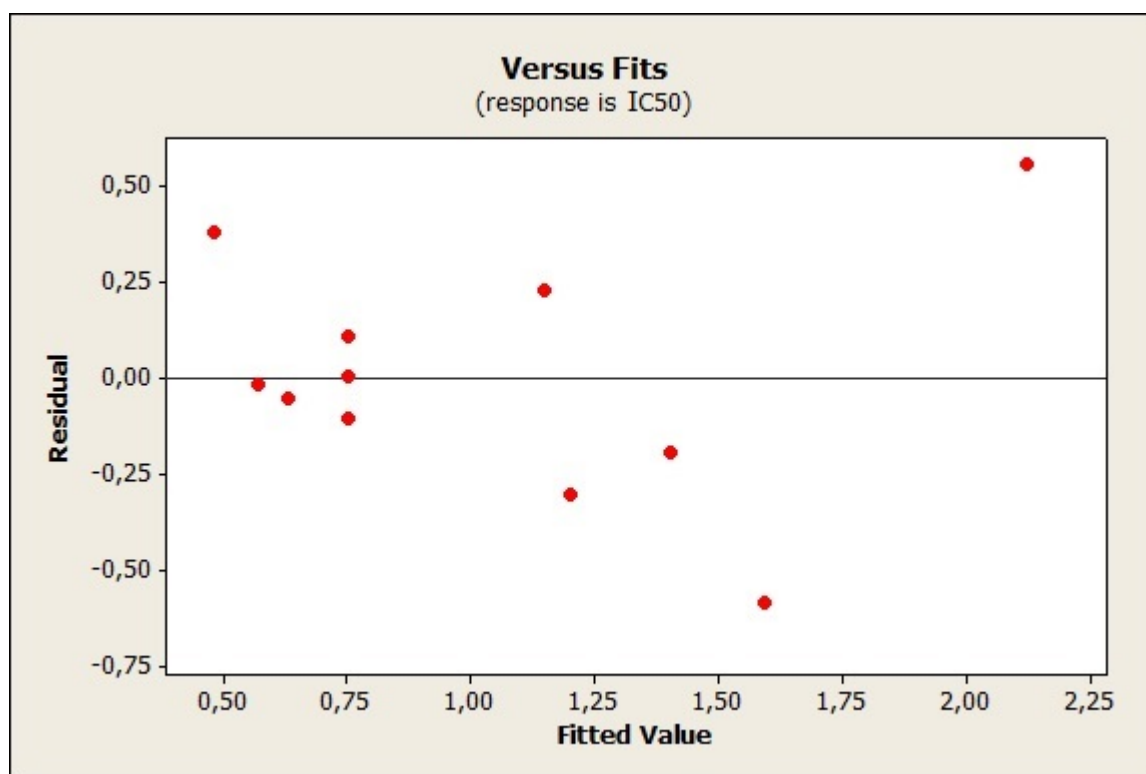


Figure 26 : Diagramme des résidus

Le diagramme des résidus ci-dessus (**figure 26**) ne laisse apparaître aucune relation entre les valeurs prédites et les résidus, car les points semblent être disposés aléatoirement. Ce résultat traduit l'absence d'informations dans les résidus et que tout est expliqué par le modèle de régression obtenu. En conclusion, le modèle obtenu explique bien les résultats expérimentaux. Les tests de validation le confirment (les tests statistiques et l'analyse des résidus).

#### IV.4) Optimisation de l'activité antiradicalaire contre le radical DPPH

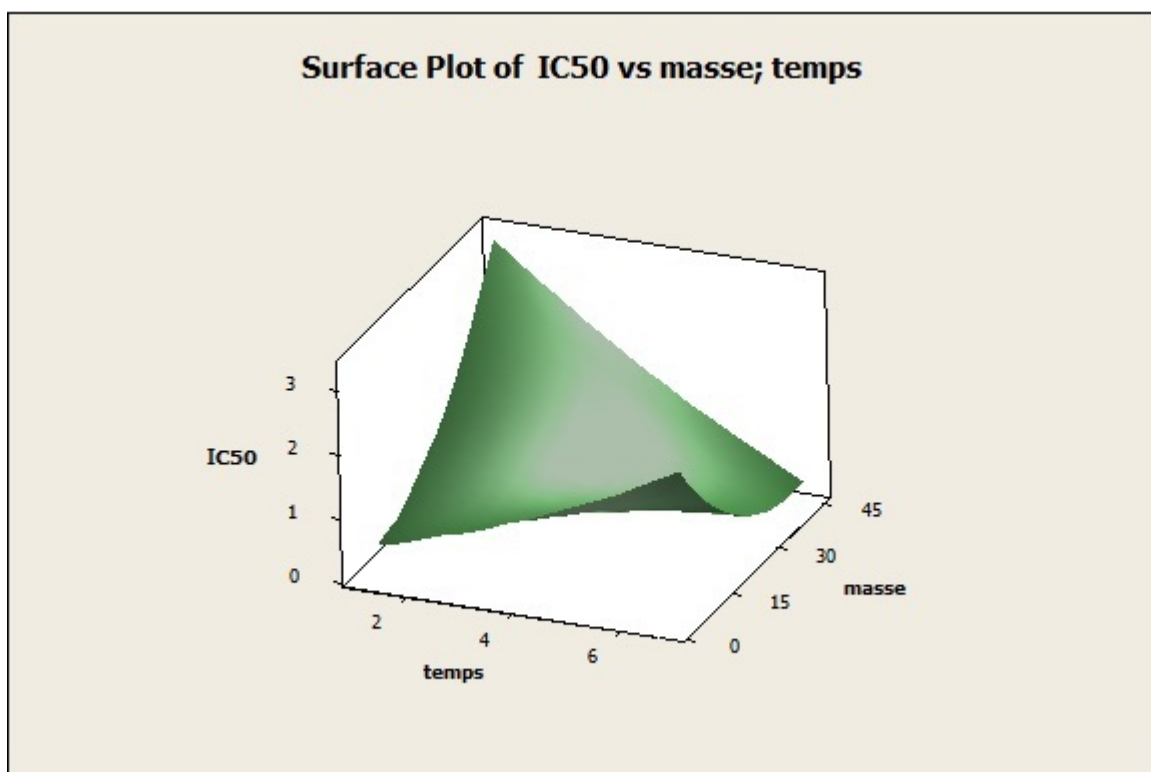
L'étape de l'optimisation permet de déterminer les valeurs optimales des deux facteurs opératoires étudiés à savoir le temps et la masse des feuilles de la plante étudiée. A cet effet, les courbes de surface de réponses (**figure 27**) et des isoréponses (**figure 28**) sont tracées en fonction des variables naturelles à l'aide du logiciel Minitab 16.0, afin de localiser la région du domaine d'étude où l'optimum apparaît, ainsi que toutes les conditions opératoires menant à ce dernier. La figure 28 montre que l'optimum de  $IC_{50}(<0,5)$  se trouve dans deux zones de la courbe isoréponse.

Afin de déterminer les optimums des deux paramètres opératoires, le logiciel Minitab 16.0 nous a permis également de tracer le diagramme de désirabilité (**figure 29**). Ce diagramme montre les valeurs optimales en variables naturelles : pour le temps ( $t = 6.828$  jours) et la

masse ( $m = 41.199$  g), nous permettent d'obtenir une concentration inhibitrice médiane optimale prédite de  $0,225$  mg/mL. Cet optimum figure bien également sur la figure 28 dans la zone bleu foncé.

Sur la même figure un optimum en IC50 de  $0,369$  mg/mL peut être également atteint pour un temps plus réduit de moins de deux jours ( $1,175$  jours) et une masse faible de  $5.79$  g.

Pour des raisons économiques et écologiques, l'optimum ayant une masse et un temps de macération plus faibles :  $5.79$  g et  $1,175$  jours respectivement, est meilleur et plus souhaitable pour cette étude.



**Figure 27** : Courbe de surface de réponses

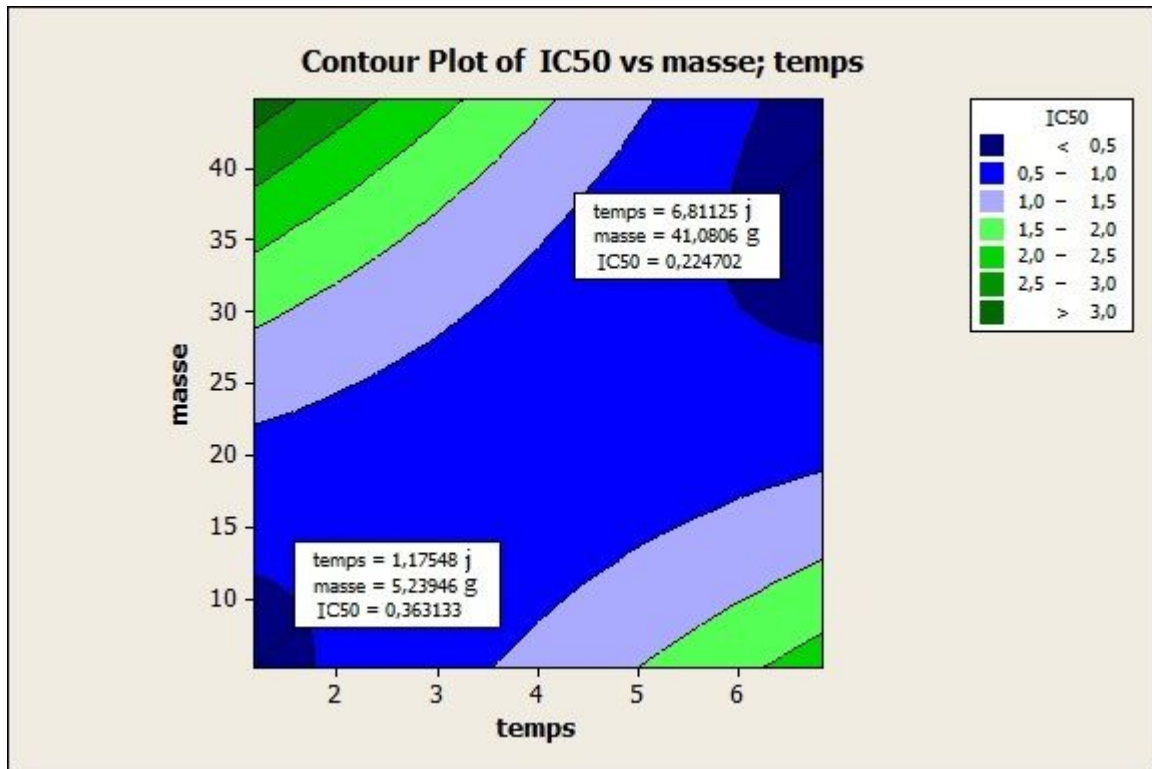


Figure 28 : Courbe isoréponse ou surface de niveaux

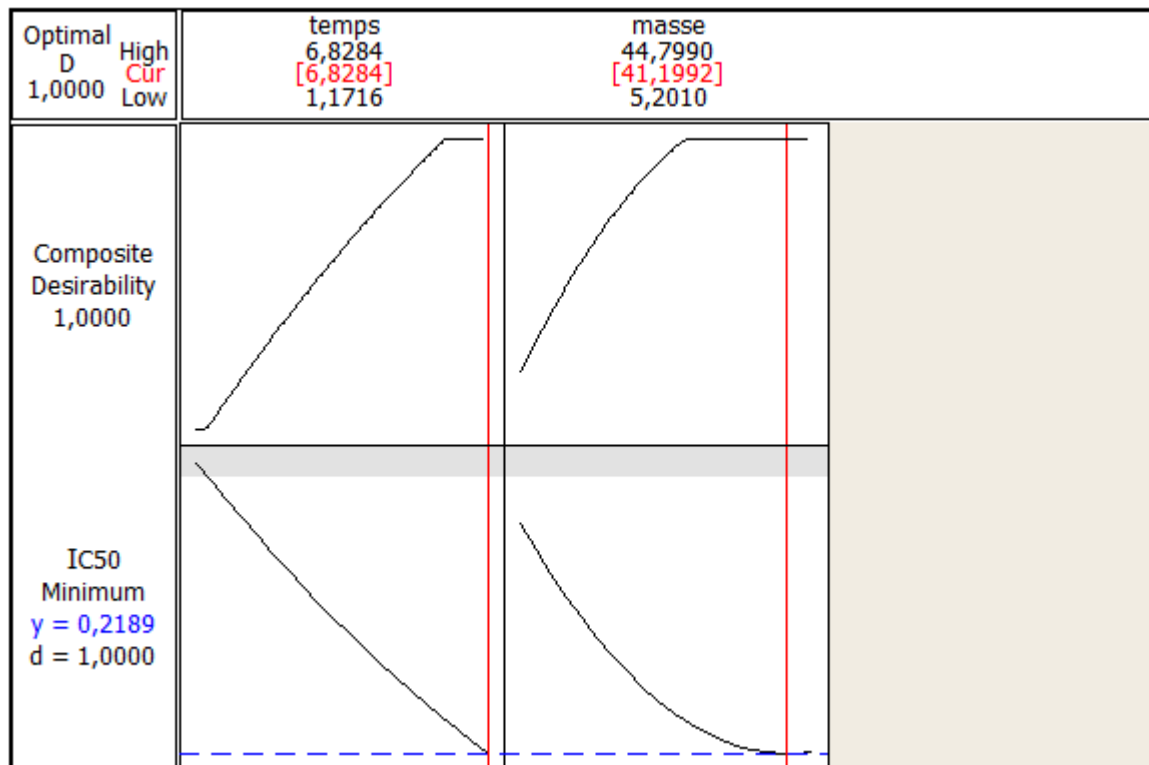


Figure 29 : Diagramme de désirabilité.

Con**clu**sion



## Conclusion

La phytothérapie traditionnelle est une source de remède par l'usage des plantes médicinales qui sont une source fiable des substances et composés naturels bioactifs connues par leurs propriétés thérapeutiques. Le présent travail a pour objectif la caractérisation physicochimique du mélange *Dittrichia viscosa* et huile d'olive vierge extra.

L'évaluation des indices de qualité des différents échantillons d'huiles d'olive qui se composent de : l'acidité et l'indice de peroxyde révèlent des valeurs qui sont dans les normes impliquée par le (COI, 2019) pour une huile d'olive vierge extra.

Le dosage des extraits phénoliques de l'huile témoin et huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* a permis de quantifier les polyphénols totaux et d'estimer leurs teneurs. L'huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* à une teneur élevée en polyphénols totaux par rapport huile témoin avec une valeur de 204,08 mg EAG/kg et 39,71 mg EAG/kg respectivement. Des différences significatives sont détectées entre les deux échantillons. L'augmentation de la teneur en polyphénols pour l'échantillon de l'huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* par rapport à l'huile témoin permis d'explorer la richesse des feuilles de *Dittrichia viscosa* en polyphénols totaux et l'enrichissement de l'huile en polyphénols.

L'activité antioxydante des extraits de l'huile témoin et huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* a été étudiée par le test de DPPH qui a révélé que l'extrait méthanolique de l'huile issue de la macération possède un effet scavenger élevé sur le radical DPPH avec un  $IC_{50}$  de 0,75 mg/mL par rapport à l'huile témoin avec un  $IC_{50}$  de 6,2mg/mL. Ces résultats sont cohérents avec ceux du dosage des polyphénols qui indique une corrélation entre l'activité antioxydant de l'huile mélangée avec les feuilles de *Dittrichia viscosa* et sa teneur en composé phénolique.

Une modélisation statistique a été entreprise par le biais d'un plan composite centré en vue de déterminer l'effet des deux paramètres opératoires pouvant influencer l'activité antiradicalaire contre le radicale DPPH par les feuilles de *Dittrichia viscosa*, nous avons trouvé que le seul facteur à effet linéaire est le temps de macération ( $X_1$ ), ce dernier exerce une influence négative sur la réponse ( $b_1 = -0,2013$ ). Selon le tracé des courbes isoréponse, il nous a été possible de délimiter deux zones où l'optimum de la réponse (l'activité antiradicalaire contre le radicale DPPH par les feuilles de *Dittrichia viscosa*) se situe dans la zone bleu foncé avec un  $IC_{50}$  de 0,225 mg/mL pour un temps de 6,828 jours et une masse de

41,1999 g et un  $IC_{50}$  de 0,369 mg/mL peut être également atteint pour un temps plus réduit de 1,175 jours et une masse de 5,79g.

Afin d'élargir cette étude, un certain nombre de points mériteraient un approfondissement, des recherches souhaitables sur les principes actifs de la plante étudiée tels qu'un dosage des pigments, et une identification par HPLC des différents polyphénols, tester d'autres méthodes d'extraction avec d'autres solvants, autrement d'autres activités sont à envisager en ce qui concerne l'activité antimicrobienne et anti-inflammatoire.



# **Références Bibliographiques**

- Ammar, I., BenAmira, A., Khemakem, I., Attia, H., & Ennouri, M. (2017).** Effect of *Opuntia ficus-indica* flowers maceration on quality and on heat stability of olive oil. *Journal of food science and technology*, 54(6), 1502-1510.
- Angerosa, F. (2002).** Influence of volatile compounds on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104(9-10), 639-660.
- Assman A. et wahburg U. (2000).** Effet des composants mineurs de l'huile d'olive sur santé. p. 53.
- Awad A., Chan K., Downie A., Fink C. (2000).** Peanuts as a source of beta-sitosterol a sterol with anticancer properties. *Nutrition and cancer*. 36: 238-241
- Baba Aïssa F. (2000).** Encyclopédie des plantes utiles. Flore d'Algérie et du Maghreb. Ed. Librairie moderne Rouïba. 252-253
- Baccouri O., Guerfel M., Baccouri B., Cerretani L., Bendini A., Lercker G., Zarrouk M. and Ben Miled D. D. 2008c.** Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food Chemistry*, 109:743-754.
- Benlemlih, M., Ghanam, J. (2012).** Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé. Macro-pietteur éd., Embourg (Belgique).
- Benrachou N. (2013).** Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien. Thèse de Doctorat en Biochimie Appliquée. Université Badji Mokhtar Annaba, 112 p.
- Benyahia A. (2014).** Contribution à l'étude photochimique et activités biologique de deux plantes médicinales *Inula viscosa* et *Inula Montana*. Master En Chimie. Université aboubakr belkaid - Tlemcen, 53p.
- Berra B. (1998).** Les composants mineurs de l'huile d'olive : aspects biochimiques et nutritionnels. *Olivae*. 73 : 29-30.
- Bock B. (2015).** Fiche de la flore de *Dittrichia viscosa* subsp. *Viscosa*. *Tela botanica* vol 3 : pp6
- Bouassila, L., & Mayouf, M. (2017).** Etude physicochimique et évaluation de l'activité antioxydante et antibactérienne de trois types d'huile d'olive issus de différentes méthodes d'extraction dans les régions de Kadiria et Lakhdaria de la Wilaya de Bouira (Doctoral dissertation, Université de Bouira).
- Boulfane, S., Maata, N., Anouar, A., & Hilali, S. (2015).** Caractérisation physicochimique des huiles d'olive produites dans les huileries traditionnelles de la région de la Chaouia-Maroc. *Journal of Applied Biosciences*, 87, 8022-8029.



- Boumaza Dj., 2011.**séparation et caractérisation chimique de quelques biomolécules actives de deux plante médicinales : *Inula viscosa*, *Rosmarinus officinalis* de la région d'Oran. Thèse de Magister. Chimie organique. Université d'oran.62p
- Brenes M., Hidalgo F.J., García A., Ríos J.J., García P., Zamora R. et Garrido A. (2000).** Pinoresinol and 1-acetoxypinoresinol, two new phenolic compounds identified in olive oil. *Journal of American Oil Chemists Society*, 77(7): 715-720
- Carralafuente E. L. 2003.** Les bienfaits de l'huile d'olive. *Diabetes Voice*, 48 (4): 36-38.
- Chaaben, H., Motri, S., & Ben Selma, M. Z. (2015).** Etude des Propriétés Physico-chimiques de l'Huile de Fruit de *Laurus nobilis* et Effet de la Macération par les Fruits et les Feuilles de *Laurus nobilis* sur les Propriétés Physico-Chimiques et la Stabilité Oxydative de l'Huile d'Olive. *J. New Sci. Agric. Biotechnol. JS-INAT*, 8, 873-880.
- Chahmi, N., Anissi, J., Jennan, S., Farah, A., Sendide, K., & El Hassouni, M. (2015).** Antioxidant activities and total phenol content of *Inula viscosa* extracts selected from three regions of Morocco. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 5(3), 228-233.
- Christophoridou, S., & Dais, P. (2009).** Detection and quantification of phenolic compounds in olive oil by high resolution 1H nuclear magnetic resonance spectroscopy. *Analytica Chimica Acta*, 633(2), 283-292.
- Cichelli A. and Pertesana G. P. 2004.** High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometric approach to variety classification. *Journal of Chromatography*, 1046:141-146.
- Condé, M and Philcox, R. (2008).** Victoire, les saveurs et les mots. Gallimard.
- Debib, A., Tir-Touil, M. A., Meddah, B., Hamaidi-Chergui, F., Menadi, S., & Alsayadi, M. S. (2018).**Evaluation of antimicrobial and antioxidant activities of oily macerates of Algerian dried figs (*Ficus carica L.*). *International Food Research Journal*, 25(1), 351-356.
- Diabate, S., Konan, K. E., Allou, D., Coulibaly, O. A., & De Franquville, H. (2009).** Performance de deux techniques d'extraction des phénols racinaires pour l'évaluation du marquage de la tolérance à la fusariose des clones de palmier à huile (*Elaeis guineensis* Jacq.). *Sciences & Nature*, 6(2).
- Djelloul, M. C. E. B., Amrani, S. M., Rovellini, P., & Chenoune, R. (2020).**Phenolic compounds and fatty acids content of some West Algerian olive oils. *Comunicata Scientiae*, 11, e3247-e3247.
- Dor E., Hershenhorn J. (2012).** All opathique effets of *Inula viscosa* leaf extracts on weeds. *Allelopathy Journal* ,30(2) :281-290.
- Edwin N, FRANKEL. (2011).** Nutritional and biological properties of extra virgin olive oil.

Journal of agricultural and food chemistry, 59(3): 785-792.

**Fedeli E. (1997).** Technologie de production et de conservation de l'huile. In : Encyclopédie mondiale de l'olivier. Ed. Plaza et Janes, pp. 253-273.

**Gharred, N., Dbeibia, A., Falconieri, D., Hammami, S., Piras, A., & Dridi-Dhaouadi, S. (2019).** Chemical composition, antibacterial and antioxidant activities of essential oils from flowers, leaves and aerial parts of Tunisian *Dittrichia Viscosa*. *Journal of Essential Oil Research*, 31(6), 582-589.

**Gharreda N., Dbeibia A., Falconieri D., Hammami S., Piras A., Dridi S.(2019).** Chemical composition, antibacterial and antioxidant activities of essential oils from flowers, leaves and aerial parts of Tunisian *Dittrichia Viscosa*. *JOURNAL OF ESSENTIAL OIL RESEARCH*.

**Giuffrida D., Salvo F., Salvo, A., La Pera L., & Dugo G. (2007).** Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various sicilian olive varieties. *Food chemistry*, 101(2), 833-837.

**Gökbulut, A., Özhana, O., Satılmış, B., Batçioğlu, K., Günel, S., & Şarer, E. (2013).** Antioxidant and antimicrobial activities, and phenolic compounds of selected *Inula* species from Turkey. *Natural product communications*, 8(4), 1934578X1300800417.

**Goupy J. (1999).** PLANS D'EXPERIENCES POUR SURFACES DE REPONSE. EDITION DUNOD, Paris. 3, 5, 14p 253.

**Grauso L., Cesarano G., Zotti M., Ranesi M., Sun W., Bonanomi G., LanzottiV. (2019).** Exploring *Dittrichia viscosa* (L.) Greuter phytochemical diversity to explain its antimicrobial, nematocidal and insecticidal activity. *Journal. Department of Agricultural Sciences, University of Naples Federico II, Via Universita 100, 80055 Portici, NA, Italy.*

**Gueribis F. (2020).** Extraction et purification de métabolites purs de *Dittrichia (Inula) viscosa* (L.) Greuter et Evaluation de leur activité biologique à l'égard de quelques bio-agresseurs des cultures.Thèse de doctorat Sciences Agronomiques. ÉCOLE NATIONALE SUPERIEURE AGRONOMIQUE – EL HARRACH- ALGER.96p

**Guo, Z., Jia, X., Zheng, Z., Lu, X., Zheng, Y., Zheng, B., & Xiao, J. (2018).** Chemical composition and nutritional function of olive (*Olea europaea* L.): A review. *Phytochemistry Reviews*, 17(5), 1091-1110.

**Haoui I., Derriche R., Madani L., Oukali Z. (2015).**Analysis of the chemical composition of essential oil from Algerian *Inula viscosa* (L.) Aiton. *Arabian Journal of chemistry*, vol 8, N° 4. P587-590.

**Henry S. (2003).** L'huile d'olive: son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en

cosmétique (Doctoral dissertation, UHP-Université Henri Poincaré).

**Jihad F., Guasmi F., Ben Mohamed M., Ben Ali S., Triki T., Guesmi A., Zammouri T., Lahzein M., Nagaz K. (2016).** Comparaison de la composition physicochimique d'huile d'olive chez la variété Chemlai sous l'effet d'irrigation. *Revue des Régions Arides* n°43 (3/2017).

**Jihed, F., Ferdaws, G., Mbarka, B. M., Sihem, B. A., Tebra, T., Amel, G., & Kamel, N. (2016)** Comparaison de la composition physicochimique d'huile d'olive chez la variété Chemlai sous l'effet d'irrigation.

**Kalua C. M., Allen M.S., Bedgood JR D.R., Bishop A.G., Prenzler P. D & Robards K. (2007).** Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chemistry*. 100 (2007) 273-286

**Kratz M., Cullen P., Kannenberg F., Kassner A., Fobker M., Abuja P. M., Assmann G, Wahrburg U. (2002).** Effect of dietary fatty acids on the composition and oxidizability of low-density lipoprotein

**Lopez, S., Bermudez, B., Montserrat-de la paza, S., Jaramillo, S., Varela, L., M., Ortega-Gomez, A., Abia, R. & Muriana, J. G. F. (2014).** Membrane composition and dynamics: A target of bioactive virgin olive oil constituents. *Biochimica et Biophysica Acta*, 1838, 1638-1656.

**Molyneux Philip., (2004).** The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *J Sci Technol* 26, 212-219.

**Montesano, D., Rocchetti, G., Cossignani, L., Senizza, B., Pollini, L., Lucini, L., & Blasi, F. (2019).** Untargeted metabolomics to evaluate the stability of extra-virgin olive oil with added *Lycium barbarum* carotenoids during storage. *Foods*, 8(6), 179.

**Moreno Esteban, B., Solís.D.A, L. (2015).** L'huile d'olive, pierre angulaire du régime alimentaire méditerranéen. *Journal officiel du Conseil oléicole international*, 49.

**Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guérère M. et Artaud J. (2004).** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. In *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, 965 : 169-196.

**Ostlund R.E, 2002.** Phytosterols in human nutrition. *Annual Review of Nutrition* 22, 533-549.

**Ozil P. (1997).** Plans d'expériences : méthode de TAGUCHI. E.N.S d'électrochimie et d'Electrometallurgie INPG.

**Ozkan E., Pehlivan Karakas F., Yildirim A., Tas I., Eker I., Yavuz M., Turker A.(2019).** Promising medicinal plant *Inula viscosa*L : Antiproliferative, antioxidant, antibacterial and

phenolic profiles. Journal DOI: 10.23751/pn.v21i3.7186

**Paola D., Torres-Peña J., Galeano-Valle F., Pérez-Caballero A., Demelo-Rodríguez P., José Lopez-M., Katsiki N., Delgado-Lista J., Alvarez-Sala-Walther L.(2019).** The Fluid Aspect of the Mediterranean Diet in the Prevention and Management of Cardiovascular Disease and Diabetes: The Role of Polyphenol Content in Moderate Consumption of Wine and Olive Oil. Journal/Nutriments 10.3390/nu11112833.

**Parolin P., M Ion Scotta., C Bresch. (2014).** Biology of *Dittrichia viscosa*, a Mediterranean ruderal plant.Review. N ISSN 0031 9457 (2014) 83: 251-262.

**Psomiadou E., Tsimidou M. et Boskou D. (2000).**  $\alpha$ -tocopherol content of Greek virgin olive oils. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 48 (5): 1770 -1775.

**Ramli B., 2013.**Extraction des flavonoïdes de la plante *Inula viscosa* de la région d’Oran et mise en évidence de l’activité microbienne. Thèse de Magister en chimie spécialité chimie moléculaire. Université d’Oran .77p

**Rhimi w., Ben Saleml., Roberta L., Chaabaned H., Mouldi S., BouliladA., CafarchiaC. (2018).** *Dittrichia viscosa* L. leaves lipide extract: An unexploited source of essential fatty acids and tocophérols with antifungal and anti-inflammatory propertie. Journal 113 (2018)196-201.

**Rinat B., Margalit B., Shlomo G., Naiel A., Lital S., Fuad F. (2019).** *Inula viscosa* Extract Inhibits Growth of Colorectal Cancer Cells in vitro and in vivo through induction of Apoptosis.Article 227.volume 9.

**Salvador M. D., Aranda F., Gomez-Alonso S. et Fregapane G. (2003).** Influence of extraction system, production year and area on Cornicabra virgin olive oil : a study of five crop seasons. Food Chemistry. 80 : 359-366.

**Samaniego-Sanchez C., Troncoso Gonzalez A.M., Garcia-Parrilla M.C., Quesada Granados J.J., L’opez Garcia de la Serrana H. and Lopez Martinez M.C. (2007).** Different radical scavenging tests in virgin olive oil and their relation to the total phenol content. Analytica Chimica Acta, 593:103–107.

**Schwartz H., Ollilainen V., Piironen V., & Lampi A. M. (2008).** Tocopherol, tocotrienol and plant sterol contents of vegetable oils and industrial fats. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21(2), 152-161.

**Sherwin E.R. (1976).** Antioxidants for vegetable oils. Journal of the American Chemical Society, 53: 430-436.

**Smith, T.J., Yang, G., Seril, D.N., Liao, J., Kim, S. (1998).** Inhibition of 4-(methylnitrosamino)-1-(3-pyridyl)-1-butanone-induced lung tumorigenesis by dietary olive

oil and squalene. *Carcinogenesis* 19, 703-706.

**Zaki M., Loubidi M., Oukhrib A., Mallouk S. (2020).** Natural products from *Dittrichia viscosa*. Mini-Review. Laboratoire de Chimie Physique & Chimie Bioorganique, Département de Chimie, URA C 22, Pole RePAM, F. S. T. Université Hassan II de Casablanca. Maroc. ISSN : 2605-6895

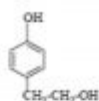
**Zeguerrou R., Guesmia H., Lahmadi S., 2013-** Recueil des plantes médicinales dans la région des Ziban. Edition Dar El Houda, Algérie. ISBN : 978-993.



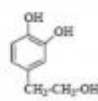
# **Annexes**

**Annexe 1: Principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Ollivier 2004).**

**Les alcools phénoliques**



Tyrosol

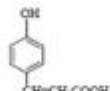


Hydroxytyrosol

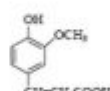
**Les acides phénoliques**



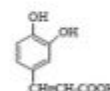
Acide vanillique



Acide p-coumarique

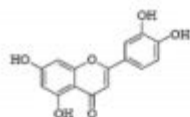


Acide férulique

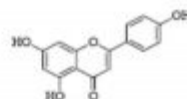


Acide caféique

**Les flavonoïdes**

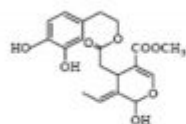


Lutéoline

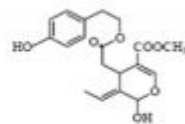


Apigénine

**Les sécoiridoïdes**

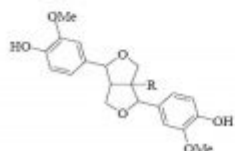


Oleuropéine aglycone



Ligstroside aglycone

**Les lignanes**



R=H Pinorésinol  
R=OCOCH<sub>3</sub> 1-acétoxy-pinorésinol

**Annexe 2 : Table de Student (Goupy ; 1999 et Ozil ; 1997)**

Unilatéral Bilatéral	<b>0.01</b> <b>0.20</b>	<b>0.05</b> <b>0.10</b>	<b>0.025</b> <b>0.05</b>	<b>0.01</b> <b>0.02</b>	<b>0.005</b> <b>0.01</b>
<b>1</b>	3,08	6,31	12,7	31,8	63,7
<b>2</b>	1,89	2,92	4,30	6,97	9,92
<b>3</b>	1,64	2,35	3,18	4,54	5,84
<b>4</b>	1,53	2,13	2,78	3,75	4,60
<b>5</b>	1,48	2,02	2,57	3,37	4,03
<b>6</b>	1,44	1,94	2,45	3,14	3,71
<b>7</b>	1,42	1,90	2,37	3,00	3,50
<b>8</b>	1,40	1,86	2,31	2,90	3,36
<b>9</b>	1,38	1,83	2,26	2,82	3,25
<b>10</b>	1,37	1,81	2,23	2,76	3,17
<b>11</b>	1,36	1,80	2,20	2,72	3,10
<b>12</b>	1,36	1,78	2,18	2,68	3,06
<b>13</b>	1,35	1,77	2,16	2,65	3,01
<b>14</b>	1,35	1,76	2,15	2,62	2,98
<b>15</b>	1,34	1,75	2,13	2,60	2,95
<b>16</b>	1,34	1,75	2,12	2,58	2,92
<b>17</b>	1,33	1,74	2,11	2,57	2,90
<b>18</b>	1,33	1,73	2,10	2,55	2,88
<b>19</b>	1,33	1,73	2,09	2,54	2,86
<b>20</b>	1,33	1,73	2,09	2,53	2,85
<b>21</b>	1,32	1,72	2,08	2,52	2,83
<b>22</b>	1,32	1,72	2,07	2,51	2,82
<b>23</b>	1,32	1,71	2,07	2,50	2,81
<b>24</b>	1,32	1,71	2,06	2,49	2,80
<b>25</b>	1,32	1,71	2,06	2,49	2,79
<b>26</b>	1,32	1,71	2,06	2,48	2,78
<b>27</b>	1,31	1,70	2,05	2,47	2,77
<b>28</b>	1,31	1,70	2,05	2,47	2,76
<b>29</b>	1,31	1,70	2,05	2,46	2,76
<b>30</b>	1,31	1,70	2,04	2,46	2,75
<b>40</b>	1,30	1,68	2,02	2,42	2,70
<b>∞</b>	1,28	1,65	1,96	2,33	2,58



### Annexe 3 : Table de Fisher (Goupy ; 1999 et Ozil ; 1997)

Valeurs des 95<sup>nièmes</sup> centiles (niveaux 0.05)

F0.95 pour la distribution F

V <sub>1</sub> → V <sub>2</sub> ↓	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	24	30	∞
1	161	200	216	225	230	234	237	239	241	242	244	246	248	249	250	254
2	18.5	19.0	19.2	19.2	19.3	19.3	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.4	19.5	19.4	19.5
3	10.1	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.74	8.7	8.66	8.64	8.62	8.53
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.0	5.96	5.91	5.86	5.80	5.77	5.75	5.63
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.68	4.62	4.56	4.53	4.50	4.37
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.00	3.94	3.87	3.84	3.81	3.67
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.57	3.51	3.44	3.41	3.38	3.23
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.28	3.22	3.15	3.12	3.08	2.93
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.07	3.01	2.94	2.90	2.86	2.71
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.91	2.85	2.77	2.74	2.70	2.54
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.79	2.72	2.65	2.61	2.57	2.40
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.8	2.75	2.69	2.62	2.54	2.51	2.47	2.30
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.60	2.53	2.46	2.42	2.38	2.21
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.7	2.65	2.60	2.53	2.46	2.39	2.35	2.31	2.13
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.48	2.40	2.33	2.29	2.25	2.07
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.42	2.35	2.28	2.24	2.19	2.01
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.38	2.31	2.23	2.19	2.15	1.96
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.34	2.27	2.19	2.15	2.11	1.92
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.31	2.23	2.16	2.11	2.07	1.88
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.28	2.20	2.12	2.08	2.04	1.84
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.25	2.18	2.10	2.05	2.01	1.81
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.23	2.15	2.07	2.03	1.98	1.78
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.20	2.13	2.05	2.01	1.96	1.76
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.18	2.11	2.03	1.98	1.94	1.73
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.16	2.09	2.01	1.96	1.92	1.71
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.15	2.07	1.99	1.95	1.9	1.69
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.2	2.13	2.06	1.97	1.93	1.88	1.67
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.12	2.04	1.96	1.91	1.87	1.65
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.10	2.03	1.94	1.90	1.85	1.64
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.09	2.01	1.93	1.89	1.84	1.62
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	2.00	1.92	1.84	1.79	1.74	1.51
60	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04	1.99	1.92	1.84	1.75	1.70	1.65	1.39
120	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.18	2.09	2.02	1.96	1.91	1.83	1.75	1.66	1.61	1.55	1.25
∞	3.84	3.00	2.60	2.37	2.21	2.10	2.01	1.94	1.88	1.83	1.75	1.67	1.57	1.52	1.46	1.0

V<sub>1</sub> : Degrés de liberté au numérateur

V<sub>2</sub> : Degrés de liberté au dénominateur

## Résumé

L'objectif de ce travail est la caractérisation physico-chimique du mélange de *Dittrichia viscosa* et d'huile d'olive extra vierge. Dans notre travail nous nous sommes intéressés à l'étude de certains paramètres tels que les teneurs en composés phénoliques et l'activité antioxydante ainsi que les différents indices de qualité des échantillons d'huile d'olive avant et après macération avec les feuilles d'inule visqueuse. L'optimisation de deux paramètres opératoires pouvant influencer l'activité antioxydante des échantillons d'huiles a été réalisée par le biais d'un plan composite centré (CCD). Le tracé des courbes isoréponses ainsi que le diagramme de désirabilité nous ont permis d'obtenir les valeurs l'activité antioxydante optimales de ces deux paramètres opératoires. Les résultats des indices de qualité des différents échantillons d'huile d'olive ont permis de la classer dans la catégorie huile d'olive vierge extra. Les résultats obtenus relèvent que l'enrichissement de l'huile d'olive par les feuilles de *D.viscosa* engendre une forte augmentation de la teneur en composés phénoliques ainsi qu'une importante amélioration de l'activité antioxydante qui est dû à la libération des antioxydants présents dans les feuilles de la plante.

**Mots clés :** Huile d'olive, *Dittrichia viscosa*, Activité antioxydante, Composés phénoliques, Plan d'expériences.

## Abstract

The aim of this work is characterization physicochemical of the mixture of *Dittrichia viscosa* and extra virgin olive oil. In this work we were interested in the study of certain parameters such as the content of phenolic compounds and the antioxidant activity as well as the different quality indices of the samples of olive oil before and after maceration with the leaves of viscous inula. The optimization of two operating parameters that can influence the antioxidant activity of the oil samples was achieved through a centered composite design (CCD). The plotting of the isoreponse curves as well as the desirability diagram allowed us to obtain the optimal antioxidant activity values for these two operating parameters. The results of the quality indices of the different samples of olive oil allowed it to be classified in the category extra virgin olive oil. The results obtained show that the enrichment of olive oil by the leaves of *Dittrichia viscosa* generates a strong increase in the content of phenolic compounds as well as a significant improvement in the antioxidant activity which is due to the release of antioxidants found in the leaves of the plant.

**Key words:** Olive oil, *Dittrichia viscosa*, Antioxidant activity, Phenolic compounds, Experimental design.