

Université A. MIRA - Bejaïa

Faculté des Sciences Exactes



جامعة بجاية
Tasdawit n Bgayet
Université de Béjaïa

Mémoire de Master

Présenté par :

- Ferchouli Massinissa
- Chebira Abdelmalek

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

Spécialité : Chimie Analytique

Thème :

*Extraction de l'huile essentielle de la plante
Ruta montana et l'étude de son effet
antioxydant sur l'huile d'olive*

Soutenu le :

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Sifaoui Hocine	Chimie	Président
Idjouadiene Lynda	Chimie	Examinatrice
M ^{elle} BOUKEHIL Ghouzala	Chimie	Encadrant

2021-2022

Remerciements

*Notre première gratitude va au tout-puissant **ALLAH** الله, le créateur du tout, pour nous avoir donné la vie, le bénédiction et la force pour accomplir ce travail.*

*Nous adressons nos sincères remerciements tout particulièrement à notre encadrante **Dr BOUKHIL.G.** d'avoir accepté de nous encadrer, nous la remercions pour sa disponibilité et son aide tout le long de ce modeste travail, ses bons conseils, ses immenses contributions, ses critiques constructives, sa patience et sa compréhension.*

*Nous tenons également à exprimé nos sincères remerciements aux membres de jury, au **pr SIFAOUI .H.** qui nous à fait l'honneur de sa présence en acceptant de présider le jury de cette soutenance, et **Dr IDJOUADIENE.L.** D'avoir accepter de faire partie des membres du jury et d'avoir eu l'amabilité d'examiner ce travaille.*

Nous remercions aussi l'ensemble de personnel du laboratoire d'analyse de génie des procédés et l'ensemble de personnel du département de chimie de l'université de Béjaia pour leur gentillesse et leurs soutiens.

Nous tenons à remercier profondément tous ceux qui ont participé de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

Sans oublier l'ensemble des enseignants ayant contribués à notre formation durant notre sycle d'étude.

Dédicaces

Je dédie ce travail :

*(L'aide de Dieu tout puissant, qui trace le chemin de ma vie j'ai pu arriver
à réaliser ce travail.)*

*A mes très chers parents qui ont toujours été là pour moi, j'espère qu'ils
trouveront dans ce travail tout ma reconnaissance .Que Dieu vous bénisse
et vous garde en bonne santé .*

A mes chères frères : Seyfeddine, Mmohiyaddine, Abdelghani, Sid ali

A ma très chère sœur : Nedjla

A toute ma famille sans exception

A tous mes amis surtout Abdennasser

*A mon binome Massinissa qui ma beaucoup aidé, notamment lors de ma
premier année d'études à l'université de Bejaia*

A tous les étudiants de ma promotion master II 2022 Chimie Analytique

Abdelmalek

Dédicaces

Je me dois d'avouer pleinement ma reconnaissance à toutes les personnes qui m'ont soutenu durant mon parcours, qui ont su me hisser vers le haut pour atteindre mon objectif. C'est avec amour, respect et gratitude que je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents qui m'ont toujours encouragé, pour leurs sacrifices, leurs soutiens et leurs précieux conseils durant toute ma vie. Que Dieu vous bénisse et vous garde en bonne santé.

*A ma chère **sœur Nora** qui m'a toujours soutenu.*

*A mes chers **frères Juba, Yani et Aylane**, pour vos encouragements qui m'ont été d'un grand soutien. Vous vous êtes montrés de bons conseils.*

*A mon oncle **Aziz** et A sa femme **Zakia***

*A ma tante **Chrifa***

*A mes **grand-parents**,*

*A mes oncles et à mes tantes maternelles et leurs familles particulièrement ma tante **Samia** pour son soutien et encouragement.*

*A mon cher ami **Doudin***

*A mon binôme **Abdelmalek** avec qui j'ai vécu des bons moments au cours de cette année, ainsi qu'à sa famille.*

*A toute la **promotion 2022***

Massinissa

Liste des abréviations

A : Absorbance

Ac : Acide

ATR : Attenuated Total Refractance (La réfraction totale atténuée)

CG : Corps gras

C° : Degré Celsius

COI : Conseil oléicole internationale

CA : Codex Alimentarius

cm : Centimètre

d : Densité

IE : Indice d'ester

IP : Indice de peroxyde

IR : Infrarouge

I_A : Indice d'acide

I_S : Indice de saponification

j : Jour

g : Gramme

g/mol : Gramme par mol

KI : Iodure de potassium

HO : Huile d'olive

HE : Huile essentielle

MéqO₂/Kg : Milliéquivalent d'O₂ par Kilogramme

MG : Matière grasse

mg : Milligramme

m : Masse

ml : Millilitre

nm : Nanomètre

N : Normalité

n_d^t : Indice de réfraction à la température t

UV-Visible : Ultra-violet visible

V : Volume

% : Pourcentage

dcm : Décimètre

KI : Iodure de potassium

min : Minute

mm : Millimètre

nm : Nanomètre

ppm : Partie par million

P : Prise d'essai en gramme

Rdt : Rendement

Tr. : Temps de rétention

λ : Valeur de la longueur d'onde

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition chimique de l'olive (%).....	20
Tableau 2 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive	21
Tableau 3 : Produits chimiques utilisés	23
Tableau 4 : Rendement des HEs de Ruta montana obtenus par hydro distillation	35
Tableau 5 : Propriété organoleptique de l'HEs de la plante Ruta montana.....	36
Tableau 6 : La valeur de la densité d'huile essentielle extraite.....	37
Tableau 7 : La valeur de l'indice de réfraction d'huile essentielle extraite.....	37
Tableau 8 : Les valeurs des absorbances de la longueur d'onde λ (nm).....	38
Tableau 9 : pH de l'huile essentielle.....	39
Tableau 10 : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR	41
Tableau 11 : Position et identification des bandes observées par l'analyse IR de l'HO à 0j.....	48
Tableau 12 : Position et identification des bandes observées par l'analyse IR de l'huile pour les pourcentages HO/HE.....	49

Liste des figures

Figure 1 : Structure du mono terpène	5
Figure 2 : Exemple des structures de mono terpène.....	6
Figure 3 : Exemple des structures de sesquiterpènes.....	6
Figure 4 : Exemple des structures des composés aromatiques.....	7
Figure 5 : Montage d'hydrodistillation	8
Figure 6 : Montage d'entraînement à la vapeur.....	9
Figure 7 : Montage d'extraction par solvants.....	9
Figure 8 : Formule générale de triglycéride.....	11
Figure 9 : Constituants des huiles végétales.....	13
Figure 10 : Plante de Ruta montana.....	18
Figure 11 : Différentes partie d'olive.....	19
Figure 12 : Huile d'olive.....	20
Figure 13 : Dispositif d'hydrodistillation.....	24
Figure 14 : Dispositif de décantation.....	25
Figure 15 : Dispositif d'évaporation.....	25
Figure 16 : Réfractomètre	28
Figure 17 : Spectrophotomètre UV-visible.....	33
Figure 18 : Spectrophotomètre IR-ATR.....	34
Figure 19 : Spectre infrarouge de l'huile essentielle de Ruta montana.....	40
Figure 20 : Variation de la densité des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HE	42
Figure 21 : Variation de la densité des échantillons en fonction du temps.....	42
Figure 22 : Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction de la Concentration HO/HE.....	43
Figure 23 : Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage	44
Figure 24 : Variation de l'indice acide des échantillons d'huiles extrait en fonction de la concentration HO/HE	44
Figure 25 : Variation de l'indice d'acide des échantillons des huiles en fonction du temps de stockage.....	45

Figure 26 : Variation de l'indice de peroxyde des echantillons de l'huile en fonction de la concentration HO/HE.....	46
Figure 27 : Variation de l'indice de peroxyde des echantillons de l'huile en fonction du temps de stockage.....	46
Figure 28 : Variation de l'absorbance des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HE à 232 nm 270 nm	47
Figure 29 : Spectre IR de l'huile d'olive pure a 0 j.....	48
Figure 30 : Les spectres IR des échantillons préparés à 21 jours de stockage HO/HE.....	49

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction..... 1

Chapitre I : Généralités sur les huiles

I.1.Introduction 3

I.2. Les huiles 3

I.2.1. Les huiles essentielles 3

I.2.1.1. Définition 3

I.2.1.2. Localisation des huiles essentielles 4

I.2.1.3. Propriétés des huiles essentielles..... 4

I.2.1.4.Critères de qualité des huiles essentielles 4

I.2.1.5. Composition chimique des huiles essentielles 5

I.2.1.6.Méthode d'extraction des HE..... 7

I.2.1.7. Principaux domaines d'application 10

I.2.1.8. Toxicité des huiles essentielles..... 11

I.3.Les huiles végétales (Huiles grasses) 11

I.3.1.Définition 11

I.3.2. Composition... 12

I.3.3. Caractéristiques des huiles végétales 13

I.3.4. Rôle des huiles végétales 14

I.3.5. Utilisation des huiles végétales 15

I.3.6.Procédures d'enrichissement d'huile d'olive..... 15

Chapitre II : Généralités sur les plantes utilisées

II.1. Introduction	17
II.2. Présentation des plantes	17
II.2.1. La Rue	17
II.2.1.1. Description de la plante	17
II.2.1.2. Différentes espèces de la Rue	17
II.2.1.3. Ruta montana	18
II.2.1.4. Usage médical	19
II.2.2. Olive	19
II.2.2.1. Description de l'olive	19
II.2.2.2. Composition chimique	20
II.2.2.3. Huile d'olive	20

Chapitre III : Matériel et méthodes

III.1. Produits chimiques utilisés	23
III.1.1. Matériel végétale	24
III.2. Extraction de l'huile essentielle de la Ruta montana	24
III.2.1. Hydrodistillation	24
III.2.2. Décantation	25
III.2.3. Evaporation du solvant	25
III.2.4. Calcul de rendement	26
III.3. Analyses physico-chimiques	26
III.3.1. Analyse physique	26
III.3.1.1. Densité	26
III.3.1.2. Indice de réfraction	27

III.3.2. Analyse chimique	28
III.3.2.1. Indice d'acide	28
III.3.2.2. Indice de saponification	29
III.3.2.3. Indice d'ester	30
III.3.2.4. Indice de peroxyde	30
III.3.2.5. Indice d'iode	31
III.4. Analyse spectroscopique	33
III.4.1. Spectrophotométrie UV-Visible	33
III.4.2. Spectroscopie Infrarouge à transformation de fourier	34

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Extraction de l'huile essentielle de Ruta montana	35
IV.1.1. Rendement d'extraction	35
IV.1.2. Caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques	36
IV.1.2.1. Caractéristique organoleptique	36
IV.1.2.2. Caractéristiques physico-chimiques	37
IV.1.3. Analyses spectroscopiques	40
IV.2. Enrichissement de l'huile d'olive par huile de Ruta montana	41
IV.2.1. Analyse physico-chimique	41
IV.2.1.1. Analyse physique	41
IV.2.1.2. Analyse chimique	44
IV.2.2. Analyse spectroscopique	47
IV.2.2.1. Spectrophotométrie UV-Visible	47
IV.2.2.2. Spectroscopie Infrarouge à transformé de fourier	48
Conclusion	50

Références Bibliographiques

Résumé



Introduction

Introduction

La dégradation oxydative des lipides est l'un des principaux facteurs limitant la durée de conservation des produits alimentaires. La maîtrise de l'oxydation est indispensable pour protéger les aliments de la dégradation qui peut avoir des conséquences indésirables aux consommateurs. Parmi les diverses solutions technologiques possibles, l'addition d'agents antioxydants aux huiles et aux aliments riches en lipides qui est pratiquée depuis forts longtemps. Toutefois, les antioxydants synthétiques comme le Butylhydroxytoluène (BHT) et le Butylhydroxyanisol (BHA) ont des effets négatifs sur la santé humaine et sont volatiles à haute température [1].

L'ampleur de ce problème a fait que les antioxydants naturels sont de plus en plus recommandés pour remplacer les antioxydants synthétiques [1]. Outre leur utilisation comme additifs aromatiques dans les aliments, les huiles essentielles (HE) de plantes aromatiques ont montré qu'elles pouvaient être utilisées en petites quantités dans les systèmes alimentaires contenant des graisses pour prévenir ou retarder certains types de détérioration chimique, et de minimiser ou d'éviter l'utilisation d'additifs alimentaires synthétiques [2].

Les huiles essentielles, qui sont des métabolites secondaires produits dans les différents tissus des plantes médicinales, sont des mélanges complexes de composés volatils tels que les terpènes (Principalement des monoterpènes et des sesquiterpènes), des phénols et des alcools [3]. Grâce à leur composition chimique, les huiles essentielles possèdent de nombreuses activités biologiques (antioxydante, anti-inflammatoire, antimicrobienne, insecticides ... *etc.*) d'un grand intérêt pour les industries alimentaires et cosmétiques, ainsi que dans le domaine de la santé humaine [5]. En général, Les huiles essentielles sont extraites de diverses plantes médicinales et aromatiques.

La flore algérienne est caractérisée par sa grande diversité : Méditerranéenne, semi- aride et désertique. Cette flore est estimée à plus de 3000 espèces appartenant à différentes familles botaniques. Les espèces riches en essences se trouvent surtout chez les Conifères, Myrtacées, Labiées, Umbellifères et Rutacées au niveau de différents organes de la plante [6].

Dans notre travail, nous nous sommes intéressés à la caractérisation physico-chimique et organoleptique d'une huile essentielle de la plante aromatique et médicinale de la famille Rutaceae (*Ruta montana*) et l'étude de son effet antioxydant sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive.

Ce travail a été structuré en deux parties :

- ✓ La première partie est consacrée à une synthèse bibliographique qui donne une approche et des généralités sur les huiles (essentielles et végétales) et les plantes utilisées.

✓ Dans la deuxième partie sont cités les modes opératoires réalisés pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques et spectrales des huiles étudiées et la discussion des résultats obtenus.

Enfin, nous terminerons cette étude par une conclusion et quelques perspectives.



Chapitre I

Généralités sur les huiles

Chapitre I : Généralités sur les huiles

I.1. Introduction

Depuis les temps les plus reculés, l'être humain a eu recours aux plantes non seulement pour se nourrir, se vêtir, se parfumer, se chauffer, mais également pour se soigner [7].

En effet, les plantes renferment des substances chimiques de structure, de rôle et d'utilisation variés qui font partie des constituants du métabolisme primaire et ceux du métabolisme secondaire qu'on appelle principes actifs [8]. Les huiles essentielles ou essences végétales extraites des plantes comptent parmi les plus importants de ces principes actifs en raison de leurs multiples et diverses applications. Elles se différencient des huiles grasses, par leurs propriétés physiques et leur composition, du fait qu'elles se volatilisent à la chaleur et que les taches sur le papier sont passagères [9].

I.2. Les huiles

I.2.1. Les huiles essentielles

II.2.1.1. Définition

Les huiles essentielles (HE) ou essences végétales sont des substances odorantes volatiles contenues dans les végétaux supérieurs, dégagent une odeur caractéristique. Ce sont des produits huileux donc de nature hydrophobe, extraits de matière végétale, soit par distillation à la vapeur d'eau, soit par expression, enfleurage ou infusion.

La pharmacopée française donne une définition officielle des huiles essentielles : « Produits de composition généralement assez complexe renfermant les principes volatils contenus dans les végétaux et plus ou moins modifiés au cours de la préparation. Pour extraire ces principes volatils, il existe divers procédés. Deux seulement sont utilisables pour la préparation des essences officinales : celui par distillation dans la vapeur d'eau de plantes à essences ou de certaines de leurs organes, et celui par expression ». Selon les normes AFNOR NF T 75-006 définit l'huile essentielle comme : « un produit obtenu à partir d'une matière première végétale, soit par entraînement à la vapeur d'eau, soit par Hydrodistillation. L'huile essentielle est séparée de la phase aqueuse par des procédés physiques ». Les huiles essentielles sont responsables de l'odeur caractéristique de la plante [10].

Le terme **huile** provient du fait que les substances volatiles sont visqueuses, essentielle reflète le caractère des odeurs que dégage les plantes.

Les huiles essentielles sont également appelées :

- Essences.
- Essences végétales.
- Huiles volatiles.

- Parfums.

II.2.1.2. Localisation de l'huile essentielle

Selon plusieurs chercheurs, les huiles essentielles ne peuvent être extraites que à partir des végétaux supérieurs réparties sur 60 familles comme par exemples : les Lamiacées (thym, menthe) ; les Myrtacées (le myrte) ; les Lauracées (cannelle) [11].

Il existe aujourd'hui approximativement 3000 huiles essentielles, dont environ 300 sont réellement commercialisées, destinées principalement à l'industrie des arômes et des parfums

Les huiles essentielles se trouvent dans tous les organes de la plante : feuilles, fleurs, racines, graines, écorces, bois. La composition de l'HE (qualitative et quantitative) peut varier selon sa localisation dans la plante [12].

II.2.1.3. Propriétés des huiles essentielles

- Liquides à température ambiante, les huiles essentielles sont volatiles, ce qui les différencie des huiles fixes.
- Elles ne sont que très rarement colorées (ce sont généralement des liquides incolores ou jaune pâle, il existe cependant quelques exceptions exemple, l'huile essentielle à azulène qui est de coloration bleue).
- Leur densité est en général inférieure à celle de l'eau.
- Elles ont un indice de réfraction élevé et la plupart dévie la lumière polarisée.
- Solubles dans les solvants organiques usuels.
- Les HE ont une structure chimique très complexe, dotées de nombreuses propriétés thérapeutiques et pharmacologiques. Outre que les substances actives, les HE contiennent des hydrocarbures mono et polyterpéniques ou des composés oxygénés solubles dans l'eau et l'alcool. Ces composés oxygénés déterminent principalement l'odeur et la saveur des HE [13].

II.2.1.4. Critères de qualité des huiles essentielles

Selon plusieurs recherches, six critères doivent être pris en considération pour évaluer la qualité des huiles essentielles :

- **Espèce botanique**

La certification botanique doit apparaître selon la nomenclature internationale sous son nom latin précisant le genre, l'espèce et la sous-espèce [14].

- **Organe producteur**

Selon la partie de la plante distillée, il peut exister plusieurs huiles essentielles pour la même plante avec des compositions chimiques et des activités différentes [14].

- **Origine géographique**

Cela permet de connaître l'environnement dans lequel grandit la plante et de caractériser ainsi l'huile essentielle obtenue. Il y a des différences de composition chimique selon le pays d'origine. Une même plante grandissant dans des lieux différents avec changement de situation géographique (altitude et latitude), avec variation de la nature du sol, peut produire des huiles essentielles différentes [14].

- **Mode de culture**

Il définit si la plante est cultivée ou sauvage [14].

- **Chémotype**

Il définit la molécule aromatique révélatrice des principales propriétés thérapeutiques de l'huile essentielle. Une plante de même variété botanique peut produire des huiles essentielles de compositions chimiques différentes selon son origine, son pays, son climat, son sol.

Une huile essentielle peut contenir de vingt-cinq à cent molécules biochimiques différentes. Ce qui explique la polyvalence d'action des huiles essentielles [14].

- **Mode d'extraction**

Le choix de la méthode d'extraction dépend essentiellement de la drogue végétale, de son état, de ses caractéristiques. Ce choix conditionne un grand nombre de caractéristiques de l'huile essentielle : sa viscosité, sa couleur, sa solubilité, sa volatilité mais aussi son enrichissement ou son appauvrissement en certains constituants [14].

II.2.1.5. Composition chimique des Huiles essentielles

La composition chimique des essences est complexe et peut varier selon l'organe, les facteurs climatiques, la nature du sol, les pratiques culturales et le mode d'extraction. Les huiles essentielles sont un mélange de constituants qui appartiennent à trois catégories de composés : terpéniques et variés [15].

- **Terpènes**

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

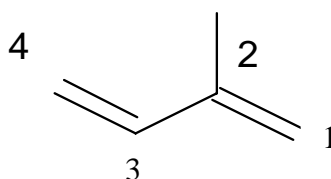


Figure 1 : Structure de monoterpène [15].

- Les huiles essentielles contiennent particulièrement des monoterpènes, des sesquiterpènes et peu souvent de diterpènes.
- Les terpènes sont de structure très diverses (acycliques, monocycliques, bicycliques,) et contiennent la plupart des fonctions chimiques des matières organiques.

A titre indicatif, quelques structures de mono terpènes et sesquiterpène sont représentées sur les figures 2 et 3

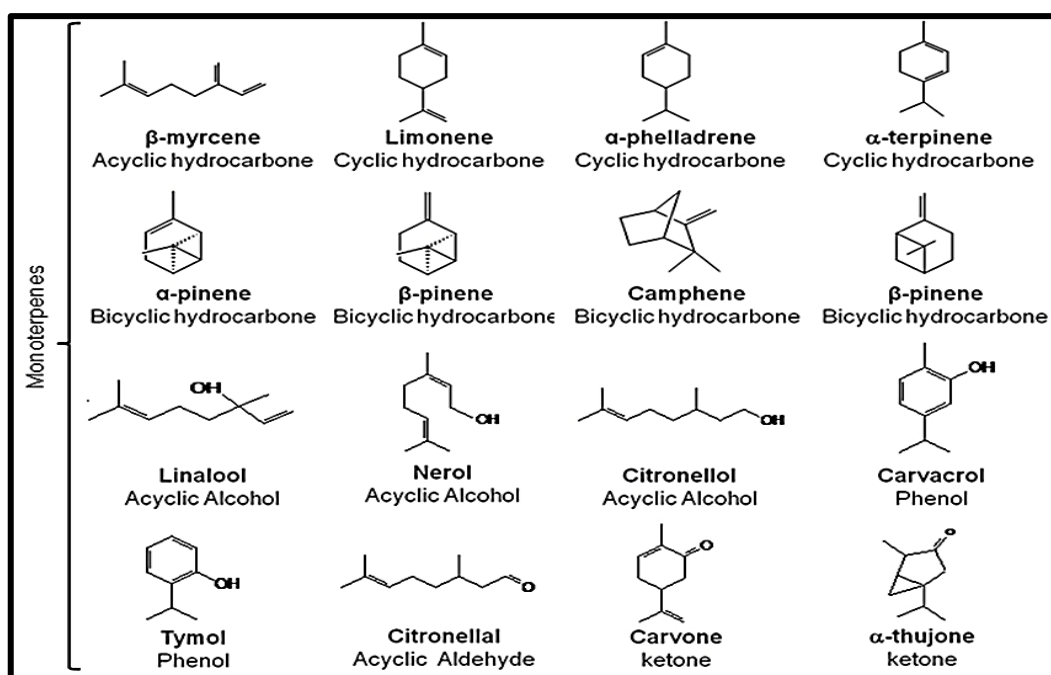


Figure 2 : Exemples de structures de monoterpènes [15].

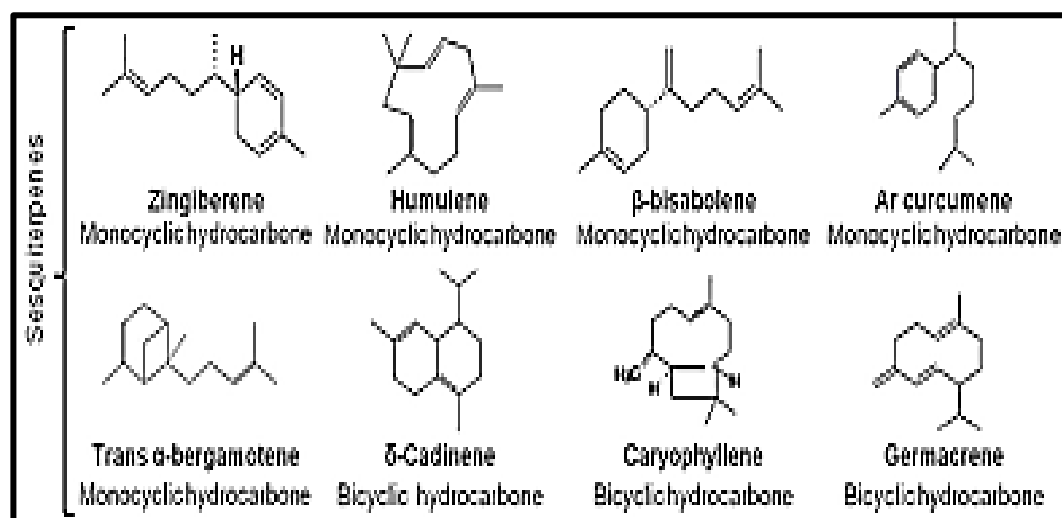


Figure 3 : Exemples de structures de sesquiterpènes[15].

- **Composés aromatiques**

Une autre classe de composés volatils fréquemment rencontrés est celle des composés aromatiques dérivés du phénylpropane (C_6-C_3). Ils sont beaucoup moins fréquents que les précédents. Ils sont très souvent des allyles et des propénylphénols, parfois des aldéhydes. On peut également rencontrer dans les huiles essentielles des composés en (C_6-C_1) comme la vanilline ou comme l'anthranilate de méthyle. Ils sont davantage fréquents dans les huiles essentielles d'Apiécée (persil, anis, fenouil, etc.) et sont caractéristiques de celles du clou de girofle, de la vanille, de la cannelle, du basilic, de l'estragon, etc. [16].

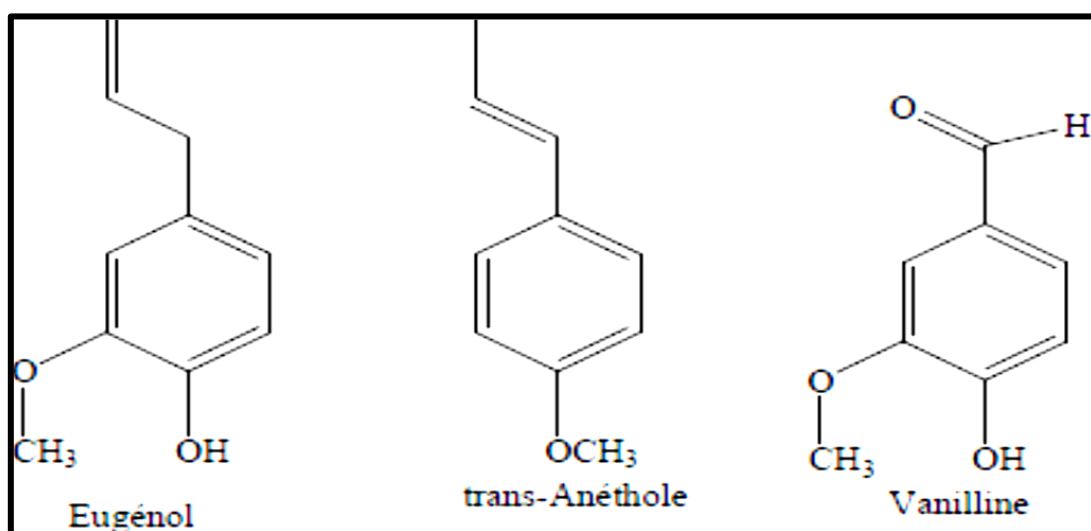


Figure 4 : Exemples de structures des composés aromatiques [15].

II.2.1.6. Méthodes d'extraction des HE

Les huiles essentielles sont obtenues avec des rendements très faibles ce qui en fait des substances fragiles, rares, et précieuses. Ainsi, les différentes techniques d'extraction des huiles essentielles ou extraits aromatiques doivent d'une part, tenir compte de ces caractéristiques et d'autre part, apporter des performances quantitatives satisfaisantes [17].

Les étapes de l'extraction des huiles essentielles d'origine végétale restent identiques quel que soit le type d'extraction utilisé. Il est nécessaire dans un premier temps d'extraire de la matière végétale les molécules aromatiques constituant l'huile essentielle, puis dans un second temps de séparer ces molécules du milieu par distillation.

- **Hydrodistillation**

Il s'agit de la méthode la plus simple et de ce fait la plus anciennement utilisée. Le principe de l'Hydrodistillation correspond à une distillation hétérogène.

Le procédé consiste à immerger la matière première végétale dans un ballon lors d'une extraction au laboratoire ou dans un alambic industriel rempli d'eau placé sur une source de chaleur. La chaleur permet l'éclatement des cellules végétales et la libération des molécules odorantes qui y sont contenues. Ces molécules aromatiques forment avec la vapeur d'eau, un mélange azéotropique. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant et les huiles essentielles se séparent de l'eau par différence de densité. Au laboratoire, le système utilisé pour l'extraction des huiles essentielles est le Cl venger [18].

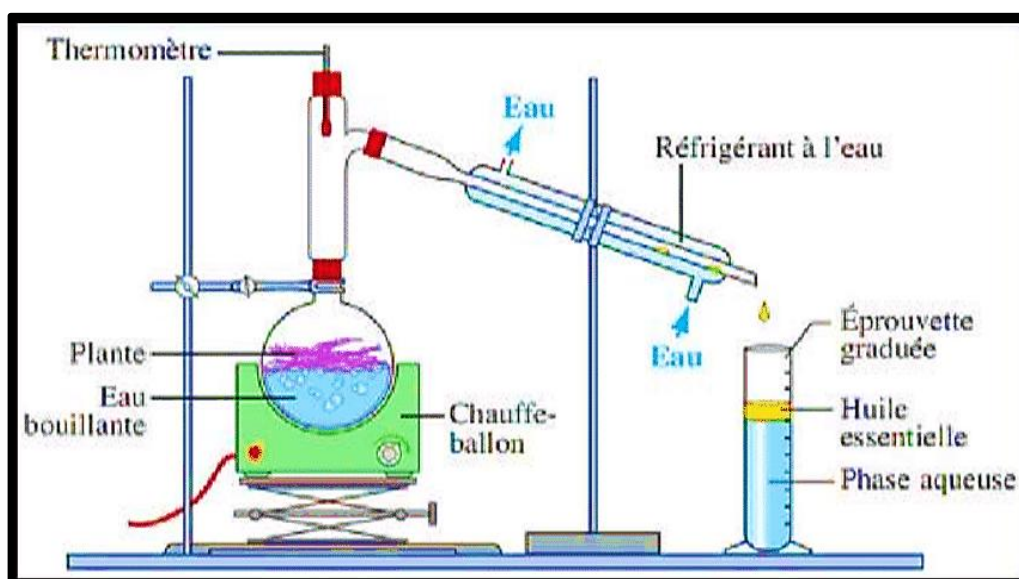


Figure 5 : Montage d'hydrodistillation [18].

- **Distillation par entraînement à la vapeur d'eau**

A la différence de l'Hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct de l'eau et la matière végétale à traiter. De la vapeur d'eau fournie par une chaudière traverse la matière végétale située au-dessus d'une grille. Durant le passage de la vapeur à travers le matériel, les cellules éclatent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée sous l'action de la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle » le mélange est ensuite véhiculé vers le condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique (l'huile essentielle) [19].

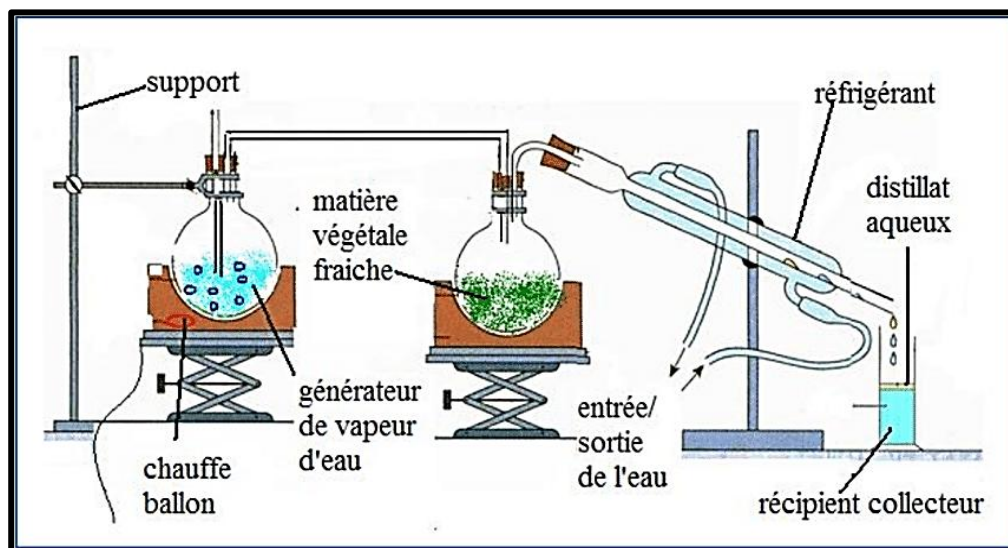


Figure 6 : Montage d'entraînement à la vapeur [19].

- **Extraction par les solvants**

La méthode de cette extraction est basée sur le fait que les essences aromatiques sont solubles dans la plupart des solvants organiques. L'extraction se fait dans des extracteurs de construction variée, en continu, semi-continu ou en discontinu. Le procédé consiste à épuiser le matériel végétal par un solvant à bas point d'ébullition qui par la suite, sera éliminé par distillation sous pression réduite. L'évaporation du solvant donne un mélange odorant de consistance pâteuse dont l'huile est extraite par l'alcool. L'extraction par les solvants est très coûteuse à cause du prix de l'équipement et de la grande consommation des solvants. Un autre désavantage de cette extraction par les solvants est leur manque de sélectivité ; de ce fait, de nombreuses substances lipophiles (huiles fixes, phospholipides, caroténoïdes, cires, coumarines, etc.) peuvent se retrouver dans le mélange pâteux et imposer une purification ultérieure [20].

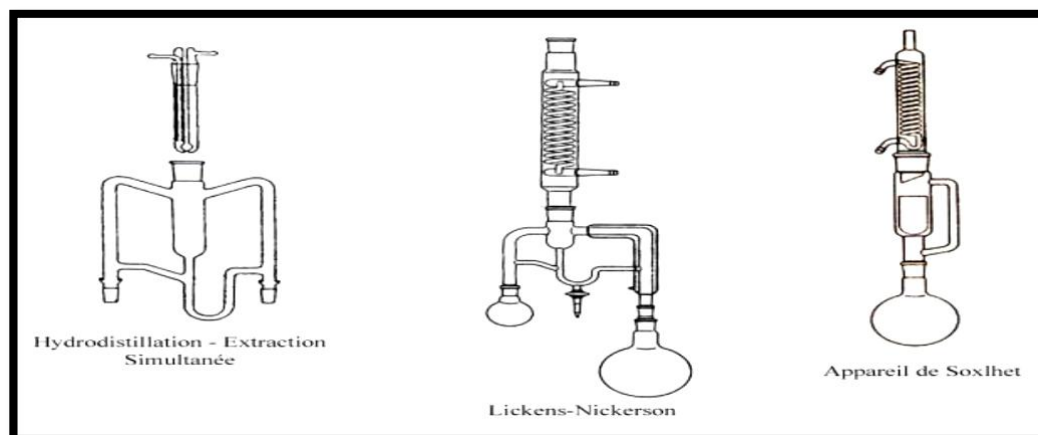


Figure 7 : Montages d'extraction par solvants [20].

- **Enfleurage**

C'est une technique assez difficile. Elle date de l'antiquité égyptienne et est basée sur la forte affinité des molécules odorantes pour les graisses. Elle est réservée principalement aux organes fragiles que sont les fleurs (violette, tubéreuse, jasmin...). Celles-ci sont étalées délicatement sur des plaques de verre enduites d'une mince couche de graisse et l'on superpose ces plaques sur des châssis de bois. Les substances volatiles diffusent et sont absorbées par la couche de graisse. Ensuite ces graisses sont épuisées à l'alcool. Ce procédé a tendance à disparaître car il nécessite une forte main-d'œuvre [21].

II.2.1.7. Principaux domaines d'application

En raison de leurs diverses propriétés, les plantes et leurs essences présentent un grand intérêt en pharmacie (par leur pouvoir antiseptique, analgésique, antispasmodique, apéritif, antidiabétique...), en alimentation (par leur activités anti-oxydant et aromatisants), en parfumerie et en cosmétique (par leur propriété odoriférante).

Les HE sont commercialisés et utilisées dans divers domaines industriels entre autres pharmacie, cosmétologie, ...et aromathérapie.

- **Aromathérapie**

L'aromathérapie est une forme de médecine alternative dans laquelle les HE ont une grande importance car elles induisent de nombreux effets curatifs. Ainsi elles s'utilisent de plus en plus dans diverses spécialités médicales telles que : l'acupuncture, la masso-kinésithérapie, l'ostéopathie, la podologie, la rhumatologie ainsi que dans l'esthétique [22].

- **Agro-alimentaire**

En vertu de leurs propriétés antiseptiques et aromatisants, les HE sont employés quotidiennement dans les préparations culinaires (ail, laurier, thym...). Elles sont également très prisées en liquoristerie (boissons anisées, kummel) et en confiserie (bonbons, chocolat, ...). Leur pouvoir anti-oxydant leur permet de conserver les aliments en évitant les moisissures, conservation du *smen* par exemple par le thym et le romarin [23].

- **Cosmétologie et parfumerie**

Les HE sont recherchés dans l'industrie des parfums et des cosmétiques en raison de leurs propriétés odoriférantes. L'industrie de la parfumerie consomme d'importants tonnages d'essences (60%) en particulier celles de rose beaucoup d'huile essentielle pour masquer les odeurs (souvent peu agréables) des produits purs [21].

➤ Pharmacie

Plus de 40% de médicaments sont à base de composants actifs de plantes. Les essences issues des plantes sont utilisées en grande partie dans la préparation d'infusion (verveine, thym, menthe...) et sous la forme de préparations galéniques [24]

De même, elles permettent par leurs propriétés aromatisantes de masquer l'odeur désagréable de médicaments absorbés par voie orale. Aussi beaucoup de médicaments vendus en pharmacie, de jasmin, de violette, de verveine, ... Les huiles essentielles sont aussi consommées en cosmétologie pour parfumer les produits cosmétiques : les crèmes solaires, les rouges à lèvres, les dentifrices, les shampoings, savons, ...etc. [25].

Enfin le secteur des produits d'hygiène, détergents et lessives par exemple, consomme Sont à base d'HE comme les crèmes, les élixirs, les collyres, ...

II.2.1.7. Toxicité des huiles essentielles

Les études scientifiques montrent que les huiles essentielles peuvent présenter une certaine Toxicité. Il faut cependant remarquer que celle-ci varie selon la voie d'exposition et la dose prise. Les huiles essentielles semblent n'être toxiques par ingestion que si celle-ci est faite en de grandes Quantités et en dehors du cadre classique d'utilisation. Les huiles ne seront toxiques par contact que si des concentrations importantes sont appliquées [15].

I.2.2. Les huiles végétales (Huiles grasses)

I.2.2.1. Définition

En général, le mot « huile » se rapporte aux triglycérides qui se trouvent dans leur état liquide à température ambiante. On les trouve dans plusieurs plantes notamment les légumineuses (arachide, soja), les graines (de colza, de tournesol), les fruits (amande, olive, palme, pépins de raisin), les céréales (maïs) ou encore dans le coton. Leur formule générale s'écrit [26] :

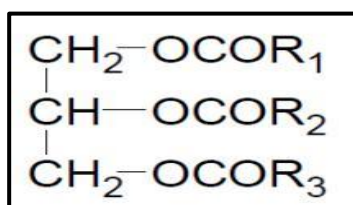


Figure 8 : Formule générale de triglycéride [26].

Les huiles végétales sont des composés organiques non-volatiles, hydrophobes et parfois amphiphiles. Elles sont insolubles dans l'eau, solubles dans les solvants organiques non-polaires et font partie de la constitution naturelle de certaines plantes cultivées ou non.

Une huile végétale est extraite de la plante par pression à froid à partir de deux organes principaux, les graines et les fruits. Les plantes riches en huile sont appelées des oléagineux ou plante oléagineuses [26].

Les huiles végétales sont consommées directement sous forme d'huiles raffinées ou bien indirectement à partir des produits de l'agroalimentaire [27]. Elles sont habituellement subdivisées en deux classes principales :

- **Huiles végétales fluides** : huile d'arachide, de colza, de germe de maïs, de tournesol, de soja et d'olive.
- **Huiles végétales concrètes (graisse)** : coprah (provenant de la noix de coco), huile de palme [28].

Les huiles végétales sont des sources privilégiées des macronutriments essentiels à savoir l'acide linoléique (famille des oméga 6) et l'acide alpha-linoléique (famille des oméga3) et de micronutriments (vitamine E, phytostérols) [29].

I.2.2.2. Composition

Les huiles végétales sont constituées essentiellement de triglycérides (98-99 %) appelés fraction saponifiable et d'une fraction quantitativement mineure appelée fraction insaponifiable. Dans ces corps gras, d'autres composés de faible proportion peuvent être présents à savoir les phospholipides, les cires, les phytostérols, les chlorophylles, les caroténoïdes et les produits d'altération issus de la dégradation des triglycérides [30].

Les huiles sont caractérisées par certains constituants essentiels : les acides gras essentiels et les vitamines liposolubles. Quelques huiles sont riches en acides gras saturés et en acide oléique telles que l'huile d'olive, et d'autres sont riches en acides gras polyinsaturés telles que l'huile de soja [31].

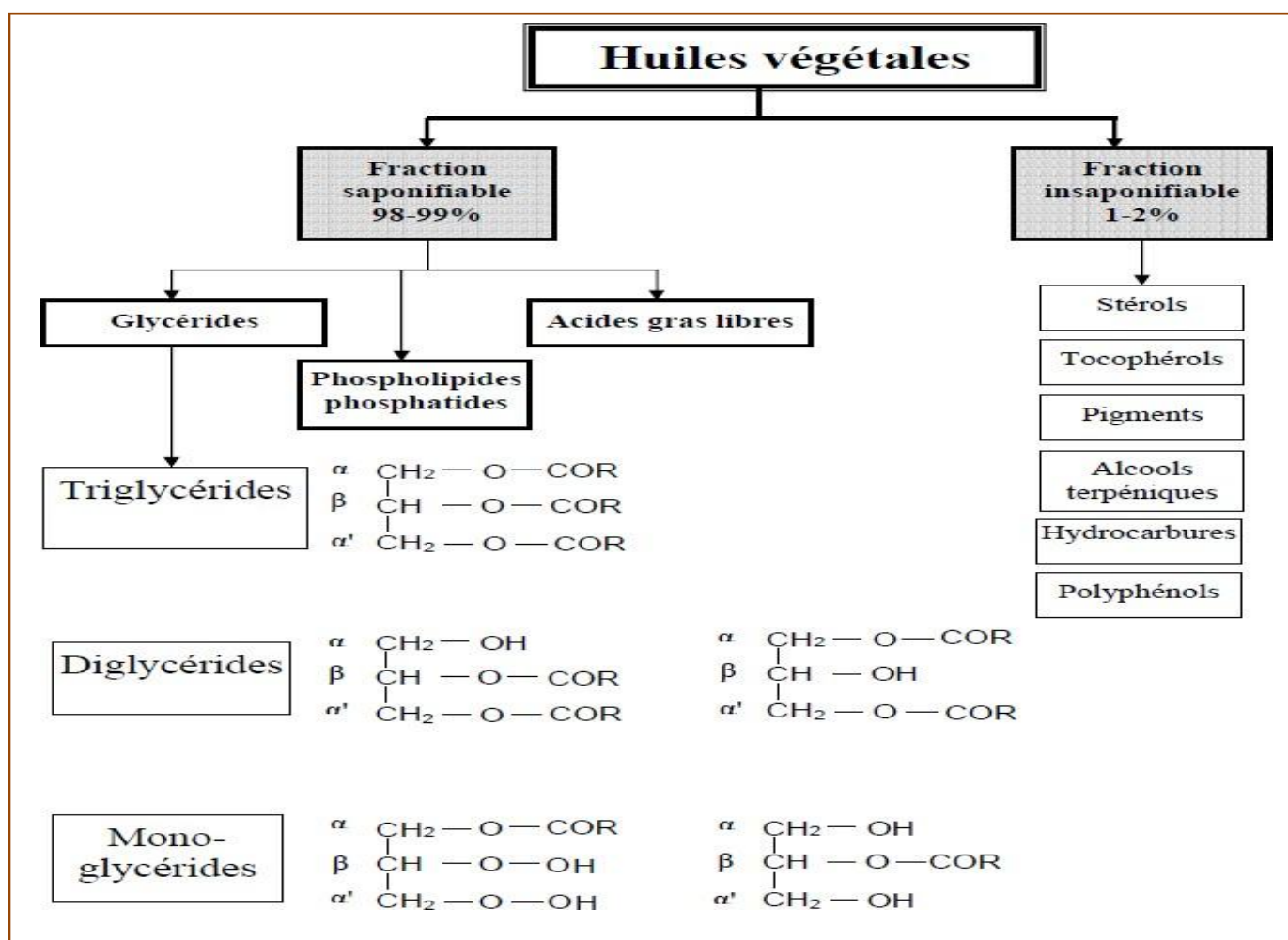


Figure 9 : Constituants des huiles végétales.

I.2.2.3. Caractéristiques des huiles végétales

a) Propriétés physiques

➤ Point de fusion

Il permet d'apprécier le degré de pureté d'un corps gras. Il dépend du degré d'insaturation et de la longueur de la chaîne carbonée. Dans les acides gras insaturés, le point de fusion augmente avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée. Les acides gras insaturés ont un point de fusion inférieur à celui des acides gras saturés [32].

➤ La densité

La densité est le rapport de masse d'un certain volume d'huile par la masse du même volume d'eau distillée. Elle doit être toujours inférieure à 1 [33].

➤ La solubilité

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau et généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène [34].

➤ La viscosité

La viscosité des acides gras et des triglycérides est liée à leurs structures (longueur de la chaîne et saturation). Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation du nombre d'insaturation (doubles liaisons) et de la température.

b) Propriétés chimiques

➤ Hydrolyse et saponification

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

Il y a deux types de réactions d'hydrolyse :

- **Hydrolyse enzymatique** : elle n'affecte que les huiles brutes.
- **Hydrolyse spontanée** : elle se produit au cours du stockage et du traitement thermique.

La saponification est une réaction qui permet la transformation des acides gras libres ou combinés en savon en présence de potassium ou de soude (KOH ou NaOH) [35].

➤ Hydrogénation

L'hydrogénation des acides gras insaturés se fait en utilisant l'hydrogène (H₂) en présence de catalyseurs, sous une haute pression (de 100 à 200 bars) et la température variant de 200 à 400 °C [36].

I.2.2.4. Rôle des huiles végétales

Les huiles végétales peuvent contribuer notablement, en fonction de leurs compositions en acides gras, à améliorer l'équilibre global de la part lipidique d'une alimentation. Elles remplissent, comme les corps gras en général, quatre rôles principaux :

- Nutritionnel (apport d'énergie et de nutriments) : acides gras, vitamines liposolubles, constituants mineurs d'intérêt tels que les phytostérols.
- Organoleptique : flaveur et support d'arômes,
- Rhéologique : texture

– Technologique : fluide caloporteur, par exemple dans les utilisations en friture [37].

I.2.2.5. Utilisations des huiles végétales

Seul un tiers de la production mondiale des corps gras est destiné à un usage industriel. Les deux tiers de la production sont en effet destinés à l'alimentation. Parmi les multiples usages industriels des corps gras, on peut citer la fabrication des savons et cosmétiques, des acides gras, etc.

Les triglycérides sont également à l'origine de nombreux produits chimiques qui peuvent entrer dans la composition d'une multitude de produits : lubrifiants, produits cosmétiques, produits pharmaceutiques, peintures, etc...[38].

I.2.2.6. Procédures d'enrichissement d'huile d'olive

Il existe différentes procédures d'enrichissement d'huile d'olive, à savoir : les infusions, enrichissement par extraction, Co-traitement et enrichissement assisté par ultrason.

- **Infusion**

Également connue sous le nom de macération et d'extraction solide-liquide, et consiste à faire dissoudre la matière végétale solide dans la phase huileuse. Ce type d'enrichissement requiert beaucoup de temps pour permettre l'extraction des composés d'intérêt, à la fois saveurs et/ ou bioactifs dans la phase huileuse dépendamment de la solubilité de chaque composé [39,40].

- **Enrichissement par extraction**

Le protocole d'enrichissement des huiles comestibles par extraction implique deux étapes principales : l'extraction des composés cibles à partir de la matière première, par exemple les herbes ou les feuilles d'olivier. Ensuite, l'enrichissement de l'huile avec l'extrait obtenu [39,40].

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

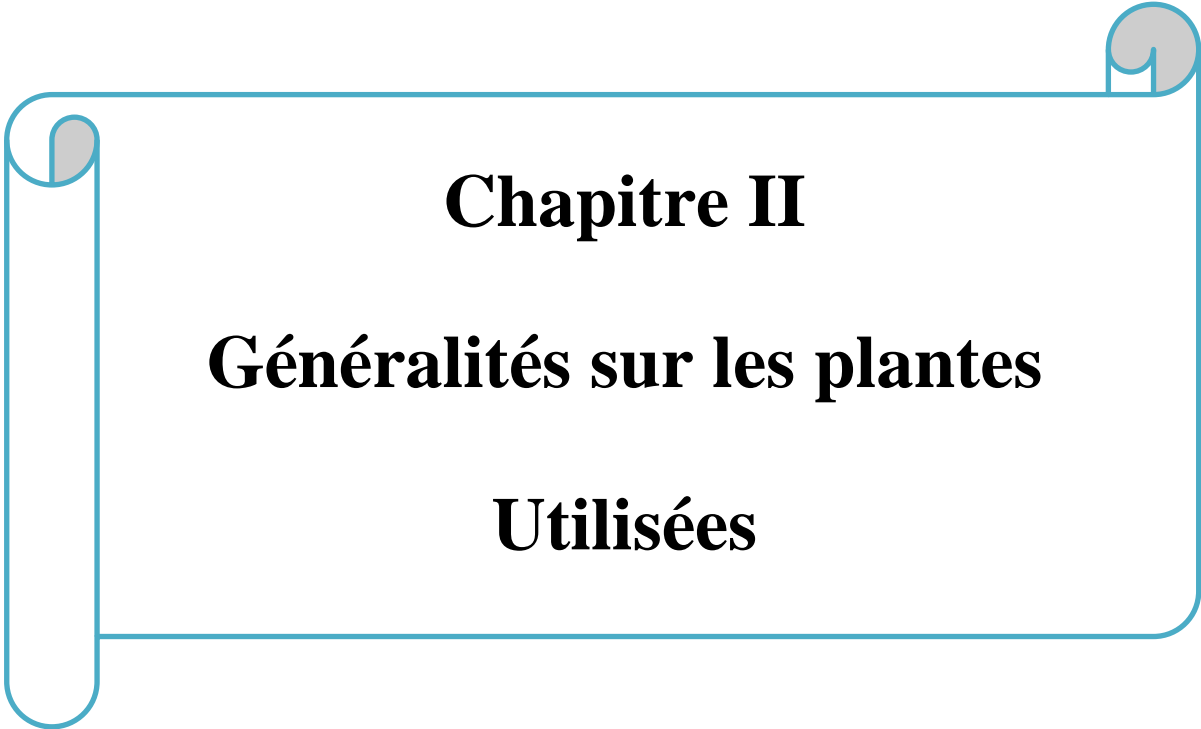
- **Co-traitemen**

Consiste à l'addition d'herbe ou d'autre matière végétale à la pâte d'olive avant l'étape de malaxage et cela peut être favorisé par l'utilisation des ultrasons avant le malaxage de la pâte d'olive [41].

- **Enrichissement assistée par ultrason**

L'application de micro-ondes et plus fréquemment des ultrasons aide à la diffusion des

composés fonctionnels dans l'huile d'olive en raison de l'effet mécanique de la cavitation, accélère l'extraction de composés aromatiques ou bioactifs dans l'huile d'olive. Le temps de traitement est donc réduit avec un rendement meilleur [42, 43]. Ces dernières années différentes études utilisent l'huile d'olive comme un solvant d'extraction des substances d'intérêt à partir de différentes Matrices végétales et cette extraction est favorisée et accélérée par l'application des ultrasons [44].



Chapitre II

Généralités sur les plantes

Utilisées

Chapitre II : généralités sur les plantes utilisées.

II.1. Introduction

La majorité de la population mondiale, plus particulièrement dans les pays en voie de développement, se soigne surtout avec des remèdes traditionnels à base de plantes. Cette source semble inépuisable puisque seuls près de 400.000 espèces végétales connues ont été investiguées sur les plans chimique et pharmacologique, et que chaque espèce peut contenir jusqu'à plusieurs centaines de constituants différents.

II.2. Présentation des plantes

II.2.1. La Rue (Ruta)

La rue est une plante utilisée pour ses propriétés stimulantes, antiseptiques, emménagogues, abortives, ...) [45]. Cette plante a été choisie dans le cadre de nos travaux pour son abondance en Algérie et également pour ses propriétés médicinales reconnues depuis l'antiquité.

II.2.1.1. Description de la plante

La rue appelée populairement « fidjel » est une plante annuelle de la famille des rutacées, utilisée depuis longtemps pour des usages thérapeutiques et culinaires. C'est une plante aromatique de la région méditerranéenne [46].

Elle vit à l'état spontané ou subspontané sur les lieux arides de presque toute la France, l'Europe méridionale et l'Afrique du nord. En Algérie, elle est rencontrée dans les zones montagneuses [47], Elle pousse jusqu'à 1 m et elle fleurie de mai à juin. La plante émet une odeur très forte, plutôt désagréable et le goût de ses feuilles est très amer et acre.

La famille des Rutacées a été décrite initialement en 1782 par Durande [48]. Elle comprend près de 1500 espèces regroupées en environ 150 genres. Elle comprend également tous les Citrus (oranger, citronnier, bergamote). Ces espèces partagent un caractère ligneux, une morphologie florale similaire et la présence d'un type bien particulier de poches à essences : les poches schizolysogènes, d'origine épidermique. Elles sont toujours superficielles et libèrent leurs contenus, une huile essentielle à la moindre pression [49].

II.2.1.2. Différentes espèces de la Rue

Il existe plusieurs espèces du genre Ruta, on note :

- Ruta graveolens : rue officinale, rue domestique, rue des jardins, herbe de grâce.
- Ruta chalpensis : rue d'Alep.

- *Ruta bracteosa* : rue d'hiver.
- *Ruta montana* : rue des montagnes.
- *Ruta latifolia* : nom non trouvé.

En Algérie, il existe 4 espèces du genre *Ruta*, qui se différencient entre elles par l'allure des feuilles, la grappe fructifère, les bractées et les sépales : *Ruta montana*, *Ruta angustifolia*, *Ruta chalpensis* et *Ruta latifolia* [50]. Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes intéressés à l'espèce ; *R. montana*.

II.2.1.3. *Ruta montana*

▪ Description botanique

La rue des montagnes (la rue sauvage) est un sous-arbrisseau glabre de 20 à 70 cm de haut. Les feuilles sont d'un vert glauque, finement découpées en segments linéaires obtus ; les fleurs sont jaunes de 9 à 15 mm, en panicule dense, glanduleuse ; les pétales sont spatulés et ondulés, à peine dentée ; les capsules sont glabres, à lobes arrondis, à pédoncules courts (4 mm) (Figure 10) [45,51, 52]. La floraison débute généralement au mois de mars et dure jusqu'au mois de juin. Elle pousse dans les coteaux arides, les endroits secs et les zones montagneuses [45, 53]. Son nom vernaculaire arabe est : **fidjela el djebli ou hchichet el-dwa**, et le nom berbère : **aourmi**

Nom français : Rue de montagne.

Nom latin : *Ruta montana*.

Nom populaire : Fidjel el djbel.

Classe : Dicotylédone

Ordre : Rutales

Famille : Rutacées

Genre : *Ruta*

Espèce : *Mont*

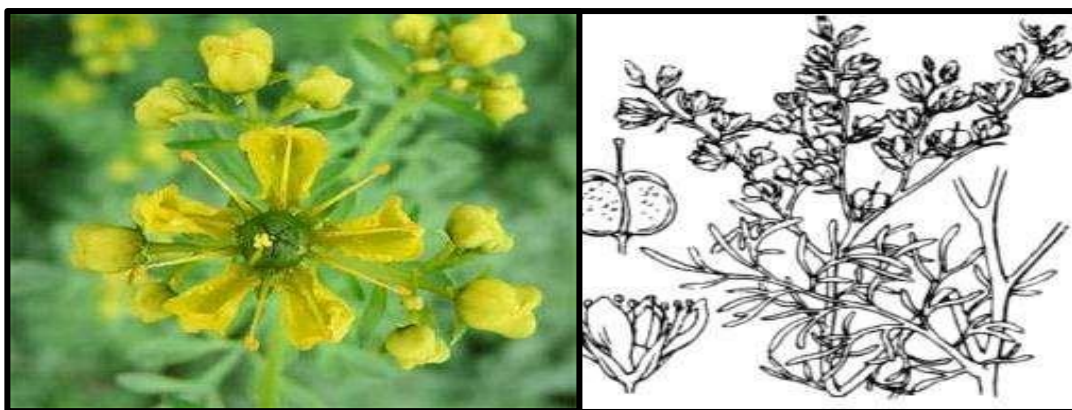


Figure 10 : Plante *Ruta montana* [53]

II.2.1.4. Usage médical

La rue été introduite en médecine chinoise, il y a près de deux siècles, elle est très connue par la population [54]. Utilisée pour des usages thérapeutiques et culinaires (épice), la rue présente un usage traditionnel très vaste.

Elle est considérée comme une des plantes qui présentent le plus de vertus médicamenteuses. Stimulante, antiseptique, emménagogue, abortive, antiparasitaire et antirhumatismale, elle est également utilisée chez les malades sujets aux attaques de l'épilepsie et l'hystérie [55, 56].

Sa tisane est consommée pour soulager les coliques, le mal au ventre, la fièvre, les problèmes cardiaques dus à une colère ou une frayeur, les maux d'oreilles (faire une boulette avec la plante verte et la placée dans le conduit auditif). D'autre part, il est reconnu depuis longtemps que le jus des feuilles de la rue sert comme antidote contre les morsures de serpent et les piqûres d'insectes [53].

L'une des propriétés reconnues par l'USDA (United States Département of Agriculture) est de sa capacité pour abaisser la pression artérielle comme hypotenseur, ce qui en fait une plante utile pour le traitement des vaisseaux sanguins [53].

II.2.2. Olive

II.2.2.1. Description de l'olive

L'olive est une drupe de forme ovale constituée d'un péricarpe (épicarpe et mésocarpe) et d'un endocarpe (noyau). La paroi du fruit est constituée de l'épicarpe (peau) solidement attaché à la pulpe (Figure2). A la maturation, l'épicarpe passe de la couleur vert tendre (olive verte), à la couleur violette ou rouge (olive tournante) puis à la coloration noirâtre (olive noire) [57].

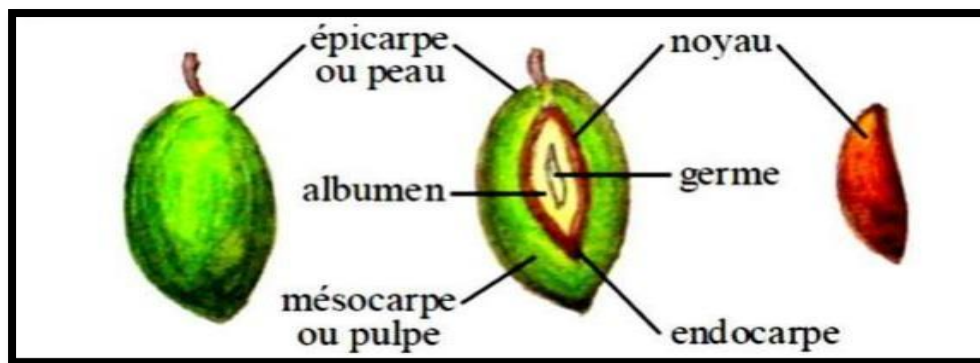


Figure 11 : Différentes parties de l'olive [57].

II.2.2.2. Composition chimique

Le fruit d'olive est composé principalement d'eau, d'huile, de protéines, de minéraux (cendres), des composés hydrosolubles (sucres, phénols) et constitué en outre d'une fraction colloïdale insoluble (hémicellulose, celluloses) [59].

Tableau 1 : Composition chimique de l'olive (%) [59].

Compositions	Exprimé (%)
Eau	50 (%)
Huiles	22 (%)
Polyphénols	1,5 (%)
Protéines	1,5 (%)
Sucres	18 (%)
Cellulose	5,5 (%)

II.2.2.3. Huile d'olive

- **Définition**

L'huile d'olive est considérée comme un jus de fruit obtenu à partir des olives, fruits de l'olivier, uniquement par des procédés mécaniques, dans des conditions thermiques notamment qui n'entraînent pas l'altération de l'huile et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration [60].



Figure 12 : Huile d'olive [60].

- **Composition de l'huile**

L'huile d'olive se compose généralement de 98 % d'une fraction saponifiable et 2 % de substances diverses qui constitue sa fraction insaponifiable et qui lui donnent sa couleur, sa saveur et son aptitude à la conservation [61].

- **Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive**

La qualité de l'huile d'olive est définie comme étant l'ensemble de la caractéristique chimique et physique, permettant de la classer en différents catégories conformément aux définitions de la norme commerciale adoptée par le conseil oléicole international (tableau 2) [62].

Tableau 2 : Caractéristiques physico-chimique de l'huile d'olive [62].

Caractéristiques physico-chimique	Valeurs
Densité relative	0,910 – 0 ,916
Indice de réfractions	1 ,467 – 4705
Indice de saponification	184 – 196 (mg KOH/g d'huile)
Indice d'iode	75 – 94 (Wijs)
Acidité libre	0,3 - 1% (g d'acide oléique libre/100g d'huile)
Indice de peroxyde	<20 (Milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile)
Absorbance dans l'ultraviolet	2,50-2,60 (à 232nm)

- **Classification de l'huile d'olive**

On peut diviser les huiles en différentes sous-catégories (Conférence des Nations Unies sur le Commerce Et le Développement [63].

- a) **Huiles d'olive vierges**

Les huiles obtenues à partir du fruit de l'olivier, uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas l'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Elles font l'objet du classement et des dénominations ci-après[63] :

➤ **Huile d'olive vierge extra**

L'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

➤ **Huile d'olive vierge**

L'huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

➤ **Huile d'olive vierge courante**

L'huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

➤ **Huile d'olive vierge lampante (non propre à la consommation en l'état)**

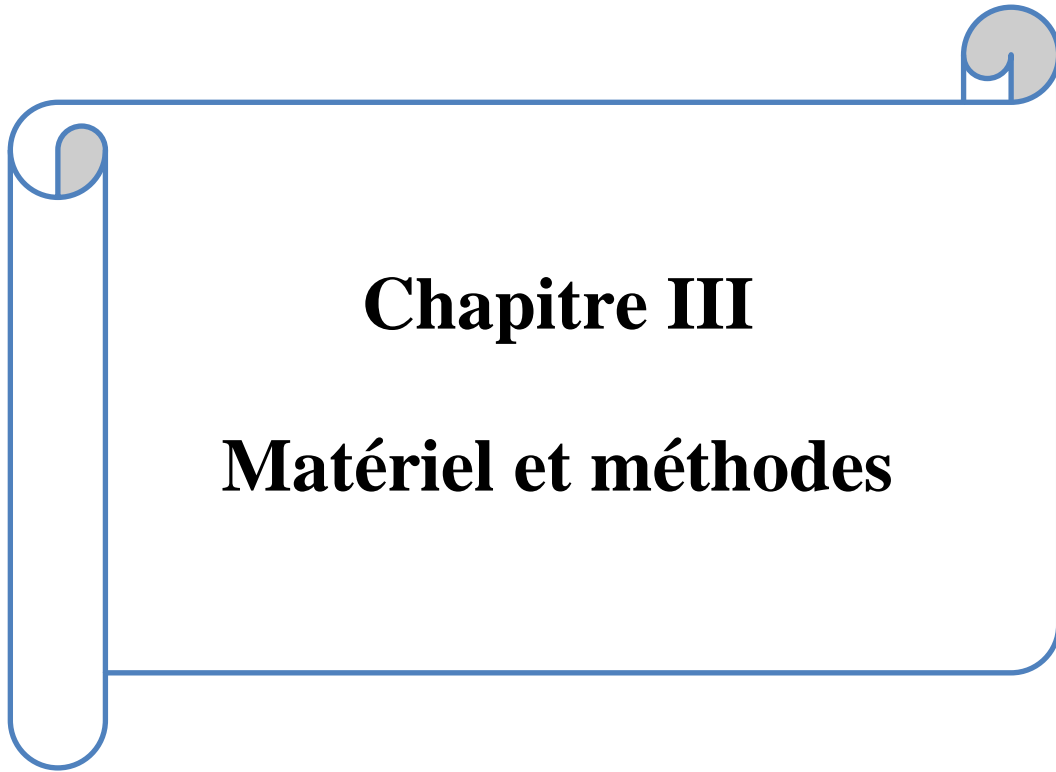
L'huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes et/ou dont les caractéristiques organoleptiques et les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

b) **Huile d'olive raffinée**

L'huile d'olive obtenue par le raffinage d'huiles d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

▪ **Huile d'olive et la santé humaine**

Depuis plus de trente ans, de nombreuses études ont montré que les bienfaits du régime méditerranéen ont été consacrés au rôle de l'acide oléique et l'apport d'huile dans la prévention des maladies. Néanmoins, tous les effets bénéfiques de la consommation d'huile d'olive ne sont pas dus à l'acide oléique, d'autres composants secondaires ont des effets bénéfiques sur la santé, notamment les tocophérols, comme la vitamine E, des antitoxines qui jouent un rôle important dans la réduction du développement du cancer, et sont également des anti-inflammatoires, ainsi que les composés aromatiques, qui confèrent à l'huile d'olive des effets antimicrobiens, antioxydants [62].



Chapitre III

Matériel et méthodes

Chapitre III : matériel et méthodes

III.1.Introduction

Les méthodes mises en œuvre pour analyser les mélanges complexes que constituent les produits naturels sont les méthodes physicochimiques et spectroscopiques. La connaissance de l'analyse des huiles essentielles et ses caractéristiques physicochimiques définit l'identité de l'essence ; ces données permettront de contrôler la qualité de l'essence afin de l'insérer dans la pharmacopée.

Dans ce travail nous nous sommes intéressés à l'extraction et la caractérisation des huiles essentielles de la plante médicinale *Ruta montana* de la région d'Amizour et l'étude de son effet antioxydant sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge en utilisant des méthodes physico-chimiques et spectrales.

III.2. Produits chimiques et matériel utilisés

III.2.1. Produits chimiques

Les produits chimiques utilisés sont nommés et classés dans le tableau 3 avec quelques caractéristiques.

Tableau 3 : Produits chimiques utilisés.

Produit chimique	Formule chimique	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)	Marque
Hydroxyde de potassium	KOH	56.11	85-100.5	BIOCHEM
Acide chlorhydrique	HCl	36.46	36.5-38	FLUKA
Éthanol	C ₂ H ₆ O	46.07	89.8	SIGMA-ALDRICH
Phénolphthaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318.32	99.3	BIOCHEM
Chloroforme	CHCl ₃	119.38	99-99.4	RIEDEL-DE HAEN
Acide acétique	C ₂ H ₄ O ₂	60.05	99-100	SIGMA-ALDRICH
Iodure de potassium	KI	166.00	99-100.5	SIGMA-ALDRICH
Amidon	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	Si n : 1 M : 162.00	70-90	BIOCHEM
Thiosulfate de sodium	Na ₂ S ₂ O ₃	248.17	100	VWR CHEMICALS
Hexane	C ₆ H ₁₄	86.18	95	BIOCHEM
Réactif de Wijs	ICl	162.35	99-100.5	BIOCHEM
Cyclohexane	C ₆ H ₁₂	48.16	99.8	SIGMA-ALDRICH

III.2.2. Matériel végétal

▪ Huile essentielle de la plante de *Ruta montana*

L'huile essentielle utilisée pour l'enrichissement a été extraite par hydrodistillation de la plante *Ruta montana* de la région d'Amizour wilaya de Bejaia.

▪ Huile d'olive

L'huile d'olive utilisée lors de la réalisation de notre travail provient de la région d'Amizour, elle est extraite par des systèmes de pressage et de centrifugation, dont les olives ont été cueillies manuellement et n'ayant subi aucun traitement autre que les opérations de lavage, de broyage, de centrifugation et de filtration.

III.3. Extraction de l'huile essentielle de la *Ruta montana*

III.3.1. Hydrodistillation

L'essence de la plante *Ruta montana* a été obtenue par hydrodistillation dont l'appareillage est représenté dans la figure 13.

Une quantité de 100 g de plante (feuilles et fleurs) est introduite dans un ballon contenant de l'eau distillée et quelques pierres ponce. Le mélange est porté à l'ébullition durant 3 à 4 heures. Les vapeurs d'eau chargées d'huile essentielles sont condensées dans le réfrigérant et récupérés dans un récipient, On répète l'opération plusieurs fois pour obtenir une quantité suffisante d'HE



Figure 13 : Dispositif d'hydrodistillation

III.3.2. Décantation

On sépare l'huile de la phase aqueuse par extraction au moyen de solvants organiques tel que l'éther, le chloroforme. On introduit le distillat obtenu dans une ampoule à décanter en ajoutant 50 ml de diethylether. Ensuite, on agite, on Laisse reposer 5 mn, on décante pour éliminer la phase Aqueuse et on récupère la phase organique dans un ballon de 100 ml.



Figure 14 : Dispositif de décantation

La phase organique est alors séchée à l'aide de desséchant tel que CaCl_2 , MgSO_4 , ... puis filtrée. On récupère après distillation l'huile essentielle.

III.3.3. Evaporation du solvant

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



Figure 15 : Dispositif d'évaporation.

III.3.4. Calcul de rendement en huile essentielle

Le rendement en huile essentielle est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile essentielle obtenue et la masse sèche du matériel végétal à traiter[64].

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

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

Avec :

r (%) : Rendement en H.E exprimée en pourcentage ;

m : Masse en gramme de l'H.E ;

m₀ : Masse en gramme de la matière végétale sèche.

III.4. Analyses physico-chimiques

III.4.1. Analyse physique

III.4.1.1. Densité

❖ Définition

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température [65].

❖ Principe

À l'aide d'une balance analytique, on effectue des pesées successives de volume égal, d'huile et d'eau.

❖ Mode opératoire

- Faire peser le pycnomètre propre vide et sec, (m₀)
- Peser le même pycnomètre remplie d'eau distillée, (m₁)
- Vider le pycnomètre et le faire sécher
- Peser le pycnomètre remplie d'huile (m₂)

❖ Méthode de calcul

La densité est calculée comme suit :

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

Tels que :

m_0 : masse du pycnomètre vide

m_1 : masse du pycnomètre remplie d'eau distillée

m_2 : masse du pycnomètre remplie d'huile

III.4.1.1. Indice de réfraction

❖ Définition

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport du sinus de l'angle d'incidence et du sinus le l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile à température constante.

Cet indice varie en fonction des insaturations. Il croit avec le degré d'insaturation des acides gras contenus dans les matières grasses. Cependant, il autorise le suivi des opérations d'hydrogénation et de fractionnement des corps gras [66].

❖ Principe

À l'aide d'un réfractomètre, on mesure directement l'angle de réfraction que l'on observe à la limite de réfraction totale, l'huile étant maintenue dans des conditions d'isotropisme et de transparence à l'aide d'un réfractomètre.

❖ Mode opératoire

- Nettoyer la lame du refractomètre avec du papier Joseph
- Étalonner l'appareil avec de l'eau distillée, dont l'indice de réfraction est égal à 1.33 à 20°C
- Déposer quelques gouttes d'huile sur la lame à l'aide d'une pipete Pasteur
- Régler le cercle de la chambre sombre et claire dans la moitié et effectuer la lecture des résultats en tenant compte de la température.

❖ Méthode de calcul

L'indice de réfraction est calculé comme suit [67] :

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

Tels que :

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

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

t : température à laquelle a été effectuée la lecture



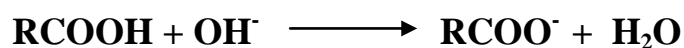
Figure 16 : Réfractomètre [67]. .

III.4.2. Analyses chimiques

III.4.2.1. Indice d'acide

❖ Définition

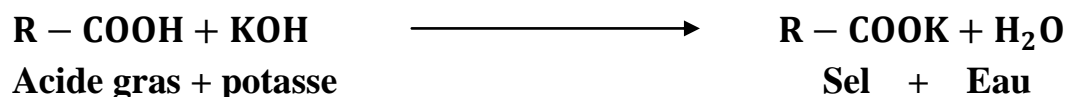
C'est la masse en milligramme de KOH nécessaire pour la neutralisation des acides gras libres contenu dans 1g d'huile. La teneur en acide libre des corps gras augmente avec le temps, l'indice d'acide permet donc d'avoir une évaluation de l'état de détérioration d'une huile.



❖ Principe

Il s'agit de dissoudre la matière grasse dans de l'éthanol chaud neutralisé, puis titrer les acides gras libres (AGL) présents au moyen d'une solution titrée de KOH en présence de phénolphtaléine comme indicateur.

L'équation de la réaction est la suivante :



❖ Mode opératoire

- On pèse dans un erlenmeyer 1g d'huile
- On ajoute 75ml d'éthanol et quelques gouttes d'indicateur coloré (phénolphtaléine)

- On fait titrer tout en agitant avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1mole/l, jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante
- Lire la valeur du volume de la solution éthanolique de KOH ajouté.

❖ Méthode de calcul

L'indice d'acide est calculé par la formule suivante [67]. :

$$I_A = \frac{V \times 56.1 \times N}{m} \text{ (en mg } \frac{\text{de KOH}}{\text{g}} \text{ d'huile)}$$

Tels que :

56.1g: Masse moléculaire relative de KOH

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

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

m : masse en gramme de la prise d'essai

III.4.2.2. Indice de saponification

❖ Définition

L'indice de saponification est la masse en milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les triglycérides existants dans 1g de substance.

❖ Principe

Il s'agit de traiter l'ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude en présence d'un indicateur colorée, ce qui régénère suivant une réaction totale de l'alcool et le sel de potassium de l'acide en donnant naissance à de l'ester.

❖ Mode opératoire

- Peser 1g d'huile dans un ballon puis ajouter 25ml de KOH à 0.5N. Nous avons rajouté quelque grain de pierre ponce. Le ballon est mis dans un chauffe ballon muni d'un réfrigérant.
- Maintenir l'ébullition pendant 45 à 60 minutes. Après refroidissement on ajoute quelques gouttes de phénolphtaléine.
- On effectuera par la suite un titrage par une solution d'acide chlorhydrique (HCl à 0.5 N) jusqu'à la disparition de la couleur rose et la réapparition de la couleur initiale du mélange. Noter le volume du HCl utilisé.

- Nous avons pris le soin de faire un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoires citées précédemment.

❖ **Méthode de calcul**

L'indice de saponification est calculé par la formule suivante [67] :

$$I_S = [(V_0 - V) \times 56.1 \times N] / P \text{ (mg de KOH / 1g d'huile)}$$

Tels que :

V_0 : Volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

V : Volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser

P : prise d'essai en gramme.

N : Normalité de la solution

56.1 : Masse molaire exprimée en g/mole d'hydroxyde de potassium.

III.4.2.3. Indice d'ester

❖ **Définition**

L'indice d'ester est la masse en milligramme de potasse nécessaire à la saponification des esters contenu dans un gramme d'un corps gras. Il n'est pas mesurable mais calculé à partir de l'indice d'acide (I_A) et l'indice de saponification (I_S).

❖ **Méthode de calcul**

L'indice d'ester est donné par la formule suivante [67] :

$$I_E = I_S - I_A$$

I_S : Indice de saponification

I_A : Indice d'acide

III.4.2.4. Indice de peroxyde

❖ **Définition**

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

❖ Principe

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

❖ Mode opératoire

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

❖ Méthode de calcul

L'indice de peroxyde est calculé à l'aide de la formule suivante [67] :

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

Tels que :

V_0 : Volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour l'essai à blanc

V : Volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour la détermination de V_{eq}

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

P : Masse de prise d'essai

III.4.2.5. Indice diode

❖ Définition

Ce paramètre permet la mesure du degré d'insaturation d'une matière grasse en déterminant le nombre d'iode en gramme qui fixe sur les doubles liaisons présentes dans 100g de lipides. Il est déterminé à l'aide du réactif de Wijs et titrage avec une solution de thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur coloré [68].

❖ Principe

Il s'agit d'ajouter, à une prise d'essai, une solution de mono-chlorure d'iode dans un mélange formé d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un temps donné de réaction, réduire l'excès de mono-chlorure d'iode par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau, puis titrer avec du thiosulfate de potassium.

❖ Mode opératoire

- Dans un erlenmeyer de 500 ml, on place 1g d'huile.
- Ajouter ensuite 15ml de cyclohexane et 25ml du réactif de Wijs.
- Agiter l'erlenmeyer après l'avoir bien bouché, l'envelopper avec du papier noir et laisser à l'abri de la lumière pendant 1heure.
- Additionner ensuite 20 ml de solution saturée d'iodure de potassium KI et 150ml d'eau distillée.
- Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0.1N jusqu'à ce que la couleur jaune de l'iode ait presque disparu.
- Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon (1g/100 ml).
- Poursuivre le titrage jusqu'à la disparition de la couleur bleue violette.
- Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions.

❖ Méthode de calcul

L'indice d'iode est donné par la formule établie ci-dessous [67]. :

$$I_I = [(V_0 - V) \times 126.9 \times N] / P \quad (I_2/100gd'huile)$$

Tels que :

V_0 : Volume en ml de $Na_2S_2O_3$ à 0.1N nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume en ml de $Na_2S_2O_3$ à 0.1N nécessaire pour titrer l'échantillon.

P : Prise d'essai (g) de l'échantillon.

N : Normalité de la solution de $Na_2S_2O_3$ (0.1N).

126.9 : La masse molaire de l'iode (g/mol).

III.5. Analyses spectroscopiques

III.5.1. Spectrophotométrie UV-Visible

❖ Définition

La spectrophotométrie UV-visible est une technique analytique fondée sur l'étude du Changement de l'intensité de la lumière traversant une solution colorée, dans un domaine d'application comprise entre 200 et 800 nm.

L'examen spectrophotométrique dans l'UV-visible peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse et sur son état de conservation. Les absorptions aux longueurs d'onde prévues dans la méthode sont dues à la présence de systèmes diéniques et triéniques conjugués [69].

❖ Principe

Le spectrophotomètre est un appareil permettant de mesurer l'absorbance d'une solution, pour différentes longueurs d'ondes. Pour cela, il fait passer un rayon d'une longueur d'onde choisie à travers une cuve de quartz contenant la solution à étudier. Les molécules de la solution absorbent plus ou moins le rayon lumineux, on définit alors l'absorbance pour cette longueur d'onde [70].

❖ Mode opératoire

Dans une fiole de 25ml, nous avons mis 0.25g d'huile et complété par de l'hexane jusqu'au trait de jauge. Les absorbances de la solution utilisée ont été mesurées à l'aide d'un spectrophotomètre à des longueurs d'ondes de 232 et 270 nm.



Figure 17 : Spectrophotomètre UV- Visible.

III.5.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformation de Fourier

❖ Définition

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse précisée, et couramment utilisée par les chimistes, elle permet de déterminer les groupements fonctionnels. Dans cette méthode, une molécule est composée d'atomes reliés entre eux par des liaisons covalentes qui sont comparées à un ressort, lorsqu'un faisceau de lumière atteint une molécule, celle-ci absorbe cette radiation, ce qui cause la variation de cet assemblage, entraînant ainsi la modification des Distances interatomiques et des angles normaux des liaisons.

Le but de cette méthode est l'identification d'un produit inconnu, le suivi d'une purification ou de l'évolution d'une réaction [70].

❖ Principe

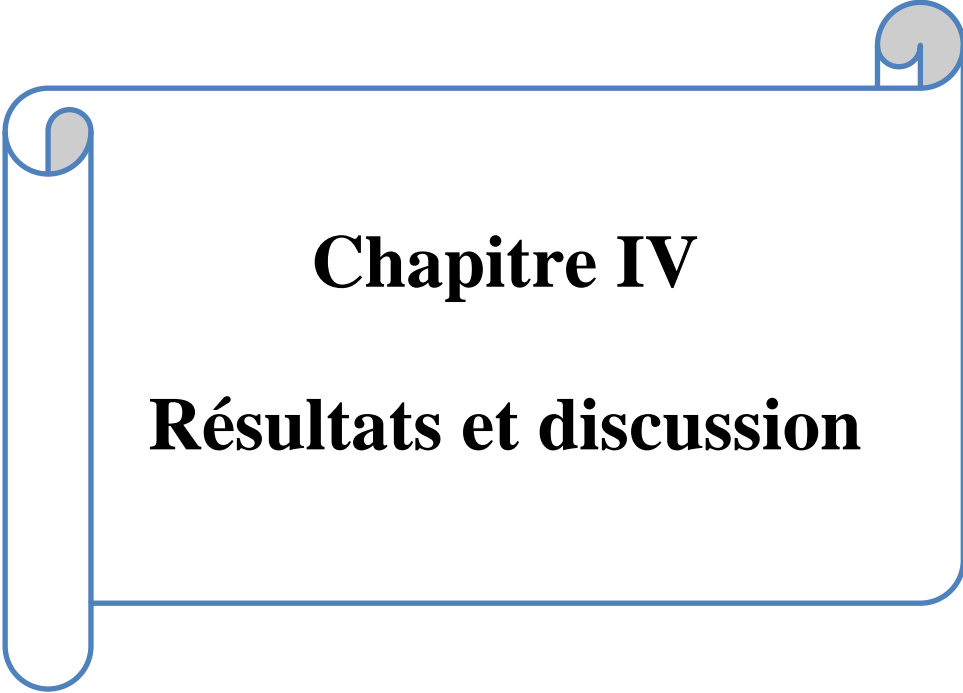
Dans la méthode IR-ATR, le faisceau infrarouge est dirigé vers un cristal transparent en IR et avec un indice de réfraction élevé (diamant, Ge...). Le faisceau IR est réfléchi à l'interface échantillon-cristal puis dirigé vers le détecteur. Afin que le détecteur reçoive un signal, il faut que l'échantillon soit en contact intime avec le cristal. A chaque réflexion, le faisceau pénètre de quelques micromètres dans l'échantillon, ce qui provoque des absorptions partielles : c'est la Réflexion totale atténuée. Les ondes évanescentes se désintègrent rapidement lorsqu'elles se déplacent à travers l'échantillon. Cette technique présente beaucoup d'avantages : Préparation minimale de l'échantillon, nettoyage simple et rapide de l'accessoire, large gamme d'échantillons mesurables (sans préparation préalable) [71].

❖ Mode opératoire

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



Figure 18 : Spectrophotomètre IR-ATR



Chapitre IV
Résultats et discussion

Chapitre IV : Résultats et Discussions

Introduction

Dans la cadre de cette étude, nous nous sommes intéressés dans un premier temps à l'extraction et l'analyse physico-chimique et spectroscopique de l'huile essentielle de la plante de *Ruta montana* connu sous le nom vernaculaire « Fidjel », et dans un deuxième temps à l'étude de l'effet antioxydant de cette huile sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive.

L'objectif est de vérifier donc la qualité et la pureté de notre huile extraite et de voir son effet antioxydant sur la stabilité de l'huile d'olive.

IV.1. Extraction de l'huile essentielle de *Ruta montana*

IV.1.1. Rendement d'extraction

Nous avons entamé notre travail sur la plante *R. montana* provenant de la région d'amizour de la wilaya de Bejaia par l'étude des caractéristiques physico-chimiques et organoleptique de l'HE extraite.

L'hydrodistillation de la partie aérienne et les graines de *R. montana*. a duré de 3 à 4 heures en utilisant l'eau et éther de pétrole comme solvants, cette extraction a fourni une HE jaune pâle avec une forte odeur spécifique. Les résultats de rendement de l'extraction sont illustrés dans le tableau 4

Tableau 4 : Rendement des HE de la *Ruta montana* obtenus par hydrodistillation

Solvant	Partie aérienne		Graines	
	Eau	Ether de pétrole	Eau	Ether de pétrole
Quantité de plante (g)	100	100	100	100
Volume d'eau distillée (mL)	400	400	400	400
Durée d'extraction (heure)	3-4	3-4	3-4	3-4
Volume d'éther (mL)	50	50	50	50
Quantité d'HE récupérée (g)	0,4732	0,1896	0,452	0,244
Rendement (%)	0,4732	0,1896	0,452	0,244

Les résultats du tableau 4 montrent que :

- L'extraction de l'HE de la partie aérienne de la plante de la rue donne un rendement plus important (0,47%) que les graines (0,45%). Ces résultats montrent que *Ruta montana* renferme une

teneur importante d'huile essentielle comparée à d'autres espèces. Cette variation du rendement peut-être dépendante de plusieurs facteurs tel que : la méthode d'extraction, la période de l'échantillonnage, la partie utilisée, la maturité de la plante mais également les conditions climatiques de la région de récolte.

- L'eau est le solvant qui a donné le meilleur rendement en huile essentielle. Cette différence est due à la polarité, qui est plus élevée que celle de l'éther de pétrole.
- Nos résultats sont dans l'ensemble conformes aux résultats donnés de la littérature (Tlemcen 2.213%, Remchi 1.170% et Naama 0.190%)[72]. Les rendements en huile essentielle de *Ruta montana* cités dans la littérature sont compris entre 0,1% et 1,13% [72]

IV.1.2. Caractéristiques organoleptiques et physico-chimiques

Les propriétés organoleptiques et physico-chimiques constituent un moyen de vérification et de contrôle de la qualité de l'HE.

IV.1.2.1. Caractéristiques organoleptiques

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

Les propriétés organoleptiques de l'HE de *R. montana* déterminées selon les conditions normalisées sont présentées dans le tableau 5.

Tableau 5 : Propriétés organoleptiques de l'HE de la plante *Ruta montana*

Paramètre	AFNOR	Ruta Montana
Aspect	Liquide	Liquide
Couleur	Jaune pâle	Jaune pâle
Odeur	Forte	Forte pénétrante

A la lumière des résultats obtenus, on trouve que :

- L'huile essentielle de la plante *Ruta montana* est un liquide jaune pâle d'odeur fétide et très caractéristique.
- La couleur d'une huile essentielle est un paramètre très important pour la détermination de sa qualité. Ces couleurs, nous indiquent la présence des pigments caroténoïdes (xanthophylles), donc Notre huile est riche en pigments, lesquels jouent un rôle très important dans la nutrition et la santé, car ils présentent des propriétés anti-oxydantes ... [13].

- Notre huile a un aspect liquide ce qui confère à notre extrait une bonne mobilité et une faible limpidité.
- Les paramètres organoleptiques de notre HE sont en accord avec ceux répertoriés dans les normes AFNOR.

IV.1.2.2. Caractéristiques physico-chimiques

a) Propriétés physiques

Les méthodes physiques pour l'analyse des huiles essentielles s'attachent surtout à la détermination de la densité, l'indice de réfraction

▪ Densité

La valeur de la densité de l'huile essentielle extraite est donnée dans le tableau 6

Tableau 6 : La valeur de la densité de l'huile essentielle extraite

	Notre Valeur	Norme
Densité	0.9086	0,82-0,99

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

D'après notre résultat, la densité de notre huile essentielle est inférieure à celle de l'eau, est conformes aux normes proposées par AFNOR.

▪ Indice de réfraction

L'indice de réfraction est une caractéristique de pureté et de qualité des huiles essentielles. Il dépend de la composition chimique qui augmente en fonction des longueurs des chaînes d'acides, de leurs degrés d'insaturation et de la température. Il varie essentiellement avec la teneur en monoterpènes et en dérivés oxygénés. Une forte teneur en monoterpènes donnera un indice élevé.

Tableau 7 : La valeur de l'indice de réfraction de l'huile essentielle extraite

	Notre Valeur	Norme
Indice de réfraction	1,468	1,45-1,47

D'après les résultats mentionnés dans le tableau 9, L'indice de réfraction obtenu est de l'ordre

de 1.468 ; il appartient à l'intervalle mentionné par les normes françaises des huiles essentielles.

L'indice de réfraction est considéré comme un critère de pureté (Plus l'indice de réfraction d'un produit est près de la valeur attendue, plus sa pureté est grande), également utilisé pour identifier des huiles.

▪ Indice de couleur

La variation de couleurs des huiles non raffinées va du blanc (huile de Coco) au rouge (l'huile de Courge) en passant par le vert (avocat et chanvre), le jaune (macadamia, argan...) et l'orangé (argousier, églantier...). C'est une magnifique palette de couleur qui témoigne à elle seule que ces huiles sont riches en molécules diversifiées. Cette couleur est principalement due aux pigments végétaux .

L'indice de couleur d'une huile se détermine par la mesure de l'absorbance à différentes longueurs d'ondes. La valeur de cet indice est calculée selon l'équation suivante :

$$I_c = 1,29A_{460} + 69,7A_{550} + 41,2A_{620} + 56,4A_{670}$$

Nous donnons dans le tableau 10 les valeurs des absorbances en fonction de la longueur d'onde λ (nm)

Tableau 8 : Les valeurs des absorbances en fonction de la longueur d'onde λ (nm)

Longueur d'onde λ (nm)	Absorbance	Indice de couleur
460	0,462	47,38
550	0,280	
620	0,291	
670	0,271	

L'indice de couleur calculé est égal à 47,38, ce qui correspond à une couleur jaune pale. Selon les normes, cette couleur correspond à des valeurs qui varient entre 30 et 70.

b) Propriétés chimiques

Pour obtenir des données sur la composition et le degré de pureté des huiles essentielles, il

est nécessaire d'étudier plusieurs paramètres (Afnor, 2000).

- **PH (potentiel hydrogène)**

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 9.

Tableau 9 : pH de l'huile essentielle.

pH	Notre Valeur	Norme
	4,71	3,8 à 5

Il ressort des résultats du tableau 11 que le pH de notre huile est acide, et répond aux normes données par la pharmacopée européenne.

- **Indice d'acide**

L'indice d'acide, noté I_A , indique la quantité d'acides libres dans une huile. Il est défini comme la masse d'hydroxyde de potassium, exprimée en mg, nécessaire au titrage de tous les acides libres contenus dans 1,0 g de cette huile. Cet indice indique le comportement et la quantité des acides libres présents. Il peut aussi nous renseigner sur la susceptibilité de l'huile à subir des altérations, notamment l'oxydation.

D'après nos résultats, La valeur de l'indice d'acide (I_A) obtenue dans le cas de notre huile essentielle est de 3,36 mg KOH/ 1g d'huile, elle est du même ordre que ceux des essences étrangères.

- **Indice de peroxyde**

Cet indice est un bon indicateur de l'état de conservation d'un corps gras. Il est lié à la récolte, à la conservation et au mode d'extraction. Il reflète le degré d'oxydation des huiles, accéléré par la présence d'oxygène, la température et certains catalyseurs (enzyme, trace de métaux Cu, Fe...). Ces facteurs agissent sur les doubles liaisons des acides gras insaturés.

La mauvaise conservation d'une HE induit son vieillissement par la formation de peroxydes toxiques et instables. Le "Code of Practice" de l'IFRA (International Fragrance Association) recommande que l'indice de peroxyde ne doit pas dépasser 20 meq O_2 /1 kg d'huile [17].

L'indice de peroxyde I_p de notre huile est de 0.2 méq O_2 /1 kg d'huile, ce résultat est dans le domaine de la norme donnée par **Codex, 2005** (<10 méq O_2 /1 kg d'huile au max).

- **Indice de saponification**

L'indice de saponification est par définition la quantité de potasse exprimée en mg nécessaire, pour transformer en savons les acides gras libres et liés contenus dans 1g de corps gras.

La détermination de cet indice est importante, car il permet de caractériser le poids moléculaire et la longueur moyenne des chaînes grasses auxquelles il est inversement proportionnel (Plus le poids moléculaire PM de la longueur moyenne d'acides gras est élevé, plus l'indice de saponification est faible).

Ces résultats montrent que la valeur de saponification de notre huile est 19,73. Cette valeur est faible, ce qui indique que notre huile contient des acides gras à longue chaîne hydrocarbonées.

▪ Indice d'ester

L'indice d'ester est l'un des paramètres chimiques qui permettent d'évaluer la qualité d'une huile essentielle, plus l'indice d'ester est élevé, la qualité d'une HE sera mieux.

La valeur de l'indice d'ester de notre huile est de 90,54 mg KOH/1g d'huile, ce qui signifie que notre huile est de bonne qualité.

IV.1.3. Analyses spectroscopiques

La détermination des propriétés physico-chimiques est une étape primordiale mais non suffisante pour caractériser les huiles essentielles. Il est donc nécessaire de la compléter par des analyses spectroscopiques.

▪ Spectroscopie Infrarouge

Nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre IR-ATR, les résultats obtenus sont rassemblés dans la figure 19 et le tableau 10

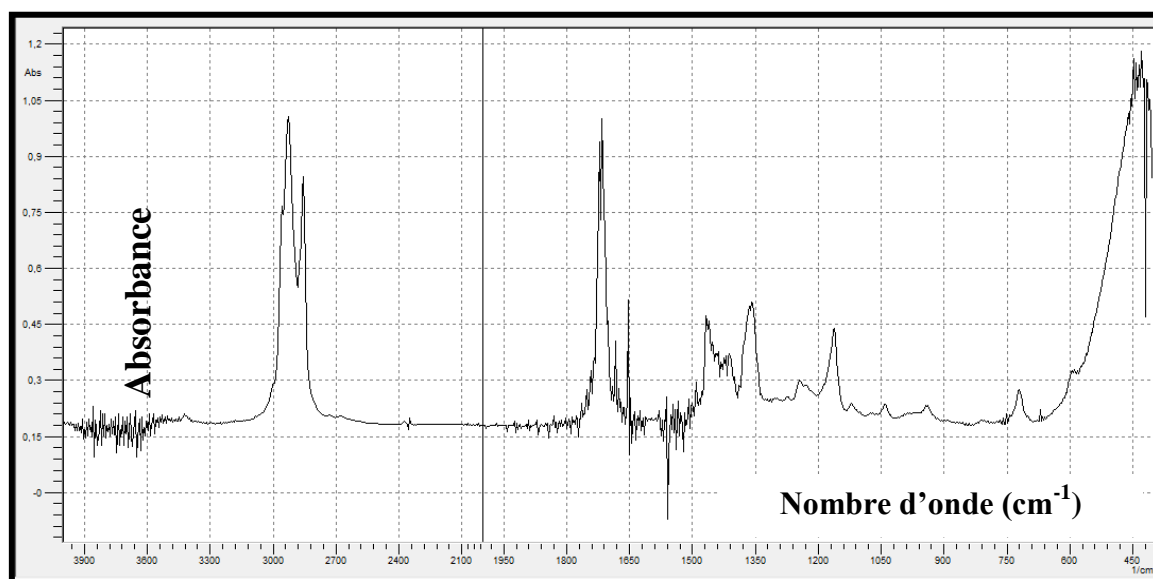


Figure 19 : Spectre IR de l'huile essentielle de Ruta montana

Les valeurs des pics obtenus pour l'huile essentielle de Ruta montana sont rassemblées dans le tableau 10.

Tableau 10 : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR de l'huile essentielle de Ruta montana.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifiée	Intensité
3424	Liaison O-H acide	Faible
2855- 3000	Liaison C-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
2845- 2936	Liaison C-H alcane	Intense
1730-1755	Liaison (C=O)cétone)	Intense
1500-1600	Liaison C=C aromatiques	Intense
1585	Liaison C=C conjuguée avec le cycle benzénique	Intense
1410-1480	Liaison CH ₂ alcane	Faible
1320-1400	Liaison O-H	Faible
1100-1210 1165	Liaison (C-O) ester Cycle benzénique disubstitué en méta (5,7- dihydroxy)	Moyenne
719-740	Liaison CH ₂ alcane	Faible

IV.2. Enrichissement de l'huile d'olive par huile de Ruta montana

Dans cette partie, nous avons étudié l'effet de la concentration (%) sur les propriétés physico-chimiques et spectrales des huiles d'olive enrichies par l'huile essentielle de Ruta montana après 21 jours de stockage.

IV.2.1. Analyses physico-chimiques

IV.2.1.1. Analyses physiques

- Densité

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

Les résultats obtenus pour l'huile d'olive ainsi les huiles enrichies sont rapportées dans la figure 20.

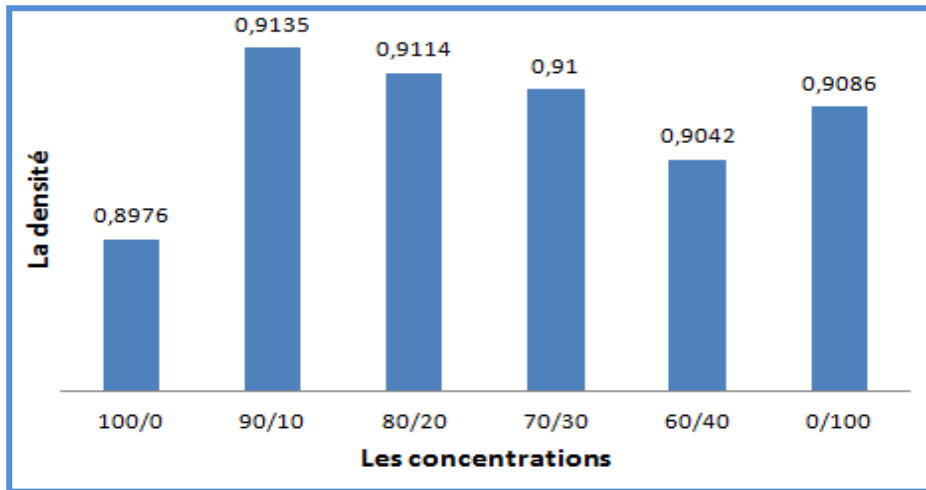
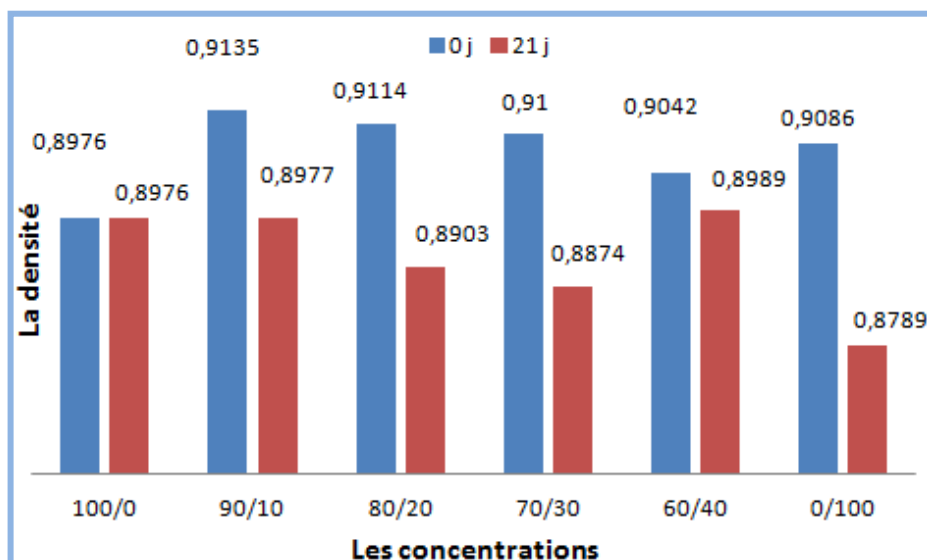


Figure 20 : Variation de la densité des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HE.

D'après l'Histogramme, la densité de l'huile d'olive utilisée dans notre étude est de 0.897. Cette valeur est très proche à celle fixée par la norme **COI** qui est de 0.910-0.916.

Concernant l'huile de Ruta montana ajoutée, sa densité est de 0.908, cette valeur est conforme aux normes données par **COI**, qui est de 0,82-0,99, donc on peut dire que cette huile est pure.

La variation de la densité de l'huile d'olive enrichie avec l'huile de Ruta montana n'est pas significative et rentre dans l'intervalle des normes données par le **COI**, vu que les deux huiles sont dans les normes en termes de densité et les mélanges préparés aux différents pourcentages n'ont pas affecté ce paramètre.



Temps de stockage

Figure 21 : Variation de la densité des échantillons en fonction du temps de stockage

D'après nos résultats obtenus dans la figure 21, on remarque que la densité des échantillons d'huile enrichie a diminué pour tous les pourcentages 90/10, 80/20, 70/30 et 60/40. Cela peut être expliqué par l'augmentation du poids des acides gras.

Donc, on peut dire que l'huile de *Ruta montana* a un effet sur la densité de l'huile d'olive après un certain temps de stockage.

▪ Indice de réfraction

Ce paramètre est principalement utilisé pour identifier une huile et pour vérifier sa pureté, il est proportionnel aux poids moléculaires des acides gras ainsi que leurs degrés d'insaturation [56].

Les valeurs des indices de réfractons de l'huile d'olive ainsi l'huile enrichie sont représentées dans la figure 22.

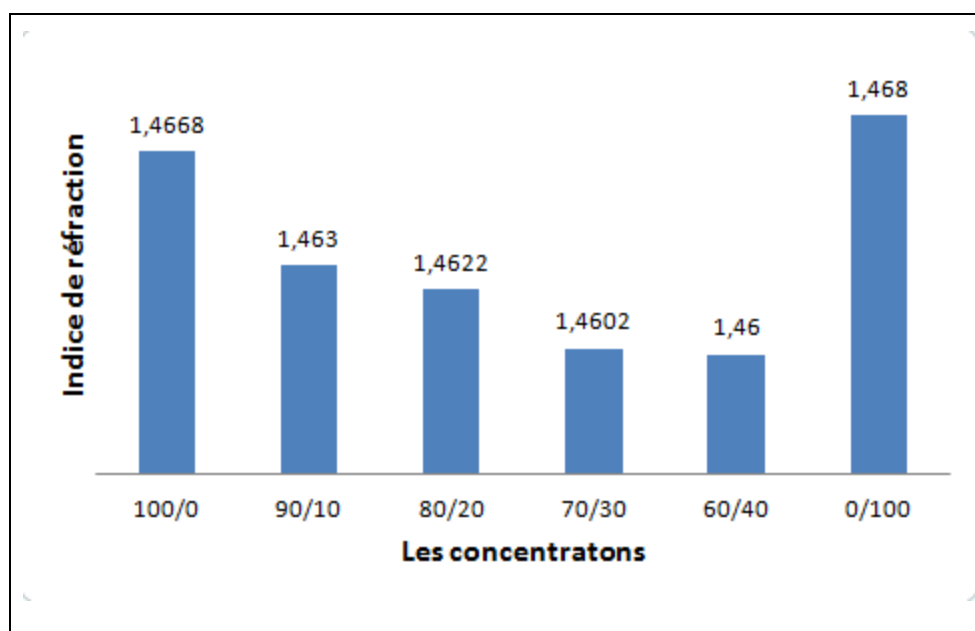


Figure 22 : Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HE .

L'indice de réfraction de l'huile d'olive utilisée dans notre étude est de 1.466, cette valeur est dans l'intervalle établie par la norme **CA** qui est de [1.466-1.470].

Selon **Codex, 1983**, la valeur de l'indice de réfraction de notre huile essentielle extraite est de 1.468. Cette valeur est conforme aux normes données qui est de [1.464 et 1.474].

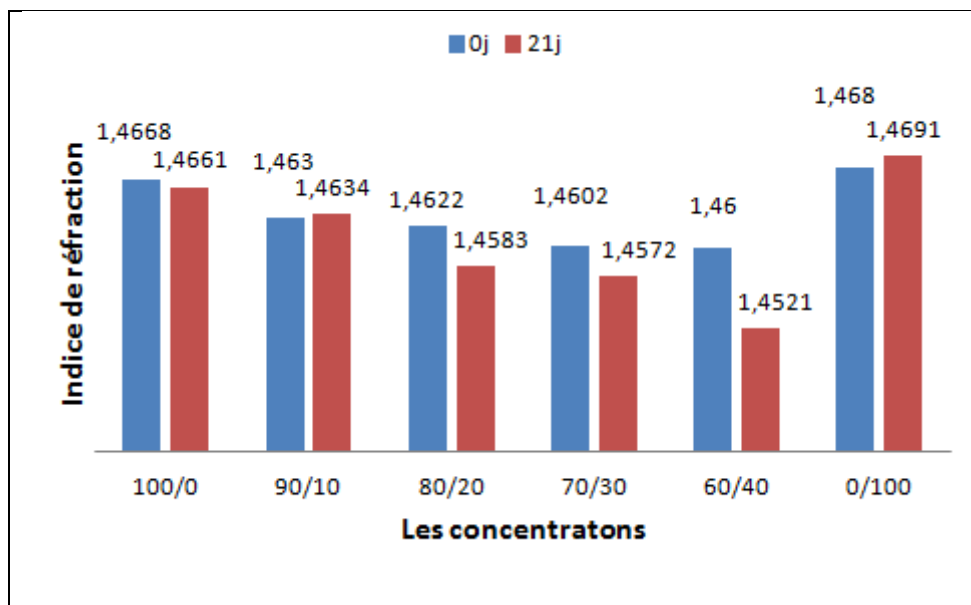


Figure 23 : Variation de l'indice de réfraction des échantillons en fonction du temps de stockage

D'après nos résultats obtenus dans la figure 23, on remarque une légère diminution de la valeur de l'indice de réfraction des mélanges aux différents pourcentages par rapport à celles de l'huile d'olive et l'huile de Ruta montana à l'état pure ce qui signifie que ces mélanges sont riches en acide gras insaturés (L'indice de réfraction est en rapport avec la composition en acide gras insaturé trans).

IV.2.1.2. Analyses chimiques

▪ Indice d'acide

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

Les résultats de l'analyse de l'indice d'acide des échantillons sont illustrés sur la figure 24

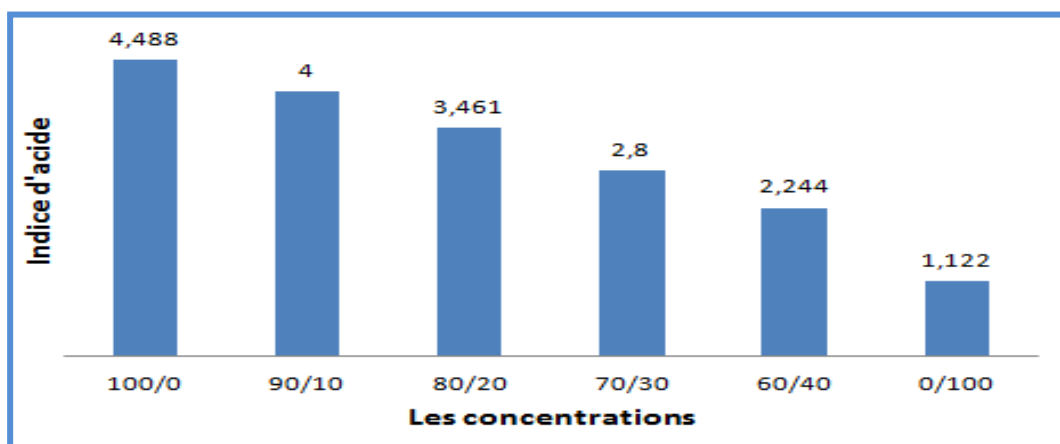


Figure 24 : Indice d'acide de l'huile extrait en fonction de la concentration HO/HE

Les valeurs de l'indice d'acide trouvées pour l'huile d'olive et l'huile de Ruta montana étudiées, ainsi que les mélanges varient entre 1.683 et 4.488 mg de KOH/1g d'huile (huile d'olive + huile extraite).

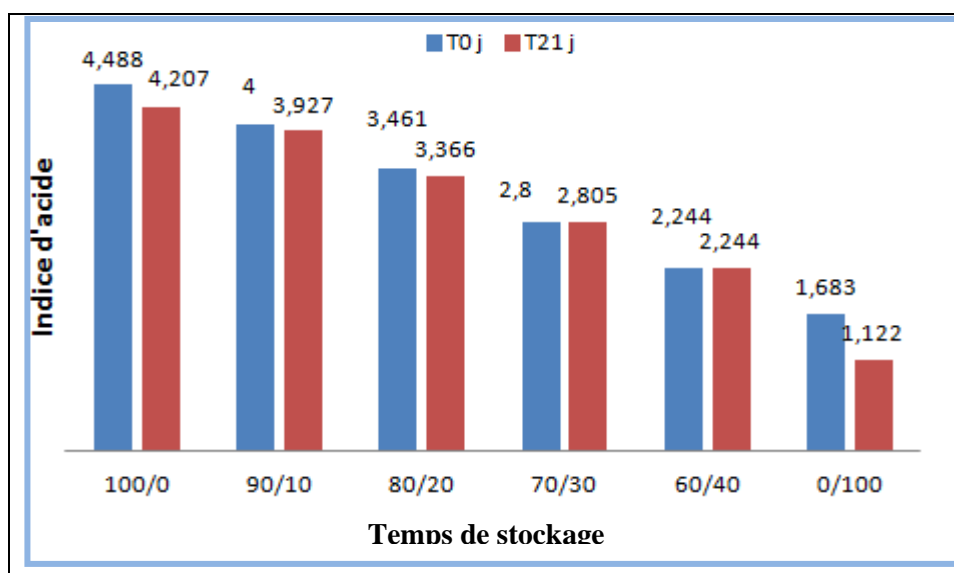


Figure 25 : Variation de l'indice d'acide des échantillons en fonction du temps de stockage

On observe une diminution de l'indice d'acide de 0 j à 21 j, ce qui est dû à la diminution de la libération des acides gras ou à l'effet antioxydant de notre l'huile essentielle.

On constate que l'enrichissement de l'huile d'olive pure par l'huile essentielle de Ruta montana a influencé positivement sur l'acidité de l'huile d'olive après 21 j de stockage.

▪ Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde constitue l'un des critères utilisés dans l'appréciation de la qualité des huiles. Il sert à évaluer l'état d'oxydation d'une huile au cours du stockage. Il est lié à la récolte, à la

conservation et au mode d'extraction. Il reflète le degré d'oxydation des huiles, accéléré par la présence d'oxygène, la température et certains catalyseurs (enzyme, trace de métaux Cu, Fe...).

Ces facteurs agissent sur les doubles liaisons des acides gras insaturés pour former des peroxydes et des hydro peroxydes. Les résultats obtenus sont présentés dans la figure 26

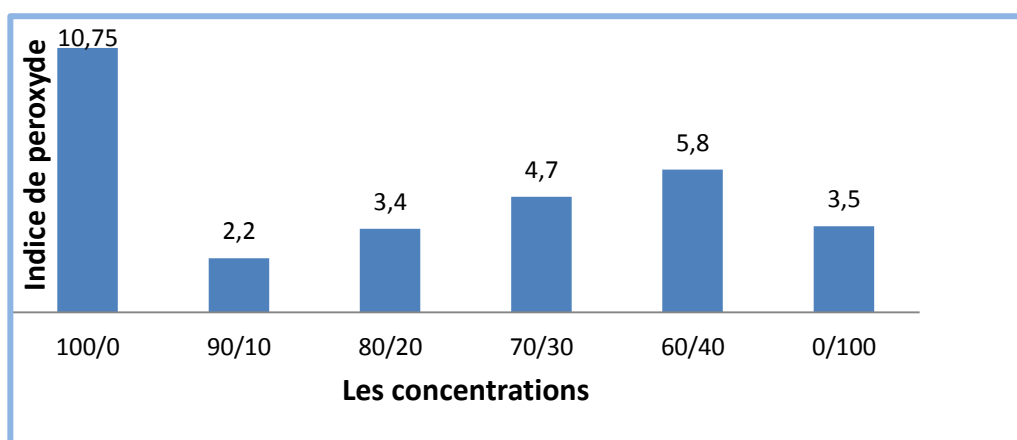
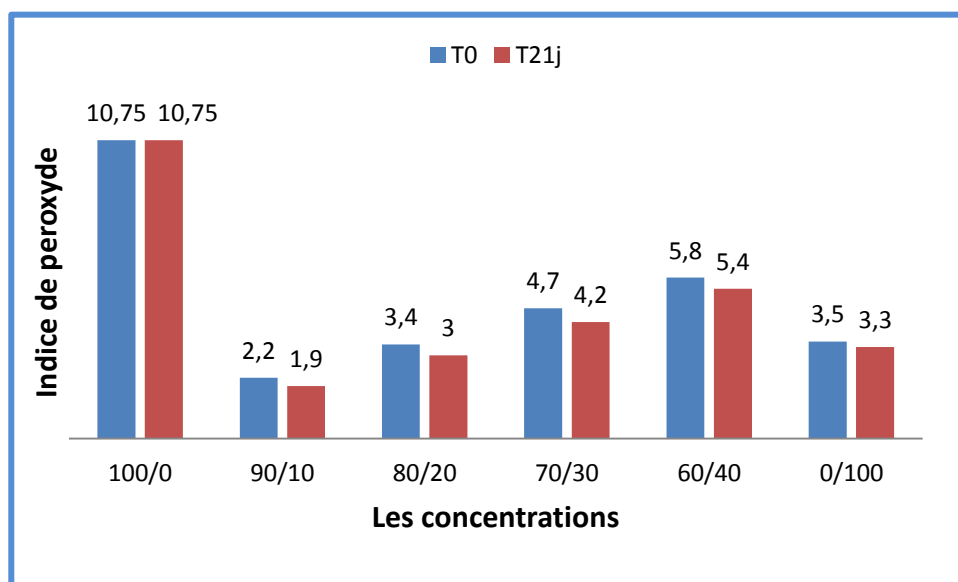


Figure 26 : Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HE.

L'indice de peroxyde mesuré pour l'huile d'olive pure est de 10.75 méq d'O₂/1 kg d'huile, cette valeur s'intègre dans l'intervalle établi par la norme **COI** (≤ 20 méq d'O₂/1 kg d'huile). Donc, l'échantillon analysé est conforme à la norme ce qui permet aussi de classer cette huile dans la catégorie vierge (IP = 20 meq O₂/kg).

L'indice de peroxyde de l'huile de Ruta montana est de 3.5 méq d'O₂/1 kg d'huile, ce résultat est conforme à la norme donnée par **Codex, 2005** (<10 méq d'O₂/1 kg d'huile au max).



Temps de stockage

Figure 27 : Variation de l'indice de peroxyde des échantillons en fonction du temps de stockage.

L'indice de peroxyde des huiles enrichies a diminué après 21 j de stockage, ce qui nous permet de dire que l'enrichissement effectué avec l'huile essentielle de la rue est bénéfique pour la prévention de l'oxydation de l'huile d'olive.

IV.2.2. Analyses spectroscopiques

IV.2.2.1. Spectrophotométrie UV-Visible

Les extinctions à 232 nm et 270 nm nous renseignent sur l'état d'oxydation de l'huile [59]. Plus la valeur d'extinction à 232 nm est forte plus l'huile est peroxydée et plus celle à 270 nm est forte, plus elle est riche en produits secondaires d'oxydation. En effet, les hydro peroxyde sont les composés qui apparaissent dans les premiers stades de l'oxydation, ils absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées dicétones absorbent au voisinage de 270 nm [60].

Les résultats obtenus pour l'absorbance des échantillons d'huiles sont représentés sur la figure 28

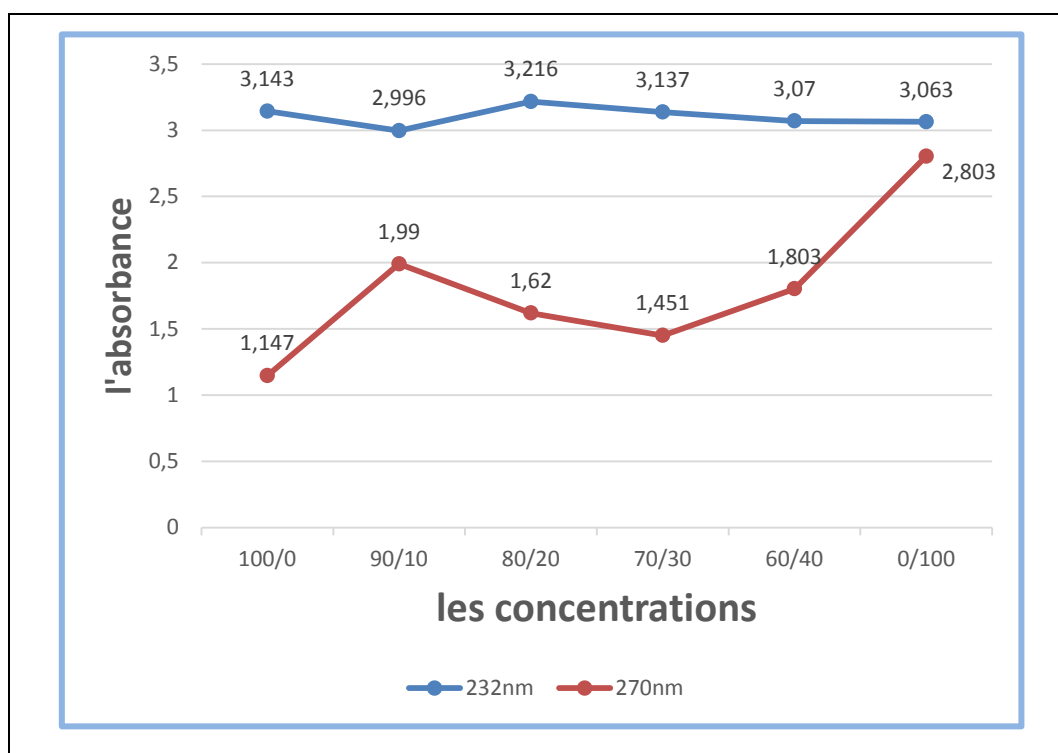


Figure 28 : Variation de l'absorbance des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HE à 232 nm 270 nm.

La valeur d'absorbance enregistré pour l'huile d'olive pure est de 3.143 à 232 nm. Cette valeur est supérieure à la norme **COI** (≤ 2.24). Pareil à 270 nm la valeur trouvée est de 1.147 qui est supérieure à la norme **COI** ($\leq 0,30$).

La courbe sur la figure 28 nous montre qu'il y a une augmentation d'absorbances à 232 nm pour le pourcentage 80/20, ceci peut être expliqué par une initiation à la dégradation de ces mélanges. Par contre à 270 nm, les valeurs d'absorbances pour les pourcentages 80/20 ;70/30 diminuent ce qui veut dire que la dégradation est lente. Donc on peut dire que cet enrichissement est bénéfique pour l'huile d'olive.

IV.2.2.2. Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier

Nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre IR-ATR, les résultats obtenus sont rassemblés dans les figures 29 et 30 et les tableaux 11 et 12 respectivement.

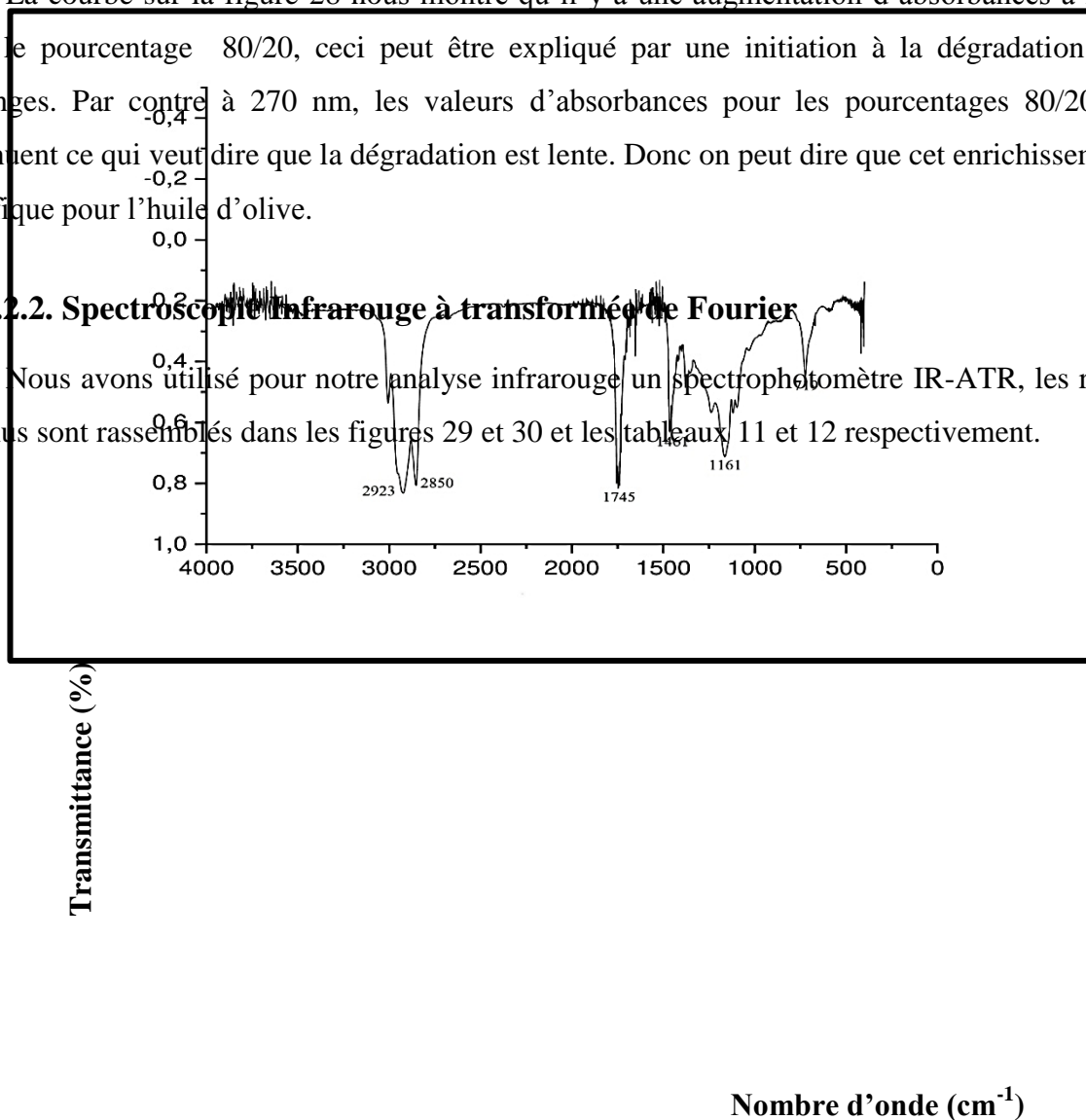
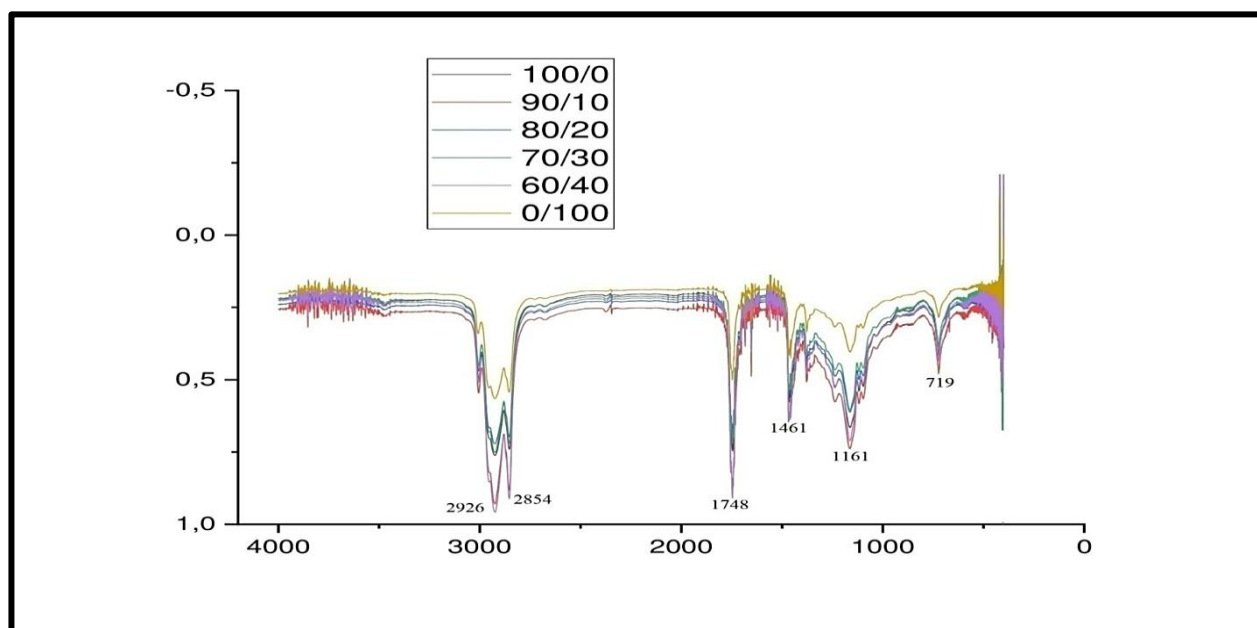


Figure 29 : spectre IR d'huile d'olive pure à 0 j.

Les valeurs des pics obtenus pour l'huile d'olive pure à 0 j sont rassemblées dans le tableau 11.

Tableau 11 : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR de l'huile d'olive pure à 0 j.



Position des bandes (cm-1)	Espèce identifié	Intensité
2923	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde	Intense
2850	Liaison C-H alcane Liaison (R-CHO) aldéhyde. Liaison O-H acide lié	Intense
1745	Liaison (C=O) cétone	Intense
1461	Liaison $\delta(\text{CH}_2)$ alcane	Faible
1161	Liaison(C-O) alcool secondaire	Moyenne
719	4H adjacents	Faible

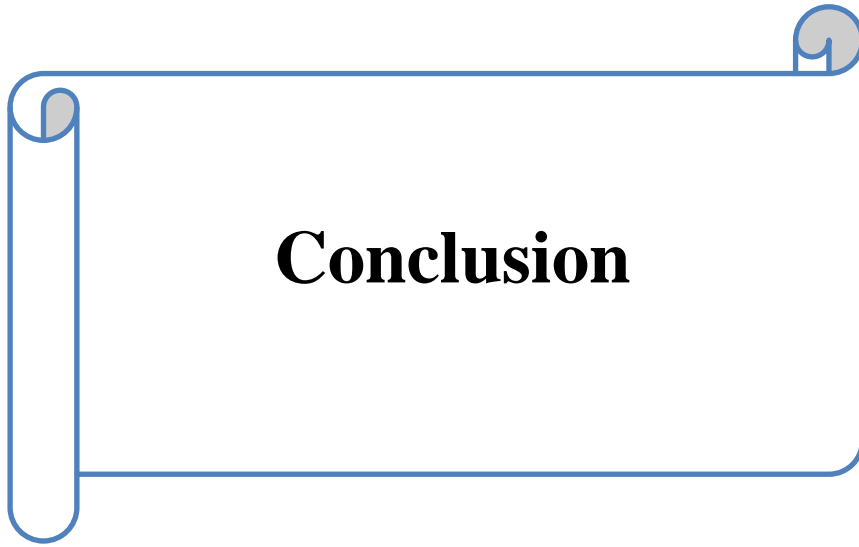
Figure 30 : Spectre IR obtenus pour les pourcentages HO/HE après 21j de stockage.

Les différents groupements observés sont rassemblé dans le tableau 12.

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

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifiée	Intensité
2926	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde	Intense

2854	Liaison C-H alcane Liaison (R-CHO) Liaison O-H acide lié	Moyenne
1748	Liaison (C=O) cétone Liaison (C=O) ester	Faible
1461	Liaison $\delta(\text{CH}_2)$ alcane Liaison (C=C) aromatique	Faible
1161	Liaison C-O ester $\delta(\text{CH}_3)_2$	Moyenne
719	R-CH=CH-R	Faible



Conclusion

Conclusion

Le travail que nous avons entrepris porte sur l'étude chimique de l'huile essentielle de la plante appartenant à la famille des *Rutaceae* (*Ruta montana*) et l'étude de son effet antioxydant sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge.

Les huiles essentielles sont des substances aromatiques, d'une composition chimique complexe, ce qui leur confère des propriétés antimicrobiennes et antioxydantes très intéressantes à mettre à profit dans la préservation des produits alimentaires.

L'huile essentielle de la *Ruta montana* a été obtenue par hydrodistillation avec un faible rendement 0.47% pour la partie aérienne et 0.45% pour les graines. Ces valeurs sont identiques avec celles obtenus dans d'autres études de la même espèce.

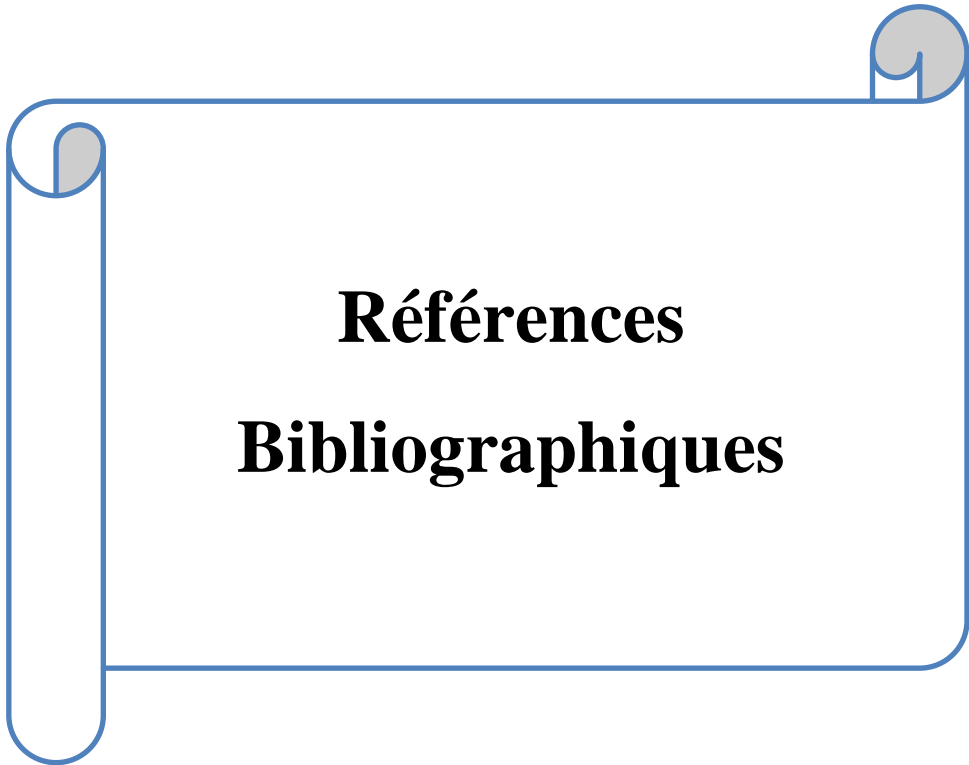
D'après les résultats obtenus, La détermination des propriétés physico- chimiques et organoleptiques (densité, indice de réfraction, indice d'acide, couleur, etc...) nous a conduit à des valeurs conformes aux normes de commercialisation des HE établies par les différentes pharmacopées et proches de certains travaux antérieurs.

Le suivi de l'état oxydatif de l'huile d'olive en présence de l'huile essentielle de *Ruta montana* comme additif, a été évalué par l'analyse de quelques paramètres physico-chimiques et spectrales. D'après les résultats obtenus, des changements considérables ont été observés dans l'huile d'olive pendant le stockage.

- L'enrichissement n'a pas d'effet sur la densité de l'huile d'olive mais a un effet sur l'indice de réfraction.
- Les huiles étudiées présentent une acidité qui répond aux normes établis par le C.O.I.
- Les résultats de l'analyse de l'indice de peroxyde nous confirment l'intérêt de l'ajout de l'huile de *Ruta montana* à l'huile d'olive, en améliorant sa stabilité oxydative.
- L'analyse par spectrophotomètre UV-Visible à 232 nm montre une présence d'une oxydation primaire (lente) et l'absence des produits secondaires d'oxydation à 270 nm.

L'enrichissement de l'huile d'olive par huile de *Ruta montana* a abouti à des résultats favorables.

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



**Références
Bibliographiques**

Bibliographie

- [1]. H. Kavuncuoglu ; T. Dcapar ;H.S.Karamani. Food Measure Oxidative stability of extra virgin olive oil blended with sesame seed oil during storage: an optimization study based on combined design methodology, 2017 .
- [2]. AL. Antioxidant activities of flavonoids as bioactive components of food. ,1997.
- [3]. L. Meessen ; L. Navarro ; D.Maunier, ; S.Siggolot; J. C.Lorquin ; J. Delattre ; M. Simon ; L. Asther ; M. Labat. Food Chemistry, Simple phenolics content in olive oil residues as a function of extraction systems. , 75(4), 501-507, 2001.
- [4]. Ed. Dunod ; PH.Lion,. Travaux pratiques de chimie organique, Paris, 1955.
- [5]. M.Olle , Analyse des corps gras. Bases document : technique d'analyse ;,3325 ; Ed. Techniques de l'ingénieur, 2002.
- [6]. C. Mautrait ; R. Raoult. la préparation: Mode d'emploi (officine, sous-traitance et BP) ,2ème édition. Porphyre France, 2009.
- [7]. A.Beloued. « *Plantes médicinales d'Algérie* », OPU, Alger, 1998.
- [8]. J.P. Lafon ; C.Thorand prager. ; G.Evy, « *Biochimie structurale* », Biologie des plantes cultivées. Tome 1.Lavoisier. TEC. 8 DOC. 1988.
- [9]. J.Lsalles ; J.Parra ; P.Campion. « *Les huiles essentielles ; Synthèse d'aromathérapie et introduction à la sympathicothérapie* », Edition Frison – Roche, Paris, 2006.
- [10]. J.Valnet. « *Aromathérapie : traitement des maladies par les essences des plantes* », Ed. Maloine. n°10, 1984.
- [11]. L. Nous. Etude chimique et biologique des huiles essentielles de coriandre, de fenouil et de persil. [These] : Chimie organique : Université Oran,2015.
- [12]. O. Chouitah .Composition chimique et activité antibactérienne des huiles essentielles, des feuilles de GLYCYRRHIZAGLABRA. [Thèse] : Biochimie : Université Oran. 2012.
- [13]. J. Bruneton, Pharmacognosie-Phytochimie, plantes médicinales 2^{ème} éd., Paris, Tec-& Doc- Editions médicales internationales, p 1188, 2008.
- [14]. F. Mayer, Utilisations thérapeutiques des huiles essentielles : Etude de cas en maison de retraite. [THESE] : Pharmacie :Université de Lorraine, 2012.
- [15]. J. Guignard, « *Biochimie végétale* », Masson, Paris,. p 166. 2000.
- [16]. J. Bruneto. Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales, Tec & Doc, Lavoisier, Paris, p 915. 1993.
- [17]. Z. Hellal. Contribution à l'étude des propriétés antimicrobiennes et antioxydantes de

certaines huiles essentielles extraites des citrus. Application sur la sardine (*sardina Pilchardus*).
Thèse de magister en biologie. UMMTO. 2011.

[18]. M. Pichon . Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore laurentienne : composition chimique, activités pharmacologiques et hémisynthèse [en ligne]. Mémoire de la maîtrise : ressources renouvelables. Chicoutimi : université du Québec, p 156. 2008.

[19]. B. Benjilalli; Extraction des plantes aromatiques et médicinales. Cas particulier del'entraînement à la vapeur d'eau et ses équipements ; Département des sciences alimentaires et nutritionnelles, Institut agronomique et vétérinaire (I.A.V.) Hassan. 2006.

[20]. L. Brianm. The isolation of aromatic materials from plant products, R.J. Reynolds Tobacco Company, Winston- Salem (USA), p.57-148, 1995.

[21]. M. Seu-saberno ; J. Blakway. Le mouse de chêne, une base de la parfumerie », pour la science, Édition Français de scientifiques American, , Mai ,1984.

[22]. J.Sallee. « Les huiles essentielles, Synthèse d'armathérapie et introduction a la sympathicothérapie » Edition Frison-Roche, Paris 1991..

[23]. B.Bzndjillali ; J.Agric ; S.AlouiI ;Foud chem. Séminaire Magrebin sur les plantes aromatiques, Tlemcen le 29-31 Mai, 1990.

[24]. J. Bruneton , « Pharmacognosie », Plantes médicinales, Ed. Lavoisier, Techniques etdocumentation, Paris, 1999.

[25]. W.Owener; A.Giacosa; W. Ehuli; R.Haubner. The antioxidant/anticancer potential of phenolic compounds isolated from olive oil. P 1235-1247.2000.

[26]. S.Rkotirimana : Contribution à l'amélioration de la comestibilité de l'huile d'arachide artisanale par raffinage. Mémoire d'Ingénieur en Génie chimique, Université d'Antananarivo, p110.2010.

[27]. A.Boudiaf; M.Zegtitouche. Caractérisation physico-chimique des huiles d'olive stockées . Spécialité : Qualité des produits et sécurité alimentaire. Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi. 2012.

[28]. A. Karleskind Olive et huile d'olive. In « Manuel des corps gras ». Ed : Lavoisier. Paris,p 221-228. 1992.

[29]. J.Cmolik;J. Pokorny;M. Dolezal. Svobodaz. Geometrical isomerization of polyunsaturated fatty acids in physically refined raspessed oil during plante_scale deodorization. Eur J Lipid Scitechnol .2007.

[30]. A.Karleskind.: Manuel des corps gras. Edition : Lavoisier Tec et Doc, Tome 1 et 2, Paris, 1992.

[31]. A.Charles. Abrégé de Biochimie alimentaire.4ème Edition Masson, Paris, p 225 232.1997

- [32]. A.Kristakis; G. Mosman . effets du carotène et de α - tocophérol sur la stabilité photo-oxydative de l'huile d'olive *Olivae*,56. pp25-28. 1995.
- [33]. M. Frenot; E.Vierling. Biochimie des aliments diététique du sujet bien portant. ED : Doin éditeurs, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. Bordeaux. France, 2-97. 2001.
- [34]. W,Formo, : Physical properties of fats and fatty acids in Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Vol.1 (ed.D.Swern), 4 th edn, John Wiley & Sons, Inc., New York, 177-232. 1979.
- [35]. S. Djadoun ,: Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par microondes. Mémoire de magister en chimie de l'environnement. Université de Tizi-Ouzou. 9-10. 2012
- [36].Y. Segheir ; L.Benahmed: Raffinage de l'huile de soja et élimination des acides gras libres au niveau de l'usine de « Afia » Mémoire de Projet de Fin d'Etude pour l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés. 2014.
- [37]. E.Jacques ; A.Christian., M.Odile., : Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. 2007.
- [38]. Z.Ornell : Fonctionnalisation et photopolymérisation de l'huile de lin en vue de l'élaboration de nouveaux matériaux sans émission de composés organiques volatils (COV)Thèse de doctorat de l'INSA de Rouen, Spécialité : Chimie macromoléculaire, Ecole Doctorale Normande de Chimie. 2009.
- [39]. J. Delgado ;N. Adamez; F Baltasar; C. Yuste; D. Martin –vertedor. Oxidative stability, phenolic compounds and antioxidant potential of a virgin olive oil enriched with natural bioactive compounds journal of oleo sciences. pp55-65. 2014.
- [40]. L.Clodoveo ;T.Dipalmo ; P. Crupi ; V. Duranth ; V. Pescf ; I. Maiellaro ; C. Franchini. Comparison between different flavored olive oil production techniques Healthy Value and process efficiency. Plant food for human nutrition pp81- 87. 2016.
- [41]. S.Achat; V.Tomao; K.Madani; M.Chibane; M.Elmaataoui; O.Dangles. F.Chemat. direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. Ultrasonic sonochemistry.pp777-786. 2012.
- [42]. R..Veillet V.Tomao. F.Chemat. Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil.food Chemistry. pp905-911. 2010.

- [43]. G C.Penalvo; V. Robledo; C.Callado; M. Santander-ortaga; L.Castro-vazquez; V.LOZANO; Improving green enrichment of virgin olive oil by oregano.Effects on antioxidants.Food chemistry, p197-509-515. 2016.
- [44]. Y.Li; A.Fabiano-tixer; V.Tomao; G.Cravtto; F.Chema.; Green ultrasound-assisted extraction of carotenoids based on the bio-refinery concept using sunflower oil as an alternative solvent.Ultasonicssonochemistry. p12-18. 2013.
- [45]. K. Alouan. composition chimique et activité antioxydant et antimicrobienne des huiles essentielles de l'anth,de la sauge,et de la rue des montagne. école nationale supérieur agronomique EL-harache-alger 2013.
- [46]: ruta graveolens-wikipédia .fr.wikipedia.org 10 mai, a 23h07min.
- [47]. F. Couplan. Les plantes et leurs noms : Histoires insolites, Editions Quaep. 156. , 2012
- [48]. Rue officinale sur mr-plantes.
- [49] fr.m.wiktionary.org.
- [50]. S. Merghache, M.Hamza et T. Boufeldja. Etude physique de l'huile essentielle de Ruta Chalpensis L.de tlemcen, Algérie.2016
- [51]. P.Fournier, *le livre des plantes médicinales et vénéneuses en France*, tome III. Paris, pp 356-361. 1948.
- [52]. Durande., *Notions élémentaires de botanique*, p 284. 1782.
- [53]. N.Beniki., *Etude Phytochimique Des Plantes Médicinales Algériennes: Ruta montana, Matricaria pubescens et Hypericum perforatum*. Thèse de doctorat d'état. P 12. 2006.
- [54]. géniale végétale <https://www.genialvegetal.net/-Rue-de-Chalep-?q=-Rue-de-Chalep->
- [55]. A. Boukhatemet al. *Revue Agrobiologia.p 1653-1659* 2019.
- [56]. P. Baseflor. *Index botanique, écologique et chorologique de la flore de France*. Version : 27 avril 2021.
- [57]. G. Villa ;J.Graille . *lipides et corps gras alimentaires*, Edition TEC etDOC,p467 2003 .
- [58]. C.Amourtimr ; G. Comet . *Le livre de l'olivier*. Edisud, 191.2000.
- [59]. M. Benelemlih ; J. Ghanam.. *Polyphénols de l'huile d'olive trésors sante! 2éme édition augmenté imprimé en France (Nouvelle Imprimerie Laballery),1ER partie, chapitre1. p 48.ISBN 978-2-87211-159-6.2016.*
- [60]. H.Boulekrone *l'oléiculture en petite Kabylie :améliorer la qualité du produit participe .au développement durable de la filière page13.2018*

- [61]. D. Giuffrida; L.Peral; G.Dugo. Piments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. Food Chemistry.2006.
- [62]. B.Sekour. phytoprotection de l'huile d'olive (H.O.V) par l'ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin) mémoire de magister université de boumerdas.2012.
- [63]. Conférence des Nations Unies sur le Commerce Et le Développement (2005) : Accord international de 2005 sur l'huile d'olive et les olives de table. Nations unies TD/OLIVE.OIL.10/6.
- [64]. P.Dim. Extraction and Characterization of Oil from Sesame Seed. J. Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences. p752. 2013.
- [65]. PH.Ion. : Travaux pratiques de chimie organique. Edition Dunod, Paris. 1955.
- [66]. A.Meeaudi. contribution a l'étude de la qualité d'huile de lin par des methodes physico-chimique. Mémoire université Tlemcen.2012.
- [67]. J.Pwolff .Manuel d'analyse des corps gras. Edition Azoulay, Paris. 1968.
- [68]. WM.Ratnayak ; C.Galli : Fat and fatty acid terminology, methods of analysis andfat digestion and metabolism: a background review paper. Ann Nutr Metab55, 8-43. 2009.
- [69]. N.Yahiaoui : « Etude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif »Mémoire de magister,Université Mouloud Mammeri TiziOuzou.2012.
- [70]. A. Bbenaissa. Étude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique, et d'un tensioactif Thèse doctorat. Université Mentouri Constantine.2011.
- [71]. Conseil oléicole international. Les données du COI pour la campagne oléicole 2017/18 montrent une augmentation interannuelle de laproduction d'huile d'olive. oxydants, antioxydant, and the degenerative diseases of aging Review ;product Natural AcademicScience of USA.90, 7915-7922.2018
- [72]. Ch. Benammara ; D. Benkada ; F. Benammar. *analyse par CPG/SM de l'huile essentielle de Ruta chalpensis (fidjel) de Tlemcen*. II^{ème} Symposium International sur les Plantes Aromatiques et Médicinales, Marrakech. 2006.

Résumé

L'objectif de cette étude était d'évaluer la stabilité oxydative de l'huile d'olive en présence de l'huile essentielle de *Ruta montana*. L'huile essentielle des parties aériennes de *Ruta montana* a été isolée par la méthode d'hydrodistillation. Différentes doses de cette huile ont été ajoutées à l'huile d'olive. La stabilité de l'huile à l'oxydation a été évaluée par l'analyse de quelques paramètres physico-chimiques et spectrales pendant 21 jours de stockage. Les résultats obtenus ont montré que l'huile essentielle étudiée inhibe la formation de produits d'oxydation pendant le stockage de l'huile d'olive. Donc, d'après les résultats de ce travail, l'huile essentielle de *Ruta montana* peut être utilisée pour augmenter la stabilité oxydative des huiles végétales.

Mots clés : Huile d'olive, huile essentielle, *Ruta montana*, stabilité et oxydation

Abstract

The objective of this study was to evaluate the oxidative stability of olive oil in the presence of *Ruta montana* essential oil. The essential oil from the aerial parts of *Ruta montana* was isolated by the method of hydrodistillation. Different doses of this oil have been added to olive oil. The stability of the oil to oxidation was evaluated by analyzing some physico-chemical and spectral parameters for 21 days of storage. The results obtained showed that the essential oil studied inhibits the formation of oxidation products during the storage of olive oil. Therefore, based on the results of this work, *Ruta montana* essential oil can be used to increase the oxidative stability of vegetable oils.

Keywords: Olive oil, essential oil, *Ruta montana*, stability and oxidation