

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des sciences alimentaires
Filière : Sciences alimentaires
Spécialité : Sciences des corps Gras



Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Evaluation de la qualité physico-
chimique de l'huile d'olive
aromatisée**

Présenté par :

BOUZIDI Houda

Soutenu le : **26 Juin 2018**

Devant le jury composé de :

M^r CHIKHOUNE A.

M^{me} TAMENDJARI S.

M^{me} LEHOUCHE R.

MCA

MCB

MAB

Président

Examineur

Encadreur

Année universitaire : 2017 / 2018

Remerciements

Je tiens à remercier toutd'abord le bon DIEU, le tout puissant qui m'a procuré du courage et la volonté pour mener ce modeste travail ;

Je tiens à remercier en premier lieu M^{me} LEHOUCHE pour avoir dirigé ce travail ainsi que pour ses conseils et son aide ;

Je tiens à remercier aussi M^r CHIKHOUNE pour m'avoir fait l'honneur de présider cette jury ;

Mes remerciements vont également à M^{me} TAMENDJARI pour avoie accepté d'examiner mon travail ;

Je tiens à exprimer mes meilleurs remerciements et notre profonde gratitude à M^r TAMENDJARI A. pour son aide, et à tous mes enseignants ;

Mes sincères remerciements et ma profonde reconnaissance sont adressés à tous ce qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

*A ma famille, pour m'avoir tant offert et
tant donné.*

Sommaire

Table des matières

Remerciements	
Dédicaces	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	
Introduction	1

Partie bibliographique

Chapitre I : l'huile d'olive

1 L'huile d'olive	3
1.1 Définitions de l'huile d'olive	3
1.2 Les différentes catégories de l'huile d'olive	3
1.2.1 L'huile d'olive vierge	3
1.2.2 L'huile d'olive	4
1.2.3 L'huile d'olive raffinée	4
1.2.4 L'huile de grignon	4
1.3 Composition de l'huile d'olive	4
1.3.1 La fraction saponifiable	5
1.3.2 La fraction insaponifiable	6
1.4 Les indices de qualité de l'huile d'olive	10
1.4.1 Critères physico-chimiques	10
1.4.2 Propriétés organoleptiques	11
1.4.3 Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive	11
1.5 Les bienfaits de l'huile d'olive	11

Chapitre II : Le romarin et le thym

1 Le romarin (<i>Rosmarinus officinalis</i> L.)	14
1.1 Historique	14
1.2 Définition	14
1.3 La description botanique	14
1.4 La classification botanique	15
1.5 La composition chimique	15

1.6 Domaines d'utilisation du romarin	16
2 Le thym (<i>Thymus sp.</i>)	18
2.1 Historique	18
2.2 Définition	18
2.3 La description botanique	18
2.4 La classification botanique.....	19
2.5 La composition chimique.....	19
2.6 Domaines d'utilisation du thym	20

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

1 Matériel végétal	21
1.1 L'huile d'olive	21
1.2 Les plantes aromatiques	21
2 Préparation des échantillons.....	21
3 Détermination des caractères physico-chimiques de l'huile d'olive	22
3.1 L'acidité.....	22
3.2 L'indice de peroxyde	23
3.3 L'absorbance spécifique dans l'UV.....	25
3.4 Dosage des chlorophylles et caroténoïdes	25
3.5 Extraction et dosage des polyphénols totaux.....	26
4 Etude statistique.....	27

Chapitre II : Résultats et discussions

1 L'huile d'olive aromatisée au thym	28
1.1 Les paramètres de qualité.....	28
1.1.1 L'acidité	28
1.1.2 L'indice de peroxyde.....	29
1.1.3 L'absorbance dans l'UV	30
1.2 La teneur en pigments.....	30
1.2.1 Les chlorophylles	30
1.2.2 Les caroténoïdes.....	31
1.3 La teneur en polyphénols totaux	32

2 L'huile d'olive aromatisée au romarin	34
2.1 Les paramètres de qualité	34
2.1.1 L'acidité	35
2.1.2 L'indice de peroxyde	35
2.1.3 L'absorbance dans l'UV	36
2.2 La teneur en pigments	36
2.2.1 Les chlorophylles	36
2.2.2 Les caroténoïdes	37
2.3 La teneur en polyphénols totaux	39
Conclusion	40
Références bibliographiques	
Annexes	

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
I	Les principaux triglycérides de l'huile d'olive	5
II	Les teneurs limites de l'huile d'olive en acides gras	6
III	Pourcentage des principaux stérols de l'huile d'olive	8
IV	Classification botanique du romarin	15
V	Les domaines d'utilisation et quelques activités de <i>Rosmarinus officinalis</i> L	16
VI	Classification botanique du thym	19
VII	Dénomination des différents échantillons	21
VIII	Les valeurs des paramètres de qualité des différents échantillons d'huile d'olive témoin et aromatisée au thym	28
IX	Les valeurs des paramètres de qualité des différents échantillons d'huile d'olive témoin et aromatisée au romarin	34

Liste des figures

N°	Titre	page
1	Structure des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive	7
2	Structure des tocophérols	8
3	Structure chimique des composés volatiles majoritaires trouvés dans l'huile d'olive vierge	10
4	Fleurs et feuilles de <i>Rosmarinus officinalis</i> L.	15
5	Teneur en chlorophylles des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au thym	31
6	Teneur en caroténoïdes des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au thym	32
7	Teneur en polyphénols totaux des huiles d'olive vierges témoins et des huiles aromatisées au thym	33
8	Teneur en chlorophylles des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au romarin	37
9	Teneur en caroténoïdes des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au romarin	38
10	Teneur en polyphénols totaux des huiles d'olive vierges témoins et des huiles aromatisées au romarin	39

Liste des figures en annexe

N°	Titre	Page
1	Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux.	Annexe 1

Liste des abréviations

ANOVA : Analysis of Variance.

CEE : Communauté Economique Européenne.

COI : Conseil Oléicole International.

E.A.G : Equivalent d'Acide Gallique.

HAR : L'huile d'olive aromatisée au romarin.

HAT : L'huile d'olive aromatisée au thym.

HDL : Lipoprotéine à haute densité (Hight Density Lipoprotein).

HT0 : L'huile sans stockage.

HTM : L'huile d'olive témoin.

IP : Indice de Peroxyde.

K₂₃₂ : Absorbance à 232 nm.

K₂₇₀ : Absorbance à 270nm.

LDL : Lipoprotéine de basse densité (Low Density Lipoprotein).

LSD : La plus petite différence significative (Least Significant Difference).

Méq : Milliéquivalent.

ppm : Partie par million.

UV : Ultraviolet.

Introduction

Introduction

Une fascinante histoire de 5 000 ans, documentée par des légendes, des textes religieux et des vestiges archéologiques, situe l'origine de l'olivier dans les territoires du Moyen-Orient et en décrit l'implantation dans tous les environnements riverains du bassin méditerranéen et dans de nombreuses autres zones adaptées à sa culture (**Fouin et Sarfati, 2002**).

L'huile d'olive est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable (**Boskou, 1996**). Elle est la principale source de matières grasses du régime méditerranéen. Si l'huile d'olive est un produit intéressant d'un point de vue nutritionnel c'est tout d'abord pour sa composition en acide gras (**Vielle, 2010**).

Le consommateur est attiré par cet aliment important non seulement pour des raisons organoleptiques, car il s'agit d'un condiment-aliment riche en arômes et en saveurs, mais également pour des raisons de santé (aspects nutritionnels et diététiques) (**Dugo et al., 2004**). Malgré ses atouts naturels et son arôme particulier, les producteurs de l'huile d'olive ont cherché à diversifier leur gamme de produits à travers l'aromatisation des huiles par des plantes aromatiques (**Vielle, 2010**).

L'histoire des plantes aromatiques est associée à l'évolution des civilisations (**Bouzouita et al., 2008**), tout d'abord dans l'orient et le Moyen Orient et par la suite au nord de l'Afrique et en Europe. Les hydrolats (eaux aromatiques) étaient utilisés en Inde il y a plus de 7000 ans. Entre 3000 et 2000 ans avant notre ère, les égyptiens faisaient un usage important des plantes aromatiques et aussi des plantes pour soigner les malades (**Baser et Buchbauer, 2010**).

Le thym et le romarin sont parmi les plantes aromatiques qui donnent à la cuisine provençale ses saveurs si typiques. Ils sont originaires de l'Inde, ces mélanges de feuilles séchées, vendus sous la dénomination générique «Herbes de Provence». Ces plantes largement étudiées sont très reconnues par leurs richesses en huiles essentielles qui leurs confèrent un pouvoir aromatique et olfactif. Elles sont également très utilisées comme un remède efficace contre de nombreuses pathologies (**Anonyme 2012**).

Nous avons effectué cette étude dans le but d'évaluer l'effet de l'ajout de deux plantes aromatiques (thym et romarin) à l'huile d'olive vierge extra sur l'évolution des caractéristiques physico-chimiques de cette huile. Pour cela, nous avons procédé à un stockage du mélange huile/plante pendant 40 jours à deux températures (température

ambiante et 30°C), ensuite, nous avons suivi les paramètres de qualité de cette huile au cours des différentes périodes de stockage.

Notre travail s'articulera sur deux grandes parties :

La première partie est consacrée à une simple synthèse bibliographique contenant deux chapitres relatifs à l'huile d'olive et aux deux plantes aromatiques étudiées (romarin et thym).

La deuxième partie est consacrée à la présentation du matériel et des méthodes d'analyse effectuées ainsi que les résultats obtenus et leur discussion.

Partie

Bibliographique

Chapitre 1 : L'huile d'olive

1. L'huile d'olive

1.1 Définitions de l'huile d'olive

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (C.O.I., 2001).

1.2 Les différentes catégories de l'huile d'olive

Une huile d'olive ne peut être obtenue que par des procédés physiques sans intervention des solvants. Cette définition est cependant incomplète et d'autres critères permettent de diviser les huiles en différentes sous-catégories (CNUCED, 2005). Si la caractérisation physico-chimique des huiles d'olive est une étape essentielle dans la classification des huiles, elle n'est pas suffisante. En effet les caractères organoleptiques sont également à respecter (Veillet, 2010).

1.2.1 L'huile d'olive vierge

L'huile d'olive vierge comprend diverses appellations : vierge extra, vierge fine, vierge courante, vierge lampante. Ces diverses catégories qui correspondent à une certaine qualité ont définies en fonction de l'acidité de l'huile, de son indice de peroxyde ainsi que d'autres critères chimiques et qualités organoleptiques (Perrin, 1992). Le Conseil Oléicole International (2015) a classé l'huile d'olive vierge en quatre catégories selon un ensemble de paramètres :

- **Les huiles d'olives vierges propres à la consommation**
 - **L'huile d'olive vierge extra** : C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est $< 0,8$ gramme pour 100 grammes (C.O.I., 2015).
 - **L'huile d'olive vierge** : C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est $0,8 < < 2$ grammes pour 100 grammes (C.O.I., 2015).
 - **L'huile d'olive vierge courante** : C'est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est $2 < < 3,3$ grammes pour 100 gramme (C.O.I., 2015).
- **L'huile d'olive vierge non propre à la consommation**

- **L'huile d'olive vierge lampante** : C'est une huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure 3,3 grammes pour 100 grammes. Elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques (C.O.I., 2015).

1.2.2 L'huile d'olive

C'est une huile constituée par un coupage d'huile d'olive raffinées et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est < 1 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie (C.O.I., 2015).

1.2.3 L'huile d'olive raffinée

C'est une huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierge par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est < 0,3 gramme pour 100 gramme (C.O.I., 2015).

1.2.4 L'huile de grignon

C'est une huile d'olive obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (C.O.I., 2015). On a trois catégories d'huile de grignon :

➤ L'huile de grignons d'olive brute

C'est une huile de grignons d'olive. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

➤ L'huile de grignons d'olive raffinée

C'est une huile obtenue à partir d'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est < 0,3 gramme pour 100 gramme.

➤ L'huile de grignons d'olive

C'est une huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et l'huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est < 1 gramme pour 100 gramme.

1.3 Composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive possède une composition nutritionnelle équilibrée en fraction saponifiable et en fraction insaponifiable qui sont des composés mineurs représentant 2% du poids total de l'huile (les composés volatils, stérols, tocophérols, pigments...) (Benlemlih et Ghanam, 2012). La composition chimique de l'huile d'olive dépend largement de la variété

du fruit, des conditions agronomiques, du degré de maturité, des procédés d'extraction et des conditions de stockage (Dugo *et al.*, 2004).

1.3.1 Fraction saponifiable

La fraction saponifiable est constituée d'acides gras et de leurs dérivés. Elle représente environ 99% de l'huile et lui confère la plupart de ses caractéristiques physiques, chimiques et métaboliques (Ryan *et al.*, 1998).

➤ Triglycérides

Ils constituent environ 98% de l'huile d'olive et sont principalement monoinsaturés. Les huiles d'olive sont constituées d'une vingtaine de triglycérides dont cinq sont majoritaires : OOO (trioléine), POO (palmityl-dioléine), LOO (linoléyl-dioléine), POL (palmityl-2-oléo-3-linoléine) et SOO (stéaryl-dioléine) (avec O = acide oléique ; L= acide linoléique ; P= acide palmitique ; S= acide stéarique) (Garcia-Gonzalez *et al.*, 2008). Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont présentés dans le tableau I.

Tableau I : Les principaux triglycérides de l'huile d'olive (Ryan *et al.*, 1998).

Triglycéride	Pourcentage (%)	
OOO	40-60 %	
POO	10-20 %	O : Acide oléique
OOL	10-20 %	S : Acide stéarique
POL	5-7 %	L : Acide linoléique
SOO	3-7 %	P : Acide palmitique

➤ Les acides gras

La composition en acides gras de l'huile d'olive joue un rôle important au niveau de sa qualité nutritionnelle (Perrin, 1992). L'huile d'olive possède la particularité d'être très riche en un acide gras mono insaturé, l'acide oléique, accompagné de trois autres acides principaux, l'acide linoléique l'acide palmitique et l'acide stéarique, sa composition en acide gras varie avec l'origine de l'huile (Olivier, 2003). L'huile d'olive par son degré d'insaturation peu élevé et par la présence de nombreuses substances antioxydantes, garde une bonne stabilité (Jacotot et Richard, 1989). Les acides gras sont également utilisés comme moyen permettant de s'assurer de l'authenticité de l'huile d'olive et de détecter les fraudes dans les huiles commercialisées (Faurati *et al.*, 2003).

Les limites en acides gras fixées par le conseil oléicole international (2003) sont représentées dans le tableau II.

Tableau II : Les teneurs limites de l'huile d'olive en acides gras (C.O.I., 2003)

Acide gras	Formule	Limites fixées en acides gras (%)	Acide gras	Formule	Limites fixées en acides gras (%)
Acide myristique	C ₁₄ :0	≤ 0,05 %	Acide linoléique	C ₁₈ :2	3,5 - 21,0 %
Acide palmitique	C ₁₆ :0	7,5 - 20,0 %	Acide linoléique	C ₁₈ :3	≤ 1,0 %
Acide palmitoléique	C ₁₆ :1	0,3 - 3,5 %	Acide arachidique	C ₂₀ :0	≤ 0,6 %
Acide heptadécanoïque	C ₁₇ :0	≤ 0,3 %	Acide gadoléique	C ₂₀ :1	≤ 0,4 %
Acide heptadécénoïque	C ₁₇ :1	≤ 0,3 %	Acide béhénique	C ₂₂ :0	≤ 0,2 %
Acide stéarique	C ₁₈ :0	0,5 - 5,0 %	Acide lignocérique	C ₂₄ :0	≤ 0,2 %
Acide oléique	C ₁₈ :1	55,0-83,0 %			

1.3.2 La fraction insaponifiable

La fraction non triglycéridique est souvent accompagnée du terme «composants mineurs» (Berra, 1998). La fraction insaponifiable comprend les stérols, les alcools aliphatiques, les pigments, les hydrocarbures, et les composés phénoliques. Elle constitue un critère établi de qualité : elle doit représenter entre 0,5 et 1,5 % de l'huile d'olive vierge (Ryan *et al.*, 1998).

➤ Les composés phénoliques

Si les acides gras représentent la très grande majorité de la composition de l'huile d'olive en terme de masse, les composés mineurs tels que les composés phénoliques jouent un rôle très important dans la caractérisation des huiles et présentent un intérêt nutritionnel (Visioli, 1998 ; Brenes, 2002). L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes (Haddam *et al.*, 2014). Les polyphénols, sont responsables de la bonne stabilité à l'oxydation des huiles d'olive vierge. Outre leur propriété anti-oxydante, ils possèdent d'intéressantes propriétés nutritionnelles et organoleptiques (Olivier, 2004). Ils lui confèrent

une meilleure stabilité lors du stockage, une saveur amère et une sensation de piquant (Tanouti *et al.*, 2011).

Les principaux composés phénoliques des huiles d'olive sont représentés dans la figure 1.

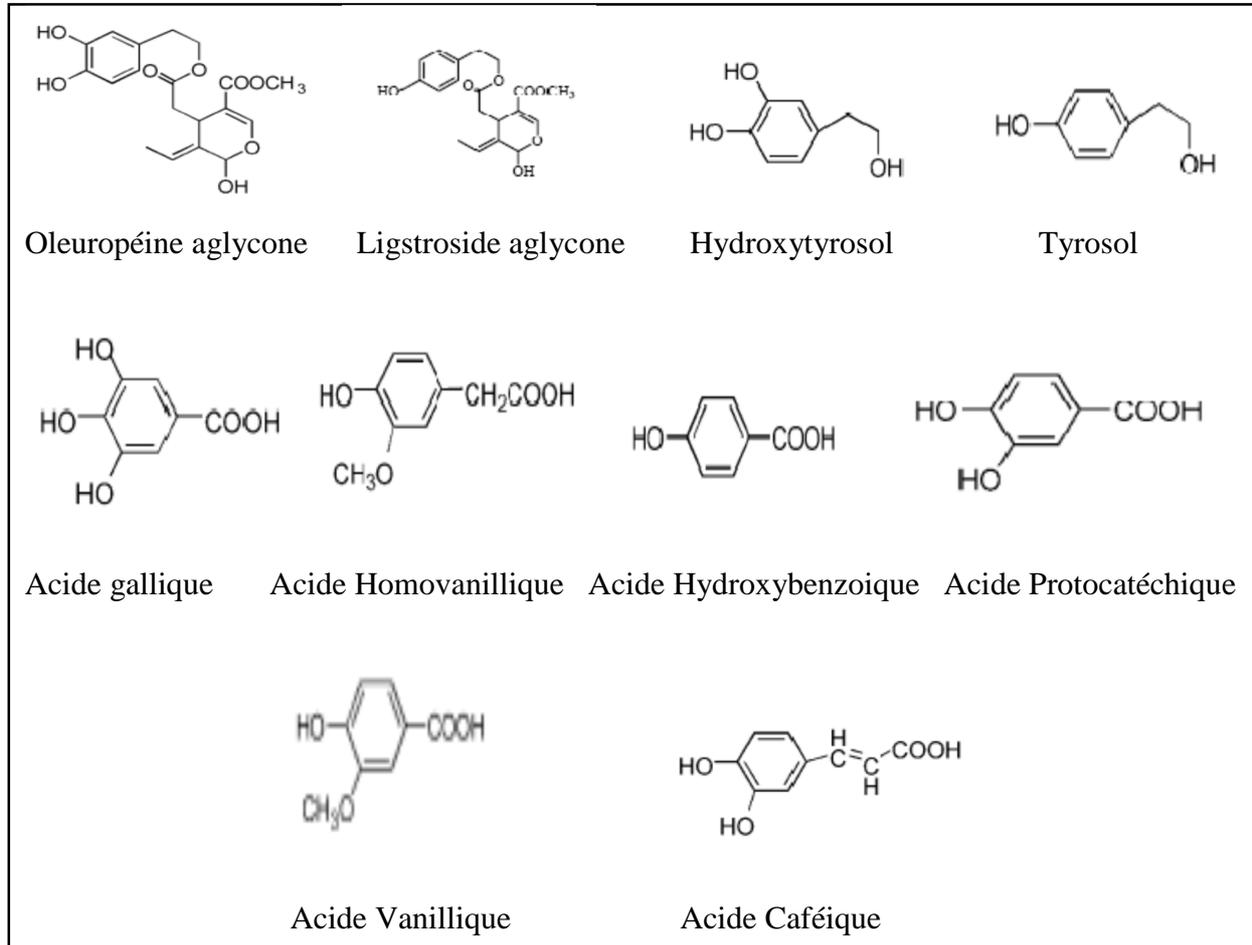


Figure 1 : Structure des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive (Servili *et al.*, 2004).

➤ Les stérols

Les stérols sont des constituants essentiels des membranes cellulaires, ils se trouvent aussi bien chez les animaux que chez les végétaux. La détermination de la composition et la teneur en stérols servent à déterminer le type et l'authenticité de l'huile d'olive (Angerosa *et al.*, 2004). Les stérols font partie des constituants mineurs des corps gras, ce sont des composés tétracycliques comportant 27 à 29 atomes de carbone. Ils sont présents sous forme libre (80%) et estérifiée, ils représentent 30 à 60% de l'insaponifiable (Giuffré *et al.*, 2011). Plusieurs études ont identifié trois principaux stérols dans les huiles d'olive : le β -sitostérol, le campestérol et le stigmastérol (Bentemime *et al.*, 2008). De nombreux stérols sont présents également dans l'huile d'olive en très petite quantité : Le cholestérol, le campestanol, le delta-

7-campestanol, le delta-5-avénastérol, le delta-5,24-stigmastadiénol, le delta-7-stéigmaténol et le delta-7-avénastérol. Deux dishydrotriterpènes ont également été caractérisés dans l'huile d'olive : L'érythrodiol et l'uvaol (Ryan *et al.*, 1998). Les principaux stérols de l'huile d'olive sont représentés dans tableau III.

Tableau III : Pourcentage des Principaux stérols de l'huile d'olive (Ryan *et al.*, 1998).

Stérol	Pourcentage des stérols totaux
β -sitostérol	70 à 90 %
Delta-5-avénastérol	5 à 20 %
Campestérol	1 à 5 %
Stigmastérol	0,5 à 2 %

➤ Les tocophérols

Les tocophérols (figure 2) sont des composés importants de l'huile d'olive en raison de leur contribution à la stabilité oxydative et aux qualités nutritionnelles de l'huile, dans l'huile d'olive les tocophérols se trouvent sous forme libre, non estérifiée (Ryan *et al.*, 1998). La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable puisqu'elle a été reportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile. L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols, mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces (Veillet, 2010).

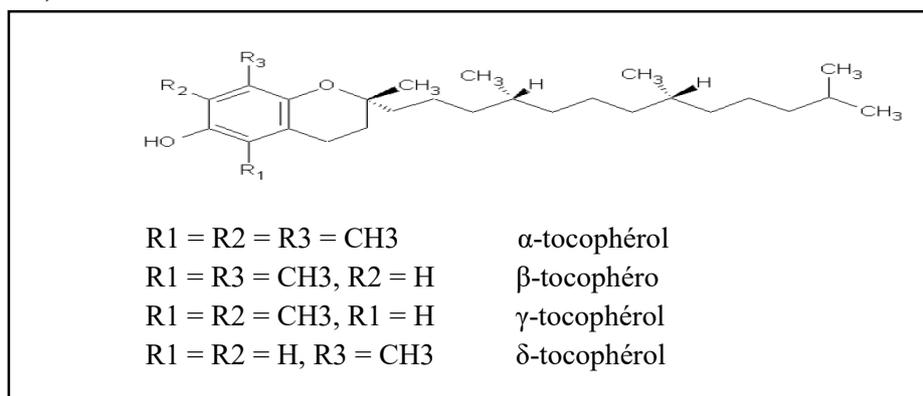


Figure 2 : Structure des tocophérols (Soulier et Fariune, 1992).

➤ Les pigments

Les caroténoïdes et les chlorophylles sont les principaux pigments trouvés dans les huiles végétales. Dans les huiles d'olive, les principales composantes des fractions de

caroténoïde et de chlorophylle sont la lutéine et pheophytine, respectivement. L'huile d'olive vierge a une couleur de vert-jaune tirant vers l'or. La teneur totale en pigments des huiles d'olive est un paramètre de qualité important car il est en corrélation avec la couleur, qui est le premier attribut de l'huile d'olive vierge évaluée par les consommateurs (**Gargouri et al., 2013**). Les pigments sont impliqués dans les mécanismes d'auto-oxydation et de photo-oxydation (**Ryan et al., 1998**).

- **Les chlorophylles**

La chlorophylle est un chlorure, chélatant un atome de magnésium au centre ainsi qu'un alcool à longue chaîne, le phytol, dans sa structure. La présence de nombreuses doubles liaisons conjuguées dans sa structure permet une absorption du rayonnement lumineux (**Rowan, 1989**). Elle donne la couleur verte de l'huile, ce pigment vert naturel peut stimuler dans l'organisme la croissance cellulaire, l'hématopoïèse et accélère les processus de cicatrisation. Sa teneur est de 0,1 à 1mg pour 100g. La chlorophylle oxyde l'huile en présence de lumière alors qu'à l'obscurité, elle possède une activité anti-oxydante, c'est l'une des raisons pour lesquelles il est conseillé de conserver l'huile d'olive à l'abri de la lumière (**Henry, 2003**).

- **Les caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont des tétraterpènes qui possèdent une activité anti-oxydante (**Giuffrida et al., 2006**). Ce sont également des pigments naturels mais à structure d'hydrocarbure. Parmi eux, on trouve le β -carotène (provitamine A) à des concentrations variables (0,3 à 3,7 mg pour 1 kg) (**Henry, 2003**). Ils sont responsables de l'activité oxydative de l'huile d'olive en raison de leur nature antioxydant dans l'obscurité et pro-oxydantes à la lumière (**Ryan et al., 1998**).

- **Les composés aromatiques**

On estime que plus de 70 composées contribuent au parfum et au goût particulier de l'huile d'olive. Parmi ceux-ci figurent des produits de dégradation d'acide gras insaturé tels que les aldéhydes dont le prédominant est l'hexanal (**Tateo et al., 1993**). Plus de 120 composés volatils contribuent aux propriétés sensorielles positives ou négatives de l'huile d'olive ont été identifiés (**Aparicio et al., 2006**). La figure 3 illustre la structure des principaux composés volatiles de l'huile d'olive.

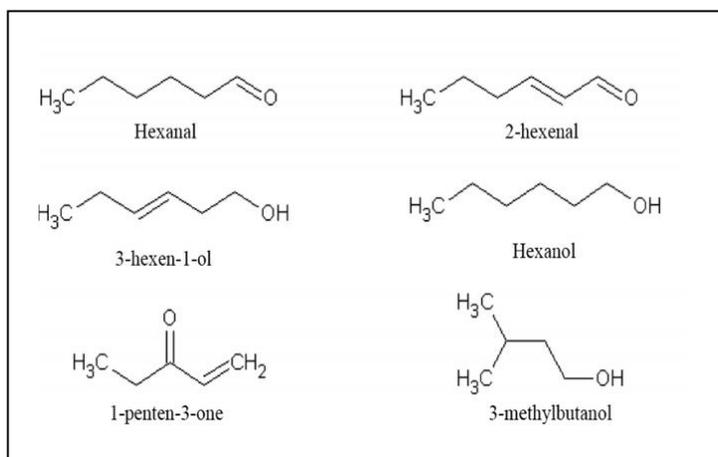


Figure 3 : Structure chimique des composés volatiles majoritaires trouvés dans l'huile d'olive vierge (**Griffin, 1986**).

➤ Les hydrocarbures

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène ($C_{30}H_{50}$), un triterpène qui apparaît dans la voie de la biosynthèse du cholestérol. Il représente 30 à 50 % des constituants mineurs de l'huile d'olive avec une teneur de 3 à 7 mg/g (**Assman, 2008**). L'huile d'olive contient aussi d'autres hydrocarbures, mais en moindres quantités tels que le β -carotène et d'autres à l'état volatile, il s'agit de phénanthrène, pyrène, fluoranthrène, 1,2 benzanthracène, chrysène et périlène (**Garcia-Gonzalez et al., 2008**).

1.4 Les indices de qualité de l'huile d'olive

1.4.1 Critères physico-chimiques

- **L'acidité :**

L'acidité est utilisée depuis longtemps pour évaluer la qualité de l'huile. L'huile d'olive est classée comme comestible si son acidité n'excède pas 3,3 % (**C.O.I., 2003**). Elle se développe avec des fruits blessés, à la suite de mauvaises conditions de stockage des olives, éventuellement avec des huiles mal préparées (décantation, filtration) (**Mordert et al., 1997**).

- **L'oxydation :**

L'oxydation est l'ensemble des modifications que l'huile d'olive subit pendant son exposition à l'oxygène. Ce phénomène est responsable de la dégradation de cette huile.

➤ L'indice de peroxyde

Au début de l'oxydation de l'huile d'olive vierge sous l'effet de différents mécanismes, divers composés commencent à se produire. Les premiers qui se forment sont

ceux qu'on appelle les peroxydes ou produits d'oxydation primaire dont l'évaluation s'effectue au moyen de l'indice de peroxyde (**Abdelaziz et Amzal, 2001**).

➤ L'absorbance dans l'UV

Les produits d'oxydation primaires peuvent être quantifiés par leur absorption de la lumière dans la zone UV du spectre lumineux aux environs de 232 nm. Pour ce qui concerne l'absorbance UV à 270 nm, elle est la résultante de la présence de composés secondaires d'oxydation (aldéhydes, cétones) qui peuvent se former dans le processus d'auto-oxydation de l'huile (**Abdelaziz et Amzal, 2001**).

1.4.2 Propriétés organoleptiques

L'évaluation sensorielle de l'huile d'olive est une particularité dans le domaine des corps gras alimentaires. Cette évaluation a pour but d'établir les critères nécessaires à la connaissance des caractéristiques de la flaveur de l'huile d'olive vierge et de procéder à son classement qualitatif. Les descripteurs positifs sont le fruité, l'amer et le piquant et les principaux défauts sont des goûts aigres, vineux, vinaigrés, acides, âpres, métalliques ou même inadmissibles comme des odeurs de moisi ou de rance (**Mordret, 1999**). Selon la méthodologie du (**C.O.I., 2007**). L'évaluation de la médiane de l'intensité des qualités et des défauts est le résultat final qui constitue l'évaluation objective des caractéristiques organoleptiques de l'huile.

1.4.3 Facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive

Plusieurs études ont démontré que la qualité de l'huile d'olive est fortement déterminée par le facteur génétique (**Leon et al., 2011**). Les facteurs agronomiques comme la température et les précipitations ont une influence sur le comportement physiologique de la plante et par conséquent, sur la qualité de l'huile produite (**Ryan et al., 1998**). La zone de culture de l'olivier a un effet considérable sur certains traits de qualité de fruits et l'huile correspondante (**Allalout et al., 2011**).

1.5 Les bienfaits de l'huile d'olive

Le consommateur est attiré par l'huile d'olive non seulement pour des raisons organoleptiques, car il s'agit d'un condiment-aliment riche en arômes et en saveurs, mais également pour des raisons de santé (aspects nutritionnels et diététiques) (**Dugo et al., 2004**).

➤ **L'huile d'olive et la fonction digestive**

L'huile d'olive utilisée dans le traitement des troubles gastriques, le fonctionnement biliaire : stimulation de la sécrétion hépatique de la bile par le foie (cholérétique) et des propriétés cholagogues (stimule la vésicule biliaire à se contacter et à déverser dans le duodénum de la bile indispensable à la digestion des lipides) (**Jacotot, 1997**). La présence de la chlorophylle qui favorise l'absorption et des composants aromatiques qui stimulent l'appétit, augmente les stimuli de sécrétion dans le tractus digestif, donc l'huile d'olive est recommandée dans les maladies digestives (**Christakis, 1983**). Elle diminue la pression du sphincter inférieur de l'œsophage et s'élimine-le plus rapidement de l'estomac, c'est donc la matière grasse qui entraîne le moins de phénomène de reflux gastro-œsophagien et de stase gastrique (**Charbonier et Richard, 1996**).

➤ **L'huile d'olive et le système nerveux**

L'huile d'olive joue un rôle important au niveau de développement du système nerveux central, étant donné que la gaine de myéline exige une membrane rigide et nécessite des acides gras mono-insaturés contrairement à la synapse qui forme ses membranes plus flexibles avec des acides gras polyinsaturés (**Christakis, 1983**).

➤ **L'huile d'olive et le système cardio-vasculaire**

L'huile d'olive joue un rôle majeur dans la prévention des facteurs de risque des maladies cardiovasculaires, telles que la dyslipidémie, l'hypertension et le diabète (**Beauchamp, 2005**). L'huile d'olive n'affecte pas le taux de cholestérol sérique et peut même par contre le baisser, elle augmente, surtout chez les femmes, le taux de cholestérol des HDL. Avec l'huile d'olive, l'agrégation plaquettaire est la plus faible, en outre, l'huile d'olive semble jouer un rôle important de protection des parois capillaires (**Christakis, 1983**).

➤ **L'huile d'olive et le cancer**

Des études réalisées en Grèce et à Harvard ont mis en évidence une réduction de plusieurs types de cancers lors de la consommation de l'huile d'olive tels que, les cancers du sein, du colon, de l'épidermoïdes, de l'œsophage et de prostate (**Ller, 2003**).

➤ **L'huile d'olive et la croissance :**

Il est intéressant de signaler que l'huile d'olive apporte une quantité assez faible d'acides gras polyinsaturés mais avec un rapport linoléique/ alpha linoléique, semblable à

celui du lait maternel. Des études portant sur le rôle des lipides dans la minéralisation et le développement osseux ont montré le rôle bénéfique de l'huile d'olive, associée à une certaine quantité d'acides gras polyinsaturés (**Jacotot et Richard, 1989**).

➤ **L'huile d'olive et le vieillissement**

La vitamine E, les caroténoïdes et les composés phénoliques sont des antioxydants qui ont démontré des effets considérables dans la prévention de certaines maladies et du vieillissement (**Huang *et al.*, 2008**). L'huile d'olive joue un rôle important dans l'augmentation de l'espérance de vie grâce sa richesse en vitamine E qui joue un rôle biologique positif pour déplacer les radicaux libres, molécules impliquées dans certaines maladies chroniques et dans le processus de vieillissement. La consommation de l'huile d'olive protège les individus contre la détérioration des fonctions cognitives provoquée par le vieillissement et contre la perte de mémoire liée à l'âge (**Jacotot et Richard, 1989**).

➤ **L'huile d'olive et la cuisson**

L'huile d'olive est aussi très conseillée pour la friture à cause de sa composition en acides gras mono-insaturés qui la rendent plus résistante à la chaleur. C'est pourquoi elle peut être réutilisée pour la friture sans subir l'hydrogénation ou d'isomérisation, processus qui annulent les effets positifs sur le métabolisme des lipides. C'est l'huile la plus légère et la plus savoureuse pour la friture des aliments (**Terdazi *et al.*, 2010**). Ayant un degré d'insaturation intermédiaire et de nombreuses substances antioxydantes (alpha tocophérol et polyphénols), l'huile d'olive résiste mieux à la thermoxydation que les graisses saturées ou polyinsaturées (**Jacotot et Richard, 1989**).

Chapitre II : Le romarin et le thym

1 Le romarin (*Rosmarinus officinalis* L.)

1.1 Historique

Le romarin est connu depuis longtemps pour ses vertus médicinales, notamment des Grecs et des Romains. Ces derniers en faisaient des couronnes d'où le nom arabe ikhil al-jabal (couronnes de montagne) traduit du latin. Au moyen âge, il connut un grand prestige comme médicament des paralysies. C'est aussi un condiment des grillades. Le romarin alimente au Maghreb une importante industrie de distillation (**Bellakhdar, 2006**).

1.2 Définition

Le nom latin *rosmarinus* est habituellement interprété comme dérivé de « ros » qui signifie rosée et de « marinus » qui veut dire la mer, bien qu'elle se développe habituellement loin de la mer, mais probablement le nom original est dérivé du grec « rhops » arbuste et « myron » baume (**Heinrich et al., 2006**).

- Autres appellations :
 - azir, barkella, haselban (Algérie, Maroc), Aklil, ikhil al-jabal, klile (Algérie, Maroc, Tunisie) (**Bellakhdar, 2006**).
 - Nom berbère : Amezir (**Baba Aissa, 1991**).

1.3 La description botanique

Le romarin (*Rosmarinus officinalis* L.) appartient à la famille des Lamiaceae (lamiacées) (**Monzie, 2008**). C'est une plante commune à l'état sauvage et elle est l'une des plus populaires en Algérie (**Atik-Bekkara et al., 2007**). Son aire géographique est

- Elle mesure environ de 0,8 à 2 m de hauteur (**Gonzalez-Trujano et al., 2007**) et c'est un arbrisseau aromatique touffu, rameux et à tiges ligneuses (**Bellakhdar, 2006**).
- Ses feuilles persistantes sans pétiole, coriaces beaucoup plus longues que larges, aux bords légèrement enroulés, vert sombre luisant sur le dessus, blanchâtres en dessous.
- Les fleurs d'un bleu pâle, maculées intérieurement de violet sont disposées en courtes grappes denses s'épanouissant presque tout au long de l'année (**Atik-Bekkara et al., 2007**). La floraison commence dès le mois de février (ou janvier

parfois) et se poursuit jusqu'au avril-mai (Teucher *et al.*, 2005). Certaines variétés peuvent fleurir une deuxième fois au début d'automne (Djeddi *et al.*, 2007).

- Les fruits, quatre par fleur, sont des akènes simples et les grains sont exalbuminées (Khiari et Boussaid, 2000). La figure 4 illustre quelques parties du romarin.



Figure 4 : Fleurs et feuilles de *Rosmarinus officinalis* L. (Anonyme 1).

1.4 La classification botanique

La classification du romarin est décrite dans le tableau IV.

Tableau IV : Classification botanique du romarin (Quezel et Santa, 1963).

Règne	Végétal
Embranchement	Angiospermes
Sous embranchement	Spermaphytes
Classe	Dicotylédones
Sous classe	Astérides
Ordre	Lamiales
Famille	Lamiacées, labiées
Genre	Rosmarinus
Espèce	<i>Rosmarinus officinalis</i> L.

1.5 La composition chimique :

- **Les huiles essentielles**

Les huiles essentielles sont obtenues à partir des différentes parties de la plante (Derwich *et al.*, 2011). L'huile essentielle a une composition variable selon la période de récolte et la partie de la plante récoltée (Leplat, 2017). Les sommités fleuries de romarin fournissent 10 à 25ml /kg d'huile essentielle dont les constituants principaux sont : le camphre (15 à 25%), le cinéole (15 à 50%), l'alpha-pinène (10 à 25%) et le bornéol libre et estérifié (Brunton, 1999).

- **Les composés phénoliques**
 - **Les acides phénoliques :** Les acides phénoliques présents dans le romarin et à des teneurs importantes sont l'acide rosmarinique, l'acide caféique et l'acide vanillique (Zoubeidi, 2004).
 - **Les flavonoïdes :** Plus de dix flavonoïdes sont isolés et identifiés dans le romarin. La plupart d'entre eux sont des dérivés de flavones dont : l'apigénine, le genkwanine, le 6-méthoxy genkwanine (Zoubeidi, 2004), l'hespéridine, l'eriortécine et lanarirutine (Takeuchi *et al.*, 2004).
 - **Tanins (Cowan, 1999).**

1.6 Domaines d'utilisation du romarin :

Le romarin est exploité depuis la plus haute antiquité pour ses propriétés médicinales et aromatiques et de nombreuses actions thérapeutiques ont été constatées (Khiari et Boussaid, 2000), il est utilisé dans différents domaines (cosmétique, alimentaire et en parfumerie) et de différentes manières (Edoardo *et al.*, 2010). Le tableau V illustre les différents domaines d'utilisation du romarin.

Tableau V : Les domaines d'utilisation et quelques activités de *Rosmarinus officinalis* L.

Domaine d'utilisation	Mode d'utilisation	Auteurs
Cuisine	- très utilisé pour aromatiser les viandes, on peut l'ajouter à de nombreux plats mais aussi dans les eaux de cuisson des pâtes, du riz ou des légumes.	(Jiang <i>et al.</i> , 2011).
	-il est employé dans les ragouts et les civets, les soupes et les marinades et sur les grillades sous forme de feuilles séchées. Il est aussi utilisé pour parfumer les flans et les confitures.	(Derwich <i>et al.</i> , 2011).
	-le romarin est utilisé pour la production de l'huile d'olive aromatisée car cette plante permet de maintenir la valeur nutritionnelle des aliments, d'améliorer la qualité et d'augmenter la durée de conservation des produits alimentaires.	(Ayadi <i>et al.</i> , 2009).
Cosmétique	- le romarin est l'un des principaux composants du premier parfum alcoolique connu. L'eau de Cologne que Napoléon Bonaparte avait utilisé a été faite avec le romarin.	(Leund et Foster, 1996). (Arnold <i>et</i>

		- l'essence du romarin est obtenue par distillation des feuilles des sommités fleuris. Elle est utilisée comme l'un des ingrédients des produits de beauté, savon et parfums.	<i>al., 1997).</i>
Medecine et pharmacie	-Activité anti-cancéreuse	-le romarin est utilisé en thérapie contre le cancer, grâce à certains composants : carnosol, rosmaridiphénol, rosmanol et l'acide rosmarinique. - le cancer de la prostate est un exemple d'une utilisation potentielle de romarin pour la chimio-prévention et la réduction de la tumeur.	(Bekkara et al., 2007). (Petiwala et al., 2013).
	-Activité anti - oxydante	-le romarin est largement utilisé en tant qu'un des épices qui présente une activité anti-oxydante la plus élevée. - la propriété anti-oxydante de romarin est due à sa capacité à chélater le fer, à piéger les radicaux libres et à inhiber la peroxydation des lipides.	(Wang et al., 2010). (Petiwala et al., 2013).
	Autre activités	- l'évaluation de l'activité antivirale de l'extrait commercial du romarin a indiqué qu'il y a une inhibition de l'infection par le virus de l'immunodéficience humaine (HIV) aux concentrations très basses, qui ont été également cytotoxiques. - en Turquie, la décoction de feuilles du romarin a été traditionnellement employée pour traiter les diabétiques. -au Maroc, la poudre des feuilles est saupoudrée comme cicatrisant et antiseptique et la fumigation du romarin est indiquée pour calmer les maux de dents. - les polyphénols du romarin sont connus pour leurs activités anti-inflammatoires par la protection de l'oxydation des LDL des plaquettes activées ce qui limiterait le risque de maladies cardiovasculaires. - en Espagne, l'huile du romarin est très populaire pour beaucoup de genres de douleur (douleurs musculaires rhumatismales et traumatiques).	(Aruoma et al., 1996). (Bakirel et al., 2008). (Bellakhdar, 1997). (Vergé et al., 1999). (Heinrich et al., 2006).

2 Le thym (*Thymus sp.*)

2.1 Historique

Le thym représentait le style et l'élégance des premiers grecs et l'esprit républicain en France au moyen âge. A cette époque, les moines bénédictins apportaient du thym en Europe centrale et en Angleterre car ils pensaient que les oreillers à thym soulageaient l'épilepsie et la mélancolie. Les Grecs brûlaient cette herbe pour chasser les insectes piquants de la maison. Au XVII^e siècle, il est utilisé par les Égyptiens pour embaumer les morts, les Romains de leur part brûlaient le thym pour éloigner les créatures venimeuses, ils s'en servaient aussi pour aromatiser le fromage (Charles, 2012).

2.2 Définition

Le nom *Thymus* vient probablement du latin "thymus" qui signifie parfumé ou du grec thymos qui signifie courage ou force (Zenasni, 2014).

Autres appellations :

- En amazigh : Tzukni, Tazuknite (Saez et Stahl-Biskup, 2002).
- En arabe : Zaïtra (Quezel et Santa, 1963).

2.3 La description botanique :

- Les plantes du genre *Thymus* sont des arbustes perpétuels herbacés, elles peuvent atteindre une hauteur de 45cm (2pieds) (Charles, 2012).
- La feuille est lancéolée ou linéaire (4-12 x 3 mm), elle possède un limbe coriace, fortement enroulé sur les bords vers la face ventrale, la face inférieure de la feuille est marquée par une nervure centrale déprimée ; les deux faces sont recouvertes d'un indument gris à gris-vert (Arnaud, 2013).
- Les tiges sont verticales, les branches sont persistantes, les fleurs sont colorées avec une couleur violette pâle à deux lèvres avec un calice glandulaire (Charles, 2012).

2.4 La classification botanique

Selon **Gausсен et al. (1982)**, la classification de la plante est décrite dans le tableau VI.

Tableau VI : Classification botanique du Thym (**Gausсен et al., 1982**).

Règne	Plantae
S / règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
S / Classe	Asterdae
Ordre	Lamiales
Famille	Lamiaceae
Genre	<i>Thymus</i>
Espèce	<i>Thymus sp.</i>

2.5 La composition chimique

➤ Les huiles essentielles

L'essence de thym est souvent rapportée comme étant parmi les huiles essentielles les plus actives (**Rasooli et al., 2006**), les huiles essentielles du thym sont composées par les molécules aromatiques d'origine végétale présentant une très grande diversité de structure (**Loziene et al., 2007**), comme les monoterpènes (thymol et carvacrol) (**Rubi'o, 2014**), Les huiles essentielles contiennent différents composants, et en particulier le paracymène et le bornéol (**Allard, 2015**).

➤ Autre composants

Le thym est une plante aromatique commune riche en composés phénoliques, par exemple, les avonoïdes (tymusine, eriodictyol, xanthomycrol, 7-méthylsudachitine), les acides phénoliques (la forme conjuguée de l'acide caféique, et l'acide rosmarinique) (**Rubi'o, 2014**). Le thym contient aussi des flavonoïdes (apigénol, lutéolol, etc.), la vitamine C, du calcium, du manganèse et de la vitamine K (**Allard, 2015**).

2.6 Domaines d'utilisation du thym

Le thym a été fréquemment utilisé dans la médecine populaire dans les temps anciens pour le traitement d'une variété de maladies et de nos jours, les preuves scientifiques révèlent le mécanisme d'action de ces avantages médicinaux y compris la capacité antioxydante (**Rubio, 2014**).

➤ En médecine et pharmacie

Le thym est considérée aussi comme l'un des remèdes populaires les plus utiles et efficaces dans le traitement des affections respiratoires ; rhume, gripes et angine (**Yakhlef, 2010**).

Plusieurs travaux ont montré que les huiles essentielles de thym ont un effet inhibiteur sur la croissance et la toxigenèse de plusieurs bactéries et champignons responsables d'infections alimentaires, ceci est dû à la présence de composés ayant des propriétés antimicrobiennes et anti-oxydantes (**Yakhlef, 2010**).

L'huile essentielle de cette plante entre dans les formulations de diverses spécialités : pommades antiseptiques et cicatrisantes, sirops pour traitement des affections des voies respiratoires, préparation pour inhalation (**Bruneton, 1999**).

Le thym est un stimulant digestif utile dans le manque d'appétit et la digestion pénible (**Guy, 2005**), il est l'un des remèdes utile dans le traitement des troubles gastriques (dyspepsies, crampes, flatuosités) (**Rubio, 2014**).

➤ En cuisine :

Le thym est une herbe aromatique servant à parfumer de nombreux plats (**Anonyme 3**), il est utilisé aussi comme un conservateur, afin de prolonger la durée de conservation des poissons (*Thunnus thymnus*) durant leur stockage (**Selmi et Sadok, 2008**). Utilisé dans la cuisine méditerranéenne en tant que condiment (**Richard et al., 1985**).

➤ En cosmétique :

Il entre dans la composition de produits cosmétiques. Son huile essentielle riche en thymol est couramment utilisée pour la confection de savon et d'autres produits (**Anonyme 3**).

Partie expérimentale



Chapitre I : Matériel et méthodes

I.1 Matériel végétal

I.1.1 L'huile d'olive

L'huile utilisé dans la présente étude est une huile d'olive extra vierge (extraite par première pression à froide) commerciale dénommée " IFRI ", provenant de la région d'OUZELLAGUEN, fabriqué et mis en vente par huilerie IFRI situé à Ighzer Amokrane, Bejaia, en mois de décembre 2017.

I.1.2 Les plantes aromatiques

Dans ce travail, nous avons utilisé deux plantes aromatiques, il s'agit de romarin (*Rosmarinus officinalis* L.) et le thym (*Thymus sp.*), ces deux plantes sont récoltées d'une région montagneuse au niveau du village d'ADEKAR. Après la récolte, les plantes sont nettoyées puis lavées à l'eau, ensuite égouttées et laissées sécher à l'air libre pendant quelques jours.

I.2 Préparation des échantillons

Après l'homogénéisation des échantillons, nous avons ajouté à l'huile les plantes aromatiques (romarin et thym), à raison de 10% pour les deux plantes et à raison de 5% aussi pour le romarin. Les mélanges sont mis dans des flacons en verre fumé, bien fermé. En fin, nous avons procédé au stockage des échantillons à température ambiante (17°C) et à 30°C pendant 40 jours de stockage. La filtration des échantillons est une étape nécessaire avant de procéder aux analyses, la filtration des mélange huile/plante est effectuée sur le papier filtre. Le tableau VII montre la dénomination des différents échantillons.

Tableau VII : Dénomination des différents échantillons.

Echantillon	Signification
HT0	Huile témoin sans stockage.
HTM 20J/TAM	Huile témoin stockée pendant 20jours à température ambiante.
HTM 20J/ 30°C	Huile témoin stockée pendant 20jours à température de 30°C.
HTM 30J/TAM	Huile témoin stockée pendant 30jours à température ambiante.
HTM 30J/30°C	Huile témoin stockée pendant 30jours à température de 30°C.
HTM 40J/TAM	Huile témoin stockée pendant 40jours à température ambiante.
HTM 40J/30°C	Huile témoin stockée pendant 40jours à température de 30°C.
HAT 20J/TAM	Huile aromatisée au thym stockée pendant 20jours à température ambiante.
HAT 20J/30°C	Huile aromatisée au thym stockée pendant 20jours à température

	de 30°C.
HAT 30J/TAM	Huile aromatisée au thym stockée pendant 30jours à température ambiante.
HAT 30J/30°C	Huile aromatisée au thym stockée pendant 30jours à température de 30°C.
HAT 40J/TAM	Huile aromatisée au thym stockée pendant 40jours à température ambiante
HAT 40J/30°C	Huile aromatisée au thym stockée pendant 40jours à température de 30°C.
HAR (5%) 20J/TAM	Huile aromatisée au romarin(5%) stockée pendant 20jours à température ambiante.
HAR (5%) 20J/30°C	Huile aromatisée au romarin(5%) stockée pendant 20jours à température de 30C°.
HAR (5%) 30J/TAM	Huile aromatisée au romarin(5%) stockée pendant 20jours à température ambiante.
HAR (5%) 30J/30°C	Huile aromatisée au romarin(5%) stockée pendant 20jours à température de 30C°.
HAR (5%) 40J/TAM	Huile aromatisée au romarin(5%)stockée pendant 20jours à température ambiante.
HAR (5%) 40J/30°C	Huile aromatisée au romarin(5%) stockée pendant 20jours à température de 30C°.
HAR (10%) 20J/TAM	Huile aromatisée au romarin(10%) stockée pendant 20jours à température ambiante.
HAR (10%) 20J/30°C	Huile aromatisée au romarin (10%) stockée pendant 20jours à température de30°C.
HAR (10%) 30J/TAM	Huile aromatisée au romarin (10%)stockée pendant 30jours à température ambiante.
HAR (10%) 30J/30°C	Huile aromatisée au romarin (10%) stockée pendant 30jours à température de 30°C.
HAR (10%) 40J/TAM	Huile aromatisée au romarin (10%) stockée pendant 40jours à température ambiante
HAR (10%) 40J/30°C	Huile aromatisée au romarin (10%)stockée pendant 40jours à température de 30°C.

I.3 Détermination des caractères physico-chimiques de l'huile d'olive

I.3.1 L'acidité

❖ Principe

L'acidité représente le pourcentage d'acides gras libres d'un corps gras, elle s'exprime en pourcentage d'acide oléique. La méthode utilisée est celle décrite par le règlement **CEE/2568/91**. Le principe de cette méthode repose sur la neutralisation des acides gras libre par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium (KOH) sans hydrolyser les liaisons esters des glycérides, selon la réaction suivante :



❖ Protocole expérimental

- Peser de 5g d'huile dans un erlenmeyer ;
- Ajouter 20 ml d'un mélange d'oxyde diéthylique-éthanol à 95% (V/V) ;
- Ajouter quelque goutte de phénolphtaléine ;
- Le mélange a été titré en agitant à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium KOH (0,1N) jusqu'à coloration rose persistant une dizaine de secondes ;
- Un essai témoin a été réalisé dans les mêmes conditions.

❖ Calcul :

L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique qui se détermine ainsi :

$$\mathbf{A\% \text{ (acide oléique)} = (V-V_0) * (N * M/10 * m)}$$

A : Acidité libre en % d'acide oléique;

V : Volume en millilitre de KOH nécessaire à la neutralisation de l'échantillon ;

V₀ : Volume en millilitre de KOH nécessaire à la neutralisation du blanc ;

N : Normalité de la solution de KOH (0,1N);

M : Masse molaire de l'acide oléique qui est égale à 282 g/mol;

m : Masse en gramme de la prise d'essai.

I.3.2 L'indice de peroxyde

❖ Principe

L'indice de peroxyde représente la quantité de substances qui oxydent l'iodure de potassium, il est exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par Kg de matière grasse pouvant oxyder l'iodure de potassium en présence d'acide acétique et de chloroforme.

L'iode libéré est titré en retour par une solution de thiosulfate de sodium, suivant la réaction :



❖ Protocole expérimental

Selon la méthode décrite dans le règlement (CEE/2568/91) :

- Peser un échantillon de 2 g d'huile dans une fiole ;
- Ajouter 10ml de chloroforme, 15ml d'acide acétique ;
- Ajouter 1ml d'iodure de potassium (solution aqueuse saturée) ;
- La fiole a été ensuite bouchée immédiatement ;
- Agiter vigoureusement pendant 1 minute ;
- Laisser à l'obscurité pendant 5 minutes à température ambiante ;
- 75 ml d'eau distillée ont été ajoutés au mélange ;
- Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon ;
- L'iode libéré a été titré par une solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) à 0,01N tout en maintenant le mélange en agitation vigoureuse ;
- Parallèlement, un essai à blanc a été effectué de la même façon.

❖ Calcul

L'indice de peroxyde (IP) se détermine ainsi :

$$\text{IP} = \frac{N (V - V_0) * 1000}{m} \text{ (még d'O}_2\text{/Kg)}$$

IP : Indice de peroxyde (még d'O₂/kg) ;

V : Volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer l'échantillon ;

V₀ : Volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer le blanc ;

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01 N) ;

m : Masse en gramme de la prise d'essai.

I.3.3 Absorbance spécifique dans l'UV

❖ Principe

Cette analyse consiste à déterminer les coefficients d'extinction K_{232} et K_{270} calculés à partir de l'absorption à 232 et 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation respectivement (Alais *et al.*, 1999).

❖ Protocole expérimental

Le coefficient d'extinction spécifique est déterminé selon la méthode officielle décrite par le COI (1996) :

- Filtration des échantillons d'huiles via le sulfate de sodium anhydre ;
- Préparation d'une solution à 1% d'huile dans le cyclohexane ;
- La lecture est faite aux longueurs d'onde de 232 et 270 nm.

❖ Calcul :

Les extinctions spécifiques rapportées aux différentes longueurs d'onde sont calculées comme suit :

$$E = A\lambda / C * l$$

E : Extinction spécifique à la longueur d'onde λ ;

$A\lambda$: Absorbance mesurée à la longueur d'onde λ ;

C : Concentration de la solution en gramme par 100 millilitres ;

l : Epaisseur de la cuve en centimètre (1cm).

I.3.4 Dosage des chlorophylles et caroténoïdes :

❖ Principe :

Le protocole décrit par Minguez-Mosquera *et al.* (1991) est adopté pour estimer la teneur des pigments (chlorophylles et caroténoïdes) dans nos échantillons.

❖ Protocole expérimental :

- Peser 3g d'huile d'olive dans des fioles de 10ml ;
- Le volume est ajusté au trait de jauge avec le cyclohexane ;
- L'absorbance est mesurée à 670 nm (pour les chlorophylles) ;
- L'absorbance est mesurée à 470 nm (pour les caroténoïdes).

❖ **Calcul :**

- Les teneurs en chlorophylles sont déterminées par la formule suivante

$$\text{Chl (ppm)} = (A_{670} * 10^6) / (613 * 100 * l)$$

Chl : La teneur en chlorophylles (ppm) ;

Abs : Absorbance à la longueur d'onde indiquée (670nm) ;

l : épaisseur de la cuve (1cm) ;

613 : Coefficient spécifique de la phéophytine comme standard.

- Les teneurs en caroténoïdes sont déterminées par la formule suivante :

$$\text{Carot (ppm)} = (A_{470} * 10^6) / (2000 * 100 * l)$$

Carot : La teneur en caroténoïdes (ppm) ;

Abs: Absorbance à la longueur d'onde indiquée (470nm) ;

l : Epaisseur de la cuve (1cm) ;

2000 : Coefficient spécifique de la lutéine comme standard.

I.3.5 Extraction et dosage des polyphénols totaux :

❖ **Principe :**

Les polyphénols totaux sont dosés par leur capacité à réduire les acides phosphotungstiques et phosphomolybdiques, contenus dans le réactif de Folin-Ciocalteu en oxydes de tungstène et molybdène (W_8O_{23} et Mo_8O_{23}). Ces derniers présentent une coloration bleutée. L'intensité de la coloration est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents et qui sont dosés à 765 nm (**Singleton *et al.*, 1999**).

❖ **Protocole expérimental :**• **Extraction :**

L'extraction des polyphénols est réalisée suivant le protocole de **Favati *et al.* (1994)** :

- 1g d'huile est dissous dans 10 ml d'hexane ;
- La solution est introduite dans la colonne d'octadecyle C18 ;
- Laver la colonne avec 2x5 ml d'hexane ;

- La fraction polaire est éluée avec 2x4 ml du méthanol.

- **Dosage :**

La méthode utilisée pour le dosage des polyphénols totaux est celle de **Favati *et al.* (1994)** :

- Dans des fioles de 20 ml, on met 2 ml de l'extrait méthanolique ;
- Ajouté 5 ml de l'eau distillée et 0,5 ml de réactif de Folin Ciocalteu ;
- Après 3 min, ajouter 4 ml de carbonate de sodium (Na_2CO_3) à 10% ;
- Ajuste avec de l'eau distillée jusqu'à 20 ml ;
- Incuber pendant 90 min à l'obscurité ;
- Filtrer et mesurer l'absorbance à 765 nm.

- ❖ **Calcul :**

La concentration en polyphénols totaux est calculée grâce à une courbe d'étalonnage réalisée avec de l'acide gallique comme standard. Les résultats sont exprimés en mg équivalents d'acide gallique par Kg d'huile d'olive (**annexe 1**).

I.4 Etude statistique :

Chaque test est réalisé en trois essais et le résultat représente la moyenne des trois mesures. Le traitement des résultats obtenus a été fait à l'aide d'une étude statistique en utilisant le logiciel STATISTICA (7,7). En appliquant une analyse de la variance (ANOVA), suivie du test LSD. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité $p < 0,05$.

Chapitre II : Résultats et discussions

1 L'huile d'olive aromatisée au thym

1.1 Les paramètres de qualité

Les résultats des différents paramètres de qualité des différents échantillons sont présentés dans le tableau VIII.

Tableau VIII : Les valeurs des paramètres de qualité des différents échantillons d'huile d'olive témoin et aromatisée au thym.

Echantillons	Acidité (%)	IP (méq d'O ₂ /kg)	K ₂₃₂	K ₂₇₀
HT0	0,74±0,03 cd	9,08±0,38 cd	2,36±0,005 e	2,58±0,005 h
HTM20J/TAM	0,62±0,00 a	8,91±0,14 bcd	2,37±0,005 f	2,06±0,005 c
HTM20J/30°C	0,63±0,04 a	8,16±0,57 a	2,37±0,005 f	2,01±0,00 b
HTM30J/TAM	0,71±0,04 bc	8,91±0,14 bcd	2,33±0,005 c	2,05±0,00 c
HTM30J/30°C	0,60±0,01 a	9,50±0,50 d	2,39±0,005 g	2,28±0,005 f
HTM40J/TAM	0,60±0,01 a	9,16±0,28 cd	2,30±0,00 b	2,05±0,005 c
HTM40J/30°C	0,60±0,01 a	14,37±0,12 g	2,37±0,005 f	2,12±0,005 d
HAT20J/TAM	0,72±0,03 bcd	8,50±0,25 ab	2,27±0,005 a	2,37±0,005 g
HAT20J/30°C	0,74±0,03 cd	15,75±0,5 h	2,41±0,005 h	2,76±0,005 i
HAT30J/TAM	0,76±0,01 d	10,91±0,14 e	2,42±0,005 i	2,00±0,00 a
HAT30J/30°C	0,68±0,01 b	14,33±0,38 g	2,45±0,005 j	2,17±0,005 e
HAT40J/TAM	0,62±0,01 a	13,00±0,25 f	2,35±0,00 d	2,00±0,005 a
HAT40J/30°C	0,71±0,04 bc	15,83±0,38 h	2,37±0,005 f	2,12±0,005 d

*les valeurs portant les mêmes lettres dans la même colonne ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).

1.1.1 L'acidité

L'acidité constitue une caractéristique fondamentale de la qualité de l'huile d'olive (Veillet, 2010). Elle permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique des chaînes d'acides gras des triglycérides (Abaza *et al.*, 2002).

D'après les normes de C.O.I (2015), l'acidité libre ne doit pas dépasser 0,8% pour l'huile d'olive vierge extra, nos résultats d'acidité libre (tableau VIII) varient entre 0,6% et 0,76%, donc nos résultats sont conformes à la norme.

D'après l'analyse statistique et à l'exception de l'échantillon HAT40J/TAM, tous les autres échantillons d'huile aromatisée au thym ont enregistré une augmentation significative ($p < 0,05$) de l'acidité par rapport aux huiles témoins correspondantes.

Au cours de stockage à température ambiante, une légère augmentation de l'acidité a été relevée au niveau de l'échantillon témoin (HTM30J/TAM) et de l'échantillon d'huile aromatisés au thym (HAT30J/TAM).

Ces différentes variations de l'acidité prouvent que ce paramètre de qualité est dépendant du temps et de la température de stockage.

Après l'addition du thym à l'huile d'olive et dans les mêmes conditions de stockage, on remarque une augmentation de l'acidité libre, cela pourrait être dû à l'hydrolyse des triglycérides.

1.1.2 L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde constitue l'un des moyens les plus directs pour mesurer l'auto-oxydation lipidique (Ryan *et al.*, 1998).

D'après les normes de C.O.I. (2015), l'indice de peroxyde ne doit pas dépasser 20 méq d'O₂/kg pour l'huile d'olive vierge extra. Nos résultats, illustrés dans le tableau VIII, oscillent entre 8,16 méq d'O₂/kg (HTM20J/30°C) et 15,83 méq d'O₂/kg (HAT40J/30°C) et on constate que tous les échantillons sont conformes à la norme.

Des différences significatives ($p < 0,05$) ont été notées entre les échantillons (HAT30J/TAM), (HAT40J/TAM) et le reste des échantillons.

Pour les huiles témoins, la température de 30°C entraîne une augmentation significative ($p < 0,05$) de l'indice de peroxyde à partir de 20 jours de stockage. A température ambiante et à partir de 20 jours de stockage, nous avons relevé une augmentation significative ($p < 0,05$) de l'indice de peroxyde au cours du temps, pour les échantillons aromatisés au thym.

A l'exception de l'échantillon HAT20J/TAM, tous les autres échantillons aromatisés au thym ont enregistré une augmentation significative ($p < 0,05$) de l'indice de peroxyde par rapport aux échantillons témoins correspondants.

L'augmentation de l'indice de peroxyde au niveau des huiles aromatisées au thym pourrait être due aux enzymes et aux ions métalliques apportés par la plante et qui favoriseraient le phénomène d'oxydation.

1.1.3 L'Absorbance dans l'UV

L'absorbance dans l'UV peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse, l'oxydation d'une huile aboutit à une dégradation en chaîne des acides gras insaturés par l'oxygène atmosphérique, conduisant à des produits oxydés volatils ou non, citons les hydroperoxydes linoléiques qui absorbent la lumière au voisinage de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des dicétones et des cétones insaturés qui absorbent la lumière vers 270 nm (**Tanouti et al., 2010**).

D'après les normes de C.O.I. (2015), l'absorbance dans UV à 232nm ne doit pas dépasser 2,5. Pour l'ensemble des résultats obtenus, toutes les valeurs sont conformes à la norme et elles oscillent entre 2,27 (HAT20J/TAM) et 2,45 (HAT30J/30°C).

L'analyse statistique montre l'absence de différence significative ($p < 0,05$) entre les échantillons : HTM20J/TAM, HTM20J/30°C, HTM40J/30°C et HAT40J/30°C.

Lors de stockage, les plus grandes valeurs ont été notées pour les échantillons stockés pendant 30 jours à température de 30°C. Elle est de 2,39 pour les huiles témoins (HTM30J/30°C) et de 2,45 pour les huiles aromatisées au thym (HAT30J/30°C).

A la même période de stockage, en général, nous avons relevé une augmentation significative ($p < 0,05$) du K_{232} pour les échantillons stockés à 30°C par rapport à ceux stockés à température ambiante. Ces résultats confirment l'influence de la température sur l'oxydation de l'huile.

A l'exception des échantillons HAT20J/TAM et HAT40J/30°C, une augmentation significative ($p < 0,05$) de l'absorbance à K_{232} a été enregistrée pour les échantillons d'huile aromatisée au thym comparés avec les témoins correspondants. Cette augmentation pourrait être due à l'ajout du thym qui favoriserait l'oxydation de l'huile qui conduit à l'apparition des produits primaires d'oxydation qui absorbent à 232nm.

D'après la norme de C.O.I. (2015), l'absorbance à 272nm ne doit pas dépasser 0,22, nos résultats varient entre 1,99 et 2,76, donc tous les résultats d'absorbance spécifique à 270nm sont hors la norme, ceci pourrait être dû à la présence exagérée des produits secondaires d'oxydation ou à la présence des produits étrangers qui absorbent à cette longueur d'onde.

1.2 La teneur en pigments

1.2.1 Les chlorophylles

Les résultats obtenus de la teneur en chlorophylles sont représentés sur la figure 5. Les valeurs obtenues varient entre 2,44 ppm (HT0) et 12,39 ppm pour le HAT20J/30°C.

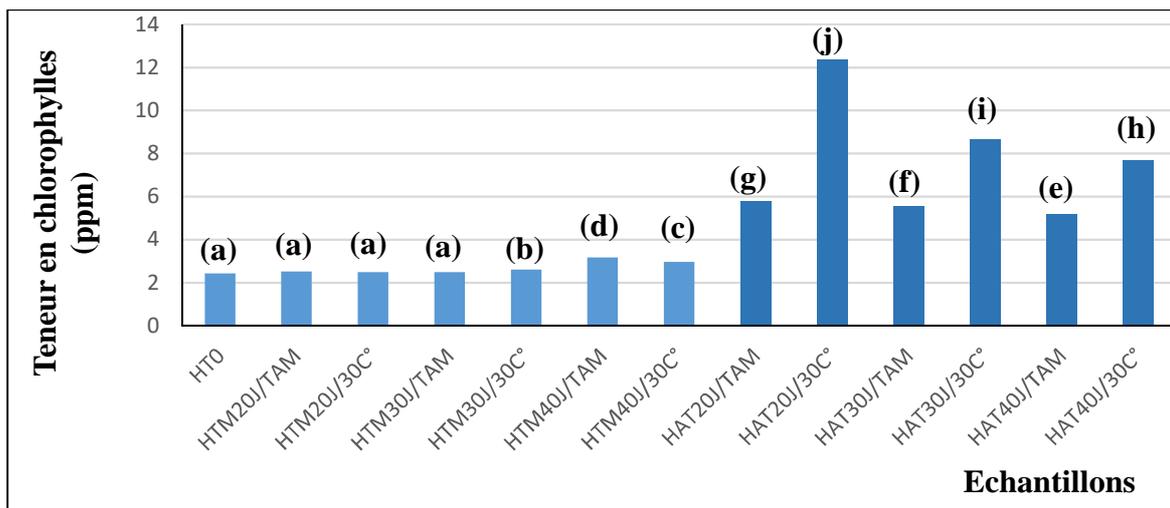


Figure 5 : Teneur en chlorophylles des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au thym.

*les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).

L'analyse statistique révèle l'absence de différence significative ($p < 0,05$) entre les échantillons : HT0, HTM20J/TAM, HTM20J/30°C et HTM30J/TAM.

Pour les huiles aromatisées au thym, les plus grandes teneurs en chlorophylles ont été relevées pour les échantillons stockées à 30°C. Donc la température influence l'évolution de la teneur en chlorophylles.

Dans les mêmes conditions de stockage, après l'ajout du thym, nous avons enregistré une augmentation significative ($p < 0,05$) des teneurs en chlorophylles entre les huiles d'olive aromatisées et les huiles témoins correspondantes, ceci pourrait être dû aux chlorophylles du thym entraînées dans l'huile, car le thym est riche en chlorophylles.

1.2.2 Les caroténoïdes

Ce sont des substances antioxydants naturelles, liposolubles, jouant un rôle de pigment de couleur jaune à rouge dans beaucoup de fruits et légumes dont le plus connu est le β -carotène (Néve, 2002).

L'estimation des quantités de caroténoïdes de nos échantillons est illustrée dans la figure 6.

Les résultats obtenus montrent des teneurs en caroténoïdes qui varient entre 1,08 ppm pour HTM40J/30°C et 3,53 ppm pour HAT20J/30°C. Nous avons noté l'absence de différence significative ($p < 0,05$) entre HTM30J/30°C, HTM40J/TAM et HTM40J/30°C.

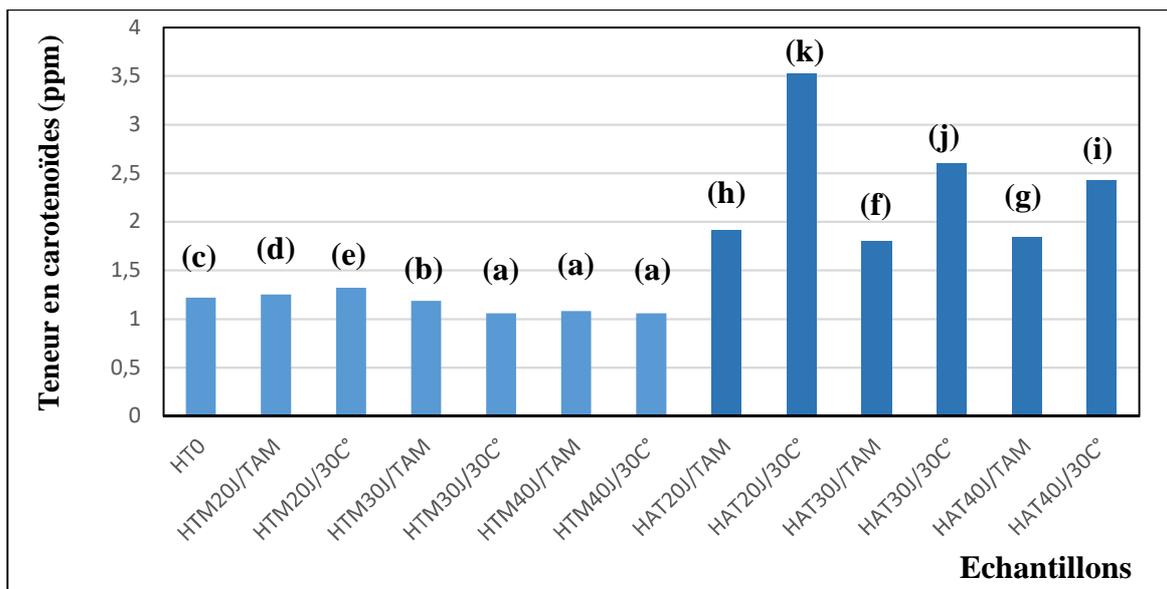


Figure 6 : Teneur en caroténoïdes des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au thym.

*les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).

Les teneurs en caroténoïdes des échantillons témoins sont inférieures ou égales à 1,32 ppm (HTM20J/30°C), par contre, toutes les huiles aromatisées au thym ont enregistré des teneurs supérieures à cette valeur.

Les plus grandes teneurs de caroténoïdes ont été enregistrées pour les huiles aromatisées au thym à température de 30°C. Donc la température influence sur l'évolution de la teneur en caroténoïdes.

Après l'addition du thym, dans les mêmes conditions de stockage, on remarque une augmentation significative ($p < 0,05$) des teneurs en caroténoïdes des huiles aromatisées par rapport aux huiles témoins correspondantes, cette augmentation serait due à la richesse du thym en caroténoïdes.

1.3 La teneur en polyphénols totaux

Les teneurs en polyphénols totaux des différents extraits méthanoliques exprimées en milligrammes équivalent d'acide gallique/Kg sont représentées dans la figure 7.

D'après les résultats obtenus, la teneur la plus faible en polyphénols totaux correspond à l'échantillon HAT30J/30°C : 16,56 mg E.A.G/Kg et la valeur la plus élevée a été observée pour l'échantillon HTM40J/30°C : 65,77 mg E.A.G/Kg.

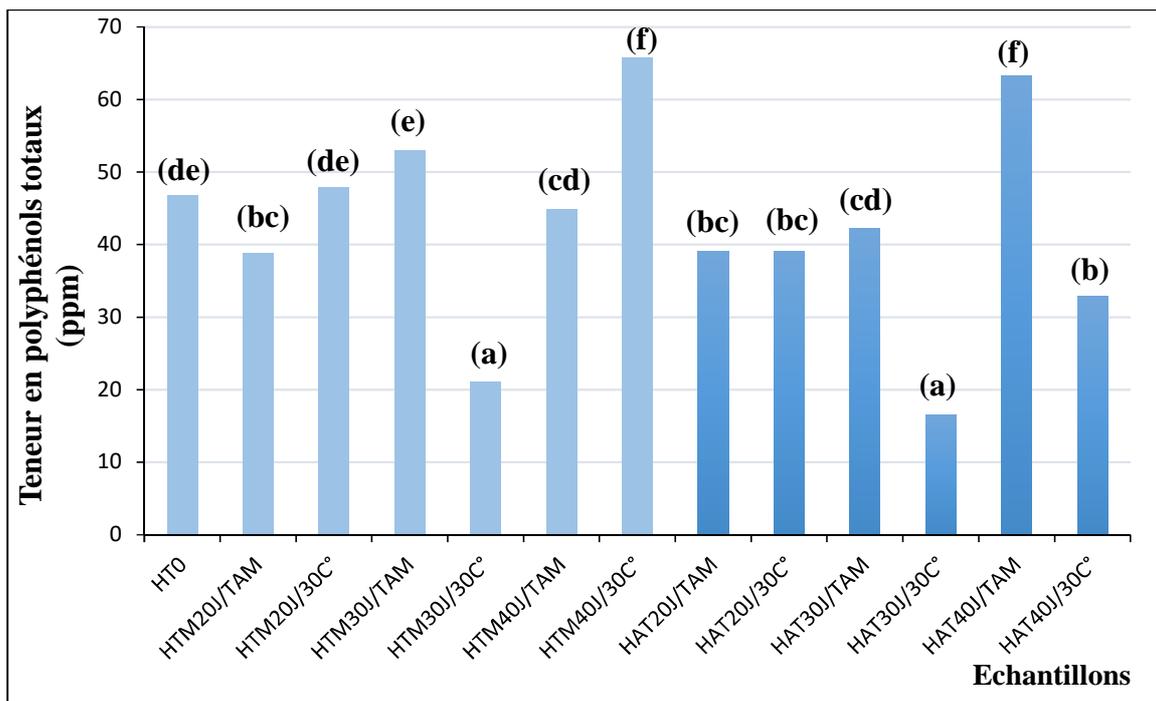


Figure 7 : Teneur en polyphénols totaux des huiles d'olive vierges témoins et des huiles aromatisées au thym.

*les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).

D'après l'étude statistique de l'ensemble des résultats, on note l'absence de différence significative ($p < 0,05$) entre HTM30J/30°C et HAT30J/30°C et entre HTM40J/30°C et HAT40J/TAM, mais ces échantillons présentent des différences significatives ($p < 0,05$) avec le reste des échantillons.

On remarque pour les huiles témoins (HTM) des fluctuations dans les teneurs en polyphénols totaux par rapport à (HT0), les diminutions peuvent être dues à la dégradation des polyphénols suite à leur activité antioxydante d'une part, et d'autre part, à l'activité de la polyphénols-oxydase qui est responsable de l'oxydation des polyphénols (**Zanoni et al., 2005**). Pour l'augmentation des teneurs en polyphénols, elle est peut être expliquée par l'hydrolyse de certaines substances phénoliques complexes, tels que l'oleuropéine qui libère l'hydroxytyrosol et le verbascoside qui libère l'acide caféique et l'hydroxytyrosol (**Perrin, 1992**).

En général, nous avons relevé des diminutions parfois significatives ($p < 0,05$) de la teneur en polyphénols totaux des échantillons aromatisés au thym par rapport à leurs échantillons témoins correspondants. Par contre, nous avons noté une augmentation significative ($p < 0,05$) de ce paramètre pour l'échantillon HAT40J/TAM par rapport à son

témoin correspondant. Cette augmentation peut être due à l'enrichissement de l'huile d'olive avec le thym, qui serait probablement riche en polyphénols.

En fin, la température, la durée de stockage et l'ajout du thym sont tous des facteurs qui influent sur la teneur en polyphénols totaux de l'huile d'olive aromatisée au thym.

2 L'huile d'olive aromatisé au romarin

2.1 Les paramètres de qualité

Les résultats des différents paramètres de qualité des différents échantillons sont présentés dans le tableau IX.

Tableau IX : Les valeurs des paramètres de qualité des différents échantillons d'huile d'olive témoin et aromatisé au romarin.

Echantillons	Acidité (%)	IP (még d'O ₂ /kg)	K ₂₃₂	K ₂₇₀
HT0	0,74±0,03gh	9,08±0,38cd	2,36±0,005f	2,58±0,005l
HTM20J/TAM	0,62±0,00ab	8,91±0,14c	2,37±0,005gh	2,06±0,005b
HTM20J/30°C	0,63±0,01bc	8,16±0,57b	2,37±0,005g	2,01±0,00a
HTM30J/TAM	0,71±0,04fg	8,91±0,14c	2,33±0,005d	2,05±0,005b
HTM30J/30°C	0,61±0,01ab	9,50±0,50d	2,39±0,005j	2,28±0,005e
HTM40J/TAM	0,59±0,01a	9,00±0,28d	2,30±0,00b	2,05±0,005b
HTM40J/30°C	0,61±0,01ab	14,50±0,12gh	2,37±0,005g	2,12±0,005c
HAR5%20J/TAM	0,66±0,04cde	8,33±0,14b	2,38±0,005hi	2,38±0,005j
HAR5%20J/30°C	0,76±0,01hi	8,16±0,38b	2,51±0,005l	2,51±0,005l
HAR5%30J/TAM	0,76±0,01hi	13,91±0,14f	2,38±0,005ij	2,38±0,005j
HAR5%30J/30°C	0,64±0,00bcd	13,16±0,28e	2,37±0,005j	2,37±0,005i
HAR5%40J/TAM	0,62±0,00ab	14,75±0,25gh	2,36±0,005f	2,36±0,005gh
HAR5%40J/30°C	0,72±0,03g	14,25±0,25fg	2,31±0,005c	2,31±0,005f
HAR10%20J/TAM	0,68±0,08ef	6,66±0,14a	2,22±0,005a	2,22±0,005d
HAR10%20J/30°C	0,79±0,01i	9,25±0,43cd	2,36±0,005f	2,36±0,005gh
HAR10%30J/TAM	0,67±0,03de	14,50±0,25gh	2,37±0,005gh	2,37±0,005i
HAR10%30J/30°C	0,80±0,01i	15,58±0,38i	2,34±0,005e	2,34±0,005g
HAR10%40J/TAM	0,67±0,00de	15±0,25h	2,41±0,00k	2,41±0,00k
HAR10%40J/30°C	0,85±0,01j	16,75±0,25j	2,37±0,00fg	2,37±0,00i

*les valeurs portant les mêmes lettres dans la même colonne ne montrent aucune différence significative (p<0,05).

2.1.1 L'acidité

D'après les résultats d'analyse de l'acidité libre des échantillons d'huiles d'olive (tableau IX), nous avons noté une augmentation significative ($p < 0,05$) d'acidité entre l'échantillon HAR10%40J/30°C et le reste des échantillons.

D'après les normes de C.O.I. (2015), l'acidité libre ne doit pas dépasser 0,8% pour l'huile d'olive vierge extra, les valeurs obtenues varient de 0,59% (HTM40J/TAM) et 0,85% (HAR10%40J/30°C), cette dernière est la seule qui dépasse la norme.

Pour les échantillons témoins, la plus grande valeur de l'acidité a été enregistrée pour le HT0 (0,74%). Nous avons relevé des augmentations de l'acidité entre les échantillons aromatisés au romarin et leurs huiles témoins correspondantes et cette augmentation est significative ($p < 0,05$) pour les échantillons aromatisés à 10%.

L'augmentation significative ($p < 0,05$) de l'acidité pour les huiles aromatisées au romarin, pourrait être due aux enzymes et aux molécules d'eau apportées par la plante.

A l'exception de l'échantillon HAR5%30J/30°C qui a enregistré une diminution significative ($p < 0,05$), tous les autres huiles aromatisées au romarin stockées à 30°C ont enregistré des augmentations significatives ($p < 0,05$) de l'acidité par rapport à celles stockées à la même période à température ambiante.

Donc l'évolution de l'acidité libre de l'huile d'olive varie en fonction du temps, de la température de stockage et même de la concentration de la plante additionnée à l'huile.

2.1.2 L'indice de peroxyde

Les résultats d'analyse de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile d'olive témoins et aromatisés au romarin (tableau IX) montrent la présence de différence significative ($p < 0,05$) entre HAR10%20J/TAM, HAR5%/30J/30°C, HAR10%30J/30°C, HAR10%40J/30°C et le reste des échantillons.

D'après la norme du C.O.I. (2015), l'indice de peroxyde ne doit pas dépasser 20 méq d'O₂/Kg pour l'huile d'olive vierge extra. Les valeurs obtenues de nos échantillons varient entre 6,66 méq d'O₂/kg (HAR10%20J/TAM) et 16,75 méq d'O₂/kg (HAR10%40J/30°C). Donc nos échantillons sont conformes à la norme.

Pour les huiles témoins, nous avons relevé une valeur de l'indice de peroxyde significativement ($p < 0,05$) élevée pour l'échantillon stocké à 30°C pendant 40 jours.

En général, les huiles aromatisées présentent des indices de peroxyde élevés, par rapport à leurs échantillons témoins correspondants et même cet indice est plus élevé à la concentration de 10 % de romarin par rapport à 5%.

A l'exception des échantillons aromatisés au romarin stockés pendant 20 jours (5%, 10%), une augmentation significative ($p < 0,05$) de l'indice de peroxyde a été enregistrée pour toutes les huiles aromatisées au romarin par rapport aux huiles témoins correspondantes.

L'augmentation significative ($p < 0,05$) marquée pour la plupart des échantillons d'huile d'olive aromatisée au romarin, devrait être due aux enzymes et aux ions métalliques apportées par la plante (romarin).

2.1.3 L'absorbance dans l'UV

Les résultats obtenus pour l'absorbance spécifique dans l'UV à 232nm (tableau IX) montrent l'existence de différence significative ($p < 0,05$) entre HTM30J/TAM, HTM40J/TAM, HAR5%20J/30°C, HAR5%40J/30°C, HAR10%20J/TAM, HAR10%30J/TAM, HAR10%30J/30°C et le reste des échantillons.

D'après les normes de C.O.I. (2015), l'absorbance dans l'UV à 232nm ne doit pas dépasser 2,5 et les résultats obtenus varient entre 2,22 (HAR10%20J/TAM) et 2,51 (HAR5%20J/30°C). A l'exception de cette dernière, toutes les valeurs sont conformes à la norme.

Pour les huiles témoins stockées, on remarque, en général, que la température de 30°C engendre une augmentation de l'absorbance à 232nm, donc la température influe sur l'évolution de ce paramètre.

A partir de 30jours de stockage, les valeurs de l'extinction à 232nm les plus élevées sont enregistrées à température ambiante pour les huiles aromatisées au romarin (5% et 10%).

D'après la norme de C.O.I (2015), l'absorbance dans l'UV à 270nm ne doit pas dépasser 0,22. Les résultats obtenus (tableau IX) dépassent tous la norme et ils varient entre 2,02 et 2,81. Ceci est probablement dû à la présence exagérée des produits secondaires d'oxydation qui absorbent à cette longueur d'onde.

2.2 La teneur en pigments :

2.2.1 Les chlorophylles :

L'estimation des quantités de chlorophylles de nos échantillons est illustrée dans la figure 8.

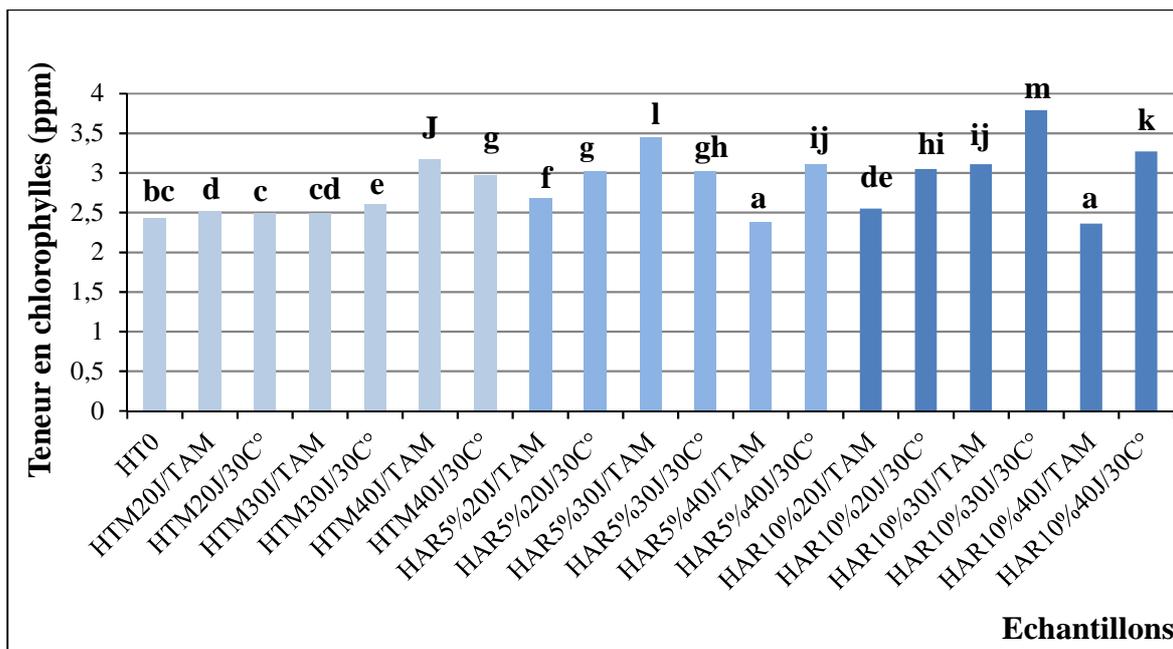


Figure 8 : Teneur en chlorophylles des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au romarin.

*les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).

D'après l'étude statistique des teneurs en chlorophylles des différents échantillons d'huile d'olive témoins et aromatisés, des différences significatives ($p < 0,05$) ont été notées entre HAR5%20J/TAM, HAR5%30J/TAM, HAR10%30J/30°C, HAR10%40J/30°C et le reste des échantillons,

Les teneurs en chlorophylles des différents échantillons oscillent entre 2,36 ppm (HAR10%40J/TAM) et 3,79 ppm (HAR10%30J/30°C).

Les valeurs les plus élevées des teneurs en chlorophylles des échantillons témoins ont été enregistrées au bout de 40 jours de stockage pour les deux températures.

Après l'addition du romarin aux huiles d'olive, on remarque pour les deux concentrations (5% et 10%), une augmentation significative ($p < 0,05$) de la teneur en chlorophylles en comparaison avec les huiles témoins correspondantes, à l'exception de trois échantillons (HAR5%40J/TAM, HAR10%40J/TAM et HAR10%20J/TAM).

Cette augmentation de la teneur en chlorophylles des huiles aromatisées pourrait être due à l'enrichissement de ces dernières par les chlorophylles du romarin ajouté.

2.2.2 Les caroténoïdes :

L'estimation des quantités des caroténoïdes de nos échantillons est illustrée dans la figure 9.

Les teneurs en caroténoïdes des différents échantillons varient entre 1,05 ppm (HTM30J/30°C) et 1,77 ppm (HAR10%20J/30°C).

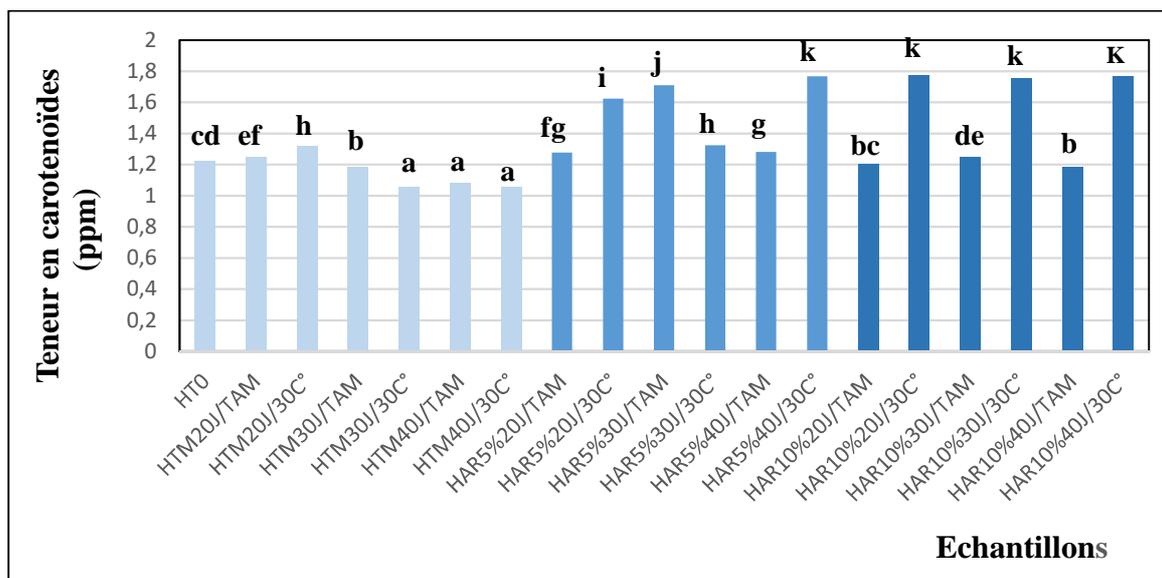


Figure 9 : Teneur en caroténoïdes des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au romarin.

*les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).

D'après l'étude statistique, des différences significatives ($p < 0,05$) sont observées entre HAR5%20J/30°C, HAR5%30J/TAM et le reste des échantillons.

Pour les échantillons témoins, la plus grande valeur a été enregistré par, HTM20J/30°C. Au cours de stockage, à température ambiante, les échantillons témoins ont enregistré une diminution progressive et significative ($p < 0,05$) de la teneur en caroténoïdes.

A l'exception des échantillons aromatisés stockés à température ambiante, toutes les huiles aromatisées au romarin ont observé une augmentation significative ($p < 0,05$) de la teneur en caroténoïdes par rapport à leurs échantillons témoins correspondants. Cette augmentation serait probablement due aux caroténoïdes du romarin qui se sont transférés vers l'huile.

A une concentration du 10 % de romarin et à la même période de stockage, des valeurs significativement ($p < 0,05$) élevées ont été obtenues à 30°C. La même constatation a été observée à 5% de romarin à l'exception d'un seul échantillon (HAR5%30J/30°C). Donc, la température est l'un des facteurs qui influe sur l'évolution de la teneur en caroténoïdes des huiles aromatisées au romarin.

2.3 La teneur en polyphénols totaux

Les teneurs en polyphénols totaux des différents extraits méthanoliques exprimées en milligrammes d'équivalent d'acide gallique/Kg sont représentées dans la figure 10.

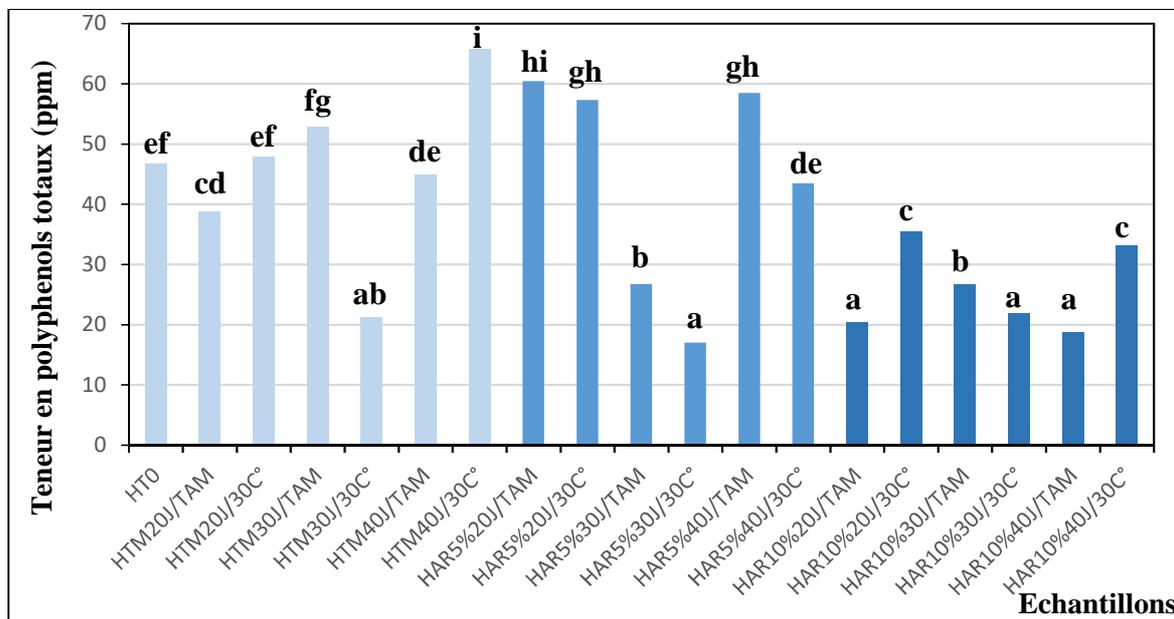


Figure 10 : Teneur en polyphénols totaux des huiles d'olive vierges témoins et des huiles aromatisées au romarin.

*les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative ($p < 0,05$).

D'après les résultats de la figure 12, les teneurs en polyphénols totaux varient entre 17,04 ppm (H AR5%30J/30C) et 65,77 ppm (HTM40J/30C).

Des différences significatives ($p < 0,05$) sont relevées entre les échantillons aromatisés et leurs témoins correspondants à l'exception de deux échantillons HAR5%30J/30C et HAR10%30J/30C.

Les échantillons HAR5%20J/TAM, HAR5%20J/30C, HAR5%40J/TAM ont enregistré des teneurs en polyphénol totaux significativement ($p < 0,05$) élevées par rapport à leurs témoins correspondants. Par contre, des diminutions significatives ($p < 0,05$) sont relevées entre les huiles aromatisés au romarin à 10% et leurs échantillons témoins correspondants à l'exception d'un seul échantillon HAR10%30J/30C.

En général, les valeurs les plus basses en polyphénols totaux sont obtenues pour les huiles aromatisées au romarin à 10%.

La fraction phénolique des différents échantillons étudiés est influencée par la température, la durée de stockage et la concentration de la plante ajoutée à l'huile d'olive.

Conclusion

Conclusion et perspectives

Nous avons réalisé cette étude afin de déterminer quelques paramètres de qualité (l'acidité libre, l'indice de peroxyde et l'absorbance dans l'UV) et de la composition chimique (les chlorophylles, les caroténoïdes et les composés phénoliques) d'une huile d'olive vierge extra commerciale « IFRI » additionnée de plantes aromatiques (*Thymus sp.* et *Rosmarinus officinalis* L.). Les différents échantillons d'huile d'olive témoins et aromatisés ont été stockés pendant 20, 30 et 40 jours à deux températures différentes (ambiante 17°C et 30°C).

La détermination des indices de qualité des huiles d'olive étudiées montrent que les valeurs obtenues d'acidité, d'indice de peroxyde et des coefficients d'extinction spécifique (K_{232}) sont, en général, inférieures aux limites établies par **C.O.I. (2015)** pour l'huile d'olive extra vierge. Toutefois, après l'addition des plantes aromatiques, nous avons enregistré l'augmentation de ces paramètres de qualité étudiées. Par contre, les valeurs obtenues pour le coefficient d'extinction spécifique K_{270} , pour les différents échantillons, sont supérieures aux limites établies par le **C.O.I. (2015)** pour l'huile d'olive extra vierge.

Des teneurs appréciables en pigments chlorophylliens et caroténoïdes ont été notées pour les différents échantillons témoins et nous avons observé une augmentation de ces teneurs après l'ajout des deux plantes (romarin et thym). Les huiles aromatisées au thym présentent des teneurs en ces pigments plus élevées que les huiles aromatisées au romarin.

Les teneurs en polyphénols totaux de l'huile d'olive diminuent progressivement au cours du stockage, même avec l'ajout des plantes aromatiques (thym et romarin), à l'exception de de l'huile aromatisée au romarin (HAR) stockée pendant 20 et 40 jours et l'huile aromatisée au thym (HAT) stockée pendant 40 jours. Ces constatations révèlent que la fraction phénolique des différents échantillons étudiés est influencée par les différents facteurs étudiés (température, temps de stockage et la concentration de la plante aromatique ajoutée).

Enfin, cette étude préliminaire peut être complétée par d'autres travaux :

- Une analyse sensorielle ;
- Détermination du profil en acides gras par CPG
- L'identification des composés phénoliques par les méthodes HPLC ;
- Les tests de stabilité oxydative.

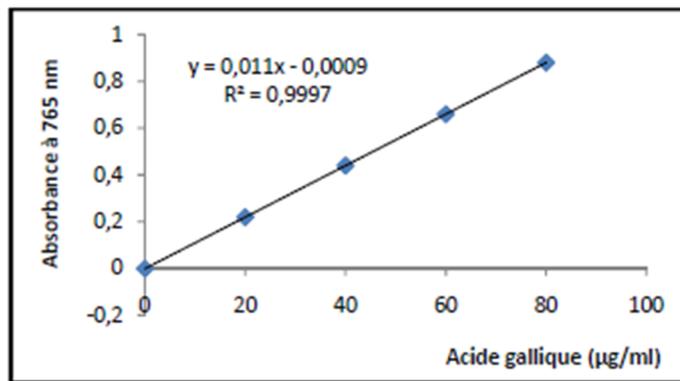


Figure 01 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux.

*Références
bibliographiques*



Abaza, L., Msallem M., Daoud, D. et Zarrouk M. 2002. Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes, 174-179 P.

Abdelaziz, H. et Amzal, C. 2001. Impact de l'attaque du ravageur *bactrocera oleae* sur la qualité physico-chimique de l'huile d'olive de la variété Bouchouk. Mémoire d'ingénieur CQA, université de Bejaia, 20 p.

Allalout, A., Krichène, D., Methenni, K., Taamalli, A., Daoud D. et Zarrouk M. 2011. Behavior of super-intensive spanish and greek olive cultivars grown in northern Tunisia. Journal of Food Biochemistry, 27-43 P.

Alais C., Linden G. et Miclo L. 1999. Lipides. In : Biochimie alimentaire, 51-71P.

Allard, H. 2015. Contribution à l'étude de la phytothérapie et l'aromathérapie dans les élevages bovins : propriété antibactérienne et immunostimulantes de certaines plantes. Thèse doctorat Université Claude-Bernard Lyon.

Angerosa, F., Servili, M., Selvaggini, R., Taticchi, A., Esposito, S. et Montedoro, G. 2004. Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality. Journal of Chromatography A, 17-31 P.

Anonyme 2012. Les plantes aromatiques. France Agrimer.

Aparicio, R., Morales, MT. et Alonso V. 1997. Authentication of European virgin olive oils by their chemical compounds, sensory attributes and consumers' attitudes. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1076-1085P.

Aparicio, R., Luna, G. et Morles, M.T. 2006. Characterisation of 39 varieties of virgin olive oil by their volatile compositions, 243-252 p.

Arnaud, G. 2013. Etude des principes huiles essentielles utilisées en rhumatologie. Thèse doctorat. Université Toulouse III Paul Sabatier.

Arnold, N., Valentini, G., Bellomaria, B. et Laouer, H. 1997. Comparative study of the essential oils from *Rosmarinus eriocalyx* Jordan & Fourr. From Algeria and *R. officinalis* L. from other countries, 167-175 p.

Aruoma, O. I., Spencer, J. P. E., Rossi, R., Aeschbach, R., Khan, A., Mahmood, N., Munoz, A., Murcia, A., Butler, J., Halliwell, B. 1996. An evaluation of the antioxidant and antiviral action of extracts of rosemary and provencal herbs. Food and Chemical Toxicology, 449-456 p.

Assman, A. 2008. Effects des composants mineurs de l'huile d'olive sur la santé, 34-37p.

Atik bekkara, F., Bousmaha, L., Taleb bendiab, S.A., Boti, J.B. et Casanova J. 2007. Composition chimique de l'huile essentielle de *Rosmarinus officinalis* L. poussant à l'état spontané et cultivé de la région de Tlemcen. Biologie & Santé. 6-11 p.

Ayadi, M.A., Grati-kamoun, N. et Attia, H. 2009. Physico-chemical change and heat stability of extra virgin olive oils flavoured by selected Tunisian aromatic plants. *Food and Chemical Toxicology*, 2613-2619 p.

B

Baba Aissa F. 1991. Les plantes médicinales en Algérie. Coédition Bouchène et Ad-Diwan, 11-159 p.

Bakirel, T., Bakirel, U., Ustuner Keles, O., Gunes Ulgen, S. et Yardibi, H. 2008. *In vivo* assessment of antidiabetic and antioxidant activities of rosemary (*Rosmarinus officinalis*) in alloxan-diabetic rabbits. *J.Ethnopharmacol*, 64-73 p.

Beauchamp, G.K., Keast, R.S.J. Morel, D., Lin, J., Pika, J., Lee, QH.CH. Smith, A.B., Breslin, P.A.S. 2005. Phytochemistry: ibuprofen-like activity in extra –virgin olive oil, 45 p.

Bekkara, A.F., Bousmaha, L.,Taleb Bendiab, S.A., Boti, J.B., Casanova, J. 2007. Composition chimique de l’huile essentielle de *Rosmarinus officinalis L.* poussant à l’état spontané et cultivé de la région de Tlemcen. 6-10 p.

Bellakhdar. Février 2006. Précis de phytothérapie moderne ; plantes médicinales au Maghreb et soin de base, 294-295 p.

Bellakhdar, J. 1997. La pharmacopée marocaine traditionnelle. Ibis Press (Ed). Paris, 764 p.

Benlemlih, M. et Ghanam, J. 2012. La composition chimique des fruits d’olive polyphénols d’huile d’olive trésors santé. Belgique. 117-123 P.

Bentemime, S., Manai, H. et Methnnik. 2008. Sterolic composition of chetoui viergin olive oil : influence of geographical origin. *Food chemistry*, 366-374 P.

Bouzouita, N., kachouri, F., Ben halima, M. et Chaabouni, M. M. 2008. Composition chimique et activitée antioxydante, antimicrobienne et insecticide de l’huile essentielle de *juniperus phoenicea j.* 119-125 P.

Berra, B. 1998. Les composés mineurs de l’huile d’olive : aspect biochimique et nutritionnels, 29-30 P.

Brenes, M. 2002. Influence of thermal treatments simulating cooking processes on the polyphenols content in virgin olive oil, 5962-5967 p.

Bruneton, J. 1999. Pharmacognosie « Phytochimie Plantes » Médicinales 3émé Ed, Tec et doc, 484-540 p.

Boscou, D. 1996. Olive oil: chemistry and technology. Champaign Illinois. American oil chemists Society, 552-556 p.

Boutekedjiret, C., Bentahar, F., Belabbes, R. et Bessiere, J.M. 2003. Extraction of rosemary essential oil by steam distillation and hydro distillation.

C

CEE 2568/91. Communauté économique européenne. Règlement (CEE) N°2568/91 de la commission du 11 juillet 1991. Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'à la méthode d'analyse y afférentes : 27-30 p.

C.O.I. Conseil Oléicole International. 1996. Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet. T20/Doc 19 6 juin 1996, Madrid. Espagne.

C.O.I. 2001. Norme commerciale Applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Conseil Oléicole International.

C.O.I. Conseil Oléicole International 2003. Classification des huiles d'olive. Normes internationales applicables à l'huile d'olive et à l'huile de grignon d'olive. Conseil Oléicole International.

C.O.I. Conseil Oléicole International 2003. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Conseil oléicole international, 5 décembre 2003 COI/T.15/NC n° 3/Rev. 1. 1 p

C.O.I. Conseil Oléicole International 2007. Analyse sensorielle de l'huile d'olive : méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge. COI/T.20/Doc.n°15/Rev.2. Septembre 2007.

C.O.I. Conseil Oléicole International 2015. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.

Christakis, G., Fordyce, M.K. et Kurtz, C.S. 1983. Aspects biologiques et médicaux de l'huile d'olive. Ed COI, 7 p.

Cowan, M.M. 1999. Clinical microbiology reviews, 564-570 p.

D

Deciga-Campos, M., Lopez-Munoz, F.J. 2007. Evaluation of the antinociceptive effect of *Rosmarinus officinalis* L. using three different experimental models in rodents. *J Ethnopharmacol.* 476-482 p.

Delaunay, J-C., Chèze, C., Monti, J-P., Deffieux, G., Mérillon, J-M., Nuhrich, A. et Vercauteren, J. 1999. Les polyphénols du vin : de la chimie pour la vie. 75-91 p.

Derwich, E., Benziane, Z. et Chabir, R. 2011. Aromatic and medicinal plants of morocco: chemical composition of essential oils of *Rosmarinus officinalis* and *Juniperus phoenicea*. *International journal of applied biology and pharmaceutical technology*, 145-153 p.

Djeddi, S., Bouchenah, N., Settar, I., Skaltsa, H.D. 2007. Composition and antimicrobial activity of the essential oil of *Rosmarinus officinalis* from Algeria. *Chemistry of Natural Compounds*. 487-490 p.

Dugo, G., Lo Torco, V., Pollicino D., Movrojeni, E. et Pipitone, F. 2004. Caractérisation d'huiles d'olive vierge Siciliennes. Variation qualitative des huiles des fruits des cultivars Biancolilla, Nocellara del Belice, Cerasoula, Tonda Iblea et Crastu en fonction des techniques et de l'époque de récolte des olives. 345-347 p.

É

Edoardo, M., Curcuroto, N-G. et Ruberto, G. 2010. Screening of the essential oil composition of wild Sicilian rosemary. *Biochemical Systematics and Ecology*, 659– 670 p.

Erkan, N., Ayranci G. et Ayranci E. 2008. Antioxidant activities of rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) extract black seed (*Nigella sativa* L.) essential oil, carnosic acid, rosmarinic acid and sesamol. *Food Chemistry*. 76-82 p.

F

Favati, F., Caporale G. et Bertuccioli M. 1994. Rapid determination of phenol content in extra virgin olive oil. 68-70 p.

Fedeli, E. 1997. Technologie de production et de conservation de l'huile. In : Encyclopédie mondiale de l'olivier. 253-273 p.

Fouin, J. et Sarfati, C. 2002. Le guide des huiles d'olive. *Editions du Rouergue*. 10 : 335 p.

Fourati, H., Khlif, M. et Cossentini, M. 2003. Etude comparative des caractéristiques et physiologique d'une trentaine de cultivars, d'olivier. 22-35 p.

G

Garcia-Gonzalez, D.L., Aparicio-Rui, R. et Aparicio, R. 2008. Virgin olive oil-chemical implications on quality and health. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 1-6 p.

Gargouri, B., Ammar, S., Zribi, A., Ben Mansour, A. et Bouaziz, M. 2013. Effect of growing region on quality characteristics and phenolic compounds of chemlali extra-virgin olive oils. *Acta Physiologiae Plantarum*, 2801–2812 p.

Gausсен, H., Deuroy, J.F. et Ozenda, P. 1982. Précis de botanique II. In « les végétaux supérieurs ». 215-408 p.

Giuffré, A.M., Louadj, L., Poiana, M., Macario, A. 2011. Composition en stérols des huiles extraites d'olive de cultivars de la province de Reggio Calabria (sud d'Italie)

Guiffrida, D., Salvo, F., Salvo, A., Lapera, L. et Dugo, G. 2006. Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties, 833-837 p.

Gómez-Rico, A., Fregapane, G. et Salvador M.D. 2008. Effet of cultivar and ripening of minor components in Spanish olives fruits and their corresponding virgin olive oils. Food Research International, 433-440 P.

Gonzalez-Trujano, M.E., Pena, E.I., Martinez, A.L., Moreno, J., Guevara-Fefer, P., Teuscher, E., Anton, A. et Lobestesein, A. 2005. Plantes aromatiques : épices, aromates, condiments et huiles essentielles, 343 P.

Gonzalez-Trujano, M.E., Pena, E.I., Martinez, A.L., Moreno, J., Guevara-Fefer, P., Deciga-Campos, M., Lopez-Munoz, F.J. 2007. Evaluation of the antinociceptive effect of *Rosmarinus officinalis* L. using three different experimental models in rodents. *J Ethnopharmacol.* 476-482 P.

Griffin, Rodger W. 1986. Modern organic chemistry. Singapore: *McGraw-Hil, Inc.*

Guy, Gilly. 2005. Les plantes aromatiques et huiles essentielles à grasse – botanique-culture - chimie-production et marché. préface de Hubert Richard, 51-59 p.

H

Haddam, M., Hammadi chimi, H. et Amine, A. 2014. Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. 507 p.

Harwood, J.L. et Aparicio, R. 2000. Handbook of olive oil: analysis and properties. Gaithersburg Maryland, USA : Aspen publications, Inc. 620 p.

Heinrich, M., Kufer, J., Leonti, M., Pardo-de-Santayana, M. 2006. Ethnobotany and ethnopharmacology- Inter disciplinary links with the historical sciences. *J Ethnopharmacol.* 157-160 p.

Henry, S. 2003. L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique. Thèse présentée pour obtenir le grade de Docteur en pharmacie, université Henri Poincaré-Nancy 1. thèse de doctorat. 31

Huang, C.L. et Sumpio B.E. 2008. Olive oil, the Mediterranean Diet, and Cardiovascular Health. American College of Surgeons, 407-416 p.

J

Jacotot, B. et Richard, J.L. 1989. L'huile d'olive, 45 – 48 p.

Jacotot B. 1997. L'huile d'olive, de la gastronomie à la santé, 224 p.

Jean Brunton. 1999. Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales : 3ème édition.

Jiang, Y., Wu, N., Fu, Y.J., Wang, W., Luo, M., Zhao, C.J., Zu, Y.J., Liu, X.L. 2011. Chemical composition and antimicrobial activity of the essential oil of rosemary. *Environmental Toxicology and Pharmacology*. 63-68 p.

K

Khiari, D. et Boussaid, M. 2000. Diversité phénotypique de quelques population de romarin (*rosmarinus officinalis L*) 25-32 p.

Kristakis, A.K. 1990. Olive oil. American oil chemists' society champaign. Illinors. 62-74 p.

L

Laurent, A. et Barnouin A. 2000. L'olive. Ed. Minevra, 140 p.

León, L., Beltrán, G., Aguilera, MP., Rallo, L., Barranco, D. et De La Rosa, R. 2011. Oil composition of advanced selections from an olive breeding program.

Leplat, M. 2017. Le romarin, *Rosmarinus officinalis L.*, une lamiacée médicinale de la garrigue provençale. Thèse de doctorat, université de Marseille. *Lipid Science and Technology*, 870-875 p.

Ller, X. 2003. The effets of fish oil, olive oil, oleic acid and linoleic acid on colorectal neoplastic processes; clinical nutrition, 71-79 p.

Loziene, K., Venskutonis, P. R., Sipailiené, A. et Labokas, J. 2007. Radical scavenging and antibacterial properties of the extracts from different *Thymus pulegioides L.* 546-559 P.

M

Mordret F. Coustille J. L. Lacoste F., 1997. Contrôle de la qualité / analyse physico-chimiques, 364-369 P.

Mordret, F. 1999. Oleagineuse corps gras lipides, 56-58 p.

Minguez-Mosquera, I., Rejano, J.L., Gandul, B., Higinio, A. et Garrido, J. 1991. Colour pigment correlation in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 669-671 P.

N

Néve J. 2002. Modulation de l'apport alimentaire en antioxydant. Optimisation of dietary intake of antioxidant. *Nutrition Clinique*, 292-300 p.

O

Olivier, D. 2003. Recherche d'adultération dans les huiles végétales : Application à la qualité des huiles vierges et notamment de l'huile d'olive

Ollivier D., Artaud J., Pinatel C., Souillol S., Guérère M. et Artaud J. 2004. Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierge. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique*, 2ème semestre, 169-196 p.

Ouaouich, A. et Chimi H. 2007. Guide du producteur de l'huile d'olive. Edition : ONUDI. Vienne, 36 p.

P

Perrin, J.L. 1992. Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son Huile. *Rev. Corps gras*, 25-32 p.

Petiwalla, S.M., Puthenveetil, A.G., Johnson, J.J. 2013. Polyphenols from the mediterranean herb rosemary (*Rosmarinus officinalis*) for prostate cancer. *Frontiers in pharmacology*. 1-4 p.

Poisson, J.P. et Norce M. 2003. Corps gras alimentaires : Aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels In *Lipides et corps gras alimentaires*. Ed. Technique et Documents, 1-51 p.

Q

Quezel, P. et Santa, S. 1963. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques méridionales. Tome II. C.N.R.S. (Ed). Paris, 565 p.

R

Rasooli I., Rezaei M. B. et Allameh A. 2006. Ultrastructural study on antimicrobial efficacy of thyme essential oils on *Listeria monocytogenes*-*International Journal of Infectious Diseases*, 236-24 p.

Roehly, Y. 2000. Maxoliva- résultats d'essais industriels. Maroc. Instituto Sperimentale Elaiotecnica Pescara. Italie.

Rowan, K. 1989. Photosynthetic pigments of algae, *Cambridge University Press*.

Rubió, L., Aida, S., Oliver, C., Macià, A., Romero, M.P., Covas, M.I., Solàe, D.R. et Motilva M. 2014. Effect of the co-occurring components from olive oil and thyme extracts on the antioxidant status and its bioavailability in an acute ingestion in rats

Ryan, D., Robardas K. et, S. 1998. Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 26-38 p.



Saez, F. et Stahl-Biskup, E. 2002. Essential oil polymorphism in the genus *Thymus*, 125-143 p.

Selmi, S. et Sadok S. 2008. *Pan-American Journal of aquatic sciences*. 36-45 p.

Servili, M., Selvagini, R., Esposito, S., Tatichi, A., Montedoro, G. et Morozzi, G. 2004. Health a sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: acronomic and technological aspects of production that affect their accurence in the oil, 113-127 p.

Singleton, V. I., Othofer, R. et Lamuela-Raventos R. M. 1999. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods in enzymology*, 152-178 p.

Soulier, J. et Fariune M. 1992. L'insaponifiable. In : *Manuel des corps gras*. Lavoisier, Ed. Technique et Documents, 95-112 p.



Takeuchi, H., Lu, Z. G. et Fujita T. 2004. *Bioscience, biotechnology and biochemistry*, 1113-1134 p.

Tanouti, K., Elamrani, A., Serghini-Caid, H., khalid, A., Bahetta, Y., Benali, A., Harkous, M. et Khiar, M. 2010. Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (lakrama et kenine) au niveau du Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*.18- 26 p.

Tanouti, K., Serghini-Caid, H., Chaieb, E., Benali, A., Harkous, M. et Elamrani A. 2011. Amelioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*. 1-12 p.

Tateo, E., Brunelli, N., cucurachi, S. et ferillo, A. 1993. New trends in the study of the merits and shortcomings of olive oil organoleptic terms in correlation with the GC/MS analysis of the aromas in food flavours, ingredients and composition ,G charalampous, editor, Elsevier science publishers B V Amsterdam

Terdazi W. 2010. Etude comparative de la stabilté de l'huile d'olive de la pecholine marocaine et de l'Arbéquine. 22-26 p.

Teuscher E. Anton R. et Lobstein A. 2005. Plantes aromatiques, 416-444 P.

V

Verge, D., Sari, Y., Miquel, M-C., Brisorgueil, M-J., Ruiz, G., Doucet, E. et Hamon, M. 1999. Ce localisation of 5-hydroxytryptamine 1B receptors in the rat central nervous system: immunocytochemical, autoradiographic and lesion studies, 899-915 p.

Veillet, S. 2010. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse présentée pour obtenir le grade de Docteur en Sciences, Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse. Thèse de doctorat. 3-42 p.

Verma, S.R., Rahman, L.U., Mishra, S., Verma, R.K., Chauhan, A., Singh A. 2011. Changes in essential oil content and composition of leaf and leaf powder of *Rosmarinus officinalis* cv. 181-190 p.

Visioli, F. 1998. Olive oil phenols and their potential effects on human health, journal of agricultural and food chemistry, 4292-4296 p.

W

Wichtl, M. et Anton R. 2003. Plantes thérapeutiques : tradition, pratique officinale, science et thérapeutique, 523-525 p.

Y

Yakhlef, G. 2010. Etude de l'activité biologique des extraits de feuilles de *Thymus vulgaris* L et *Laurus nobilis* L. thèse de magister, université el hadj lakhdar batna. 1-7 p.

Youdim, K. A. et Deans S. G. 1999. Dietary supplementation of thyme (*Thymus vulgaris* L.) essential oil during the lifetime of the rat: its effects on the antioxidant status in liver, kidney and heart tissues. Mechanism of Ageing and Development, 163-175 P.

Z

Zanoni, B., Bertuccioli, M., Rovellini, P. et Marotta F. 2005. A preliminary topredictive modelling of extra virgin olive oil stability. Journal of the Science of food and Agriculture, 1492-1498 p.

Zarrouk, M., Marzouk, B., Ben Miled Daoud, D. et Chérif A. 1996. Accumulation de la matière grasse de l'olive et l'effet du sel sur sa composition, 41-45 p.

Zeghad, N. 2009. « Etude du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales d'intérêt économique (*Thymus vulgaris*, *Rosmarinus officinalis*) et évaluation de leur activité antibactérienne » ; thèse de magistère, université de Mentouri ; Constantine.

Zoubeydi, C. 2004. « Etude des antioxydants dans le *Rosmarinus officinalis* .Labiata » ; thèse de magistère ; université de Ouargla.

Les sites numériques :

Anonyme 1: <http://pixabay.com/en/rosemary-flowerprovence-violet-283098>. 18/05/2018

Anonyme 3: Thym. [www. Fr. m. Wikipedia. Org /wiki/](http://www.Fr.m.Wikipedia.Org/wiki/). 24

.

,

Résumé

La présente étude a pour objectif d'évaluer la qualité de l'huile d'olive vierge extra commerciale additionnée de plantes aromatiques. « Romarin et thym ». Les différents échantillons sont stockés pendant 20, 30 et 40 jours à deux températures (ambiante, 30°C)

Nous avons étudié pour l'ensemble des échantillons des critères de qualité ainsi que la composition en pigments et en polyphénols totaux.

Les résultats obtenus montrent que l'acidité, l'indice de peroxyde et le K_{232} des huiles témoins et aromatisées sont conformes aux normes de C.O.I. (2015) alors que pour le K_{270} , toutes les valeurs obtenues sont hors normes. L'aromatisation de l'huile d'olive engendre une augmentation en pigments chlorophylliens et caroténoïdes alors que pour les polyphénols totaux, nous avons noté des diminutions de leurs teneurs.

Mots clés : huile d'olive, qualité, thym, romarin, aromatisation, stockage.

Abstract

The present study aims to evaluate the quality of commercial extra virgin olive oil added with aromatic plants « Rosemary and thyme ». The different samples are stored for 20, 30 and 40 days at two temperatures (ambient, 30°C).

We have studied for all the samples the quality criteria as well as the composition of pigments and total polyphenols.

The results obtained show that the acidity, the peroxide index and the K_{232} of the control and flavored oil comply with standards of C.O.I. (2015) while for the K_{270} , all the values obtained are out of the ordinary. The aromatization of olive oil causes an increase in chlorophyll and carotenoid pigments, whereas for total polyphenols, we noted decreases in their contents.

Key words: olive oil, quality, thyme, rosemary, aromatization, storage.