

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA - Béjaïa

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des sciences alimentaires
Filière : Science biologiques
Spécialité : science des corps gras



Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Evaluation de la qualité de l'huile d'olive
vierge aromatisée au thym**

Présenté par :

KERRACHE Zahia & OUARI Zahia

Soutenu le : 26 Juin 2019

Devant le jury composé de :

Mr TAMENDJARI A.
Mme LEHOUCHE R.
Mme SMAIL L.

Professeur	Président
MCB	Encadreur
MAA	Examineur

Année universitaire : 2018 / 2019

Remerciements

Nous remercions tout d'abord Dieu, le tout puissant de nous avoir accordé santé, courage et foi.

Au terme de ce travail nous tenons à exprimer nos remerciements et nos sincères gratitude à notre promotrice Mme LEHOUCHE R. qui a dirigé ce travail et nous a fait bénéficier de son expérience et de ses conseils.

A Mr TAMENDJARI A. pour l'honneur qu'il nous fait de présider ce jury.

A Mme SMAIL L. d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous remercions également les techniciens et les ingénieurs de laboratoire BA du département SA : Mme IMADALOU N. et Mme AHMED SAADI L.

A nos parents qui nous ont encouragé tout au long du cursus universitaire.



Dédicace

*A mes très chers parents pour leur soutien, leur
amour et leur encouragement*

*A mes chers sœurs Chafia et Sabrina ainsi que leurs
maris*

A mes chers frères Djazil Yanis et Koussaila

A mes grands parents

A mon neveu Aris

A toute la famille KERRACHE

A mabinôme Zahia

A mes amies

Et à toute la promotion SCG 2018/2019

KERRACHE Zahia

Dédicace

Je dédie ce travail

A la mémoire de mon père.

A ma très chère maman.

A ma chère grande mère.

A mes frères : Ali, Mourad, Youcef et Abdelouahab.

A mes sœurs : Houria, Djamilia et Karima.

A toutes mes nièces et tous mes neveux

Mes amis (e) : Sabiha, Soraya et Lamine

A ma binôme Zahia

Et à toute la promotion des corps gras 2018 | 2019

OUARI Zahia

Sommaire

Remerciement	
Dédicace	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	
Introduction	01

Partie bibliographique

Chapitre I : L'huile d'olive

1.1 Définition.....	02
1.2 Les différents types et appellations d'huiles d'olives	02
1.3 La composition de l'huile d'olive.....	03
1.3.1 La fraction saponifiable.....	03
1.3.1.1 Les acides gras.....	03
1.3.1.2 Les glycérides.....	04
1.3.2 La fraction insaponifiable	05
1.3.2.1 Les composés phénoliques.....	05
1.3.2.2 Les tocophérols.....	06
1.3.2.3 Les stérols.....	06
1.3.2.4 Les pigments.....	07
1.4 La production mondiale de l'huile d'olive.....	07
1.5 La consommation mondiale de l'huile d'olive.....	08
1.6 Les bienfaits de l'huile d'olive.....	08
1.7 L'huile d'olive aromatisée.....	09
1.7.1 Les avantages de l'aromatisation de l'huile d'olive.....	09

Chapitre II : Le thym

2.1 Histoire du thym.....	10
2.2 La définition du thym	10
2.3 La classification botanique	10
2.4 Les Principes actifs du thym.....	11
2.5 Les Propriétés du thym	12
2.6 Le Thymol.....	12

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

1.1 Matériel végétal	13
1.1.1 L'huile d'olive.....	13
1.1.2 La plante aromatique	13
1.2 La préparation des échantillons.....	13
1.3 Les analyses effectuées sur les huiles	14
1.3.1 L'acidité.....	14
1.3.2 L'indice de peroxyde	15
1.3.3 L'absorbance spécifique dans l'ultraviolet.....	16
1.3.4 Le dosage des chlorophylles et caroténoïdes.....	16
1.3.5 L'extraction et le dosage des polyphénols totaux.....	17
1.4 Le test du Rancimat	18
1.5 L'étude statistique.....	19

Chapitre II : Résultats et discussion

2.1 L'acidité	20
2.2 L'indice de peroxyde	21
2.3 L'absorbance dans l'UV	22
2.4 La teneur en pigments.....	23
2.4.1 La teneur en chlorophylle.....	23
2.4.2 Les caroténoïdes.....	24
2.4.3 La teneur en polyphénols totaux	25
2.5 Stabilité oxydative en utilisant le Rancimat.....	26

Conclusion28

Références bibliographiques

Annexes

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
I	Les différentes catégories d'huiles d'olive et leurs caractéristiques.	2
II	Composition moyenne en acides gras totaux.	4
III	Composition de l'huile d'olive en stérols.	6
IV	Classification botanique du thym.	12
V	Dénomination des échantillons stockés au cours du temps	14
VI	Les valeurs de l'acidité des différents échantillons.	20
VII	Résultats des valeurs obtenus de l'indice de peroxydes des différents échantillons.	22
VIII	Les valeurs des absorbances dans l'UV (232 nm et 270 nm).	23
IX	Temps d'induction des différents échantillons d'huile d'olive.	27

Liste des tableaux en annexes

N°	Titre	N° de l'annexe
I	Tableau récapitulatif des résultats obtenus	III

Liste des figures

N°	Titre	Page
1	La structure d'un triglycéride	5
2	La production mondiale de l'huile d'olive.	8
3	Teneur en chlorophylles des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au thym.	24
4	Teneur en polyphénols totaux des huiles d'olive vierge témoins et des huiles aromatisées au thym.	25
5	Teneur en caroténoïdes des huiles d'olive vierges témoins et des huiles aromatisées au thym.	26

Liste des figures en annexes

N°	Titre	Annexe
1	Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols.	I
2	Graphe représentant les temps d'induction (h) obtenus par test Rancimat pour (HTM0), (HTM10J) et (HTM 20J).	I
3	Graphe représentant les temps d'induction (h) obtenus par test Rancimat pour (HAT 5% 10J), (HAT 5% 20J) et (HAT 10% 10J).	II
4	Graphe représentant les temps d'induction (h) obtenus par test Rancimat pour (HAT 10% 20J).	II

Liste des abréviations

COI : Conseil Oléicole International.

EAG : Equivalent d'acide gallique.

HAT : Huile aromatisée au thym.

HTM : Huile témoin.

ISO : organisation internationale de normalisation.

K₂₃₂ : Absorbance à 232 nm.

K₂₇₀ : Absorbance à 270nm.

Meq :milli équivalent.

Introduction

Introduction

L'une des nourritures sur laquelle le Coran attire l'attention est l'olive. Des recherches récentes ont indiqué que l'olive est non seulement un aliment délicieux mais il représente aussi une importante source de bienfait pour une bonne santé. En dehors de l'olive en tant que fruit, l'huile qui en est issue est une importante source de nutrition.

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**). Ces produits aromatisés augmenteraient l'utilisation de l'huile d'olive par les consommateurs non traditionnels d'une part et d'autre part, une valeur est ajoutée à ce produit agricole (**Nouhad et Tsimidou, 1998**).

Tout comme l'huile d'olive, les plantes aromatiques possèdent des propriétés naturelles non négligeables. C'est le cas du thym qui est une plante aromatique et médicinale très répandue en Algérie. Cette plante largement étudiée est très reconnue par sa richesse en huiles essentielles qui lui confèrent un pouvoir aromatique. Elle est également très utilisée comme un remède efficace contre de nombreuses pathologies.

La production d'huile d'olive a une importance primordiale pour l'économie rurale, pour le patrimoine local et pour l'environnement de la plupart des pays méditerranéens.

Notre étude constitue un travail préliminaire dans l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive aromatisée qui est préparée avec l'addition du thym.

L'objectif de ce présent travail est :

- Produire des huiles d'olive vierges aromatisées par l'ajout du thym.
- Evaluer la qualité de ces huiles d'olives vierges contenant le thym.

Le manuscrit est divisé en deux parties : la première est consacrée à une synthèse bibliographique, la seconde fera l'objet de la description du matériel et méthodes utilisés et les résultats obtenus et leurs interprétations.

Partie bibliographique

Chapitre I

L'huile d'olive



Chapitre I : l'huile d'olive

1.1 Définition

On désigne par l'huile d'olive vierge toute huile extraite du fruit de l'olivier (*Olea Veuropaea L.*) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques et dans des conditions, notamment thermiques, n'entraînant pas d'altération de l'huile, à l'exception des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. L'huile d'olive vierge ne doit avoir subi aucun autre traitement que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (COI, 2003).

1.2 Les différents types et appellations d'huiles d'olives

L'huile d'olive peut être classée selon diverses catégories établies selon les caractéristiques des huiles. Le Conseil Oléicole International (COI, 2015) a clairement défini les différents types d'huile d'olive qui sont réparties en quatre catégories qui sont l'huile d'olive vierge extra, huile d'olive vierge, vierge courante et vierge lampante.

Les différentes catégories d'huile d'olive ainsi que les limites des critères de qualité établies par (COI, 2015), sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau I : Les différentes catégories d'huile d'olive et leurs caractéristiques (COI, 2015).

Catégories	Huile d'olive extra - vierge	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive Raffinée	Huile d'olive
Caractéristiques organoleptiques						
Odeur et saveur					Acceptable	Bonne
Médiane de défaut	Me=0	0<Me<3,5	3,5<Me<6	Me>6		
Médiane de fruité	Me>0	Me>0				
Couleur					Jaune	Claire jaune
Aspect à 20° pendant 24 heures					Limpide	Limpide
Acidité libre % (m/m) exprimé en acide oléique	≤0,8	≤2,0	≤3,3	>3,3	≤0,3	≤1,1

Indice de peroxyde en milliéquivalents d'oxygène actif par Kg	≤20	≤20	≤20	Non limité	≤15	≤5
2-L'absorbance dans l'ultraviolet						
A 270nm	≤0,22	≤0,25	≤0,30		≤0,10	≤0,90
Δk	≤0,01	≤0,01	≤0,01		≤0,16	≤0,05
A 232 nm	≤2,50	≤2,60				

1.3 La composition de l'huile d'olive

La composition chimique de l'huile d'olive dépend de la variété du fruit, de l'altitude, du degré de maturité des olives (**Kalua et al., 2007**), de la région, de la culture, des conditions climatiques, ainsi que des conditions d'extraction et de stockage de l'huile (**Gomez-Rico et al., 2008**).

Comme toutes les huiles végétales, l'huile d'olive est composée d'une fraction saponifiable (98% de lipide), et d'une fraction insaponifiable (2% de la composition totale) qui comprend les stérols, les pigments, les hydrocarbures, les composés aromatiques, les tocophérols et les composés phénoliques (**Ollivier et al., 2004**).

1.3.1 La fraction saponifiable

Cette fraction représente 98 % de l'huile d'olive (**Lazze et al., 2006**). Elle est composée essentiellement de triglycérides et d'acides gras. La composition en acides gras et triglycérides de l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité des olives, de l'altitude et du climat (**Velasco et al., 2002**).

1.3.1.1 Les acides gras

La composition en acides gras totaux est un paramètre de qualité et d'authenticité des huiles d'olives. Cette composition est très variable et dépend de la variété, du climat et de la région de production, de l'année et la période de récolte ainsi que des techniques d'extraction et des conditions de stockage (**Zarrouk et al., 1996 ; Ait Yacine et al., 2002**).

Comparée à d'autres huiles végétales, l'huile d'olive est caractérisée par sa richesse en acides gras monoinsaturés et présente de faibles teneurs en acides gras saturés (**Ajana et al., 1998 ; Salas et al., 2000 ; Keceli et Gordon, 2001**).

De toutes les huiles végétales, l'huile d'olive est celle qui présente les plus forts rapports en acides gras monoinsaturés/acides gras polyinsaturés. Cette particularité confère à l'huile d'olive une plus grande stabilité à l'auto-oxydation (**Perrin, 1992 ;Baccouriet al., 2008**).

L'huile d'olive présente un profil en acides gras (tableau II) dominé par l'acide oléique (C18 :1) présent en grande quantité (55 à 83 %) et renferme des teneurs moindres en acide linoléique (C18 :2), en acide palmitique (C16 :0) et en acide stéarique (C18 :0). Les acides palmitoléique (C16 :1), linoléique (C18 :3) et arachidique (C20 :0) sont présents en faibles quantités (**Ryan et al., 1998**).

Tableau II : Composition moyenne en acides gras totaux (%) (**COI, 2015**).

Acides gras	Normes(%) (COI, 2015)
Aide myristique (C14 :0)	< 0,03
Acide palmitique (C16 :0)	7,50 - 20,00
Acide palmitoléique (C16 :1)	0,30 - 3,50
Acide heptadécanoïque (C17 :0)	< 0,30
Acide heptadécanoïque (C17 :1)	< 0,30
Acide stéarique (C18 :0)	0,50 - 5,00
Acide oléique (C18 :1)	55,00 - 83,00
Acide linoléique (C18 :2)	2,50 - 21,00
Acide linoléique (C18 :3)	< 1,00
Acide arachidique (C20 :0)	< 0,60
Acide eicosénoïque (C20 :1)	< 0,40
Acide béhénique (C22 :0)	< 0,20
Acide lignocérique (C24 :0)	< 0,20

1.3.1.2 Les glycérides

Les triglycérides sont les composants majoritaires de l'huile d'olive (95,4 %), les diglycérides ne représentent qu'environ 1-2,8 % (**Zarrouk et al., 1996 ;Boskouet al., 2006**).

Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont : la trioléine « OOO » (40 à 60 %), la dioléopalmitine « POO » (10 à 20 %), la dioléolinoléine « OOL » (10 à 20 %),

lapalmitooléolineine « POL » (5 à 7 %) et la dioléostéarine « SOO » (3 à 7 %) (**Ryan et al., 1998 ; Boskou et al., 2006**).

Un triglycéride est composé d'une molécule de glycérol (c'est une molécule qui présente trois fonctions alcool) estérifiée (ou combinée) à trois molécules d'acides gras semblables ou différents. (**Figure 1**).

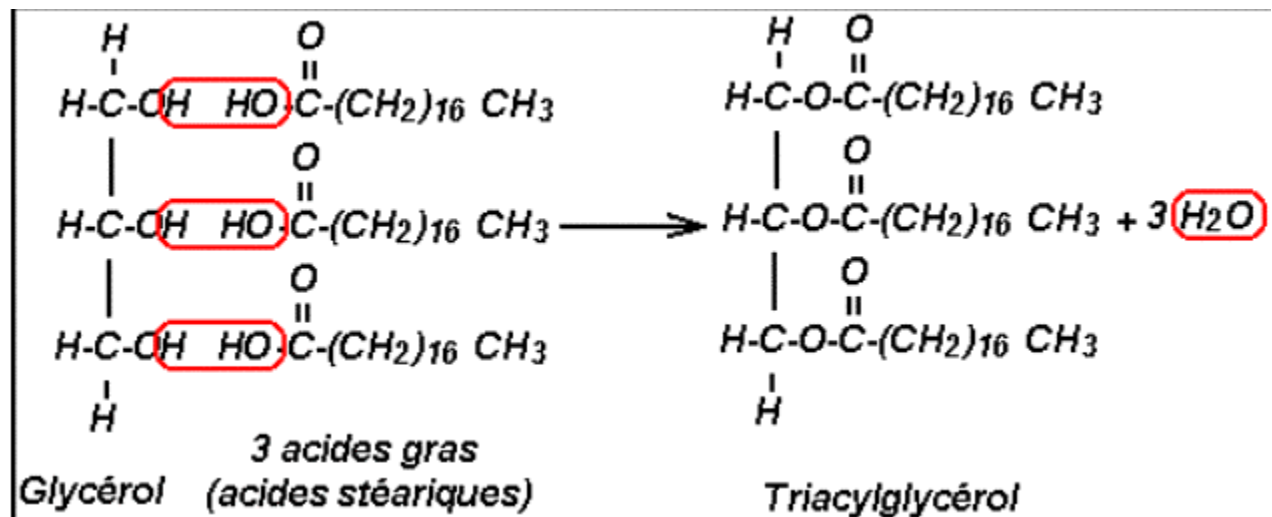


Figure 1 : La structure d'un triacylglycérol (**Bendinet al., 2007**).

1.3.2 La fraction insaponifiable

Cette fraction, dénommée constituants mineurs, représente environ 2 % de la composition totale de l'huile d'olive et compte plus de 230 composés différents (**VisiolietGalli, 1998**).

1.3.2.1 Les composés phénoliques

L'une des caractéristiques les plus importantes de l'huile d'olive est sa richesse en composés phénoliques, en particulier l'hydroxytyrosol et l'oleuropéine possédant des propriétés antioxydantes. Les quantités présentes dans les huiles d'olive dépendent du degré de maturité des olives (**RovellinetCortesi, 2003**), la saison et les conditions climatiques (**Salvador et al., 2003**), l'état sanitaire des olives (**Tamendjariet al., 2004**), la variété et le système d'extraction de l'huile (**Gimeno et al., 2002**).

L'huile d'olive contient des composés phénoliques simples et complexes qui augmentent sa stabilité et lui confèrent des propriétés antioxydantes et modulent sa saveur. Les composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles (**Haddamet al., 2014**). En particulier l'hydroxytyrosol est une

molécule bioactive, puissante comme antioxydant et représentant une action anti-inflammatoire (Jose *et al.*, 2015 ; Antoni *et al.*, 2016).

1.3.2.2 Les tocophérols

Outre leur activité vitaminique, les tocophérols sont parmi les antioxydants naturels les plus efficaces en raison de leur contribution à la stabilité oxydative des huiles d'olive, ce qui confère à ces huiles des propriétés particulières, aussi bien sur le plan nutritionnel que sur le plan de la conservation (Jahouach, 2009). La teneur moyenne de l'huile d'olive en ces composés est d'environ 12 à 25 mg/100 g (Pseumiadoet *al.*, 2000). D'autres recherches ont abouti à des valeurs encore plus élevées, de 24 à 43 mg/100g (Gutierrez *et al.*, 1999).

1.3.2.3 Les stérols

Les stérols sont un constituant essentiel des membranes cellulaires, ils se trouvent aussi bien chez les animaux que chez les végétaux. Tous les stérols ont en commun le même noyau (noyau stérol) et ils diffèrent par leur chaîne latérale. Selon les travaux réalisés dans ce domaine, la quantité totale de stérols dans l'huile d'olive vierge extra varie de 113 à 265 mg /100g (Velasco, 2002).

Les principaux stérols de l'huile d'olive sont présentés dans le tableau ci-après :

Tableau III : Composition de l'huile d'olive en stérols (Ryan *et al.*, 1998).

Stérols	% des stérols totaux
β –sitostérol	70-90
Δ -5 avénastérol	5-20
Campestérol	1-5
Stigmastérol	0,5-2
Cholestérol	< 0,5

1.3.2.4 Les pigments

La couleur de l'huile d'olive est un paramètre de qualité qui dépend de sa composition en pigments (**Roca et Minguéz-Mosquera, 2001 ; Beltran *et al.*, 2005**). Ils sont responsables de la couleur verdâtre à jaune de l'huile d'olive (**Cichelliet Pertesana, 2004**).

Deux groupes de pigments sont identifiés dans l'huile d'olive, ceux qui sont présents naturellement dans le fruit d'olive : chlorophylle a et b, lutéine, β -carotène, anthéroxanthine, violaxanthine et neoxanthine et ceux qui se forment durant le processus d'extraction de l'huile d'olive : phéophytine a et b, lutéoxanthine, auroxanthine et mutatoxanthine (**Minguéz-Mosquera *et al.*, 1990 ; Gandul-Rojas et Minguéz-Mosquera, 1996 ; Criado *et al.*, 2007**).

1.4 La production mondiale de l'huile d'olive

Les chiffres de la campagne oléicole 2017/18 indiquent une augmentation de la production d'huile d'olive par rapport à la dernière campagne. Selon les données présentées par les différents pays en novembre 2017, la production mondiale atteindrait 2 900 000 tonnes (t). Ces chiffres sont encore provisoires et sujets à de nouvelles mises à jour. Comme toujours, la production européenne arrive en tête avec l'Espagne, l'Italie, la Grèce et le Portugal, dont la production atteindrait environ 1 800 000 t. L'Algérie, l'Argentine, la Jordanie, le Maroc, la Palestine, la Tunisie et la Turquie enregistreraient quant à eux une production de plus de 800 000 tonnes d'huile d'olive. Les pays non membres, comme la Syrie, l'Australie et le Chili, produiraient conjointement 177 000 t d'huile d'olive. Le principal importateur d'huile d'olive reste les États-Unis, avec 37 % du marché mondial, suivi de l'Union européenne (16 %) (**COI, 2018**).

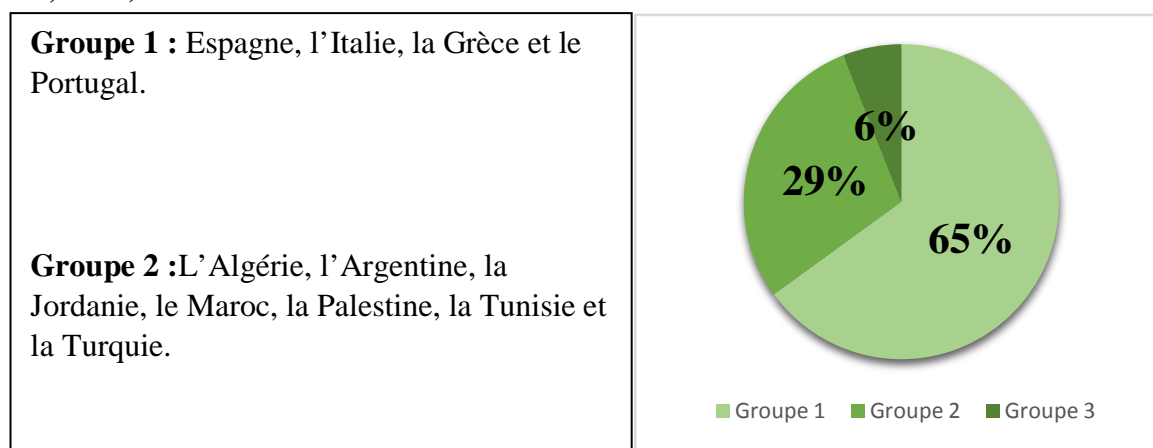


Figure 2 : La production mondiale de l'huile d'olive (**COI, 2018**).

1.5 La consommation mondiale de l'huile d'olive

Au cours des 25 dernières années, la consommation d'huile, d'olive, en général a augmenté de plus d'un million de tonnes dans le monde entier, passant de 1 800 000 tonnes au début des années 90 à plus de 3 millions de tonnes durant la campagne 2016, selon les données présentées par l'observatoire du COI à l'occasion du salon SOL de Vérone. « Il existe un équilibre substantiel entre la production et la consommation d'huile d'olive dans le monde, mais nous devons produire plus d'huile d'olive vierge extra », affirme **Abdellatif Ghedira**, Directeur exécutif du Conseil oléicole international, avant de poursuivre que « la demande de produits de qualité augmente dans le monde entier et nous devons tout faire pour aider les pays membres du COI à répondre à cette demande croissante » (COI, 2017).

1.6 Les bienfaits de l'huile d'olive

L'huile d'olive présente tous les avantages des lipides alimentaires à savoir

- Apport énergétique.
- Participation aux structures cellulaires.
- Apport en acides gras essentiels.
- Transport des vitamines liposolubles.

Les composés aromatiques donnent à l'huile d'olive des effets antimicrobiens, les phénols, les vitamines hydrosolubles présents dans l'huile d'olive ont un effet inhibiteur sur un enzyme impliqués dans le développement du cancer ; ils sont également anti-inflammatoires. (**Akçar, et al ;2011**).

Des études épidémiologiques (**Motard-Bélanger, et al., 2008**); **Rotondo et De Gaetano, 2000**) ont montré que l'alimentation méditerranéenne traditionnelle, dans laquelle l'huile d'olive a une place importante, jouait un rôle majeur dans la prévention des facteurs de risques des maladies cardiovasculaires, telles que la dyslipidémie, l'hypertension et le diabète. **Beauchamp, (2005)** a mis en évidence la présence dans l'huile d'olive vierge d'agents naturels qui auraient un rôle d'anti-inflammatoire sur l'organisme.

- 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 d'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 (**Terdaziet al., 2010**).

1.7 L'huile d'olive aromatisée

Une huile d'olive aromatisée peut être définie comme une huile d'olive (généralement une huile extra vierge) qui a été traitée avec des légumes, des herbes, des épices ou d'autres fruits afin d'améliorer la valeur nutritionnelle, d'enrichir le sensoriel caractéristique et augmenter la durée de vie (Tsimidou et Boskou, 1994 ; (Lagouriet Boskou, 1996 ; Nouhadet Tsimidou 1998).

1.7.1 Les avantages de l'aromatisation de l'huile d'olive

Les plantes aromatiques ont été utilisées à travers les âges dans de nombreux domaines allant des arômes alimentaires aux domaines pharmaceutiques, cosmétiques et de parfumerie.

L'aromatisation de l'huile d'olive à travers l'ajout de plante est une pratique courante. Plusieurs travaux de recherche sont menés dans ce domaine (Usenik *et al.*, 2008). (Issaoui *et al.*, 2009., Ouni *et al.*, 2011).

Les objectifs de l'aromatisation de l'huile d'olive sont d'apporter d'une part une amélioration de ses propriétés sensorielles et nutritionnelles et d'autre part prolonger la durée de conservation de l'huile (Gambacorta *et al.*, 2007).

Chapitre II



Chapitre II : Le thym

2.1 Histoire du thym

Depuis l'antiquité, l'homme utilise les plantes comme une source principale de nourriture, par la suite, il s'est développé pour les utiliser comme remèdes afin de soigner les différentes maladies. Les plantes sont encore destinées à la santé humaine malgré les efforts des chimistes qui essaient de synthétiser de nouvelles molécules. D'après les études statistiques, plus de 25% des médicaments dans les pays développés dérivent directement des plantes (**Damintoti, 2005**).

L'histoire des plantes médicinales a commencé dans les pays orientaux, particulièrement en Egypte, Perse et Inde. Dans les civilisations chinoises et indiennes, ont retrouvé des traces d'utilisations médicinales très anciennes (**Fouché et al., 2000 ; Dweek, 2002**).

L'Algérie est connue pour sa richesse en plantes médicinales en regard de sa superficie et sa diversité bioclimatique. Le genre *Thymus* de la famille des *Lamiacées*, comprend plusieurs espèces botaniques réparties sur tout le littoral et même dans les régions internes jusqu'aux zones arides (**Haddad et al., 2004**).

Le thym est une plante originaire de l'ouest des régions méditerranéennes (**Özcan et Chalchat, 2004**) et aussi autochtone du sud d'Europe (**Takeuchi et al., 2004**).

2.2 La définition du thym

Le nom *Thymus* dérive du mot grec « Thymos » qui signifie parfumer, à cause de l'odeur agréable que la plante dégage (**Pariente, 2001**) et possède une saveur amère et chaude (**Demerji, 2012**). Les différentes appellations de thym :

Nom arabe : Zaïtra (**Quezelet Santa, 1963**).

Nom berbère : Tiza à tarte (**Quezelet Santa, 1963**).

2.3 La classification botanique

Le genre « *Thymus* » est l'un des huit genres les plus importants qui comporte 300 espèces, ce genre appartenant à la famille des *Labiées* et le nombre d'espèces change selon le point de vue taxonomique (**Morale, 1997**). La classification botanique du thym illustrée dans le tableau IV.

Tableau IV : Classification botanique du thym (Gaussen *et al.*, 1982).

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

2.4 Les principes actifs du thym

➤ Les huiles essentielles

Les huiles essentielles du thym sont composées par les molécules aromatiques d'origine végétale présentant une très grande diversité de structure (Lozieneet *al.*, 2007). Les composés chimiques de plus grande efficacité et à plus large spectre sont :

- ✓ Lesphénols (thymol, carvacrol et eugénol),
- ✓ Les alcools (α -terpineol, terpinen-4-ol, linalol, ...),
- ✓ Lesaldéhydes, les cétones et plus rarement les terpènes (Cosentinoet *al.*, 1999

DormanetDeans, 2000).

✓ Les acides phénoliques : acide caféique (Cowan, 1999) et acide rosmarinique(Takeuchiet *al.*, 2004)

✓ Les flavonoïdes :(hespéridine, eriotrécine, narirutine) (Takeuchiet *al.*, 2004) etLutéoline(Strzelecka, 2007).

- ✓ Les tanins (Cowan, 1999).

2.5 Les propriétés du thym

Cette plante est utilisée en raison de ses différentes propriétés pharmacologiques et thérapeutiques telles que :

- ✓ Antiseptique, désinfectant dermique et un spasmolytique bronchique dont il est indiqué pour traiter les infections des voies respiratoires supérieures (**Bazylo et Strzelecka, 2007**).

- ✓ Les principaux constituants du thym montrent des propriétés vermifuges et vermicide (**Bazylo et Strzelecka, 2007**).

- ✓ Propriétés antivirales, antifongiques, anti-inflammatoires, et antibactériennes dont une étude récente a montré que les extraits méthanoliques et hexaniques des parties aériennes de *Thymus vulgaris* inhibent la croissance de *Mycobacterium tuberculosis* (bactérie qui cause la tuberculose) (**Jimenez-Arellanes et al., 2006**).

- ✓ Propriétés anthelminthiques (**Al-Bayati, 2008**).

- ✓ Propriétés antioxydantes (**Takeuchi et al., 2004 ; Golmakaniet Rezaei, 2008**) en raison de ces propriétés, le thym est utilisé comme un conservateur afin de prolonger la durée de conservation des poissons *Thunnus thynnus* durant leur stockage (**Selmi et Sadok, 2008**).

2.6 Le thymol

Le thymol est un phénol contenu dans l'huile de thym et dans les huiles essentielles (volatiles) de plusieurs autres plantes. Il se présente sous forme de cristaux incolores avec une odeur aromatique caractéristique. Il est soluble dans les alcools, le gras et l'huile et peu soluble

dans l'eau on l'utilise notamment pour ses propriétés antiseptiques, antibactériennes ainsi que pour stabiliser les propriétés pharmaceutiques (**Anonyme 1**).

Partie expérimentale

Matériel et méthodes

Chapitre I : Matériel et méthodes

1.1 Matériel végétal

1.1.1 L'huile d'olive

L'huile d'olive commerciale « NUMIDIA » a été utilisée dans ce travail. Selon le fournisseur, société IFRI « SPA », cette huile est une huile extra vierge de la récolte 2018/2019.

1.1.2 La plante aromatique

La plante aromatique choisie pour ce travail est le thym (*Thymus ciliatus*). Cette plante a été récoltée pendant le mois de mai 2018 au niveau d'une région montagneuse de Chemini Sidi Aich. Ensuite, elle a été lavée, séchée à l'air libre puis conservée jusqu'à l'utilisation.

1.2 La préparation des échantillons

Après homogénéisation des échantillons, l'huile d'olive et la plante conservée (la partie aérienne tige et feuille) découpée en petits morceaux, nous avons réalisé des mélanges huile/plante à raison de 5% et de 10%. Les mélanges sont mis dans des flacons en verre fumé, bien scellés, puis placés dans un bain Marie agitateur à température de 20°C pendant 2 heures. En fin, nous avons procédé au stockage des échantillons à température ambiante. Avant de procéder aux analyses, nous avons effectué une filtration des échantillons d'huile d'olive sur papier filtre afin de débarrasser l'huile des différents débris de plante.

Le tableau ci-après résume la méthodologie suivie pour le stockage des échantillons.

Tableau V : Dénomination des échantillons stockés au cours du temps.

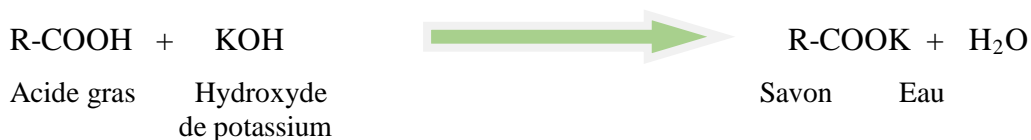
Echantillon	Dénomination
HT0	Huile témoin sans stockage.
HTM 10J	Huile témoin stockée pendant 10 jours.
HTM 20J	Huile témoin stockée pendant 20 jours.
HAT 5% 10J	Huile aromatisée au thym à 5% stockée pendant 10 jours.
HAT 5% 20J	Huile aromatisée au thym à 5% stockée pendant 20 jours.
HAT 10% 10J	Huile aromatisée au thym à 10% stockée pendant 10 jours.
HAT 10% 20J	Huile aromatisée au thym à 10% stockée pendant 20 jours.

1.3 Les analyses effectuées sur les huiles

1.3.1 L'acidité

❖ Principe

L'acidité, qui mesure le pourcentage en acides gras libres, est déterminée selon la méthode décrite dans le règlement **CEE/2568/91**. Le principe de la méthode consiste en un titrage des acides gras libres présents par une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium sans hydrolyser les liaisons esters des glycérides, selon la réaction suivante :



❖ Protocole expérimental

- Peser 5g d'huile.
- Ajouter 20 ml d'un mélange d'oxyde d'éthylrique-éthanol à 95% (V/V).
- Ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine.
- Le mélange est titré en agitant à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium(KOH) à 0,1 N 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).

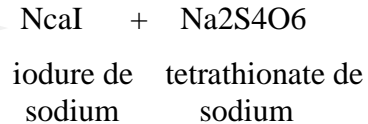
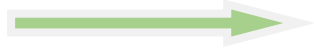
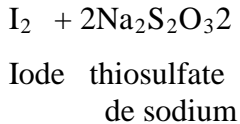
M : Masse molaire de l'acide oléique qui est égale à 282 g /mol.

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

1.3.2 L'indice de peroxyde

❖ Principe

L'indice de peroxyde d'un corps gras représente le nombre de milliéquivalent d'oxygène actif dans un 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.



❖ Protocol experimental (CEE/2568/91)

- Peser un échantillon de 2g d'huile dans une fiole.
- Ajouter 10 ml de chloroforme, 15ml d'acide acétique.
- Ajouter 1ml d'iodure de potassium (solution aqueuse saturée).
- Boucher et 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 ($Na_2S_2O_3$) à 0,01N tout en maintenant le mélange en agitation vigoureuse.
- Un essai témoin a été réalisé dans les mêmes conditions.

❖ Calcul

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

I_p : Indice de peroxyde (még d'O₂/Kg).

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

V_0 : Volume en millilitre de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer le blanc.

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,01N.

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

1.3.3 L'absorbance spécifique dans l'ultraviolet

❖ Principe

Cette méthode 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 hydro-péroxydes 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 :

$$E = A_{\lambda} / C * I$$

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

A_{λ} : Absorbance mesurée à la longueur d'onde λ .

C : Concentration de la solution en gramme par 100 ml.

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

1.3.4 Le dosage des chlorophylles et caroténoïdes

❖ Principe

Les caroténoïdes et les chlorophylles ont été déterminés suivant la méthode décrite par Minguez-Mosquera *et al.* (1991). Les valeurs des coefficients d'extinction spécifique appliquée étaient $E_0 = 613$ pour la phéophytine, une composante majeure des pigments chlorophylliens et $E_0 = 2000$ pour la lutéine, un élément majeur des caroténoïdes.

❖ Protocole expérimental

- Peser 7,5g d'huile d'olive dans des fioles de 25 ml.
- 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 et en caroténoïdes sont déterminées comme suit :

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

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

Chl : La teneur en chlorophylles (ppm) ;

Abs : Absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

I : Epaisseur de la cuve (1cm) ;

613 : Coefficient spécifique de la phéophytine comme standard ;

2000 : Coefficient spécifique de la lutéine comme standard.

1.3.5 L'extraction et dosage des polyphénols totaux**❖ Principe**

Après extraction et la détermination de la teneur en polyphénols totaux sont réalisées selon le protocole décrit par **Favatiet al. (1994)**. Les polyphénols totaux sont dosés par le suivi de 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 mesurée à 765 nm proportionnelle à la quantité des polyphénols présents dans les échantillons.

❖ Protocole expérimental

L'extraction des polyphénols est réalisée suivant le protocole de

- 1g d'huile est dissous dans 10 ml d'hexane.
- La solution est introduite dans la colonne d'octodactyle C18.
- Laver la colonne avec 2*5 ml d'hexane.

- La fraction polaire est éluée avec 2*4 ml du méthanol.

❖ Dosage

- Dans des fioles de 20 ml, on met 2 ml de l'extrait méthanolique.
- Ajouter 5ml de l'eau distillée et 0,5 ml de réactif de FolinCiocalteu.
- Après 3 min, ajouter 4 ml de carbonate de sodium (Na_2CO_3) à 10%.
- Ajuster 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. Les résultats sont exprimés en mgéquivalentd'acide gallique par Kg d'huile d'olive (**annexe 1**).

1.4 Le test du Rancimat

❖ Principe

Le principe du Rancimat consiste à vieillir prématurément les huiles et graisses par décomposition thermique. Les composés volatils dégagés au cours du processus d'oxydation sont entraînés par l'air dans une fiole contenant de l'eau distillée dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité électrique. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure et d'enregistrement. La fin de la période d'induction est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides carboxyliques volatils produits au cours de l'oxydation (**Farhoosh, 2007**).

❖ Protocole expérimental

Un flux d'air fixé à 10 l/h traverse un échantillon d'huile de 3 g chauffé à 110°C. La période d'induction exprimée en heures correspond au temps écoulé entre le début de la mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement (Point d'inflexion de la courbe de conductivité), entre autres le temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif. L'appareil utilisé est du type Professional Ransimat 892 Merohm.

1.5 L'étude statistique

Chaque analyse a été réalisée en trois reprises à l'exception du test Rancimat et les résultats représentent la moyenne des trois mesures. Les données ainsi obtenues sont comparées à l'aide du test LSD avec le logiciel STATISTICA 5.5. Le degré de signification des résultats est pris à la probabilité ($p < 0,05$).

Résultats et discussion

Chapitre II : Résultats et discussion

2.1 L'acidité

L'acidité libre permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique des chaînes d'acides gras des triglycérides (**Abaza et al., 2002**). C'est un critère principal de qualité et de norme commerciale de l'huile d'olive.

Le tableau ci-dessous résume les valeurs d'acidité obtenues pour les différents échantillons.

Tableau VI : Les valeurs de l'acidité des différents échantillons

Echantillon	Acidité %
HTM 0	1,63±0,07 b
HTM 10 J	1,67±0,09 b
HTM 20 J	2,63±0,60a
HAT 5% 10 J	1,57±0,04 b
HAT 5% 20 J	1,72±0,05b
HAT 10% 10 J	1,58±0,10b
HAT 10 % 20 J	1,79±0,09 b

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

Les résultats d'analyse d'acidité des différents échantillons montrent l'absence de différence significative ($p < 0,05$) entre l'ensemble des échantillons à l'exception de l'huile témoin stockée pendant 20 jours (HTM 20J) qui a enregistré une augmentation significative ($p < 0,05$) de l'acidité avec une valeur maximale de 2,63%.

Au bout de 20 jours de stockage, une augmentation légère est notée pour les huiles aromatisées et elle est significative ($p < 0,05$) pour l'huile témoin.

L'ajout du thym à 5% et à 10% a engendré une légère diminution de l'acidité après 10 jours de stockage suivi ensuite d'une légère augmentation après 20 jours.

On constate que les pourcentages de l'acidité des échantillons de l'huile d'olive sont supérieurs à la limite de la catégorie extra vierge établie par le **COI(2015)** et qui est $\leq 0,8\%$.

La maturité accentuée des olives et les mauvaises conditions de stockages pourraient être à l'origine de l'augmentation de l'acidité.

2.2 L'indice de peroxyde

Les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains pro-oxydants. Cette auto-oxydation conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) qui se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés aldéhydes et hydrocétone (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...).

D'après les normes de (COI, 2015), l'indice de peroxyde ne doit pas dépasser 20 méq d'O₂/kg pour l'huile d'olive vierge extra. Les valeurs obtenues des indices de peroxydes sont présentés dans le tableau suivant.

Tableau VII: Résultats des valeurs obtenus de l'indice de peroxydes des différents échantillons.

Echantillon	Indice de peroxyde (méq d'O ₂ /Kg)
HTM 0	28,25±6,05 b
HTM 10 J	43,33±13,72 a
HTM 20 J	29,00±2,82 b
HAT 5% 10 J	21,08±3,53 b
HAT 5% 20 J	22,05±0,17 b
HAT 10% 10 J	26,25±3,71 b
HAT 10 % 20 J	20,82±12,90 b

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

Les valeurs de l'indice de peroxyde de l'ensemble des échantillons oscillent entre 20,82 méq d'O₂/kg (HAT 10% 20J) et 43,33 méq d'O₂/Kg (HTM 10J). Ce dernier présente une augmentation significative (p<0,05) de ce paramètre par rapport à tous les autres échantillons.

La norme du COI(2015) prévoit une valeur maximale de 20 méq d'O₂/Kg d'huile pour une huile d'olive extra vierge. A travers ces résultats, on note que toutes les valeurs enregistrées sont supérieures à la norme.

Après 10 jours de stockage, une diminution significative (p<0,05) de l'indice de peroxyde a été enregistrée entre l'échantillon témoin et les huiles aromatisées correspondantes. Par contre, cette diminution n'est pas significative au bout de 20 jours.

Certains processus de dégradation des lipides sont évidemment dus aux différents procédés appliqués aux olives du champ jusqu'à l'huilerie durant les étapes qui précèdent l'extraction de l'huile (cueillette, stockage des olives, extraction) ce qui pourrait être à l'origine de l'augmentation de l'indice de peroxyde.

L'ajout du thym aux huiles pourrait être à l'origine de la diminution de l'indice de peroxyde par effet additionnel d'antioxydants de la plante vers l'huile.

2.3 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 hydro peroxydes 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.

Les résultats des lectures de l'absorbance dans l'UV sont récapitulés dans le tableau qui suit.

Tableau VIII : Les valeurs des absorbances dans l'UV (232 nm et 270 nm).

Echantillon	UV (232 nm)	UV (270 nm)
HTM 0	1,98±0,013 b	0,20±0,005 b
HTM 10J	1,91±0,002 b	0,16±0,0011 b
HTM 20J	2,24±0,004 a	1,64±0,223 a
HAT 5% 10J	1,99±0,002 b	0,19±0,0005 b
HAT 5% 20J	2,37±0,004 a	1,74±0,059 a
HAT 10% 10J	1,91±0,002 b	0,19±0,002 b
HAT 10% 20J	2,29±0,066 a	1,65±0,006 a

*Les valeurs portant les mêmes lettres ne montrent aucune différence significative (P<0,05)

La norme de l'absorbance à 232nm préconisée par le **COI (2015)** pour l'huile d'olive extra vierge est < 2,5. Les résultats obtenus montrent que les différents échantillons sont conformes à cette norme avec une valeur minimale de 1,91 (HTM et HAT 10%10J) et une valeur maximale de 2,29 (HAT 10%20J).

Concernant l'absorbance à 270 nm, les valeurs obtenues oscillent entre 2,16(HTM 10J) et 1,74 (HAT5%20J). Au bout de 20 jours de stockage, tous les échantillons présentent une valeur supérieure à la norme(<0,22).

Des augmentations significatives ($p < 0,05$) sont enregistrées au bout de 20 jours de stockage pour les échantillons témoins et les échantillons aromatisés pour les absorbances à 232nm et 270 nm.

La prolongation de la durée de stockage influe négativement sur l'état d'oxydation des huiles témoins et des huiles aromatisées. L'aromatisation n'a pas montré d'influence significative sur ces paramètres.

2.4 La teneur en pigments

2.4.1 La teneur en chlorophylle

Les chlorophylles sont des substances colorantes de l'huile d'olive. Elles jouent un rôle important dans l'activité oxydante du produit, due à leur nature anti-oxydante dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière. Une faible teneur en chlorophylles permet de diminuer les risques d'oxydation des différentes huiles (**Criadoet al.,2008**).

La quantification des chlorophylles présentes dans les échantillons d'huile analysés a donné les résultats illustrés dans la figure 3.

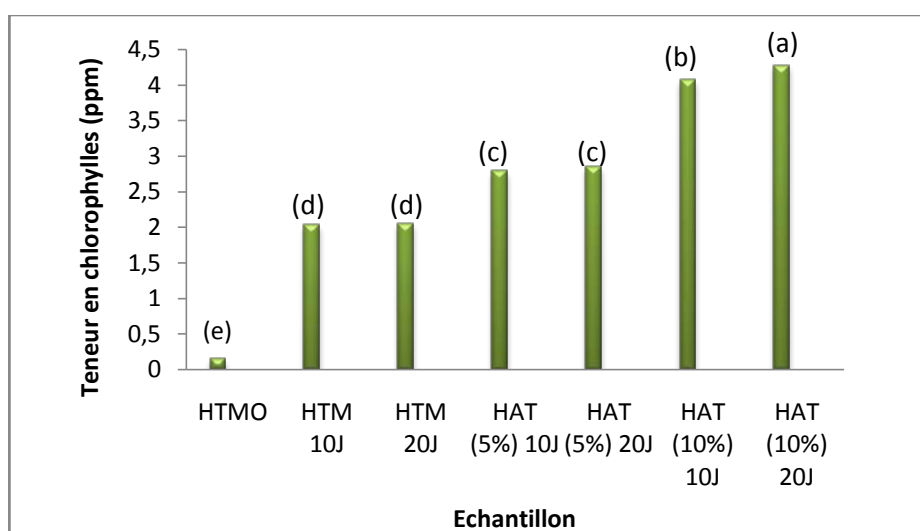


Figure 3 : Teneur en chlorophylles des huiles d'olive vierges témoins et des huiles d'olive aromatisées au thym.

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

Les teneurs en chlorophylles enregistrées varient entre 0,10 ppm (HTM0) et 2,28 (HAT10%20J). Cette dernière présente une valeur significativement ($p < 0,05$) élevée par rapport à l'ensemble des échantillons.

On note une augmentation significative ($p < 0,05$) de la teneur en chlorophylle après 10 jours de stockage pour l'échantillon témoin.

Les échantillons d'huile aromatisés ont enregistré des augmentations significatives ($p < 0,05$) des teneurs en chlorophylle par rapport aux huiles témoins correspondantes.

A la même période de stockage, l'augmentation du pourcentage d'aromatisation engendre une élévation significative ($p < 0,05$) des teneurs en chlorophylles. Ceci pourrait être dû à l'enrichissement de l'huile par ces composés suite à l'aromatisation.

2.4.2 Les caroténoïdes

Le β -carotène et la lutéine sont les caroténoïdes les plus importants dans l'huile d'olive à raison de 1,0 à 2,7 ppm et 0,9 à 2,3 ppm, respectivement (PsoimiadouetTsimidou, 2002).

Les résultats des quantités, des caroténoïdes des échantillons sont illustrés dans la figure suivante :

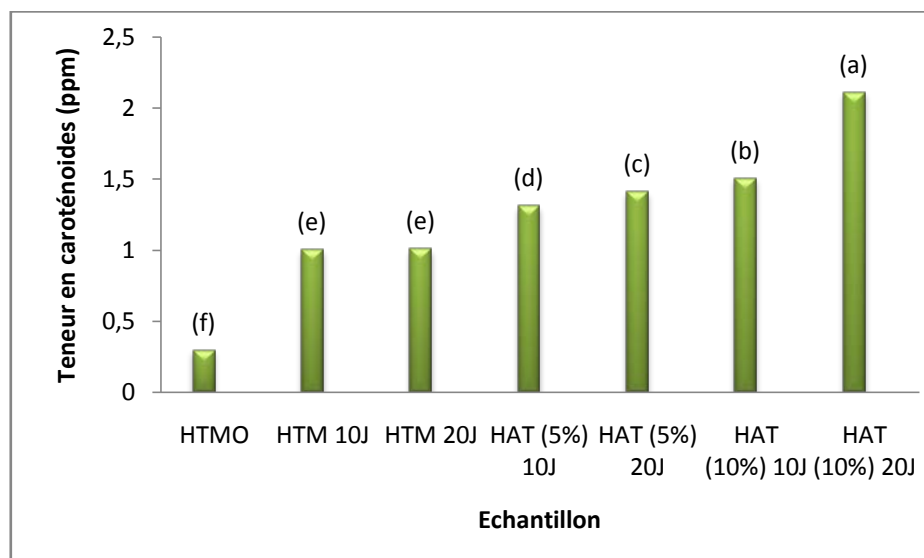


Figure 4 : Teneurs en caroténoïdes des huiles d'olive vierges témoins et des huiles aromatisées au thym

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

Les teneurs obtenues oscillent entre 0,3 ppm (HTM0) et 2,11 ppm (HAT10%20J). D'après l'étude statistique, des différences significatives sont notées entre tous les échantillons sauf entre (HTM10J et HTM 20J).

Des élévations significatives ($p < 0,05$) de la teneur en caroténoïdes sont observés au cours du temps pour les huiles aromatisées. Le pourcentage d'aromatisation est un autre paramètre qui a engendré cette augmentation significative ($p < 0,05$).

La prolongation du temps de stockage et l'aromatisation influent d'une manière significative ($p < 0,05$) sur la teneur en caroténoïdes. Ceci est Probablement dû à l'enrichissement de l'huile par le thym en ces composés.

2.3.3 La teneur en polyphénols totaux

Les polyphénols sont naturellement présents dans les huiles d'olive et sont les composés principaux responsables de la stabilité de ces huiles pendant le stockage et le chauffage (Dimitros, 2006).

Les teneurs en polyphénols totaux des différents extraits méthanoliques exprimées en mg d'équivalent d'acide gallique /kg sont représentées dans la figure 5.

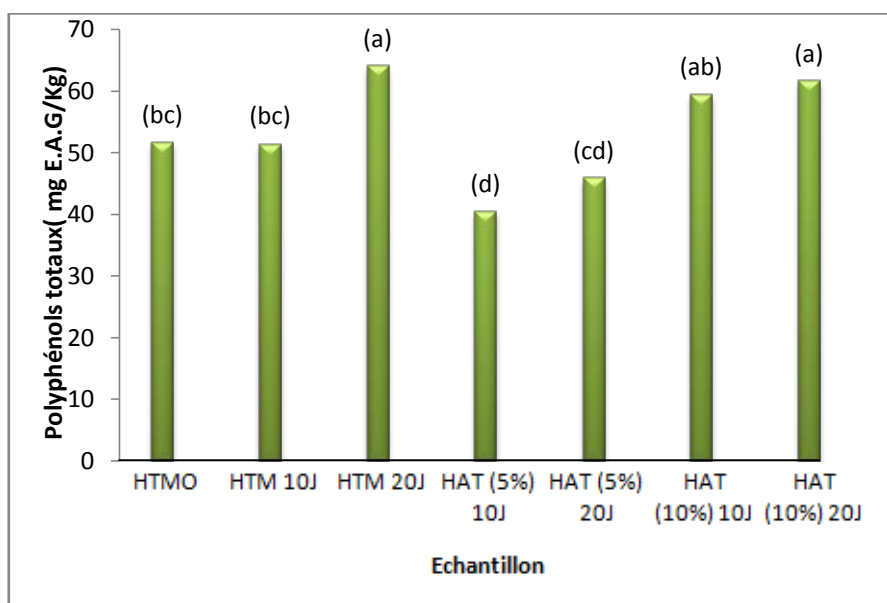


Figure 5 : Teneur en polyphénols totaux des huiles d'olive vierge témoins et des huiles aromatisées authym.

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

D'après les résultats obtenus, les teneurs en polyphénols totaux varient entre 40,64 ppm (HAT5% 10J) et 64 ,16 ppm (HTM20J).

L'échantillons témoin de 20 jours de stockage (HTM 20J) présente une teneur en polyphenols totaux significativement ($p < 0,05$) élevée par rapport aux autre échantillons témoins et aromatisés à 5%.

Les échantillons aromatisés à 5% ont observé des teneurs significativement ($p < 0,05$) moindre par rapport à leurs témoins correspondants.

A 10% d'aromatisation, les teneurs sont significativement ($p < 0,05$) plus élevées par rapport aux échantillons de 5% pour la même période de stockage.

L'augmentation de la teneur en polyphénols totaux après 20 jours de stockage pourrait être due à la libération de certains composés phénoliques simples à partir de composés complexes à température ambiante.

L'enrichissement de l'huile d'olive par la plante à 10% est plus intéressant.

2.5 Stabilité oxydative en utilisant le Rancimat

Pour estimer la stabilité ou la susceptibilité de l'huile à l'oxydation, les échantillons ont été soumis à un test d'oxydation accéléré sous des conditions standardisées à l'aide d'un appareil (Professional RancimatMetrohm n°892. Les résultats (tableau IX) sont exprimés en temps d'induction (heures), déterminés grâce à une courbe de conductivité (annexe 2).

Tableau IX : Temps d'induction des différents échantillons d'huile d'olive.

Echantillon	Temps d'induction (heure)
HTM0	7 ,47
HTM10J	7,64
HTAM20J	7,19
HAT 5% 10J	7,10
HAT 5% 20J	7,21
HAT 10%10J	6,98
HAT 10% 20J	6,93

Les valeurs de stabilité oxydative des différents échantillons varient entre 6,93h (HAT10%20J) et 7,64h (HTM10J).

Les échantillons témoins et aromatisés présentent des valeurs supérieures à 7h, tandis que l'aromatisation à 10% a engendré des valeurs inférieures à 7h.

Nous avons noté une augmentation de la stabilité après 10 jours de stockage pour l'échantillon témoin suivie par une diminution après 20 jours. Cela est peut-être dû aux enzymes et aux ions métalliques apportés par la plante et qui favorisent le phénomène d'oxydation.

En comparant les échantillons aromatisés à leurs témoins correspondants, on remarque une présence de diminution à l'exception de HAT5%20J qui a enregistré une légère augmentation.

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 « NUMIDIA » additionnée de plante aromatique (*Thymus ciliatus*) à 5% et à 10%. Un test de stabilité oxydative au Rancimat a été également effectué sur les différents échantillons étudiés.

Les différents échantillons d'huile d'olive témoins et aromatisés ont été stockés pendant 10 et 20 jours à la température ambiante. La détermination des indices de qualité des huiles d'olive étudiées montrent que les valeurs obtenues pour l'acidité et pour l'indice de peroxyde sont supérieures à la norme établie par le **COI(2015)** pour l'huile d'olive extra vierge. Ces dernières sont dues à l'oxydation et l'hydrolyse des triglycérides.

Les valeurs obtenues pour les coefficients d'extinction spécifique à 232 nm sont toutes conformes à la norme établie par **COI(2015)**. Concernant l'extinction spécifique à 270 nm toutes les valeurs obtenues sont conformes à la norme du **COI (2015)** à l'exception des échantillons stockés pendant 20 jours. Cela est peut être dû à la dégradation des hydroperoxydes.

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 de la plante (thym).

Les teneurs en polyphénols totaux de l'huile d'olive varient entre les huiles témoins et les huiles aromatisées, ces résultats révèlent que les composés phénoliques sont influencés par la durée de stockage et la concentration de la plante ajoutée à l'huile d'olive.

Les résultats obtenus lors du test du Rancimat montrent que les échantillons témoins résistent mieux que les échantillons aromatisés, ceci pourrait être dû aux enzymes et aux ions métalliques apportés par la plante et qui favoriseraient le phénomène de l'oxydation.

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 ;
- ✓ Prolonger la durée de stockage ;
- ✓ Additionner l'huile essentielle de la plante à l'huile d'olive.

Références bibliographiques

A

Abaza L., Msallem M., Daoud D. et Zarrouk M. 2002. Caractérisation des huiles de septvariétés d'olivier tunisiennes, *OCL*, 9 (2) : 174-9.

Ajana H., El Antari A. and Hafidi A. (1998). *Fatty acids and sterols evolution during theripening of olives from the Moroccan Picholine cultivar. Grasas y Aceites*, 49 (5-6):405-410.

Akçar, H. H., & Gümüs, kesen, A. S. (2011). Sensory evaluation of flavoured extravirgin olive oil. *GIDA*, 36, 249e253.

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

Al-Bayati F A. 2008. Journal of ethnopharmacology, Synergistic antibacterial activitybetween thymus vulgaris and pimppinella anisum essential oils and methanol extracts.166(3) : 403-406.

Angela M., LaurV., Daniela H., Dragulescu C., Iuliana A. et Olah N.K. 2008. *Polyphenolic analyses from Thymus species. Production romany academy. 2007 (3): 117-121*

Anonyme 1: <http://www.bonneplante.com/thymol.php>

B

Bendini A, Bonoli M, Cerretani L, Bigguzi B, Lercker G, Toschi, TG. 2003. Liquid and solid-phase extractions of phenolsfrom virgin olives oil and theirseparation by hromatographicand electrophoretic methods. *J. Chromatogr.* 985,425–433.

Bazytko. A et Strzelecko H. 2007. *Filotheropio*, 78 : 391-395.

Beauchamp G. et al, 2005. Phytochemistry: Ibuprofen-like activity in extra-virgin olive oil. *Revue Nature* 437, pages 45-46.

C

C.O.I. Conseil Oléicole International. 1996. Analyse spectrophotometrique dansl'ultraviolet. T20/Doc 19 6 juin 1996, *Madrid. Espagne.*

Cichelli A. and Pertesana G. P. (2004).High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometric approach tovariety classification. *Journal of Chromatography*, 1046: 141-146.

Criado M.N., Motilva M.J., Goni M. and Romero M.P. (2007). Comparative study of theeffect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoidfractionsof drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. *FoodChemistry*, 100 : 748-755.

COI. 2003. Conseil Oléicole International.

COI. 2015. L'huile d'olive, consommation importations et exportations.

C.O.I. Conseil Oléicole International. 2015. Commercial applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive/ T.15/NC n 3/Rév. 8 Février 2015.

COI. 2018. L'huile d'olive, consommation importations et exportations.

Cosentino S., Ttuberoso C.I.G., Pisanot B., Salla M., Mascia.V., AArzedi E. et PalmasF. 1999. Invitro antimicrobial activity and chemical composition of sardinian thymus essential oils. *lett appl Microbiol.* 29 (2): 130 -135.

Cowan M.M. 1991. *Clinical microbiology review.* 12; 564-570.

Criado M.N., Romero M. P., Casanovas M. et Moltiva M.J. 2008. Pigment profile and colour of monovarietal virgin olive oils from Arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons. *Food chemistry.* 110, 873-880.

D

Damerji S. 2012. La faune malacologique sur différentes plantes médicinales dans la région de Tlemcen (Algérie nord-occidentale) *Afrique Science.* 08(1) :79 – 87.

Damintoti K., Mamoudou H. D., Jacques S., Saydou Y., Souleymane S., et Alfred S.T. 2005. Activités antioxydantes et antibactériennes des polyphénols extraits de plantes médicinales de la pharmacopée traditionnelle du Burkina Faso. Mémoire de l'université de Burkina Faso.

Dimitros B. 2006. Sources of natural phenolic antioxidants. *Trends in Food Science and Technology,* 17: 505-512.

Dorman H. J. et Deans S. G. 2000. Antimicrobial agents from plants: antimicrobial activity of plant volatile oils. *Journal of applied Microbiology.* 88: 308- 316.-131.

E

EL AMRANI., TANOUTI. K., SERGHINI C. « Etude comparative de la stabilité oxydative des huiles d'olives produites dans la région orientale » 3ème congrès des sciences analytiques Novembre 2010.

F

Farhoosh R. 2007. The Effect of Operational Parameters of the Rancimat Method on the Determination of the Oxidative Stability Measures and Shelf-Life Prediction of Soybean Oil. *Journal of American Oil Chemist's Society,* 84: 205-209.

Favati F., Caporale G. et Bertuccioli M. 1994. Rapid determination of phenol content in

extr a virgin olive oil. *Grasas Y Aceites*, 45 :68-70.

Fouché J. C., Maruquet A. et Hambachers A. 2000. Les plantes Médicinales, de la plante au médicament. Observatoire du Monde au médicament. Observatoire du Mondes des plantes Sart-titman. Université de liége sart-Tilman. B77.

G

Gambacorta G., M. Faccia, S. Pati, C. Lamacchia, A. Baiano, E. La Notte (2007). Changes in chemical and sensorial profile of extra virgin olive oils flavoured with herbs and spices during storage, *Journal of Food Lipids* 14: 202-215.

Gandul-Rojas B. and Minguéz-Mosquera I. (1996a). Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various Spanish olive varieties. *Journal of Science and Food Agriculture*, 72: 31-39.

Gausson H., Ddeuroy J.F. et Ozenda P. 1982. Précis de botanique II. In « les végétaux supérieurs ». Ed : Masson. 215-408.

Gimeno E., Fito M., Lamuela-Raventos R M., Castellote A.I., Covas M., Farre M., de la Torre-Boronat M. C. et Lopez-Sabater M. C. 2002. Phenolic compounds profile of Cornicarpa virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50:6812-6817.

Golmakani M. T. et Rezaei K. 2008. Comparison of microwave-assisted hydrodistillation with the traditional hydrodistillation method in the extraction of essential oils from *Thymus vulgaris* L. *Food chemistry*, 109: 925-930.

Gomez-Rico A., Fregapane G. and Salvador M.D. 2008. Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. *Food Research International*, 41: 433-440.

Gutierrez F., Arnaud T. et Garrido A. 2001. Contribution of polyphenols to the oxidative stability of virgin olive oil. *Journal of Sciences and Food Agriculture*, 1-8.

Gutiérrez F., Jiménez B., Albi M. 1999. Effect of olive Ripeness on the oxidative Stability of virgin olive oil Extracted from the varieties Picual and Hojiblanca and on the Different Components Involved *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 47: 121-127.

H

Haddad Y, Kaloustian J, Giordan R, Regli P, Chefrour A, Abou L, Mikial C. et al.

I

Issaoui M, Flamini G, Ben Hassine K, Chehab H, Brhmi, F, Hammami M (2009) Improvement of Chemlali oli oxydative stabiliyy by blending with Chetoui and Rekhami cultivars. *Int. J. Food Sci Technol.* 44:1323-1332.

J

Jacotot B et Richard J.L.1989. L'huile d'olive. RFD.192 (2) : 45-48.

Jiménez-Arellanes A., Martínez R., García R., León-Díaz R., Aluna-Harrera J., Molina-Salinas G. Et Said-Fernández S. 2006. Pharmacologyonline.3: 569-574.

Jose R.M., Xicota L., Fitó M., Farré M., Dierssen M. and Rafael de la Torre. (2015). Potential Role of Olive Oil Phenolic Compounds in the Prevention of Neurodegenerative Diseases. *Molecules*, (2015) ; 20, p. 4655-4680.

Κ

Kalua C.M., Allen M.S., Bedgood D.R., Bishop A.G., Prenzler P.D. and Robards K.2007. Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chemistry*, 100 (1): 273-286.

Keceli T. and Gordon M.H. (2001). The antioxidant activity and stability of the phenolic fraction of green olives and extra virgin olive oil. *Journal of Science and Food Agriculture*, 81: 1391-1396.

Λ

Lagouri V., D. Boskou (1996) Nutrient antioxidants in oregano, *International Journal of Food Science and Nutrition* 47: 493-497.

Lazzez A., Cossentini M., Khlif M., Karray B. 2006. Etude de l'évolution des stérols, des alcools aliphatiques et des pigments de l'huile d'olive au cours du processus de maturation. *Journal de la société chimique de Tunisie* 8 : 21-32.

Loziene K., Venskutonis P. R., Sipailiené A et Labokas J. 2007. Radical scavenging and antibacterial properties of the extracts from different thymus pulegioides L. chemotypes. *Food chem.* 103; 546-559.

Μ

Motard-Bélanger A. et al, 2008. Study on the effects of trans fatty acids from ruminants on blood lipids and other risk factors for cardiovascular disease. *American Journal of Clinical Nutrition*. 87 (3) pp 593-599.

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*, 68: 669-671.

Minguez-Mosquera M.I, Gandul-Rojas B., Garrido-Fernandez J., and Gallardo-Guerrero L. (1990). Pigments present in virgin olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 67 (3): 192-196.

N

Nouhad, A., et Tsimidou, M. 1998. Aceites de oliva aromatizados con hierbas yespecias.Ideas preconcebidas de los consumidores potenciales sobre las propiedadesnutricionales y sensorales de estos productos. *Olivae*, 71: 56-62.

O

Ollivier D., Boubault E., Pinatel C., Souillol S., Guérère M. and Artaud J. 2004. Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertisechimique et toxicologique*, 2ème Semestre, 965 :169-196.

Özcan M. et Chalchat J C. 2004. Aroma profile of *Thymus vulgaris* L growing wild in,Turkey. *Bulgarian journal of plant physiology*, 30 (3-4): 68-73.

P

Pariente L. 2001. Dictionnaire des sciences pharmaceutiques et biologique. 2ème Ed.Académie nationale de pharmacie. Paris. P 643.

Perrin J.L. (1992). Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de sonhuile. *Etude et recherche*, 4 : 25-31.

Portugal H. 2004. Composition chimique et activité antifongique des huiles essentielles de *thymus vulgaris* L. et de *thymus numiducus* Poiret d'algerie. 6eme symposium internationald'aromathérapie scientifique et plantes médicinales, Grasse, France.

Psomiadou E., Tsimidou M., Bouskou.D. 2000. Tocopherol content of Greek virginolive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48: 1770-1775.

Psomiadou E. et Tsimidou M. 2002. Stability of virgin olive oil. Autoxidation studies.*Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 50:716-721.

Q

Quezel P. et Santa S. 1963. Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiquesméridionales. Tom I, C.N.R. Paris.

R

Reboredo-Rodriguez P. Gonzalez-Barreiro C, Cancho-Grande B.Simal-Gandara J (2014c).Quality of extra virgin olive oils produced in an emerging olive growing area in north-western Spain.*Food Chem.*164:418-426.<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.05.043>.

Roca M. and Minguez-Mosquera M.I. (2001). Changes in Chloroplast Pigments of Olive Varieties during Fruit Ripening. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 49: 832-939.

Rodriguez-Morato J., Xicota L., Fito M., Diersen M., de la Torre.R.2015. Potential Role of Olive Oil Phenolic Compounds in the Prevention of Neurodegenerative Diseases. *Molecules*, 20: 4655-4680.

Rotondo S. et De Gaetano G., 2000. Protection from cardiovascular disease by wine and its derived products. Epidemiological evidence and biological mechanisms.

Rovelli P. et Cortesi N. 2003. Détermination des composants phénoliques de différents cultivars au cours de la maturation des olives par chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse. *Olivae*, 95 : 32-38.

Ryan D., Robardas K. and Lavee S. (1998). Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *Olivae*, 72 : 26-38.

Ryan D., Robard.K. 1998. Phenolic compounds in olives. Critical Review. *Olivae* 72:23-38.

S

Salas J.J., Sanchez J., Ramli U.S., Manaf A.M., Williams M. and Harwood J.L. (2000). Biochemistry of lipid metabolism in olive and other oil fruits. *Progress in Lipid Research*, 39:151-180.

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

Selmi S. et Sadok S. 2008. The effect of natural antioxidant (*Thymus vulgaris* Linnaeus) on flesh quality of tuna (*Thunnus* Linnaeus) during chilled storage. *Pan-American Journal of Aquatic Sciences*, 3 (1): 36-45.

T

Takeuchi H., Luz G. et Fuzita T. 2004. *Bioscience, biotechnology and biochemistry*, (5): 1113-11134.

Tamendjari A., Bellal M.M. Laribi R. et Angerosa F. 2004. Impact de l'attaque de *Bactrocea oleae* et du stockage des olives de la variété Chemlal sur la qualité de l'huile. *La Rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, 81 : 23-27.

Terdazi W. et al, 2010. Etude comparative de la stabilité de l'huile d'olive de la Picholin marocaine et de l'Arbéquine. *Olivae*, N° 113 pages 22- 26.

U

Usenik V, Fabric J, Stampar F (2008). Sugras, organic acids, phenolic composition and antioxidant activity of sweet cherry. *J. Food Chem.* 107:185-192. <http://dx.doi.org/10j.foodahem.2007.08.004>.

V

Veillet S. 2010. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation thèse de doctorat en Science de l'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse, 1-153.

Velasco J. et Dobarganes C. 2002. Oxidative stability of virgin olive oil. Analytical approaches and sensor panels. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104:639-660.

Visioli F. and Galli C. (1998). Olive oil phenols and their potential effects on human health. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 46: 4292-4296.

Visioli F., Galli C., Galli G. Caruso D. 2002. Biological activities and metabolic fate of olive oil phenols. *European Journal of Lipid Science Technology*, 104: 677-684.

Z

Zarrouk M., Marzouk B., Ben Miled Daoud D. and Chérif A. (1996). Accumulation de la matière grasse de l'olive et l'effet du sel sur sa composition. *Olivae*, 61 : 41-45.

Zarrouk W., Haddada F.M., Baccouri B., Oueslati I., Taamalli W., Fernandez Z., Lizzani-Cuvelier L., Daoud D. and Zarrouk M. (2008). Characterization of virgin olive oil from Southern Tunisia. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110: 81-88.

Annexes

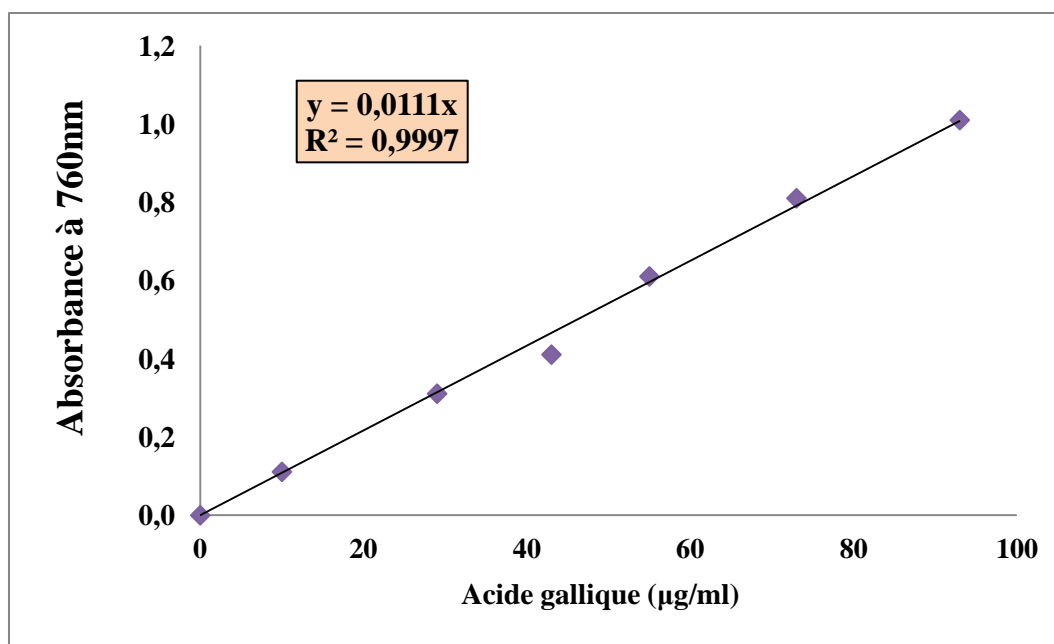
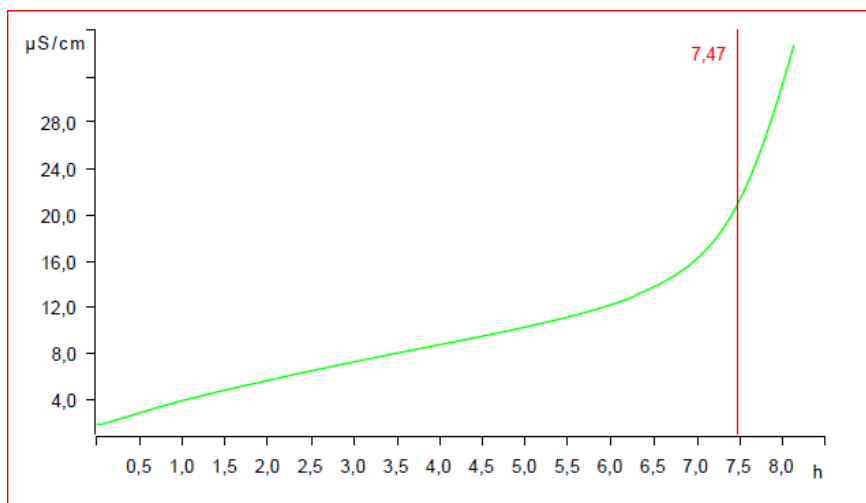
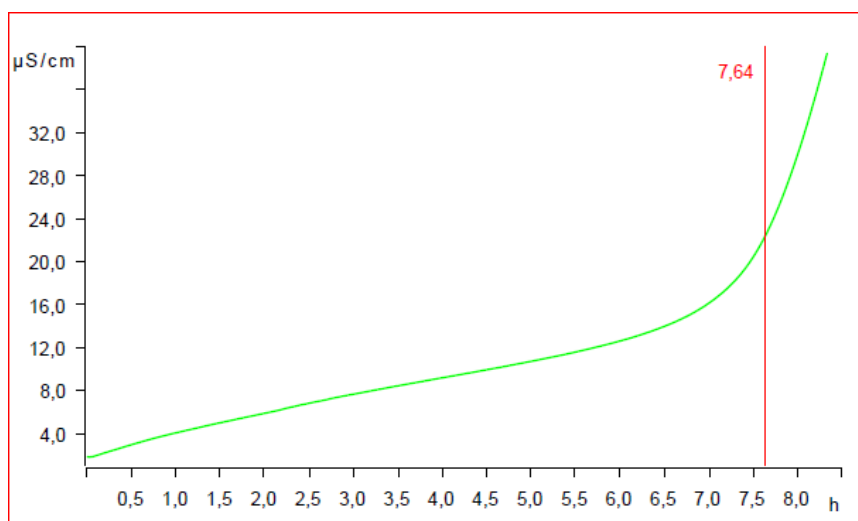


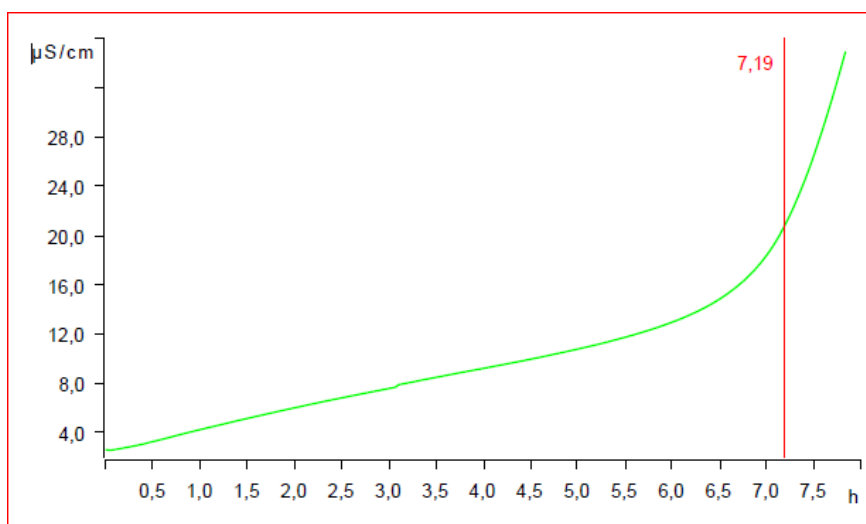
Figure 1 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques totaux.



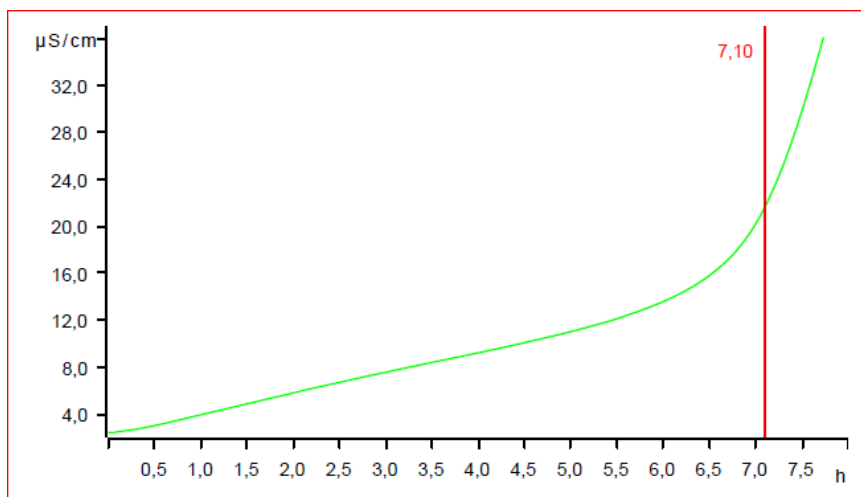
Temps d'induction (h) pour (HTM0)



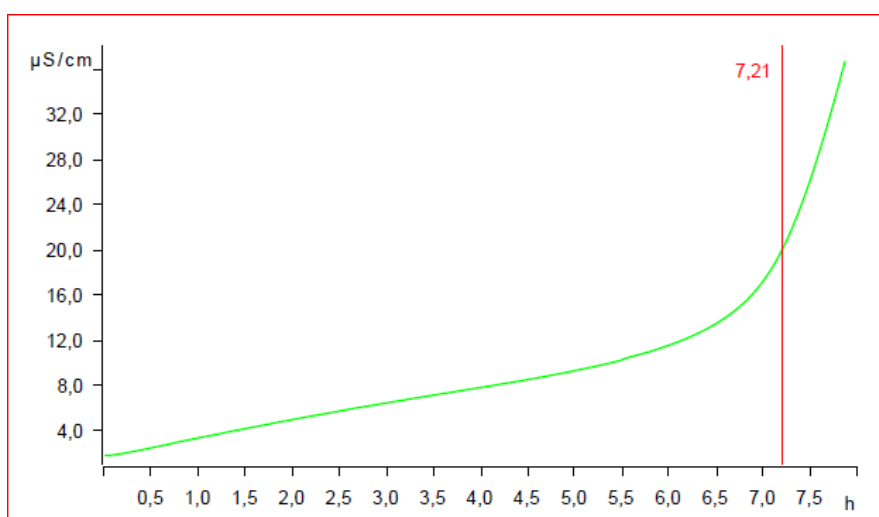
Temps d'induction (h) pour (HTM10J)



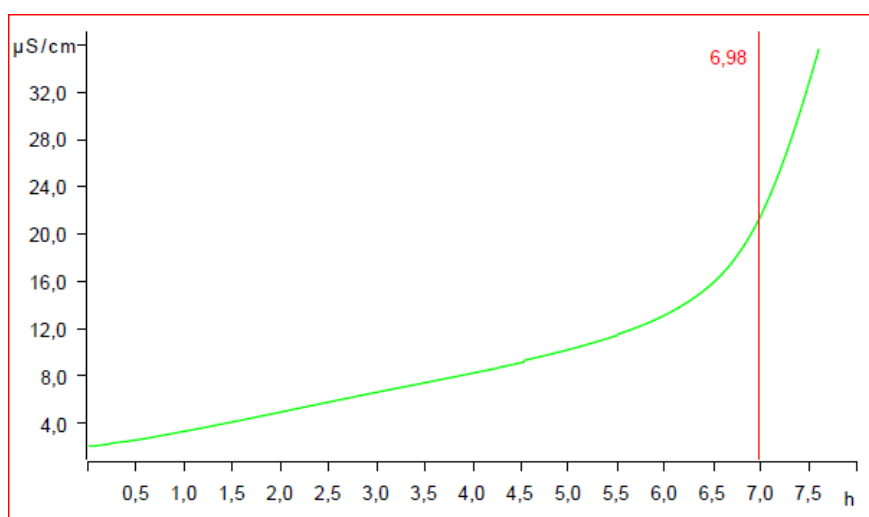
Temps d'induction (h) pour (HTM20J)



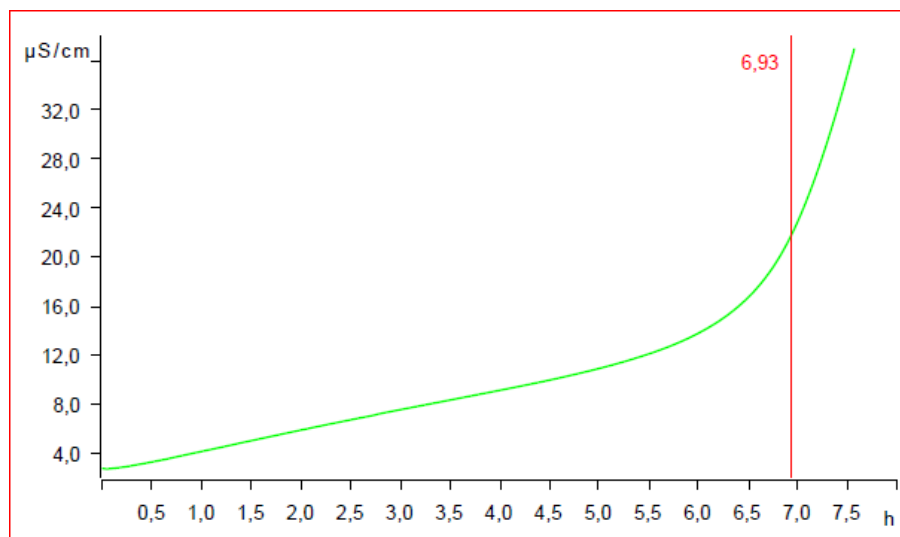
Temps d'induction (h) pour (HAT 5% 10J)



Temps d'induction (h) pour (HAT 5% 20J)



Temps d'induction (h) pour (HAT 10% 10J)



Temps d'induction (h) pour (HAT 10% 20J)

Tableau I : Tableau récapitulatif des résultats obtenus pour les analyses effectuées

Annexe III

Echantillon	Acidité(%)	Peroxyde (még d'O2 /Kg)	UV (232 nm)	UV (270nm)	Chlorophylle (ppm)	Caroténoïde (ppm)	Polyphénols totaux(mgE.AG/Kg)	Rancimat (h)
HTM0	1,63±0,07 (b)	28,25±6,005 (b)	1,98±0,013 (b)	0,20±0,005 (b)	0,15±0,08 (a)	0,30±0,015 (f)	51,80±0,83 (bc)	7,47
HTM10J	1,67±0,09 (b)	43,33±13,7(a)	1,91±0,00 (b)	0,16±0,0011 (b)	2,043±0,00 (d)	1,01±0,04 (e)	51,56± 2,18 (bc)	7,64
HTM20J	2,63±0,6 (a)	22,05±0,17 (b)	2,24±0,00 (a)	2,24±0,004 (a)	2,05±0,03 (d)	1,01±1,67 (e)	64,165±4,19 (d)	7,19
HAT5%10J	1,57±0,04 (b)	21,08±3,535 (b)	1,99±0,00 (b)	0,19±0,0005 (b)	2,8±0,12 (c)	1,375±0,04 (d)	40,648±7,98 (cd)	7,10
HAT5%20J	1,72±0,05 (b)	29,00±2,828 (b)	2,37±0,00 (a)	2,37±0,004 (a)	2,85±0,01 (c)	1,41±1,67 (c)	45,984±5,92 (a)	7,21
HAT10%10J	1,58±0,10 (b)	26,25±3,712 (b)	1,89±0,001 (b)	0,13±0,002 (b)	4,075±0,13 (b)	1,51±0,005 (b)	59,56±4,87(ab)	6,89
HAT10%20J	2,63±0,60 (b)	20,83±12,90 (b)	2,29±0,00(a)	2,29±0,066 (a)	4,285±0,04 (a)	2,115±0,77 (a)	61,741±6,46 (a)	6,93

Résumé

Le présent travail a été entrepris dans le but d'évaluer la qualité de l'huile d'olive vierge extra commerciale additionnée de plante aromatique qui est le thym à raison de 5% et de 10%. Les différents échantillons sont stockés pendant 10 jours et 20 jours à température ambiante.

Des critères de qualités (acidité, indice de peroxyde, UV) la composition (pigments, polyphénols totaux) et la stabilité oxydative ont été évalués.

Les résultats obtenus montrent que notre huile appartient à la catégorie d'huile d'olive de catégorie vierge.

L'aromatisation d'huile d'olive de catégorie vierge engendre une augmentation de la teneur en chlorophylles et en caroténoïdes, alors que pour les composés phénoliques nous avons noté une variation de leur teneur.

Abstrat

The present work was undertaken to evaluate the quality of commercial extra virgin olive oil supplemented with aromatic plant which is thyme at 5% and 10%. Different samples are stored for 10 days and 20 days at room temperature.

Quality criteria (acidity, peroxide index, UV) composition (pigments, total polyphenols) and oxidative stability were evaluated.

The results show that our oil belongs to the category of virgin olive oil.

The aromatization of virgin olive oil produces an increase in the content of chlorophyll and carotenoids. While for phenolic compounds we noted a variation in their content.