

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE**
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique



Université M'hammed Bougara Boumerdes

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Département : Génie des procédés

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie Alimentaire

THEME

**Effet de l'incorporation de la poudre de Laurier (*Laurus nobilis*)
sur l'activité antioxydante et la stabilité oxydative de l'huile
d'olive de trois régions d'Algérie**

Présenté par :

Soutenu le : **04/06/2019**

Lamrani juba et Beneddine tahar

Jury:

Président: M^r MEGDOUD. D

UMBB

Examineur: M^r BENAKMOUM. A

UMBB

Promoteur: M^r ZIDANI. S

UMBB

Remerciements

*En premier, nous remercions Dieu le tout puissant
De nous avoir donné sante, courage et patience pour
Terminer ce modeste travail.*

*Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements à notre
Promoteur Mr ZIDANI.S Pour ses judicieux
conseils et surtout pour avoir proposé ce sujet
et de l'avoir pris en charge.*

*Nous remercions également Mr AKSAS, chef du
Département de technologie alimentaire et tous les
enseignants de la FSI-UMBB pour tout le savoir qu'ils nous
ont donné durant notre cursus universitaire.*

*Nous remercions les membres du jury d'avoir accepté de
critiquer et d'améliorer ce travail.*

*On souhaite remercier Mme Medouni.H notre ingénieure
de laboratoire de la FSI-UMBB pour toute l'aide qu'elle nous
a apporté.*

*On ne pourra oublier de remercier nos amis pour le soutien
moral tout au long de ce travail.*

Dédicace

Avant tous je remercie mon Dieu qui m'a donnée la volonté de continuer mes études et faire ce modeste travail.

Je dédie ce travail à mes chers parents qui m'ont encouragé et soutenu tout au long de ce chemin.

Comme je dédie aussi ce travail mes chers frères Lyes et Khaled et Hakim. a mes sœurs Akila et Nora .

A mon binôme, Juba

*A mes amies avec qui j'ai passé des moments agréables,
en particulier à : Timch, Idris, chafaa, Moussa,
Abderahmane*

et toute Ma famille Beneddine.

A tous la promotion agro-alimentaire 2018/2019

Tahar

Dédicace

*Avant tous je remercie mon Dieu qui m'a donnée la
volonté de continuer mes études et faire ce modeste travail.*

*Je dédie ce travail à mes chers parents qui m'ont
encouragé et soutenu tout au long de ce chemin.*

*Comme je dédie aussi ce travail ma sœur célia et mon
frère mchammed.*

A mon binôme, Tahar.

*A mes amies avec qui j'ai passé des moments agréables,
en particulier à : Idris,*

Timch, Moussa, Abderahmane

et toute ma famille et mes cousins

A tous la promotion agro-alimentaire 2018/2019

Juba

Sommaire

| | |
|--------------------|---|
| Introduction | 1 |
|--------------------|---|

Chapitre I : L'huile d'olive

| | |
|--|----|
| I.1 Définition | 2 |
| I.2 Production et consommation..... | 2 |
| I.2.1 Production mondiale | 2 |
| I.2.2 Production en Algérie | 3 |
| I.2.3 Consommation en Algérie | 3 |
| I.3 Classification de l'huile d'olive | 3 |
| I.4 Composition et le bienfait de l'huile d'olive | 4 |
| I.4.1 Composition..... | 4 |
| I.4.1.1 La fraction saponifiables | 4 |
| I.4.1.2 La fraction insaponifiables..... | 6 |
| I.4.2 Les bienfaits de l'huile d'olive | 9 |
| I.5 Qualité de l'huile d'olive | 10 |
| I.5.1 Réglementaion en vigueur de l'huile d'olive..... | 11 |
| I.5.2 Paramètre d'évaluation de la qualité l'huile d'olive | 11 |
| I.5.2.1 Propriété organoleptique | 11 |
| I.5.2.2 Paramètre d'altération de l'huile d'olive | 12 |
| I.5.2.3 Test de l'oxydation forcée | 13 |
| I.5.2.4 Condition de stockage de l'huile d'olive | 13 |

Chapitre II: Generalités sur laurier (*laurus nobilis*)

| | |
|---------------------------------------|----|
| II.1 Historique | 14 |
| II.2 Description botanique..... | 14 |
| II.3 Classification botanique | 15 |
| II.4 Composition biochimique..... | 15 |
| II.5 Propriétés biologiques | 16 |
| II.5.1 Activité anti-oxydante | 16 |
| II.5.2 Activité antibactérienne | 16 |
| II.5.3 Activité anticonvulsivant..... | 16 |
| II.5.4 Usage thérapeutique..... | 17 |

| | |
|--|----|
| II.5.5 Usage traditionnel de <i>L. nobilis</i> | 17 |
|--|----|

Chapitre III: Matériels et méthodes

| | |
|--|----|
| III.1 Démarche expérimentale | 19 |
| III.1.1 Obtention de la poudre de Laurier (PA) | 19 |
| III.1.2 Obtention de la poudre de Laurie (PA) | 20 |
| III.1.3 Préparation des échantillons d'huile enrichis par la PA | 20 |
| III.2 Méthode d'analyse | 20 |
| III.2.1 Caractérisation de la poudre <i>L. nobilis</i> | 20 |
| III.2.1.1 Détermination de la teneur en eau de la poudre <i>L. nobilis</i> | 20 |
| III.2.1.2 Détermination de ph | 21 |
| III.2.1.3 Détermination de la teneur en cendres | 21 |
| III.2.2 Evaluation du la qualité physicochimiques des huiles enrichis | 22 |

Chapitre IV: Résultats et discussion

| | |
|--|----|
| IV.1. Caractéristiques de la poudre de <i>L. nobilis</i> | 28 |
| IV.2. Caractéristiques physicochimiques des huiles enrichies en poudre de <i>L. nobilis</i> | 28 |
| IV.2.1. Acidité | 28 |
| IV.2.2. Indice de saponification | 30 |
| IV.2.3. La densité | 31 |
| IV.3. Evaluation de la stabilité oxydative des huiles enrichies en poudre de <i>L. nobilis</i> | 31 |
| IV.3.1. Indice de peroxyde | 31 |
| IV.3.2. Spectrophotométrie des diènes conjugués | 33 |
| IV.3.3. Activité antiradicalaire (Test de DPPH) | 35 |
| IV.3.4. Test de Rancimat | 37 |
| Conclusion générale | 42 |

Références bibliographiques

Liste des tableaux

| | |
|--|----|
| Tableau 1: donnés physico-chimique de classification des huiles | 4 |
| Tableau 2: Composition moyenne en acides gras totaux | 5 |
| Tableau 3: Contenu total (mg/kg) en composés aromatiques de quelques variétés d'huiles d'olive..... | 9 |
| Tableau 4: Rôles physiologiques et biologiques de certains composés chimiques de l'huile d'olive..... | 10 |
| Tableau 5: Classification botanique : Le tableau suivant présente les caractéristiques botaniques de laurier. | 15 |
| Tableau 6: Quelques usages traditionnels du <i>Laurus nobilis</i> | 17 |
| Tableau 7: Préparation des huiles enrichies en PA | 20 |
| Tableau 8: Caractéristiques physicochimiques de la PA | 28 |
| Tableau 9: Caractéristiques physicochimiques des huiles enrichies en poudre de <i>L. nobilis</i> .. | 29 |
| Tableau 10 : Résultats de l'indice de peroxyde des différentes huiles enrichies en poudre de <i>L.</i> <i>nobilis</i> | 32 |
| Tableau 11: Absorbance des diènes conjugués des huiles enrichies en poudre de <i>L. nobilis</i> .. | 34 |
| Tableau 12: Le temps d'induction des huiles des trois régions enrichies en poudre de <i>L.nobilis</i> | 37 |

Liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure 1: Production mondiale d'huile d'olive 2008-2009 | 2 |
| Figure 2: Structures des composés phénoliques représentatifs de l'huile d'olive..... | 7 |
| Figure 3: <i>Laurus nobilis</i> (fleurs) . Figure 4: Photographie des feuilles de <i>Laurus nobilis</i> | 15 |
| Figure 5: Structures chimiques de quelques composés identifiés dans les feuilles de <i>L. nobilis</i> . (Fang, 2005 ; Barla, 2007). | 18 |
| Figure 6: Schéma récapitulatif de l'ensemble du matériel végétal et la méthodologie expérimentale. | 19 |
| Figure 7 : Appareil de Rancimat. | 26 |
| Figure 8: L'illustration schématique de fonctionnement du Rancimat..... | 27 |
| Figure 9: Acidité de l'huile d'olive de différentes régions enrichie en poudre de <i>L. nobilis</i> .. | 29 |
| Figure 10: Indice de saponification de différentes huiles enrichies en PA | 30 |
| Figure 11: La densité des différentes huiles enrichies en poudre de <i>L. nobilis</i> | 31 |
| Figure 12: L'indice de peroxyde des huiles d'olive enrichie en poudre de <i>L. nobilis</i> | 32 |
| Figure 13: Absorbance des diènes conjugués des huiles enrichies en poudre de <i>L. nobilis</i> | 34 |
| Figure 14: Absorbance des diènes conjugués des huiles enrichies en poudre de <i>L. nobilis</i> | 35 |
| Figure 15: Activité antiradicalaire des huiles enrichies en poudre de <i>L. nobilis</i> | 36 |
| Figure 16: Résultats des temps d'induction de l'huile d'olive d' Afir (témoin)..... | 38 |
| Figure 17: Résultats des temps d'induction de l'huile d'olive d' Afir avec <i>L. nobilis</i> à 0.5%. 38 | |
| Figure 18: Résultats des temps d'induction de l'huile d'olive d' Afir avec <i>L. nobilis</i> à 1.0 %.39 | |
| Figure 19: Résultats des temps d'induction de l'huile d'olive d' Afir avec <i>L. nobilis</i> à 1.5 %.39 | |
| Figure 20: Comparatif du temps d'induction des huiles d'olive avec <i>L.nobilis</i> | 40 |

Liste des abréviations

AFIDOL : Association Française Interprofessionnelle de l'Olive.

A : Absorbance

A % : Acidité libre

C.A : Codex Alimentarius

COI : Conseil Oléicole International.

cm : Centimètre

°C : Degré Celsius

F.A.O. : Food and Agriculture Organization

g : Gramme

H : Hydrogène libre

H % : Humidité

H₂O : L'eau

HCL : Acide chlorhydrique

I : Indice

I₂ : Iode

Kg : Kilogramme

KOH : L'iodure de potassium

L : Litre

M : Mètre

Max : Maximum

Meq : Milliéquivalent

Résumé

La poudre de *Laurus nobilis*, a été utilisé pour améliorer la stabilité oxydative des huiles d'olive de trois région d'Algérie (Afir, Larbaa NI et Bouira). Il s'agit d'une manière servant à éviter l'addition d'antioxydants de synthèse en enrichissant l'huile à stocker par des substances naturelles. Pour ce qui est la poudre de *L. nobilis*, l'activité antioxydante des huiles essentielles de laurier a été largement étudiée.

La poudre de *L. nobilis* a été obtenue par séchage sous vide à 40 °C et un broyage. Elle présente une teneur en eau de 9%, un pH doux et un taux en cendre de 5.5 %. La poudre ainsi obtenue a été incorporée dans l'huile d'olive. En effet, des échantillons d'huile d'olive des différentes régions ont été enrichis avec 0.5, 1 et 1.5 % (p/v) de la poudre de *L. nobilis*.

La stabilité oxydative des huiles enrichies a été évalué par plusieurs tests à savoir l'indice de peroxyde, dosage des diènes conjugués, le test de DPPH et le test de rancimat.

L'analyse des résultats de l'oxydation de l'huile d'olive de la région d' Afir ainsi que l'interprétation de l'activité antiradicalaire ont montré un effet antioxydant plus ou moins significatif de la poudre de *L. nobilis* par rapport au témoin. L'efficacité la plus élevée a été associée principalement à la concentration 1% de poudre de *L. nobilis*. L'activité antioxydante la plus basse était associée à l'huile à 0.5 % et l'huile non enrichie dans les conditions utilisées.

Les résultats suggèrent l'introduction de la poudre de *L. nobilis* dans la préparation d'aliments pour une meilleure préservation, aussi bien lors de l'entreposage ou lors du chauffage des aliments.

Mots-clés : Poudre de *L. nobilis*, activité antioxydant, huile d'olive, stabilité oxydative.

Absract

The *Laurus nobilis* powder, was used to improve the oxidative stability of olive oils from three regions of Algeria (Afir, Larbaa NI and Bouira). This is a way of avoiding the addition of synthetic antioxidants by enriching the oil to be stored with natural substances. In the case of *L. nobilis* powder, the antioxidant activity of essential oils of laurel has been widely studied. *L. nobilis* powder was obtained by vacuum drying at 40 ° C and milling. It has a water content of 9%, a mild pH and an ash content of 5.5%. The powder thus obtained was incorporated into the olive oil. In fact, olive oil samples from different regions enriched at 0.5, 1 and 1.5% (w / v) of *L. nobilis* powder. The oxidative stability of the enriched oils was

evaluated by several tests namely the peroxide index, assay of conjugated dienes, the DPPH test and the rancid test. The analysis of the olive oil oxidation results of the Afir region as well as the interpretation of the antiradical activity showed a more or less used antioxidant effect. The results suggest the introduction of *L. nobilis* powder in the preparation of foods for better preservation, both during storage and when heating foods significant of the *L. nobilis* powder compared to the control. The highest efficacy was associated mainly with the 1% concentration of *L. nobilis* powder. The lowest antioxidant activity was associated with the 0.5% oil and the non-enriched oil under the conditions. Keywords: *L. nobilis* powder, antioxidant activity, olive oil, oxidative stability.

ملخص

تم استخدام مسحوق *Laurus nobilis* لتحسين الثبات التأكسدي لزيتون من ثلاث مناطق في الجزائر (Afir ، Larbaa NI و Bouira). هذه طريقة لتجنب إضافة مضادات الأكسدة الاصطناعية عن طريق إثراء الزيت ليتم تخزينه بالمواد الطبيعية. في حالة مسحوق *L. Nobilis* ، تمت دراسة نشاط مضادات الأكسدة للزيتون الأساسية من الغار على نطاق واسع. تم الحصول على مسحوق *L. Nobilis* عن طريق التجفيف الفراغي عند 40 درجة مئوية والطحن. يحتوي على محتوى مائي بنسبة 9 ٪ ، ودرجة الحموضة خفيفة ومحتوى الرماد بنسبة 5.5 ٪. تم دمج المسحوق الذي تم الحصول عليه في زيت الزيتون. في الواقع ، تم تخصيص عينات زيت الزيتون من مناطق مختلفة بنسبة 0.5 ، 1 و 1.5 ٪ (وزن / وزن) من مسحوق *L. Nobilis*. تم تقييم الثبات التأكسدي للزيوت المخصبة من خلال عدة اختبارات وهي: مؤشر البيروكسيد ، ومعاينة الديانات المترافقة ، واختبار DPPH ، واختبار الزنخ. أظهر تحليل نتائج أكسدة زيت الزيتون في منطقة Afir وكذلك تفسير النشاط المضاد للبكتيريا تأثير مضادات الأكسدة أكثر أو أقل أهمية من مسحوق *L.Nobilis* مقارنة مع للشاهد. وارتبطت أعلى فعالية بشكل رئيسي مع تركيز 1 ٪ من مسحوق *L.Nobilis*. ارتبط أقل نشاط مضاد للأكسدة مع 0.5 ٪ من النفط وغير المخصب النفط في ظل الظروف المستخدمة. تشير النتائج إلى إدخال مسحوق *L.Nobilis* في تحضير الأطعمة للحفاظ عليها بشكل أفضل ، أثناء التخزين وعند تسخين الطعام.

Introduction

Introduction

L'oxydation des lipides prend lieu quand l'oxygène atmosphérique réagit avec les acides gras insaturés des huiles. Cette réaction se déroule en utilisant un mécanisme radicalaire. Elle constitue, à cet effet, un des facteurs responsables de la détérioration des aliments complexes. L'oxydation des lipides est, de même, considérée comme l'une des réactions majeures correspondant à la dégradation de la qualité de l'huile durant le stockage et la cuisson. En effet, l'oxydation des lipides entraîne une diminution de la qualité organoleptique du produit non seulement par la formation d'odeurs rances mais également par la diminution de la qualité nutritionnelle. Cette dernière se manifeste à travers la formation de radicaux libres, d'hydrocarbures, d'aldéhydes, de cétones, d'acides, d'esters, de peroxydes. Ces éléments constituent, pour la plupart, des composés toxiques, voire, cancérigènes, favorisant le développement de certaines maladies telles que l'artériosclérose (Kahouli, 2010). La lutte contre l'oxydation des huiles au cours de leur stockage et de la distribution s'impose. Parmi les diverses solutions technologiques possibles, l'addition d'agents antioxydants aux huiles et aux aliments riches en lipides, est pratiquée depuis fort longtemps. Toutefois, les antioxydants synthétiques comme le butylhydroxytoluène (BHT) et terbutylhydroxyanisole (BHA) ont des effets négatifs sur la santé humaine (Farag, 2003) et sont facilement volatiles à haute température.

L'ampleur de ce problème a fait que des antioxydants naturels deviennent de plus en plus recommandés pour remplacer les antioxydants synthétiques. Dans cette démarche, la stabilisation des huiles végétales a fait l'objet de nombreuses recherches ayant opté pour l'utilisation des antioxydants naturels à pouvoir antioxydant remarquable (Warner, 2002).

Les extraits de plusieurs plantes, parmi lesquelles différentes herbes et épices, ont montré une activité antioxydante intéressante (Kahouli, 2010), comme les extraits de laurier (*Laurus nobilis*) et de romarin dans l'huile de palme (CheMan, 1999).

Le but de ce travail est de préparer la poudre de laurier noble (*Laurus nobilis* L.) pour l'incorporer dans l'huile d'olive de trois régions d'Algérie et pour étudier son effet antioxydant sous des conditions défavorables de température et d'oxygène.

Ainsi cette étude s'attellera en premier lieu à préparer la poudre de Laurier, en second lieu, à évaluer sa qualité physicochimique. Enfin, la poudre obtenue sera incorporée directement dans l'huile d'olive à différentes concentrations. Après l'évaluation de l'activité antiradicalaire des huiles enrichies en poudre de Laurier, leur stabilité oxydative a été évaluée par le test de rancimat.

Chapitre I : L'huile d'olive

I.1 Définition

D'après le conseil oléicole international (COI, 2015), l'huile d'olive est définie comme étant une huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea Europaea*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec les huiles d'autre nature.

I.2 Production et consommation

I.2.1 Production mondiale

La production d'huile d'olive est l'un des secteurs les plus traditionnels de l'agriculture dans la région méditerranéenne et il est toujours d'une importance primordiale pour l'économie rurale, pour le patrimoine local et pour l'environnement de la plupart des pays méditerranéens. (EL DE LACROIX 2003), dont ils représentent près de 97% de la production mondiale de l'huile d'olive.

L'Algérie fait partie des pays du pourtour méditerranéen dont le climat est le plus propice à la culture de l'olivier. L'oléiculture algérienne se relève peu à peu mais elle reste cependant marginale. Elle a représentée le 9ème producteur mondial d'huile d'olive avec une production estimée à 35 000 tonnes (1,2% de la production mondiale) pour la campagne 2008-2009 figure 1.

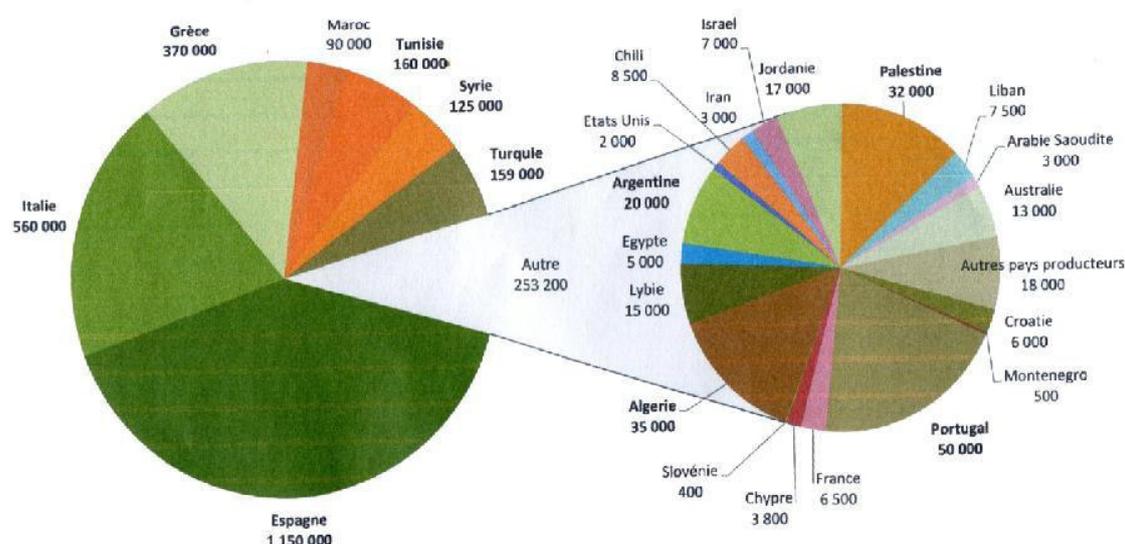


Figure 1: Production mondiale d'huile d'olive 2008-2009 (AFIDOL, 2009).

I.2.2 Production en Algérie

En Algérie, on compte actuellement 16 millions arbres sur les quatre coins du pays sur une surface d'environ 1670000 ha. La production moyenne annuelle se situe entre 10000 et 15000 tonnes d'huiles d'olive, avec cette production l'Algérie occupe la dixième place parmi les producteurs mondiaux (Boussenadj, 2005). Toutefois 90% des huileries en Algérie sont des huileries traditionnels.

I.2.3 Consommation en Algérie

La consommation algérienne d'huile d'olive est passée d'une moyenne de 1% à 1,86% de la consommation mondiale au cours de cette décennie (C.O.I, 2011). La consommation moyenne par habitant est d'environ 1,1Kg/ans (C.O.I, 2006). L'huile d'olive est consommée là où elle est produite; toutefois l'installation des chaînes de conditionnement par les opérateurs privés a donné un certain essor à sa commercialisation dans les différentes régions du pays.

I.3 Classification de l'huile d'olive

L'huile d'olive vierge qui doit être obtenue par simple pression des fruits mûrs ou par centrifugation comprend diverses appellations: l'huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état (l'huile d'olive vierge extra, l'huile d'olive vierge, l'huile d'olive vierge courante), et l'huile d'olive non propre à la consommation en l'état (lampante) (COI, 2015).

Tableau 1: donnés physico-chimique de classification des huiles (FAO 2001, et CA, 1989).

| | Densité relative (à 20°C) | Acidité (% acide oléique) | Indice peroxyde (meq O ₂ /kg) | Extraction spécifique à 270nm E%icm | Acide gras saturé en position 2 (%) |
|----------------------------------|---------------------------|---------------------------|--|-------------------------------------|-------------------------------------|
| Huile d'olive vierge extra | 0,910 - 0,910 | <1 | <20 | <0,25 | <1,5 |
| Huile d'olive vierge | | <2 | <20 | <0,3 | <1,5 |
| Huile d'olive vierge ordinaire | | <3,3 | <20 | <0,3 | <1,5 |
| Huile d'olive raffiné | | <0,3 | <5,0 | <1,1 | <1,8 |
| Huile d'olive | | <1,5 | <15 | <0,9 | - |
| Huile de grignon d'olive raffiné | | <1,5 | <5,0 | <2,0 | <2,2 |
| Huile de grignon d'olive | | <1,5 | <15 | <1,7 | - |

I.4 Composition et le bienfait de l'huile d'olive

I.4.1 Composition

La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique. Les composés peuvent être classés en deux grands groupes :

- Les substances saponifiables (triglycérides, acides gras,) (de 96 à 98% de l'huile).
- Les substances insaponifiables (de 2 à 4% de l'huile).

I.4.1.1 La fraction saponifiables

Cette fraction représente 98 % de l'huile d'olive (Lazzez, 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 la latitude et du climat (Velasco, 2002).

- **Les triglycérides**

Les substances saponifiables sont constituées d'environ 97 à 99% de triglycérides. En outre, ces derniers sont les véritables constituants des huiles d'olive vierge. Ils proviennent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par des acides gras. La présence d'une part des différents acides gras et d'autre part des trois possibilités d'estérification sur le glycérol conduit à un grand nombre de combinaisons possibles pour les triglycérides de l'huile d'olive.

Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont : la trioléine (OOO), la dioléopalmitine (POO), la dioléolinoléine (OOL), la palmitooléolinoléine (POL), et la dioléostéarine (SOO), (Giovanna ,1999).

- **Les acides gras**

Comparée à d'autres huiles végétales, l'huile d'olive est caractérisée par une domination en acides gras mono insaturés (Ajana, 1998), l'acide gras principal est l'acide oléique qui représente 55% à 83%. L'huile d'olive est constituée aussi d'un pourcentage modéré d'acides gras polyinsaturés essentiels tels que l'acide linoléique et l'acide linoléique et d'acides gras saturés comme les acides palmitique et stéarique (Baccouri, 2006). La composition moyenne en acides gras totaux est donnée dans le tableau (2).

Tableau 2: Composition moyenne en acides gras totaux de huile d'olive (COI, 2015).

| Acides gras | Normes COI (2015) |
|--------------------------------|-------------------|
| Acide 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 heptadécénoïque (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 behénique (20 :0) | < 0,20* |
| Acide lignocérique (C24 :0) | < 0,20 |

I.4.1.2 La fraction insaponifiables

Les composants mineurs, représentent environ 2 % du poids total de l'huile, notamment, plus de 230 composés chimiques, tels que les alcools aliphatiques et triterpéniques, les stérols, les hydrocarbures, les composés volatils et les polyphénols (Servili, 2002). Néanmoins, c'est la présence de composés phénoliques et d'autres antioxydants particuliers qui confèrent à l'huile d'olive une haute stabilité contre l'oxydation avec une couleur et une saveur unique la distinguant des autres huiles.

Les principaux antioxydants de l'huile d'olive sont les tocophérols, les carotènes et les composés phénoliques, y compris, les phénols lipophiles et hydrophiles (Boskou, 1996 ;Merouane, 2014).

Les constituants principaux de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive sont :

- **Composés phénoliques**

Les composés phénoliques jouent un rôle très important dans la caractérisation des huiles et dans leur intérêt nutritionnel. La classe des phénols regroupe toute une gamme de substances diverses, dont des composés phénoliques simples comme l'acide vanillique, l'acide gallique, l'acide caféique, le tyrosol et l'hydroxytyrosol. Par ailleurs, l'huile d'olive contient des sécoiridoïdes comme l'oleuropéine et le ligstroside, ou des molécules plus complexes comme des lignanes et des flavonoïdes comme l'apigénine ou la lutéoline (Owen, 2000).

Ces composés (simples et complexes) (figure 2), confèrent les propriétés antioxydantes et modulent la saveur de l'huile (Servili et Montedoro, 2002), ils contribuent aussi fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles (Garcia, 2003).

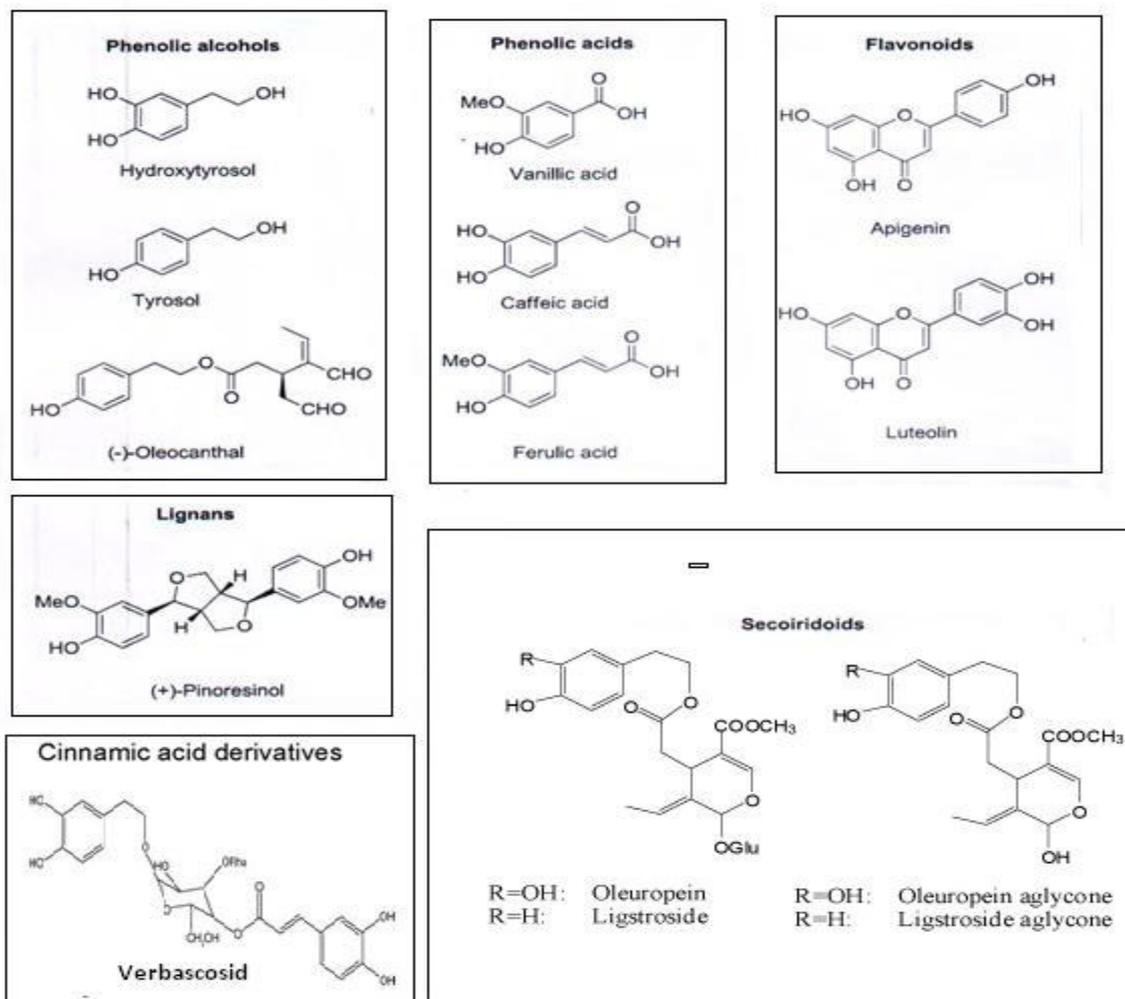


Figure 2: Structures des composés phénoliques représentatifs de l'huile d'olive (Tuck et Hayball, 2002, Tripoli, 2005; Rodriguez-Morato, 2015).

• 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 est d'environ 12 à 25 mg/100 g (Pseumiado, 2000). D'autres recherches ont abouti à des valeurs encore plus élevées, de 24 à 43 mg/100g (Gutierrez, 1999).

Les tocophérols constituent le groupe d'antioxydants lipophiles, ils sont remarquables pour leur protection contre le rancissement de toutes les huiles végétales.

- **Les stérols**

Les stérols sont des lipides nutritionnellement importants, associés à la qualité de l'huile (Rodríguez, 2014).

Les stérols représentent à 20% de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive et sont présents sous forme libre et estérifiée aux acides gras (Phillips, 2002 ; Matos, 2007).

Les teneurs en stérols de l'huile d'olive varient de 1000 à 3000 mg/kg (Rayan, 1998 ; Matos, 2007). Le β -sitostérol est le principal stérol de l'huile d'olive et représente plus de 75% des stérols totaux dont les propriétés thérapeutiques sont bien discutées (Gorinstein, 2003). Les autres stérols sont le Δ -5-avenastérol, le campestérol et le stigmastérol (Rayan, 1998 ; Ben Temime, 2008).

- **Hydrocarbures**

Le principal hydrocarbure de l'huile d'olive est le squalène, un terpène insaturé (isoprénoïde) dont le taux de l'huile d'olive varie de 136 à 708 mg/100g. L'huile d'olive extra vierge contient environ 400-450 mg/100 g ; l'huile d'olive raffinée en contient quelque 25 % de moins (Owen, 2000).

Outre le squalène, l'huile d'olive contient aussi d'autres hydrocarbures, comme le β carotène (une provitamine A), mais en très faibles quantités (β -carotène : 0,03 – 0,36 mg/100 g) (Kiritsakis et Markakis, 1987).

- **Les pigments**

La couleur de l'huile d'olive est le résultat d'une solubilisation de deux types de pigments lipophiles, les caroténoïdes et les chlorophylles présents dans l'olive. La qualité est définie par une couleur vert-jaunâtre, bien que l'intensité de cette couleur peut changer selon la variété et l'état de maturité des fruits (Gandul-Rojas, 2000). L'huile d'olive vierge contient de 1 à 2,7 ppm β -carotène et 0,9 à 2,3 ppm de lutéine.

Les caroténoïdes en particulier le β -carotène peuvent ralentir l'oxydation de l'huile par la lumière (Criado, 2007). A l'obscurité, les caroténoïdes et leurs produits d'oxydation peuvent agir en tant que pro-oxydants dans les huiles végétales (Rahmani, 1991).

Les chlorophylles sont des puissants pro-oxydants sous la lumière, elles agissent comme des sensibilisateurs pour produire l'oxygène singulet, et comme des antioxydants dans le noir en faisant un don d'hydrogène aux radicaux libres (Ben Tekaya, 2006).

• Composés aromatiques

La teneur en composés volatils dépend étroitement de l'activité des enzymes de la voie de la lipoxygénase et varie selon le cultivar, le degré de maturité des olives, le stockage des olives, l'opération de lavage, le temps et la température du malaxage, les conditions climatiques et l'état sanitaire des olives (Miliauskas, 2004; Runcio, 2008).

Ce sont les composés en C6 tels que l'hexanal, le trans-2-hexène, l'hexanol qui forment les principaux constituants de l'arôme de l'huile d'olive (Angerosa, 2002). Le tableau ci-dessous nous donne le contenu total des composés aromatiques d'huile vierge de quelques variétés.

Tableau 3: Contenu total (mg/kg) en composés aromatiques de quelques variétés d'huiles d'olive (Luna, 2006).

| Variété | Total des composés aromatiques | Total des composés C ⁶ | Total des hydrocarbures | Total des aldéhydes | Total des alcools | Total des cétones | Total des esters |
|---------------------|--------------------------------|-----------------------------------|-------------------------|---------------------|-------------------|-------------------|------------------|
| Arbequina | 19 | 12,6 | 2,72 | 10 | 4,40 | 1,17 | 0,69 |
| Chemlal de Kabylie | 35 | 17,6 | 9,14 | 11,3 | 11,3 | 1,78 | 1,26 |
| Picholine Marocaine | 16 | 5,63 | 7,86 | 2,13 | 3,54 | 1,93 | 0,88 |
| Hajiblanca | 9 | 4,25 | 2,22 | 2,05 | 3,15 | 0,80 | 0,64 |

I.4.2 Les bienfaits de l'huile d'olive

L'huile d'olive est un produit ancestral largement reconnu pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Sa consommation a été associée à une faible incidence de maladies cardiovasculaires, neurologiques et cancéreuses. Ces bienfaits ont été attribués aux éléments nutritifs et fonctionnels que l'on retrouve dans l'huile tels que l'acide linoléique, les vitamines, les antioxydants naturels (Matos, 2007). Le tableau ci-après résume les rôles physiologiques et biologiques de certains composés chimiques de l'huile d'olive.

Tableau 4: Rôles physiologiques et biologiques de certains composés chimiques de l'huile d'olive

| Composé | Rôle | Référence |
|-----------------------------|--|---|
| Acide oléique | -Réduit particulièrement le taux du cholestérol total et le LDL responsable de la formation de l'athérosclérose et augmente le HDL. - Normalise les paramètres membranaires détériorés en cas d'hypertension, en améliorant la fluidité membranaire et l'expression de protéines impliquées dans la régulation de la pression artérielle. | Perez-Jimenez . (2007). Perona . (2010). |
| AGE | - Diminuent significativement le risque de cancer colorectal chez la femme. - Ralentit la prévalence de dépressions nerveuses et la maladie de parkinson. | Nkondjock . (2003). Mercury (2007). |
| EPA | - Améliore la mémoire et donc réduit le risque de maladie d'Alzheimer. | Taepavarapruk (2010) |
| Chlorophylles | - Accélèrent les processus de cicatrisation. | Ryan (1998). |
| Polyphénols | - Exercent une activité bactéricide et fongicide. - Réduisent le risque coronarien et normalise la pression sanguine et préviennent l'athérosclérose en agissant comme piègeur de radicaux libres et préservent les LDL de l'oxydation in vitro et leur adhérence aux parois artérielles. | Yangui . (2009). Al-Rewashdeh (2010). |
| Composés aromatiques | -Dotes d'une activité antimicrobienne. | Jacotot (1993). |
| Tocophérols | -Manifestent une activité vitaminique. - Exercent des effets bénéfiques à l'égard des maladies cardiovasculaires et contre le cancer du poumon, du col de l'utérus et de la prostate. | Shklaret Oh (2000). |

I.5 Qualité de l'huile d'olive

La qualité est définie comme étant l'ensemble des caractéristiques chimiques, physiques et sensorielles, permettant de classer l'huile d'olive en différentes catégories conformément aux définitions de la norme commerciale adoptée par le conseil oléicole international (COI, 2015).

La qualité d'huile d'olive est influencée par une combinaison de facteurs: la variété, méthodes de récolte, processus d'extraction (Tanouti, 2010).

I.5.1 Réglementation en vigueur de l'huile d'olive

L'huile d'olive est prévue pour répondre à certaines normes de base qui la différencient des autres huiles dont la caractérisation physico-chimique constitue l'étape cruciale dans sa classification. Cependant, les critères de sélection ou d'exclusion d'une huile dans une catégorie sont très nombreux vu la diversité des normes internationales qui régissent la qualité de l'huile d'olive. Le suivi de ces différents critères est nécessaire car une dégradation de la qualité de l'huile peut avoir de nombreuses conséquences tant d'un point de vue nutritionnel que d'un point de vue risque sanitaire (Boskou, 1996).

Les critères qualitatifs de l'huile d'olive englobent des caractéristiques physico-chimiques (indice de peroxyde, acidité libre, absorbance dans l'ultraviolet) et organoleptiques, Ils constituent l'ossature de la classification commerciale des huiles d'olive selon la norme du Conseil Oleicol International (COI, 1990) et le règlement de la Commission Européenne (CE2568/91, 1991). Les autres critères physico-chimiques ont trait à la constitution et aux particularités des différentes fractions de l'huile d'olive. Ils permettent selon la norme du COI, de vérifier la pureté des différentes catégories d'huile d'olive et de mettre en évidence les diverses adultérations (Boskou, 1996).

Par ailleurs, plusieurs auteurs ont proposé d'inclure les phénols comme un bon indicateur de qualité d'huile d'olive (Ranalli, 1999; Blekas, 2002, Psomiadou, 2003). Les normes du Codex Alimentarius (1993) ont établi des critères complémentaires de qualité des différentes catégories d'huile d'olive. Elles incluent des limites suggérées pour les substances volatiles, les impuretés insolubles, les insaponifiables, les métaux, la densité et l'indice de réfraction. Quant au règlement de la CE, il est plus spécifique au sujet de l'évaluation sensorielle.

I.5.2 Paramètre d'évaluation de la qualité l'huile d'olive

I.5.2.1 Propriété organoleptique

L'évaluation sensorielle pour 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 (Mordret, 1999).

Un jury d'experts (sélectionnés, entraînés et placés dans des conditions spécifiques) évalue les caractéristiques organoleptiques d'une huile d'olive. Dans ce contexte chaque sujet doit sentir et déguster pour percevoir les attributs négatifs et positifs de l'huile (Harwood et Apacio, 2000).

Les descripteurs positifs sont le fruité (fruité vert, mûr ou noir), l'amer et le piquant; les principaux défauts sont des goûts aigres, vineux, vinaigrés, acides, âpres, métalliques ou même franchement inadmissibles comme des odeurs de moisi ou de rance (Mordret, 1999).

Selon la méthodologie du COI/T 20/Doc. N° 15/Rév. 2/2007 (méthode de calcul basée sur l'utilisation de la médiane), chaque dégustateur remplit une fiche en attribuant une note pour chaque critère. 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.

I.5.2.2 Paramètre d'altération de l'huile d'olive

Acidité

L'acidité constitue une caractéristique fondamentale de la qualité de l'huile d'olive (VEILLET, 2010). Elle estime la teneur en acides gras libres de l'huile exprimée en pourcentage d'acide oléique. Elle rend compte principalement de l'altération hydrolytique de la matière première suite à une activité enzymatique naturelle et/ou microbienne cette activité induit la libération des acides gras des triacylglycérols ce qui est à l'origine d'une présence anormalement élevée d'acides gras libres donnant à terme des arômes désagréables à l'huile (JACOTOT, 1993; CLODOVEO, 2007). 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, 1997).

Indice de saponification

L'indice de saponification, représente la quantité en milligrammes de KOH (potasse) nécessaire pour transformer en savon les acides gras libres et les glycérides contenus dans un gramme de corps gras, est déterminé en mélangeant un volume d'huile avec de la potasse et titration avec de l'acide chlorhydrique.

Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une mesure permettant d'estimer la quantité de peroxyde présent dans une matière grasse. Les peroxydes constituants caractéristiques de l'oxydation des acides gras insaturés sont déterminés en se basant sur leur propriété de libérer l'iode de l'iodure de potassium dans les milieux acides. L'iode libéré est mesuré par la réaction avec le thiosulfate, sachant que 1ml de thiosulfate 0.01N correspond à une quantité de 80mg d'oxygène fixé sur les acides gras (LION, 1955).

La densité

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température (LION, 1955).

Diènes conjugués

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, 1999).

I.5.2.3 Test de l'oxydation forcée

Activité antiradicalaire DPPH

L'évaluation de l'activité antiradicalaire des huiles est déterminée selon le protocole décrit par (Ramadan et Moersel, 2006). Cette méthode est basée sur la décoloration de la solution contenant le radical DPPH lors de sa réduction par les antioxydants.

Rancimat test

Le test Rancimat est une technique accélérée le plus souvent utilisé pour évaluer la stabilité à l'oxydation des graisses alimentaires, des huiles et les aliments contenant de la graisse. Plus la valeur de stabilité à l'oxydation est élevée, plus le matériau est stable (Farhoosh, 2007).

I.5.2.4 Condition de stockage de l'huile d'olive

L'huile d'olive est sujette des modifications au cours de la période de stockage. Une fois l'huile est obtenue, il est important de la stocker à l'abri de la lumière et dans un endroit frais à une température idéale se situant entre 15 et 25°C avec un minimum de contacts avec l'air. Comme il est préférable de conditionnée l'huile dans des récipients en acier inoxydable ou en verre et non en matière en plastique qui peut lui communiquer un mauvais goût (Cossut, 2002).

Le stockage et la conservation constituent des facteurs importants pour la qualité de l'huile destinée à la consommation. Les mauvaises conditions de stockage occasionnent une augmentation significative de l'acidité, du K_{232} et du K_{270} (Garcia, 1996; Kiritsakis, 1998; Clodoveo, 2007) et accélèrent la photo-oxydation et l'auto-oxydation de l'huile en réduisant significativement sa teneur en chlorophylles et son contenu phénolique en fin de stockage (Clodoveo, 2007).

Chapitre II : Laurus Nobilis (Laurier)

II.1 Historique

Laurus nobilis ou le Laurier, issu de la famille des Lauracées, et originaire du bassin méditerranéen (Iserini, 2001). Il est connu en Grèce au moins depuis l'Antiquité où il symbolisait la gloire, l'immortalité, d'où le nom de "Lauréat" qui signifie littéralement "glorieux". Chez les Grecs et les Romains anciens, l'usage s'était établi de couronner de laurier les poètes et les vainqueurs. Au Moyen Âge aussi, on couronnait de Laurier les savants distingués dans les universités. Dans les écoles de médecine, la couronne dont on entourait la tête des jeunes docteurs était faite de rameaux feuillés de Laurier avec des baies, d'où le nom « baccalauréat » (bacca lauréat : baie de laurier) (Ballabio et Gostz, 2010).

Les feuilles sont largement appliquées et connues comme assaisonnement et herbe médicinale depuis les périodes antiques grecs et romaines (Demir, 2004).

II.2 Description botanique

Laurier est un arbuste de la famille des Lauracées à feuilles persistantes et coriaces. Tab.1 (Fig. 3 et 4)

Il est le seul arbuste comestible de la famille des Lauracées mesurant de 2 à 6 m et jusqu'à 15 m de haut, à tige droite et grise dans sa partie basse, verte en haut. Le nombre de chromosomes est $2n = 42$. Les feuilles sont vert foncé de forme lancéolée. Les fleurs, blanchâtres groupées par 4 à 5 en petites ombelles, apparaissent en Mars -Avril (Hopkinson, 2002, Rivera et Obon, 1995).



Figure 3: *Laurus nobilis* (fleurs) (2).



Figure 4: Photographie des feuilles de *Laurus nobilis*

II.3 Classification botanique

Tableau 5: Classification botanique : Le tableau suivant présent les caractéristiques botaniques de laurier.

| | |
|------------|---|
| Régne | Plantae |
| Sous-régne | Tracheophyta |
| Division | Magnoliophyta |
| Classe | Magnoliopsida |
| Ordre | Laurales |
| Famille | Lauranceae |
| Genre | Laurus |
| Espèce | <i>Laurus nobilis</i> (ballabio et goetz, 2010) |

II.4 Composition biochimique

Les feuilles du Laurier sont riches en : plusieurs biomolécules

- **Huile essentielle** Elle représente 1 à 3 % du poids sec dont: 30 à 70 % de cinéol, 3% d'eugénol, ainsi que plusieurs d'autres composés terpéniques : linalol, géraniol, pinène, terpinène.

- **Des poly phénols** Plusieurs flavonoïdes et dérivés ont été déterminés dans les extraits du laurier comme des flavonoïdes O-glycosides ou C-glycoside, l'acide caféique, la catéchine, les cinnamtannin et certains dérivés du kaempférol.
- **Des alcaloïdes aporphiniques** Comme la cryptodorine ou l'actinodaphnine.
- **Des lactones sesquiterpéniques** Comme costunolide et zaluzanine D (Derwich, 2009)

II.5 Propriétés biologiques

II.5.1 Activité anti-oxydante

L'activité anti-oxydante des extraits des feuilles de *Laurus nobilis* a été étudiée au niveau de la peroxydation des lipides. Des recherches faites sur les extraits aqueux et éthanolique ont montré qu'ils présentent une forte activité anti-oxydante en émulsion d'acide linoléique.

Différentes concentrations de ces extraits entre 20 et 60 mg/ml ont montré entre 85 et 98,6% d'inhibition de la peroxydation lipidique de l'émulsion d'acide linoléique, quand 60 mg/ml de BHA et de alpha-tocophérol présentaient 77 et 96% d'inhibition de la peroxydation des lipides en même émulsion d'acide linoléique, respectivement (Elmasta, 2006).

II.5.2 Activité antibactérienne

Le laurier possède des propriétés antibactériennes très efficaces concernant les staphylocoques, streptocoques et gonocoques. Des études antibactériennes ont démontré que les huiles essentielles de *Laurus nobilis* sont très efficaces contre la souche *Staphylococcus aureus* avec une zone d'inhibition de 13 mm.

L'activité antibactérienne a été principalement expliquée par la capacité des cycles aromatiques des terpènes et des groupements hydrox phénoliques à former des liaisons hydrogènes avec les sites actifs des enzymes cibles (Derwich, 2009 ,Fukuyama, 2011).

II.5.3 Activité anticonvulsivant

L'huile essentielle de *Laurus nobilis*, en particulier le méthyle génol, et l'eugénol, ont montré un effet protecteur sur les souris contre les convulsions toniques induites par électrochoc maximal et surtout par le pentylènetétrazole (Sayyah, 2002).

II.5.4 Usage thérapeutique

Le laurier est principalement utilisé pour soigner les troubles de l'appareil digestif et les douleurs arthritiques et les rhumatismes, les éruptions cutanées (Santos et Etrao, 2000).

En outre, il stimule l'appétit et la sécrétion des sucs gastriques. Utilisées comme condiment, les feuilles facilitent la digestion et l'assimilation des aliments. Elles ont la même action bénéfique que la menthe (*Mentha spicata*) et le romarin (*Rosmarinus officinalis*) (Muniz-Marquez, 2013).

II.5.5 Usage traditionnel de *L. nobilis*

L. nobilis est largement utilisée en cuisine et en médecine traditionnelle. La saveur aromatique des feuilles est à l'origine de leurs propriétés apéritives et digestives, en cas de perte d'appétit et de troubles digestifs (Aqili et Mayyan, 1992, Elmastase, 2006).

Le tableau 6 présente les multiples usages traditionnels de *Laurus nobilis* de part le monde.

Tableau 6: Quelques usages traditionnels du *Laurus nobilis*

| Pays | Partie utilisée | Mode | Usage | Références |
|-----------|--------------------------|------------|--|------------------------|
| Espagne | Feuilles | Décoration | Antirhumatismale, apéritif, digestif, hypoglycémiant | Fresquet et al, 1993 |
| Pakistan | Feuilles | Décoration | Diurétique, antiseptique, traitement des troubles digestifs | Chaudhry et Tariq 2006 |
| Palestine | Feuilles | | Anticancéreuse, antispasmodique | Kaileh et al, 2007 |
| U.S.A | Feuilles | | Antirhumatismale, carminatif, hypoglycémiant, traitements des bronchites aiguës et la migraine | Fang et al 2005 |
| | Feuilles, fleurs, fruits | In vitro | Antimutagène, anticancéreuse | Barla et al, 2007 |
| Serbie | Feuilles | Infusion | Carminatif, expectorant, diurétique, antirhumatismale, anticonvulsif et antiépileptique | Iimic et al, 2003 |
| Turquie | Feuilles | Infusion | Antirhumatismale, anti-hémorroïdes, diurétiques, flatulence, épigastrique | Kivcak et Mert, 2002 |

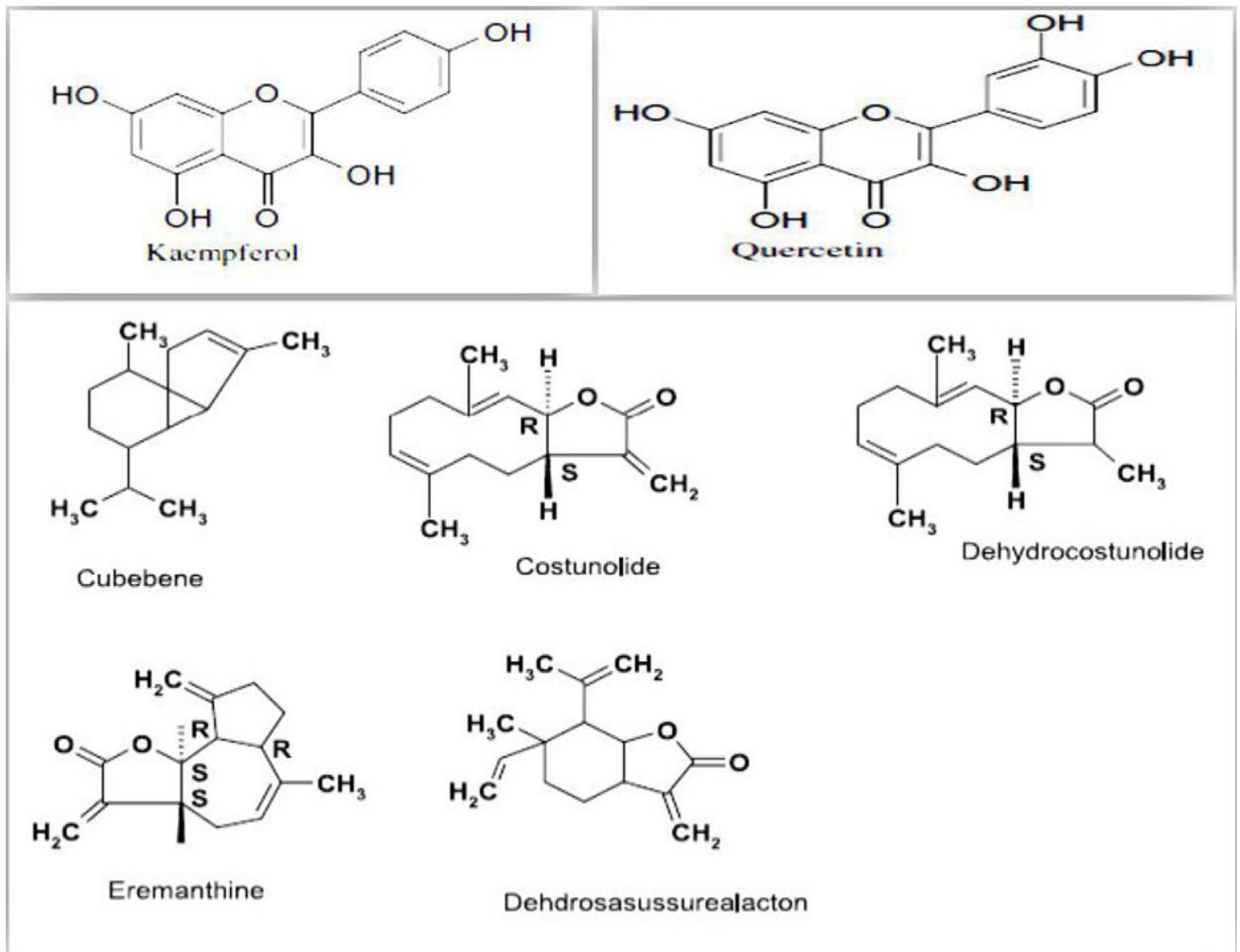


Figure 5: Structures chimiques de quelques composés identifiés dans les feuilles de *L. nobilis*. (Fang, 2005 ; Barla, 2007).

Chapitre III : Matériels et méthodes

Notre étude porte sur trois échantillons d'huiles d'olive provenant de trois régions qui sont : AFIR, BOUIRA, et LARAVAA NATH IRATHEN.

Après récolte et transport, l'extraction des huiles est réalisée dans une « MAASSARA » traditionnelle. Les huiles ont été conditionnées dans des flacons en verres étiquetés et stockés à une température ambiante pour être enrichis en poudre de Laurier.

III.1 Démarche expérimentale

III.1.1 Obtention de la poudre de Laurier (PA)

La figure suivante récapitule l'ensemble du matériel végétal et la méthodologie expérimentale.

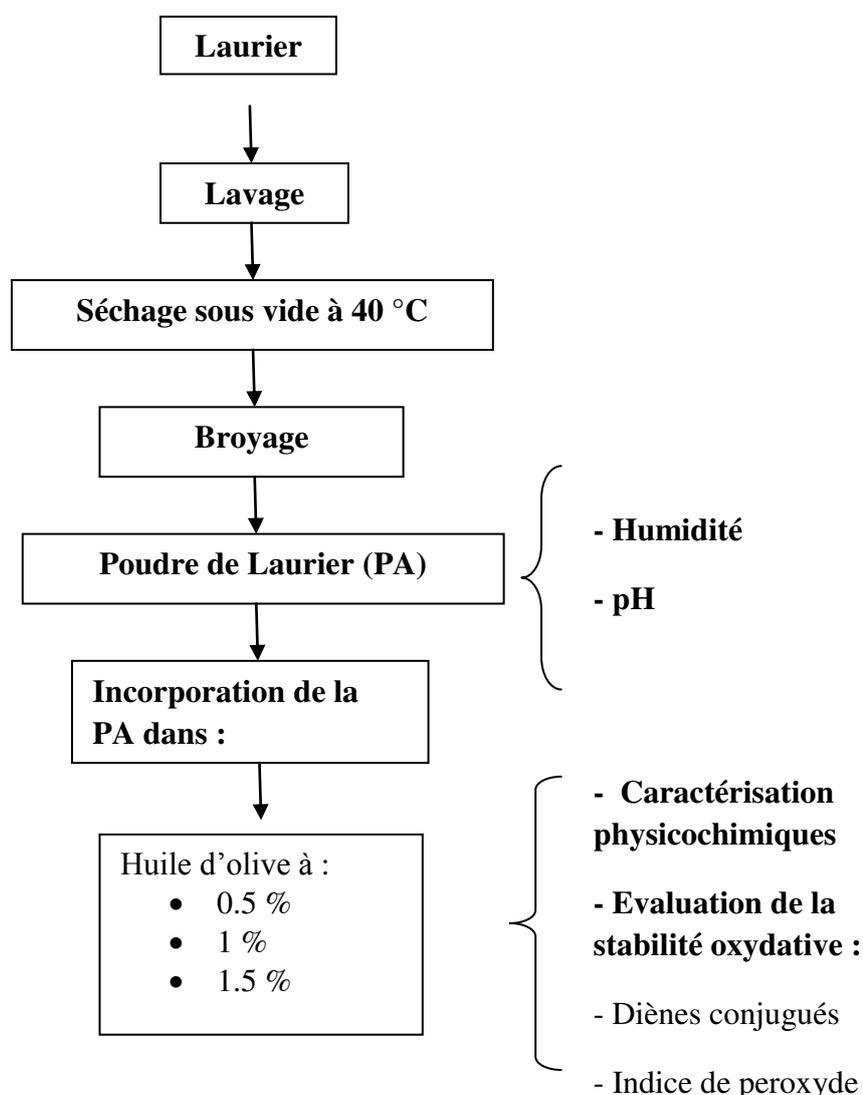


Figure 6: Schéma récapitulatif de l'ensemble du matériel végétal et la méthodologie expérimentale.

III.1.2 Obtention de la poudre de Laurie (PA)

Les feuilles de laurier sont récoltées de la région d'afir-boumerdes .après nettoyage, triage et découpage en petits morceaux (0.5x0.5 cm environ) . Les feuilles sont séchées sous vide à une température de 40°C. Le broyage des feuilles est réalisé à l'aide d'un broyeur de type (Heraeus)

La poudre ainsi obtenus conditionné dans des boites de 20g, hermétiquement fermées et stockée à 5°C jusqu'à utilisation.

III.1.3 Préparation des échantillons d'huile enrichis par la(PA)

Les huiles utilisés dans cette étude sont obtenus directement des huileries «MAASRA » de trois régions en janvier 2019 : AFIR, BOUIRA et L N I.

Les différentes huiles sont stockées dans des bouteilles en verre à l'abri de la lumière jusqu'à utilisation. Le tableau suivant récapitule les différents pourcentages d'enrichissement des huiles avec la poudre de laurier(PA).

Tableau 7: Préparation des huiles enrichies en PA

| Régions | Huile | Masse | Volume | Pourcentage |
|---------|-------|-------|--------|-------------|
| Afir | HOA | 4,5g | 900ml | 0,5% |
| Bouira | HOB | 9g | 900ml | 1% |
| L N I | HOL | 13,5g | 900ml | 1,5% |

Pour les besoins de notre étude, 900 ml d'huile de chaque région ont été utilisés. Les huiles enrichis sont préparés dans des flacons de 100 ml à différents pourcentage 0,5, 1 et 1,5 %. Trois répétitions pour chaque essai ont été effectuées.

III.2 Méthode d'analyse

III.2.1 Caractérisation de la PA

III.2.1.1 Détermination de la teneur en eau de la PA

La teneur en eau de la PA est déterminée selon la (NF t 60-305, juin 1976), décrite par (Aanfor, 1982) et qui consiste en un étuvage d'un échantillon d'un gramme à 105± 0.5°C jusqu'à poids constant.

A 0.0001 près, 2 gramme de la Poudre de Laurie sont pesé dans chaque capsule, ensuite placé dans l'étuve pendant 3 heures. Les capsules sont retirées de l'étuve puis placées dans le dessiccateur pour être refroidies ensuite pesées à l'aide d'une balance. L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant(en réduisant la durée du séchage de 30 min). La teneur en eau est exprimée en pourcentage par rapport à la masse humide. La teneur en eau est déterminée selon la formule suivante :

$$H\% = [1 - (M2 - M1) / p] \times 100$$

Ou :

H% : humidité

M1 : masse de la capsule(g)

M2 : masse de l'ensemble après étuvage (capsule+masse sèche)

P : masse de la prise d'essais

III.2.1.2 Détermination de pH

La mesure du pH est basée sur la différence du potentiel existant entre une électrode de verre et une électrode de référence.

Après avoir fait l'étalonnage du pH-mètre avec la solution d'hydrogénocarbonate de potassium (6.5 à 7), on a procédé a la détermination du pH de la Poudre de Laurie.

Pur cela 1 ± 0.001 g de la Poudre de Laurie est placée dans un bécher 20 ml d'eau distillée chaude récemment bouillie et refroidie. Après agitation, le pH est déterminer par un pH mètre électronique (de type...). En prenant soins que l'électrode soit complètement immergée dans la solution

La lecture se fait directement sur le pH-mètre à une température de 20°C (Wolef ,1968).

III.2.1.3 Détermination de la teneur en cendres

La méthode est basée sur la calcination de la PA à 600° dans un four à moufle jusqu' à obtention de cendres blanchâtres de poids constant.

La teneur en cendre est déterminée selon la méthode. Une masse de 1 gramme de la PA est placée dans une capsule en porcelaine et introduite dans un four réglé à $600 \pm 15^\circ\text{C}$ durant 4 heures jusqu'à l'obtention d'une couleur gris-claire ou blanchâtre. (Anfor NF 04-201,1980)

Les capsules sont ensuite refroidies dans un dessiccateur puis pesées.

La teneur en cendres(Cn) est déterminée selon la formule suivante :

$$Cn(\%) = [(M2-M1)/P] \times 100$$

Où :

M1 : masse de la capsule vide(en g) ;

M2 : masse de l'ensemble <<capsule+cendres>> (en g) ;

P : masse de la prise d'essai (en g).

Le taux de matières organiques (Mo, %) est déduit selon la relation suivante :

$$M0 (\%) = 100 - Cn(\%)$$

III.2.2 Evaluation de la qualité physicochimiques des huiles enrichis

III.2.2.1 Acidité

2,5 g de chaque huile sont utilisées dans 75ml d'éthanol en agitant énergiquement. Les acides gras libres sont neutralisés par NaOH 0,1N en présence de quelques gouttes de phénolphtaléine jusqu'à apparition d'une coloration rose pâle persistante une dizaine de secondes. Soit V le volume en ml de soude consommé. L'indice d'acide est calculé par la formule suivante : (Wolef, 1968).

$$I_{\text{Acide}} = \frac{M \times V \times N}{m}$$

Avec :

M : Masse molaire, exprimée en g/mole, de NaOH (M=40g /mole).

N : Normalité de la solution titré NaOH (0.10N).

V : Volume ml de NaOH consommé.

III.2.2.2 Indice d'iode

0,15g de chaque huile sont solubilisés dans 15ml de tétrachlorure de carbone, ensuite 25 ml de WIJS sont ajoutés. Le mélange est agité et placé à l'obscurité pendant deux heures. Au bout de ce temps, 20 ml de la solution d'iodure de potassium à 10%, et environ 150 ml d'eau sont ajoutés. L'iode libéré est titré avec le thiosulfate de sodium 0.1 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur. (Wolef, 1968).

Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions.

L'indice d'iode est donné par la formule suivante :

$$I_{\text{Iode}} = \frac{(V_0 - V)}{p} \times 12,69 \times N$$

Avec,

N : Normalité de la solution

V₀ : Volume de Na₂ S₂O₃ (ml) nécessaire pour titrer l'essai à blanc

V : Volume de Na₂ S₂O₃ (ml) nécessaire pour titrer l'échantillon

P : Prise d'essai (g).

III.2.2.3 Indice de saponification

L'indice de saponification, représente la quantité en milligrammes de KOH (potasse) nécessaire pour transformer en savon les acides gras libres et les glycérides contenus dans un gramme de corps gras.

Dans un erlenmeyer 2g du corps gras sont pesée. La saponification est réalisée par l'ajout de 25 ml de potasse alcoolique, ensuite le mélange est chauffé à ébullition sous réfrigérant à reflux pendant une heure en agitant de temps en temps.

L'excès de la potasse dans la solution savonneuse est titré avec l'acide chlorhydrique en présence de phénolphtaléine. (Wolef, 1968).

Un essai à blanc a est réalisé dans les mêmes conditions opératoires.

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

$$I_{\text{saponification}} = \frac{(Vt - VE) \times C \times M}{m}$$

Avec,

VT : Volume en ml de Hcl utilisé pour l'essai à blanc.

VE : Volume en ml de Hcl utilisé pour l'échantillon à analyser.

C : Concentration de la solution d'acide chlorhydrique en mol/l (0,5mol/l).

M : : masse molaire du KOH en g/mol (56.1g/mol).

m : prise d'essai en g.

III.2.2.4 La densité

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température (Lion, 1955).

Le pycnomètre parfaitement propre est pesé, rempli d'eau distillée et placé dans l'étuve à. Lorsque l'équilibre de température est atteint, le niveau de l'eau au trait de repère est ajusté.

Après refroidissement le pycnomètre est pesé.

Après nettoyage et séchage par l'alcool, puis à l'oxyde diéthylique, le pycnomètre est rempli d'huile et placé dans l'étuve. Le niveau d'huile est ajusté lorsque l'équilibre de température est atteint.

Le pycnomètre plein d'huile est pesé après le refroidissement.

La densité est calculée par la formule suivante :

$$D = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

Avec :

m₀ : Masse de pycnomètre vide.

m₁ : Masse du pycnomètre rempli d'eau.

m₂ : Masse de pycnomètre rempli d'huile d'olive.

III.2.3. Evaluation de la stabilité oxydative des huiles enrichis en PA

III.2.3.1. Indice peroxyde

Dans une fiole conique de 250 ml; on pèse 1g d'huile, on ajoute 10 ml de éthanol, 20 ml d'acide acétique glacial et 1 ml de solution d'iodure de potassium saturée.

Après agitation pendant 1 mn, on met la fiole à l'abri de la lumière pendant 5 mn et on titre par le thiosulfate de sodium 0.01N jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune paille, puis on ajoute 1ml de solution d'amidon (la coloration devient bleue) et on continue le titrage jusqu'à décoloration totale, parallèlement on effectue un essai à blanc (Wolef, 1968). L'indice de peroxyde (IP) exprimé en méq / Kg, est donné par la formule suivante :

$$IP \text{ (méq/Kg)} = (V - V_1)/P \times 100$$

Soit V le volume de thiosulfate consommé, V₁ le volume de thiosulfate de l'essai à blanc, P le poids de la prise d'essai.

III.2.3.2 Diènes conjugués à 232 et 270 nm

Cette analyse consiste à déterminer les coefficients d'extinction (K₂₃₂ et K₂₇₀) 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, 1999).

0.1g de chaque huile ont été dilués dans 10 ml de cyclohexane. L'absorbance est mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis de type(T60) à 232 et 270 nm.

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

$$E = A_{\lambda} / C \cdot l$$

E : extinction spécifique a la longueur d'onde λ .

A_{λ} : absorbance mesurée a la longueur d'onde λ .

C : concentration de la solution en gramme par 100 millilitres.

l : épaisseur de la cuve en centimètre (1cm)

III.2.4.3 Activité antioxydante

Test de piégeage du radical libre DPPH : Le test antioxydant a été réalisé avec la méthode au DPPH (Cristina 2005).

100 μ l de chaque huiles à différentes concentrations (de 0.5 à 1.5 %) sont ajoutés à 3.9 ml de la solution méthanoïque du DPPH (0,025g/l). Parallèlement, un contrôle négatif est préparé en mélangeant 100 ml de méthanol avec 3.9 ml de la solution méthanolique de DPPH. La lecture de l'absorbance est faite contre un blanc préparé pour chaque concentration à 515nm après 30 min d'incubation à l'obscurité et à la température ambiante. Les résultats ont été exprimés en pourcentage d'inhibition (I%).

III.2.4.4 Rancimat test

Ce test serve à quantifier la résistance d'un corps gras à l'oxydation. Elle a été effectuée par le Rancimat 743 (Figure 7) qui est un outil reconnu pour ces mesures et qui a remplacé le test manuel du Swift. Ce type d'expérience est référencé dans la norme (ISO 6886). Le résultat de ce test est un temps d'induction dont la valeur permet d'évaluer la résistance à l'oxydation du corps gras que l'on a introduit.

Le Rancimat est un appareil composé de deux fours pouvant accueillir chacun 4 tubes à essai. L'échantillon est porté à une température fixée entre 50°C et 220°C. Toutefois les tests effectués dans les publications sont en général effectués entre 98°C et 140°C. Pendant que l'échantillon est maintenu à la température choisie, un courant d'air sec (généralement 10 ou

20L d'air par heure) est insufflé dans le corps gras. En chauffant et, dans une moindre mesure, en augmentant l'apport en oxygène, on accélère le rancissement de l'huile.

Dans l'échantillon vont se former les peroxydes résultant de l'oxydation primaire après un certain temps de réaction, les acides gras sont entièrement détruits. Parmi les produits de cette oxydation secondaire, se trouvent des acides organiques à faible poids moléculaire ainsi que des composés organiques volatils. Ces derniers sont entraînés par le courant d'air vers un autre compartiment contenant de l'eau distillée dont la conductivité est relevée en continu par l'ordinateur relié à l'automate. L'oxydation secondaire est alors détectée par une augmentation de la conductivité de l'eau distillée. Le temps entre le début de l'expérience et l'annulation de la dérivée seconde de la courbe de conductivité est défini comme étant le temps d'induction qui est la valeur qui nous intéresse. Ainsi, une huile ayant un temps d'induction élevé résistera théoriquement mieux qu'une huile au faible temps d'induction (Goudineau J-M ; 2010).



Figure 7 : Appareil de Rancimat.

On pèse 3g de chaque huile, dans les tubes de réaction de l'appareil. On introduit 60 ml d'eau distillée, dans chaque flacon de mesure. Les électrodes sont placées aux endroits indiqués, et on programme l'équipement selon la méthode choisie. Pour nos essais, la température est réglée à 98°C, avec un débit d'air de 20 l/h (Figure 8).

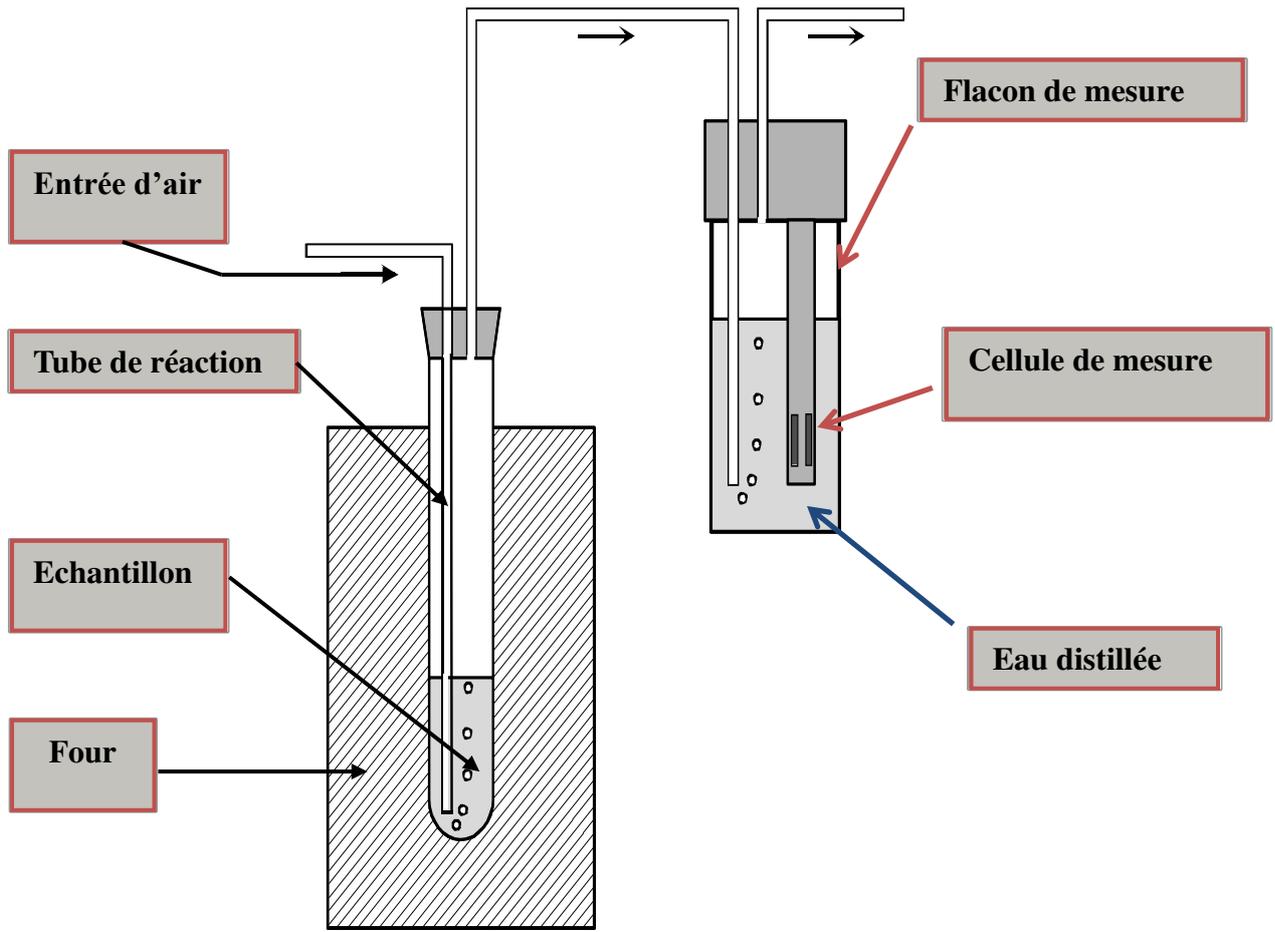


Figure 8: L'illustration schématique de fonctionnement du Rancimat (Goudineau J-M, 2010).

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Caractéristiques de la poudre de *L. nobilis*

Le tableau suivant récapitule les caractéristiques physicochimiques de la poudre de *L. nobilis*

Tableau 8: Caractéristiques physicochimiques de la poudre de laurier

| Paramètre | Résultats |
|---------------|-----------|
| Cendre | 5.5 % |
| pH | 7,58 |
| Teneur en eau | 9.0 % |

Les résultats obtenus, montrent une humidité de 9.0 %, obtenue par séchage sous vide. Comparativement à d'autres techniques de déshydratation, la poudre de *L. nobilis* présente une bonne stabilité. Le pH de la poudre de *L. nobilis* est doux (7.58), cela peut être expliqué par la composition chimique de la poudre de *L. nobilis* (un équilibre entre les alcalins et les acides).

Le taux de cendre représente la quantité totale en sels minéraux présents dans la poudre de *L. nobilis*. La valeur trouvée (5.5 %) montre la richesse de la PA en minéraux.

IV.2. Caractéristiques physicochimiques des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis*

Tableau 9 récapitule les résultats des paramètres physicochimiques de l'huile d'olive enrichie en PA.

IV.2.1. Acidité

L'acidité nous renseigne sur le pourcentage des acides gras libres présents dans l'huile. Les résultats obtenus (Figure 9) montrent une augmentation de l'acidité des huiles des trois régions par rapport au témoin, cela peut être expliqué par l'humidité de la poudre de laurier incorporée, ce qui accélère l'altération de l'huile par l'hydrolyse.

L'acidité élevée de l'huile de la région de (L N I et BOUIRA) par rapport à celle d' Afir peut être expliquée par les conditions d'extraction et les conditions de stockage de l'huile.

Aussi, les résultats du tableau montrent que l'huile de la région d'AFIR présente une acidité inférieure à 2 %, normes fixer par (COI, 2013) pour une huile extra vierge. Cette valeur est supérieure à celle trouvé par (Zaidi, 2016 et Mnasser, 2005) avec une valeur de 0,17 et 0,49 respectivement.

Tableau 9: Caractéristiques physicochimiques des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis*.

| Huile d'olive | Concentration en poudre de <i>L. nobilis</i> (%) | Densité | Acidité (%) | Indice de saponification |
|---------------|--|--------------|-------------|--------------------------|
| Afir | Témoin | 0,932± 0,027 | 0,84± 0,121 | 189 ± 0,15 |
| | 0,5 | 1,076±0,039 | 2,24±0,01 | 212 ± 0,45 |
| | 1,0 | 1,323±0,036 | 1,81±0,01 | 211± 0,35 |
| | 1,5 | 1,423±0,015 | 2,17±0,02 | 209± 0,40 |
| L N I | Témoin | 0,847± 0,034 | 1,98± 0,06 | 191 ± 0,30 |
| | 0,5 | 0,919± 0,027 | 2,93± 0,04 | 212 ±0,45 |
| | 1,0 | 0,919±0,011 | 2,52± 0,2 | 214 ± 0,34 |
| | 1,5 | 0,935±0,02 | 2,38±0,03 | 214 ± 0, 34 |
| BOUIRA | Témoin | 0,834± 0,04 | 1,51±0,12 | 192 ± 0,15 |
| | 0,5 | 0,963±0,054 | 3,50 ±0,02 | 211 ± 0,25 |
| | 1,0 | 1,213±0,091 | 3,43±0,07 | 214 ± 0,34 |
| | 1,5 | 1,305±0,017 | 3,13±0 | 208 ± 0,35 |

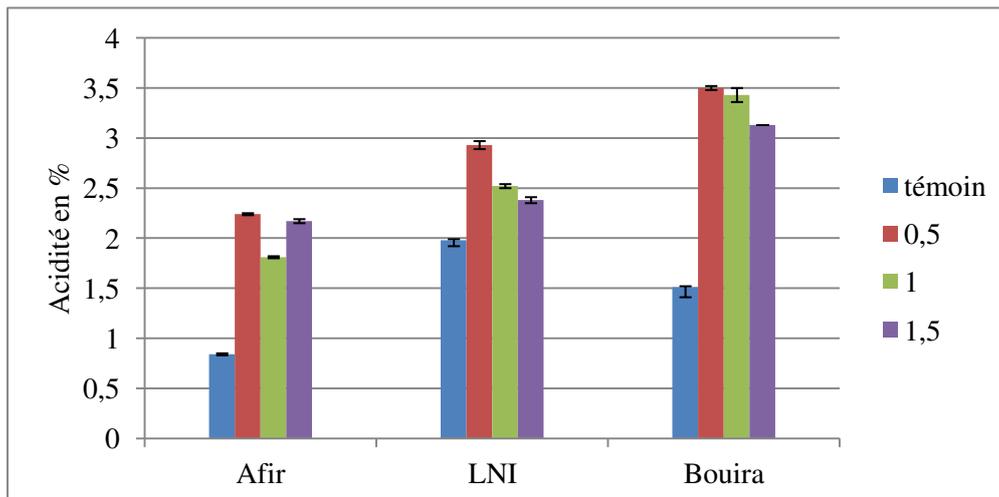


Figure 9: Acidité de l'huile d'olive de différentes régions enrichie en poudre de *L. nobilis*

IV.2.2. Indice de saponification

L'indice de saponification exprime la quantité nécessaire de soude pour saponifier 1G du corps gras. Il est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras longue (Lion, 1955). Les résultats de l'indice de saponification des huiles analysées sont résumés dans le tableau 9.

D'après les résultats trouvée : l'indice de saponification élevé des huiles analysées montre la richesse de l'huile d'olive en acide gras longue chaîne. L'augmentation de l'indice de saponification des huiles enrichies peut être du à l'effet de concentration de la Poudre de Laurier.

Les huiles des 3 régions présentent un indice de saponification inférieure à 196, norme fixer par (COI, 2013).

L'indice de saponification des huiles enrichis des 3 régions est supérieure à celui trouver par Addou(2017) avec une valeur varie entre 184 et 196.

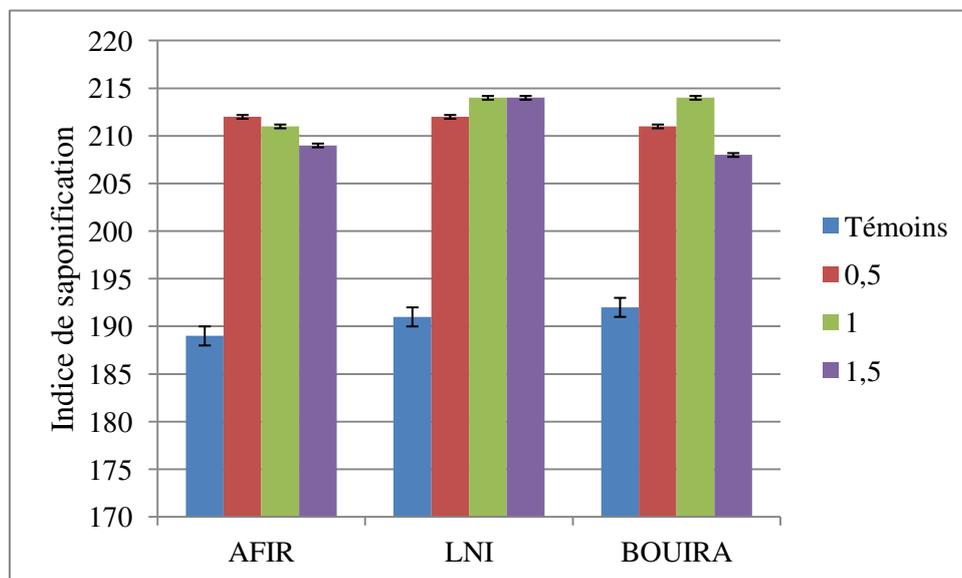


Figure 10: Indice de saponification de différentes huiles enrichies en PA

IV.2.3. La densité

La densité est un critère de pureté. Les valeurs de la densité des différentes huiles sont conformes aux normes établies par le Codex .A et le COI.

La faible différence de densité entre les huiles analysée (Afir, $d=0.932$; LNI, $d=0.847$; Bouira, $d=0.834$) (Tableau 9 et Fig. 11) peut être expliqué par la différence de composition des huiles des différentes régions.

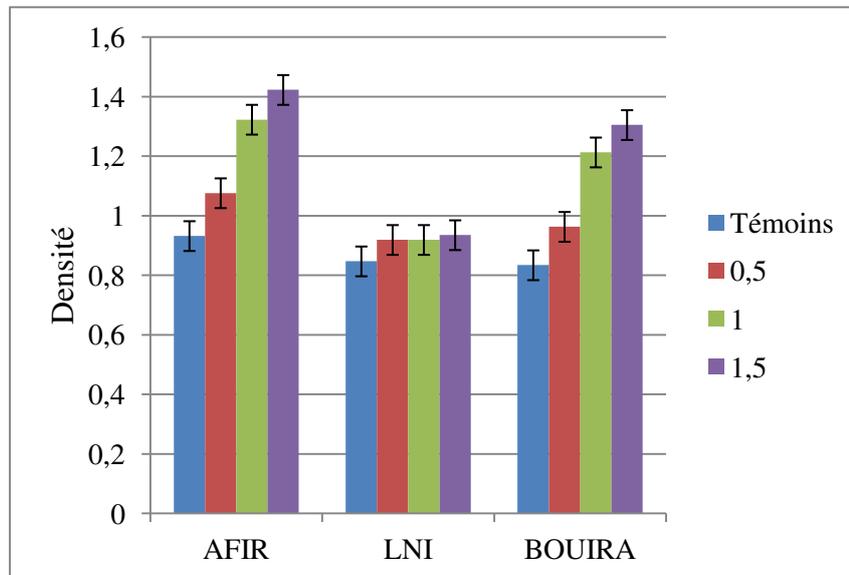


Figure 11: La densité des différentes huiles enrichies en poudre de *L. nobilis*

Les résultats obtenus montrent que l'augmentation de la densité est proportionnelle à la concentration en poudre de *L. nobilis*. Cela peut être expliqué par le passage de certains composés (biomolécules liposoluble) de la poudre de *L. nobilis* dans l'huile.

IV.3. Evaluation de la stabilité oxydative des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis*

La stabilité oxydative est un paramètre important dans l'évaluation de la qualité des huiles, car elle donne une information fiable de leur susceptibilité à la dégradation et des principales causes de leur changement. Une stabilité plus ou moins élevée de l'huile, signifie la conservation ou pas des paramètres dynamiques de l'huile (Benakmoum A, 2009).

IV.3.1. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est mesuré pour tous les échantillons des huiles préparées. Les résultats sont représentés dans le tableau 10.

Tableau 10 : Résultats de l'indice de peroxyde des différentes huiles enrichies en poudre de *L. nobilis*.

| Echantillons | Concentration en poudre de <i>L. nobilis</i> (%) | Indice de peroxyde (mécq O ₂ /Kg) |
|--------------|--|--|
| Afir | Témoin | 12,63 |
| | 0,5 | 2,25 |
| | 1 | 3,71 |
| | 1,5 | 4,52 |
| LNI | Témoin | 14,77 |
| | 0,5 | 3,09 |
| | 1 | 3,51 |
| | 1,5 | 4,75 |
| Bouira | Témoin | 12,24 |
| | 0,5 | 3,25 |
| | 1 | 3,75 |
| | 1,5 | 4,40 |

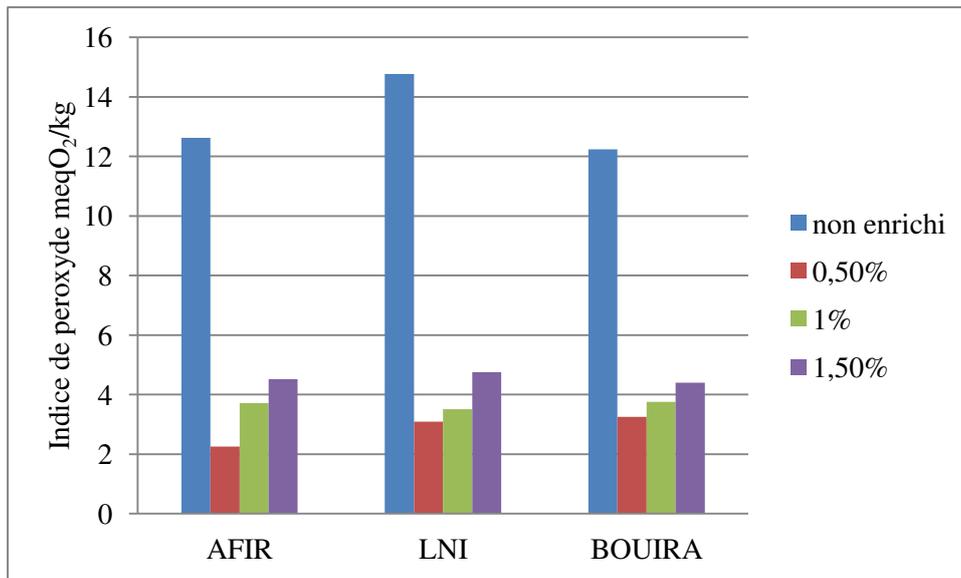


Figure 12: L'indice de peroxyde des différentes huiles d'olive enrichie en poudre de *L. nobilis*

L'altération chimique des acides gras par l'oxygène de l'air (ou autres facteurs) débuté par la formation d'un peroxyde, la détermination de l'indice de peroxyde est basée sur l'oxydation des iodures en iode par l'oxygène actif de peroxyde. Les résultats obtenus sont exprimés en méq d'O₂ actif /Kg de corps gras.

D'après les résultats trouvés, les valeurs de l'indices de peroxyde des l'huiles fraîches sont dans les normes. A titre indicatif, le CODEX Alimentaire fixe une valeur de 10 meq/kg pour les huiles vierges et les huiles pressées à froid (Rapport du Codex 1995). Cette valeur « seuil » peut cependant être différente dans le cas de matières grasses extraites de matrices alimentaires complexes.

Les huiles d'olive des trois régions (Afir, LNI et Bouira) enrichie en poudre de Laurier, présentent des indices de peroxyde plus faibles que le témoin, ceci peut être dû à l'effet des biomolécule de la poudre de *L. nobilis*. A notre connaissance et selon la bibliographie, il n'existe aucune étude se rapportant à l'effet protecteur de la poudre de *L. nobilis* incorporée dans l'huile d'olive. D'après les résultats de certains travaux qui portent sur l'activité antioxydante des huiles essentiels des feuilles de Laurier, les extraits de ces dernières sont dotés d'un potentiel antiradicalaire et antioxydant modérée par rapport aux antioxydants standards employés (BHT) (Ouibrahim, 2015).

Par conséquent, on peut déduire que les huiles essentielles de la poudre de *L. nobilis*, principalement le 1,8 cinéole (35,31%) (Ouibrahim, 2015) peuvent agir en tant qu'antioxydants primaires en piégeant les radicaux libres, ou alors en tant qu'antioxydants secondaires en désactivant l'oxygène singulet.

Compte tenu de l'instabilité des peroxydes, l'indice de peroxyde à lui seul ne reflète pas toutefois le degré d'oxydation, pour cela, un complément d'analyse a été effectué :

- Dosage des diènes conjugués
- Test de Rancimat.

IV.3.2. Spectrophotométrie des diènes conjugués

La peroxydation des acides gras insaturés provoque la conjugaison des doubles liaisons et la formation des diènes conjugués relativement stable mesurés par spectrophotométrie à 232 et 270 nm. Les résultats trouvés sont récapitulés dans le tableau 11.

Tableau 11: Absorbance des diènes conjugués des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis*

| Huile d'olive | Concentration en poudre de <i>L. nobilis</i> (%) | Détermination | |
|---------------|--|---------------|-------------|
| | | DO à 232 nm | DO à 270 nm |
| Afir | Témoin | 0,074 | 0,095 |
| | 0,5 | 0,074 | 0,142 |
| | 1 | 0,157 | 0,196 |
| | 1,5 | 0,305 | 0,393 |
| LNI | Témoin | 0,172 | 0,115 |
| | 0,5 | 0,180 | 0,921 |
| | 1 | 0,135 | 0,161 |
| | 1,5 | 0,119 | 0,169 |
| Bouira | Témoin | 0,089 | 0,107 |
| | 0,5 | 0,184 | 0,232 |
| | 1 | 0,057 | 0,079 |
| | 1,5 | 0,091 | 0,098 |

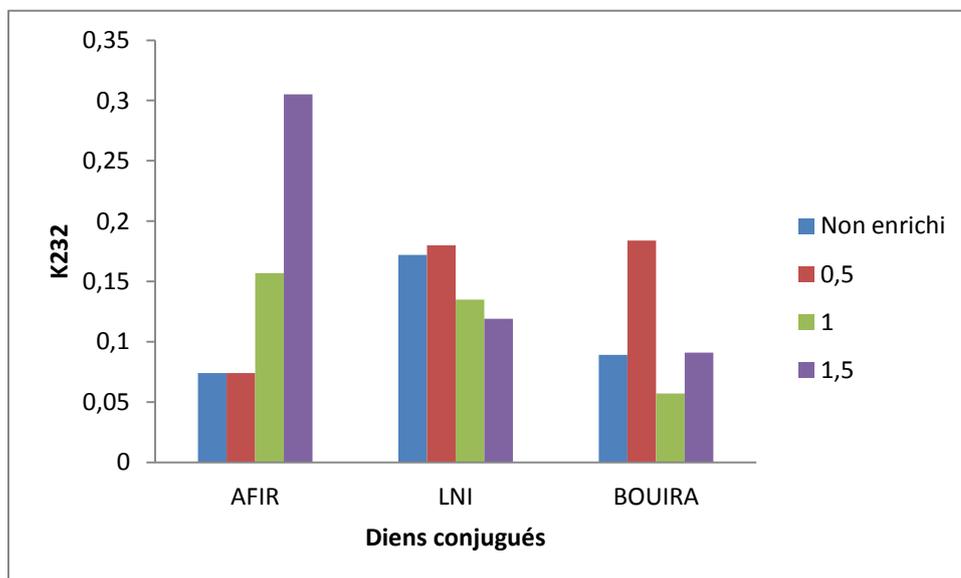


Figure 13: Absorbance des diènes conjugués des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis* (k232).

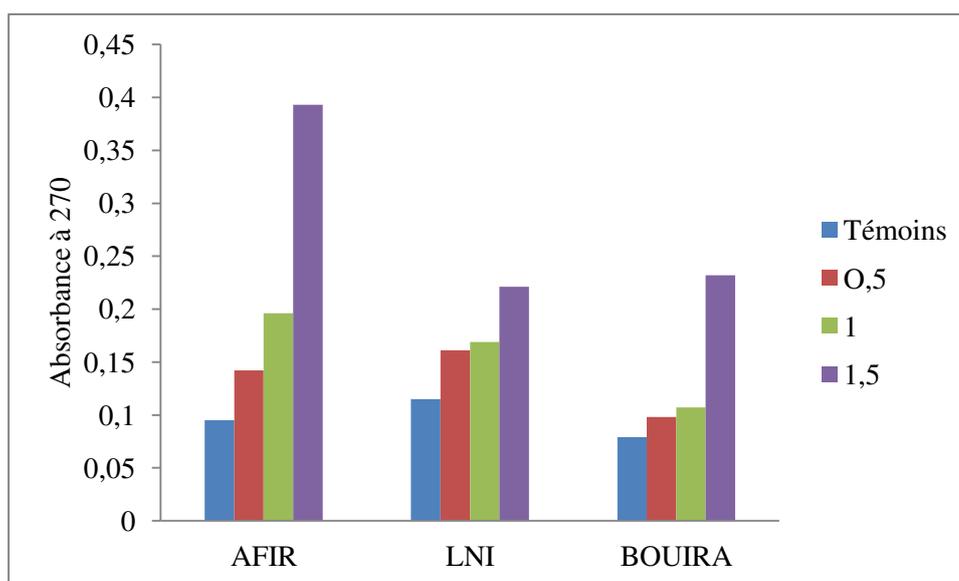


Figure 14: Absorbance des diènes conjugués des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis* (k270).

D'après ces résultats, on constate que l'huile de Bouira à 1,5% de poudre de *L. nobilis* présente une forte extinction (0,91 à 323 nm) par rapport à l'huile non enrichie. La limite fixée par le (COI, 2003) pour une huile d'olive extra vierge est de 2.

A l'exception de l'huile de la région de LNI enrichie à 1 et 1,5 % de poudre de *L. nobilis* ou on a constaté une diminution de l'extinction à 232 nm par rapport au témoin, les huiles des autres régions sont plus peroxydées que le témoin.

IV.3.3. Activité antiradicalaire (Test de DPPH)

Le DPPH est un radical libre nous permettant de déterminer le potentiel de piégeage de nos huiles grâce à sa sensibilité à détecter les composants actifs à des basses concentrations (Yi et al, 2008). L'activité antiradicalaire a été estimée spectrophotométriquement en suivant la réduction du DPPH à 517nm (Maisuthiaskul, 2007).

La figure 15 illustre l'efficacité des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis* à piéger le radical DPPH, traduite par le taux d'inhibition (I%) en fonction des différentes concentrations. D'après les résultats, l'évolution de l'activité antiradicalaire est dose-dépendante pour les faibles concentrations, car elle augmente avec l'augmentation des concentrations en poudre de *L. nobilis* dans le milieu réactionnel, mais elle est non dose-dépendante à des concentrations supérieures à 1%.

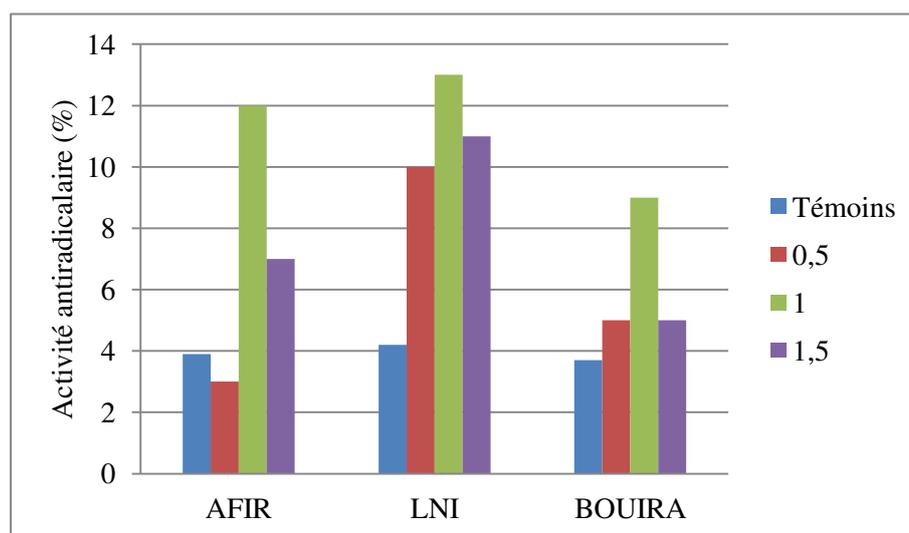


Figure 15: Activité antiradicalaire des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis*.

Le potentiel antiradicalaire des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis* est supérieur à celui du témoin pour les huiles des trois régions (Afir, LNI et Bouira).

Le pouvoir antioxydant des composés peut être estimé soit in vivo, sur des organismes vivants, soit in vitro, en utilisant des tests qui miment les phénomènes physiologiques. Vu que les antioxydants agissent par divers mécanismes afin de prévenir ou limiter les dommages occasionnés par des EOR, différentes méthodes ont été développées. Ces méthodes impliquent le mélange d'espèces oxydantes (radicaux libres, complexes métalliques oxydés) avec un échantillon qui contient des antioxydants capables de neutraliser la formation des radicaux. Ces antioxydants peuvent agir selon deux mécanismes majeurs (Prior, 2005) : soit par transfert d'atome d'hydrogène, soit par transfert d'électron. Les méthodes basées sur le transfert d'atome d'hydrogène mesurent la capacité globale d'un antioxydant à réprimer les radicaux libres par donation d'un atome d'hydrogène, alors que les méthodes basées sur le transfert d'électron mesurent la capacité d'un antioxydant à transférer un électron qui réduira n'importe quel composé, incluant les métaux, les carbonyles et les radicaux (Michel, 2011).

Dans la présente étude, la méthode utilisée pour évaluer l'activité anti-oxydante des huiles enrichies en poudre de *L. nobilis* est le piégeage du radical libre DPPH.

D'après nos résultats, la poudre de *L. nobilis* a générée une forte activité antiradicalaire pour les huiles enrichies. Les bons résultats qu'a présentés le laurier sont compatibles avec ceux trouvés par (Kang, 2002 et Simic, 2003) pour les huiles essentielles de laurier.

Outre l'activité antiradicalaire, le pouvoir anti-péroxydation lipidique des huiles essentielles de Laurier a été évalué par la méthode de blanchissement du β -carotène. Une des réactions les plus importantes de la peroxydation lipidique est l'auto-oxydation des acides gras insaturés, incriminée dans de nombreuses atteintes cellulaires (Santoyo, 2006). Ozcan et ses collaborateurs (2010), ont trouvé que le pourcentage d'inhibition de l'oxydation de l'acide linoléique par l'huile essentielle de laurier était de 64,28%.

Concernant l'HE de *L. nobilis*, (Ruberto et Barata, 2000) ont attribué son modeste potentiel antioxydant à la présence de mono terpènes oxygénés dont le 1,8-cinéole, ce dernier a été considéré comme un faible antioxydant avec un IC50 assez élevé 9,360mg/ml. Par contre le linalol, jouit d'un pouvoir antioxydant appréciable (Aazza ,2011). Cette observation contredit l'étude menée par (Ruberto et Barata, 2000) où ils ont affirmé que le linalol n'avait pas d'activité et ont compté ce composé comme un pro-oxydant.

IV.3.4. Test de Rancimat

Dans le but de mieux élucider, l'effet antioxydant de la poudre de *L. nobilis*, le profil de l'évaluation de la dégradation de l'huile d'olive d'Afir enrichie chauffée à 120°C est obtenu.

Le tableau 12 et les figures 16, 17, 18, 19 et 20 récapitulent les résultats du test de Rancimat.

Tableau 12: Le temps d'induction des huiles des trois régions enrichie en poudre de *L.nobilis*.

| L'huile d'olive | Caractéristique | Temps d'induction | |
|-----------------|-----------------|-------------------|--------------------------|
| | | Temps (h) | % d'augmentation/témoins |
| L'huile d'Afir | Témoin | 1.71 | - |
| | 0.5 % P | 1.71 | 0 |
| | 1 % PA | 1.81 | 5.84 |
| | 1.5 % PA | 1.73 | 1.1 |

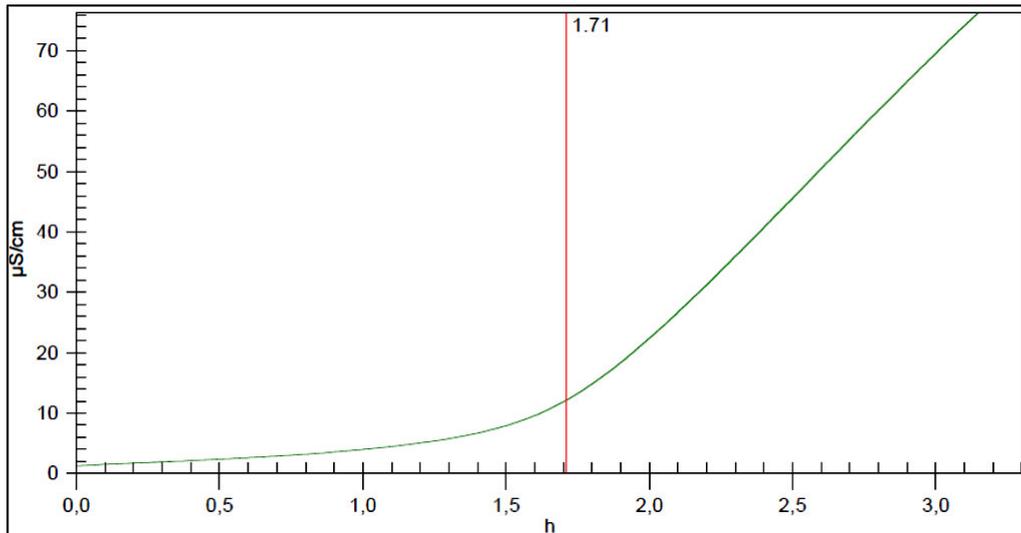


Figure 16: Résultats des temps d'induction de l'huile d'olive d' Afir (témoin)

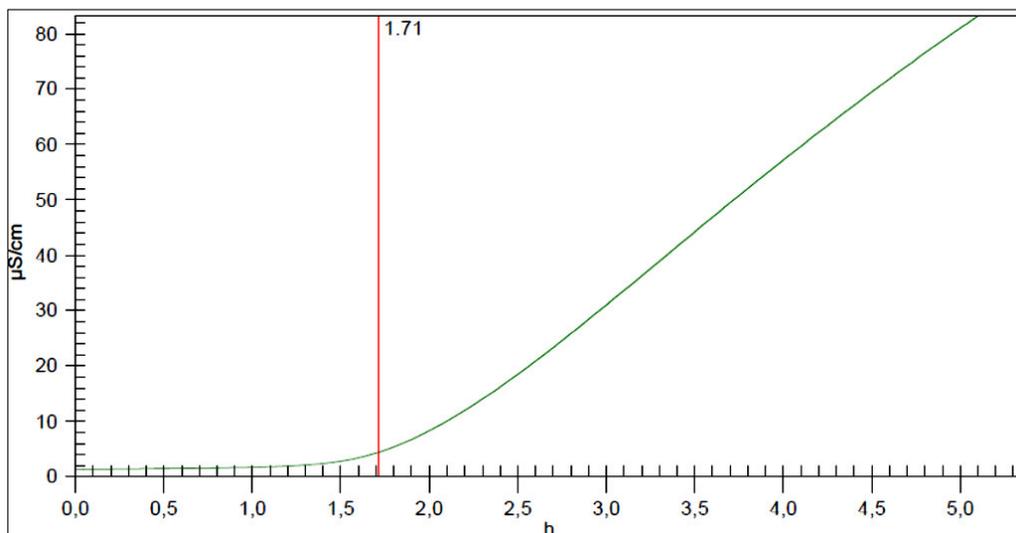


Figure 17: Résultats des temps d'induction de l'huile d'olive d' Afir enrichie en poudre de *L. nobilis* à 0.5 %.

À partir des courbes (Fig. 16 et Fig. 17) associées à l'évolution de la conductivité en fonction du temps, on remarque, d'abord, que les huiles d'olive enrichies, chacune, par la poudre de *L. nobilis* à différentes concentrations présentent toutes la même allure que la courbe associée à l'huile d'olive témoin.

Ceci montre que les huiles enrichies se dégradent selon un mécanisme semblable à celle de l'huile témoin, certes, d'une façon moins forte mais non moins efficace.

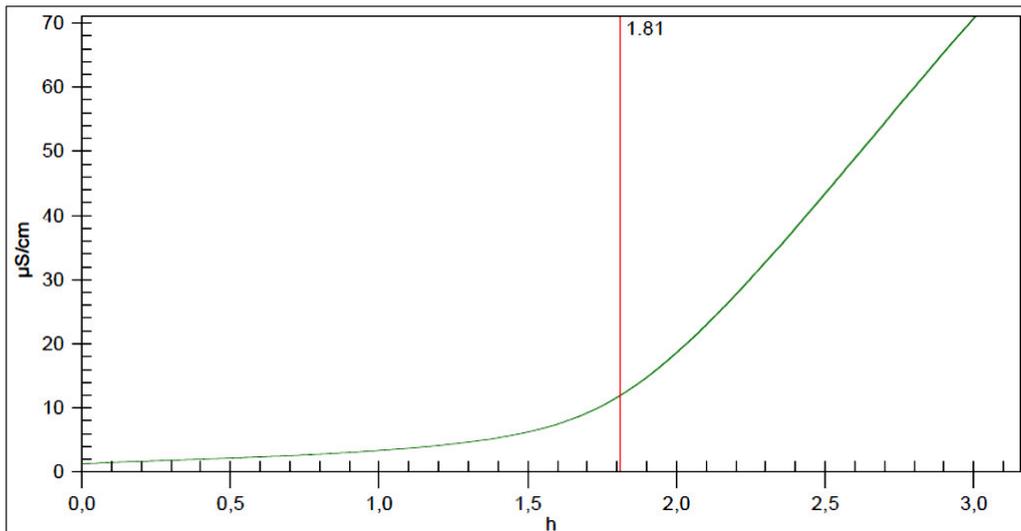


Figure 18: Résultats des temps d'induction de l'huile d'olive d'Afir enrichie en poudre de *L. nobilis* à 1.0 %.

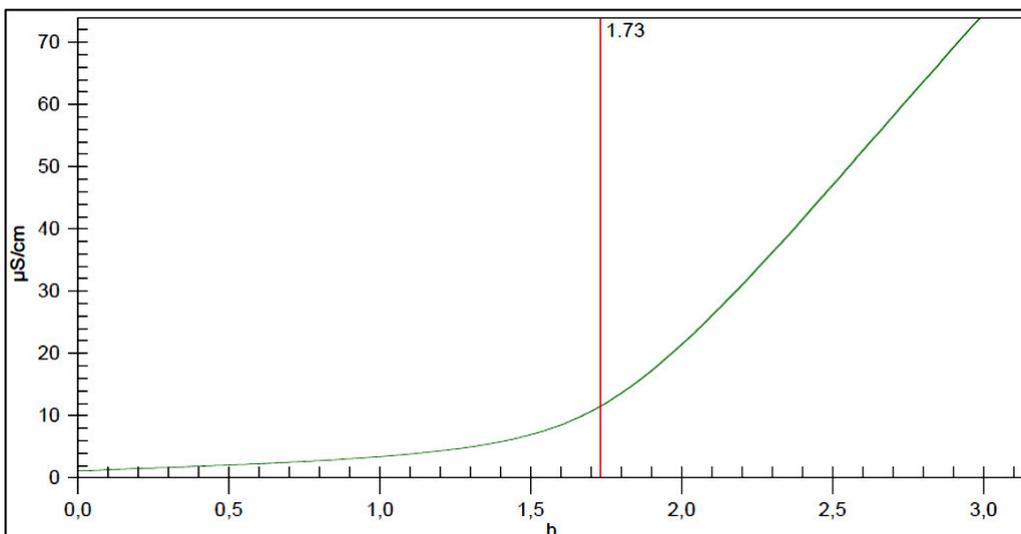


Figure 19: Résultats des temps d'induction de l'huile d'olive d'Afir enrichie en poudre de *L. nobilis* à 1.5 %.

Quand on décèle, par la suite, des réductions qui peuvent aller jusqu'à 5.84 % du temps de la résistance à l'oxydation (Figure 18). Contrairement à l'huile d'olive enrichie avec la poudre de *L. nobilis* à 1.5% qui présente une faible amélioration (de l'ordre de 1.1%). Cette différence de résistance à l'oxydation entre ces trois huiles enrichies en poudre de *L. nobilis* peut être liée à la nature et la concentration en antioxydante.

Ces résultats sont en concordance avec ceux de l'indice de peroxyde, où la peroxydation lipidique est inhibée de 60 % pour l'huile d'Afir enrichie à 1 de poudre de *L. nobilis*.

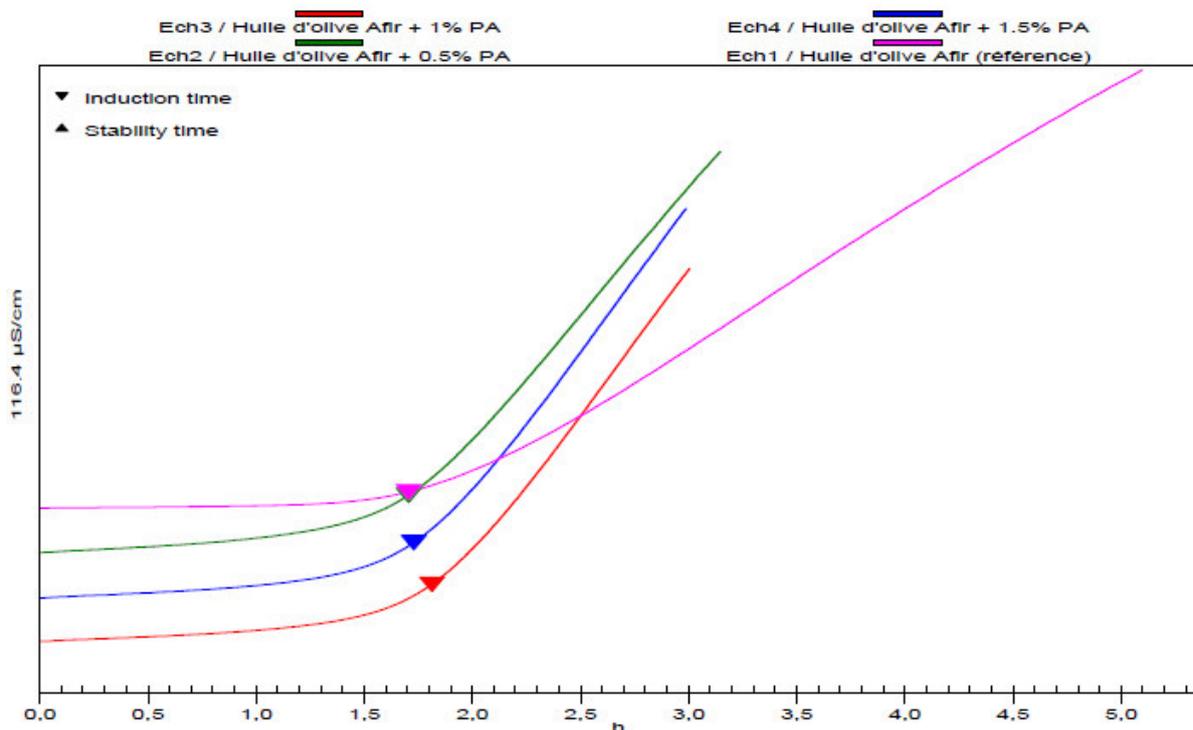


Figure 20: Comparatif du temps d'induction des huiles d'olive enrichies en poudre de *L.nobilis*.

Globalement les résultats du test de ranimât peuvent être résumés en quatre points :

- L'huile d'olive de la région d'Afir enrichie avec la poudre de *L. nobilis* à 1%, résiste mieux à l'oxydation que l'huile d'olive enrichie avec la poudre de *L. nobilis* à 1.5 % et l'huile témoin. Cette résistance est expliquée par une inhibition ou un ralentissement du phénomène d'oxydation de l'huile d'olive enrichie en poudre de *L.nobilis*.
- La diminution de temps d'induction à une concentration supérieure à 1% peut être expliquée l'effet pro-oxydant de la poudre de *L. nobilis* à des fortes concentrations.
- A des faibles concentrations de poudre de *L. nobilis* (0,5%) le temps d'induction ne s'est pas amélioré (1,71h).
- L'évolution de la conductivité après le point d'inflexion (Figure 20) est plus marquée avec l'huile d'olive enrichie que le témoin et que la pente est un peu plus faible dans le cas de l'huile non enrichie. Cette augmentation de la conductivité peut être due à la décomposition des biomolécules de la poudre de *L. nobilis*.

Durant le chauffage, la composition de la poudre de *L. nobilis* que le comportement de ses différents composés, dépendent d'une façon simultanée de l'effet de la température et des réactions que peuvent avoir ces composés dans l'huile végétales (acides gras, oxygène...). Pour expliquer le mécanisme de l'effet antioxydant, plusieurs paramètres interviennent comme la volatilité des composés de la poudre de *L. nobilis*, leur pourcentage et leurs instaurations.

Il est évident qu'à une haute température, il y aurait lieu de la volatilisation de composés à poids moléculaires faibles de la famille des monoterpènes. Il est possible de proposer que ces composés volatiles, qui ne sont pas forcément des phénols, s'ils réagissent avec l'oxygène et s'oxydent en protégeant l'huile, peuvent se volatiliser, par la suite, entraînant avec eux ces composés formés, ce qui ralentirait considérablement le mécanisme de l'oxydation des acides gras insaturés. Alors, dans le cas, des huiles essentielles de laurier, leur pouvoir antioxydant est peut être due à leur richesse en composés oxydes terpéniques, monoterpéniques et même monoterpénoliques comme, respectivement, le 1,8-cinéole (23%, 45%), gamma-terpinène (12,5%). Ces composés sont volatiles et les plus concentrés, ils agissent, avant leur évaporation sous l'effet de la chaleur, les premiers, vu leur quantité élevée, protégeront l'huile de l'oxygène de l'air et d'autres oxydants (Kahouli, 2010).

Dans le cas contraire, un autre processus peut intervenir, celui de l'action de composés poly- et monoinsaturés moins volatiles des familles des esters terpéniques et des monoterpènes : comme l'acétate d'alpha-terpényl (19,5%), dans l'huile essentielle de laurier, qui vont réagir préférentiellement avec l'oxygène par rapport à l'huile végétale.

Conclusion générale

Cette étude nous a permis de montrer que la poudre de Laurier a un effet antioxydant dans l'huile d'olive chauffée à une température élevée (120°C). En effet l'enrichissement de l'huile d'olive par la poudre de Laurier à une concentration de 1%, a amélioré la résistance à l'oxydation de 5 % par rapport à celle non enrichie. Contrairement à l'huile d'olive enrichie avec la poudre de *L. nobilis* à 1.5% qui présente une faible amélioration (de l'ordre de 1.1%). Cette différence de résistance à l'oxydation entre ces huiles enrichies par poudre de *L. nobilis* peut être liée à la nature, la concentration en antioxydant et à la présence d'autres composés non phénoliques ou qui n'ont pas une activité antioxydante.

Ces résultats sont en concordance avec ceux de l'indice de peroxyde, où la peroxydation lipidique est inhibée de 60 % pour l'huile d'Afir enrichie à 1% de poudre de *L. nobilis*.

Par ailleurs, la poudre de Laurier à différentes concentrations : 0.5, 1 et 1.5 % a manifesté une activité antioxydante et a inhibé le radical DPPH.

L'utilisation de substances naturelles pour enrichir les huiles végétales constitue un concept innovant et intéressant. Le choix de la substance naturelle à incorporer dépendra de l'aliment lui-même et de son utilisation. Il est, par ailleurs, pratique d'enrichir ou d'épicier l'huile d'olive pendant le stockage avec des plantes séchées incorporées sous forme de poudre, car leur infusion permettrait d'épicier l'huile (changement d'arôme et du goût) et de la protéger contre l'oxydation pendant le chauffage.

Des études supplémentaires seront nécessaires pour raffiner la poudre de Laurier. En effet, la préparation d'une poudre purifiée et exempte de composés non phénoliques ou qui n'ont pas d'activité antioxydante, serait une étape à prendre en compte avant de procéder à des essais de chauffage de l'huile. L'étude du phénomène de la macération de la poudre de Laurier dans l'huile s'est révélée intéressante à deux niveaux. Elle permet, ainsi, de définir un processus d'enrichissement par des composés échangés de la matière végétale dans l'huile. Une telle piste serait pertinente à développer et approfondir dans des études futures.

Références bibliographiques

A

Al-Rewashdeh A, 2010. Blood lipid profile, oxidation and pressure of men and women consumed olive oil. *Pakistan Journal of Nutrition*, 9 (1): 15-26.

Angerosa, 2002. The Volatile Composition of Samples from the blend of monovarietal olive oil and from the processing of mixtures of olive fruits. *European Journal Lipid Science and Technology*, 105: 327-331.

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

Aqli et Mayan, 1992.Elmasta, 2006.Essntial oil composition of *Laurus nobilis* of different growth in IRAN.Articli in Zeitschrift for Novembre 2018.

B

Baccouri, 2006. Application of solid-phase microextraction to the Analysis of Volatile Compounds in virgin olive oils from five new cultivars. *Food Chemistry*, 102: 851-856.

Ballabio et Goetz. 2010. grain Huile de, fruit de *Laurus Nobilis* L. *Laurus azorica* (seuls. franco). *Laurus novocanariensis* **Rivas Mart. Lousà. Fern.**

Ben Tekaya,2006. Effets des chlorophylles, du β -carotène, de α - tocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. *Oléagineux Corps gras Lipides*, 12 (5): 447-554.

Blekas G,2002. On the importance of the total polar phenols to monitor the stability of greek virgin olive oil. *European Journal of Lipids Science and Technology*, 104(6): 340-346.

Bouskou D, 1996. Huile d'olive ; chimie et technologie. AOCS press, Champaign III.U.S.A, 1996.

Boscou , 1996. Olive oil: chemistry and technology. Champaign Illinois. American oil chemists Society, 69:552-556.

C

CA ,1989. Norme codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée. Codex STAN 33-1981 (Rév. 1-1989).

CA, 1993. Norme Révisée pour les Huiles d'Olive, CL 1993/15-FO.

COI. 1990. Activités de coopération Technique. *Olivea* 38.

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

Clodoveo M,2007. Effet de la différentes températures et atmosphères de stockage sur Coratina huile d'olive qualité. *Food Chemistry*, 102: 571-576.

Criado,2007. Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drups and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. *Food Chemistry*, 100: 748-755.

D

Demir, 2004. Enzymatique détermination of Zinc in végétales using apocarbonic anhydrase. First published : 17 Novembre 2004.

Derwich ,2009.chemical composition and antibacterial activité of leaver essential oil of *Laurus nobilis* from Marocco. Articl of journal of basiss end applied siences. October 2009.

E

EL De Lacroix, 2003. The olive oil sector in the European Union European Commission, Directorate-General for Agriculture, pp.6.

Elmasta, 2006. Radical scavenging activity antioxydant capacity of bayleaf extract, M.El Masta. septembre 2006.

F

Food and Agriculture Organisation, 2001. Marché [En ligne] [http//www. Unctad. Org/ infocomn/ Français/ olive/ marche. htm](http://www.Unctad.Org/infocomn/Français/olive/marche.htm). (page consultée en 2003), p.1-3.

Fresquet, 1993.Effects of ageing on visual discrimination learning in *Drosophila*.Article in quarterly journal.Experimental.Decembre, 1993.

G

Gandul-Rojas , 2000. Use of Chlorophyll and carotenoid Pigment Composition to Determine Authenticity of virgin Olive Oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 77: 853-858.

Garcia, 2003. Phenolic content of commercial olive oils. *European Food Research Technology*, 216: 520-525.

Giovanna, 1999. Triacylglycerols of the olive fruit (*Olea Europeae*): Characterization of mesocarp and seed triacylglycerol in different cultivars by liquid chromatography and c^{13} NMR spectroscopy. *Fett/Liquid*101. 5(4): 146 150.

Goudineau J M (2010). Analyse et formulation d'une huile de friture. Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Rennes, 71p.

Gutierrez,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 and Food Chemistry*, 47: 121-127.

Gorinstein, 2003. Comparison of the contents of the main biochemical compounds and the antioxidant activity of some Spanish olive oils as determined by four different radical scavenging tests. *Journal of Nutrition and Biochemistry*, 14 : 154-159.

H

Hopkinson, 2002 .Rivera et Obon ,1995 . The supportive function of the nursing handover for qualifier. *Caring for dijung peoplein hospital.* *Journal of clinical Nursing.* 28 March 2002.

I

Iserin 2001. Méthode d'étude d'activité des antis oxydants des plantes médicinaux. Mémoire de licence université d'Agadir. Maroc 2012.

J

Jacotot B, 1993. L'huile d'olive, de la gastronomie à la santé .Editions Artulen, 224p.

Jahouach, 2009. Étude des propriétés physico-chimiques des huiles d'olive et de grignons d'olive décolorées par des argiles Tunisiennes activées aux ondes ultrasonores: thèse doctorat en chimie ; université de sfax Tunisie, 177 p.

K

Kiritsakis A, Markakis P, 1987. Olive oil: A Review. *Advances in Food research*, 31: 453-482.

L

Lazzez A,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.

Lion, 1995. Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.

Luna G., Morales M., Aparicio R. 2006. Characterisation of 39 varietal virgin olive oils by their volatile compositions. *Food Chemistry*, 98: 243-252.

M

Marouane A, Naoui A, Medjahed H, 2014. Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal Biological Chemical Science*, 8 (4): 1865-1870.

Matos L.C., Cunha S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade P.B,2007. Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs.Cobrançosa, Madural and Verdeal Transmontana) extracted from olives with different maturation indices. *Food Chemistry*, 102:406-414.

Mercury M et al,2007. The presence of depression and anxiety in Parkinson disease. *Disease-a-Month*, 53(5):296-301.

Mordert F, 1999. Conférence Chevreul : Evolution des critères de qualité des huiles d'olive vierge-Perspectives. *OCL*, 61:69-76.

Miliauskas G, 2004. Screening of radical scavenging activity of some medicinal and aromatic plant extracts. *Food Chemistry*, 85: 231-237.

N

Nkondjock A et al, 2003. Assessment of risk associated with specific fatty acids and colorectal cancer among French-Canadians in Montreal : a case-control study. *International Journal of Epidemiology*, 32 (2):200-209.

P

Perez-Jimenez, 2007. The influence of olive oil on human health: not a question of fat alone. *Molecular Nutrition Food Research*, 51:1199-1208

Prieto. E Dias, J .c . Costa et Aguiar. Ballabio .R.Goetz, P. Apr ,15 . 2010.

Perona, 2010. Virgin olive oil and blood pressure in hypertensive elderly subjects. *Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention*, 85:807- 812.

Philips,2002. Free and Esterified Sterol Composition of Edible Oils and Fats. *Journal of Food composition and Analysis*, 15: 123-142.

Psomiadou,2000. Tocopherol content of Greek virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48: 1770-1775

Psomiadou E,2003. Proposed parameters for monitoring quality of virgin olive oil. *European Journal of lipid Science and Technology*, 105(8): 403-409.

R

Rahmani, 1991. Chlorophyll and β -caroten pigments in Moroccan virgin olive oil Measured by high-performance liquid chromatography. *Journal of the American Oil Chemists Society* , 68: 672–674

Ramdan F.M., Moersel T.J. 2006. Screening of the antiradical action of vegetable. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19: 838-842.

Ranalli A , 1999. Analytical evaluation of virgin olive oil of first and second extraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 47(2): 417-424.

Rodriguez, 2015 . Blending Local olive oils with Arbequina or Picual oils produces high quality, distinctive EVOOs. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 177(8): 1238-1247.

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

S

Santos et RAO, 2000. Antinflammatory and ontin aciceptive effects of 1,8 – cineol terpenoide oxide present in Many plant essential oils. Santos FA similar Artiel 2000.

Sayyah, 2002. Anticonvulsant activity of the leaf essential oil of *Laurus nobilis* against pentylenetetrazole – anol maximal electioshoch induced seizures. Sayyah M.et al .phytomedecins, 2002.fulltext of journal. Cité.

Servili , 2002. Contribution of phenolic compounds to virgin olive oil quality. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104:602-613.

Shklar, 2000. Experimental basis for cancer prevention by vitamin E. *Cancer Invest*, 18: 214-22.

O

Owen,2000. Phenolic compounds and squaléne in olive oils the concentration and antioxydant potential of total phenols, simple phenols, secoiridoid, lignans and squaléne. *Food and Chemical Toxicology*, 38: 647-659.

T

Taepavarapruk, 2010. Reduction of acetylcholine release and nerve growth factor expression are correlated with memory impairment induced by interleukin-1beta administrations: effects of omega 3 fatty acid EPA treatment. *Journal of Neurochemistry*, 112 (4):1054-1064.

Tanouti K, 2010. Caractérisation d’huile d’olive produites dans les cooperatives pilotes (lakaram et kenine) au niveau du Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*, 5(18):18-26.

Tuch K, Hayball J.2002. Major phenolic compounds in olive: metabolism and health effects. *Current Topics*, 13: 636-644.

Tpipoli E,2005. The phenolic compounds of olive oil. Structure, biological activity and beneficial effects on human health. *Nutrition Research Reviews*, 18: 98-112.

V

Velasco , 2002. Oxidative stability of virgin olive oil. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 104:661-676.

Veillet S. 2010. Enrichissement nutritionnel de l’huile d’olive : Entre tradition et innovation. Thèse de Doctorat spécialité Chimie, Université d’Avignon et des Pays de Vaucluse.5-30.

W

Wolef, 1968. Manuel d’analyse des corps gras. Edition Azoulay – Paris, p.245.