

Etude des Propriétés Physico-chimiques de l'Huile de Fruit de *Laurus nobilis* et Effet de la Macération par les Fruits et les Feuilles de *Laurus nobilis* sur les Propriétés Physico-Chimiques et la Stabilité Oxydative de l'Huile d'Olive

H. CHAABEN ^{*1}, S. MOTRI ², Z. BEN SELMA MOHAMED ³

¹DGET, département génie des procédés, Institut Supérieur des Etudes Technologiques Zaghouden, 1121 Mograne.

²DGET, département génie des procédés, Institut Supérieur des Etudes Technologiques de Sfax, rue Mahdia

³Laboratoire nature d'orient, El Knais M'saken, 4014 Sousse

* Corresponding author : hayetchaaben@yahoo.fr



Résumé : Le laurier (*Laurus nobilis*) est une plante médicinale et aromatique. L'extraction à froid et par Soxhlet de l'huile de fruits de laurier a donné une huile riche en composés phénoliques et en acides gras saturés et possède des propriétés physico-chimiques comparables à celles de l'huile d'olive (Indice de saponification (206,49 contre 178,68) et indice d'iode (87,4 contre 89). La macération (à chaud et à froid) de l'huile d'olive extra vierge avec des feuilles ou des fruits de Laurier a permis l'obtention d'une huile d'olive extra vierge aromatisée. Le suivi des caractéristiques physico chimiques de cette huile pendant 3 mois de conservation montre que la macération à froid garantit mieux une stabilité oxydative de l'huile d'olive aromatisée.

Mots clés : Laurier ; extraction ; huile d'olive ; macération ; acides gras, β carotène ; polyphénols ;

1. Introduction

Le Laurier noble est l'une des espèces végétales médicinales et aromatiques, qui connaît actuellement un regain d'intérêt pour son utilisation dans la médecine traditionnelle, les industries pharmaceutiques, agroalimentaires et cosmétiques. La valorisation de cette plante s'est portée essentiellement sur l'étude des huiles essentielles qui sont des métabolites secondaires synthétisés au niveau des feuilles (Hay et Synge, 1971)

Rares sont les études qui ont été menées sur l'huile des fruits de *Laurus nobilis*. Ce travail vise d'une part à étudier les propriétés physico-chimiques de l'huile de fruit de laurier et d'autre part à étudier l'effet de la macération d'huile d'olive par les fruits et les feuilles sur ses propriétés physico chimique en particulier sur sa stabilité oxydative.



2. Matériel et Méthodes

2.1. Matériel végétal

2.1.1. Le laurier

Des feuilles et des fruits murs de laurier noble (Figure1) ont été récoltés le mois de novembre 2013 de la région Cap-Bon.



Figure 1 : Différents organes de *Laurus nobilis*

2.1.2. Huile d'olive

L'huile d'olive extra vierge de variété « Chemlali » d'origine la région de Sfax et conditionnée en bouteilles en verre est utilisée pour la macération.

2.2. Extraction des lipides totaux des fruits de laurier

2.2.1. Extraction à froid

Les fruits récoltés, sont séchés dans un milieu bien aéré à l'ombre ensuite broyés à l'aide d'un broyeur à vis jusqu'à l'obtention d'une pâte homogène de couleur marron. 100g de la pâte est récupérée dans un bécher en verre contenant 900 ml d'éther de pétrole. Le mélange est agité pendant 15 minutes puis filtré avec un papier Wattman dans un ballon. Le solvant est, par la suite évaporé en utilisant un évaporateur rotatif à 45°C. Le rendement en huile fixe a été calculé en pourcentage par rapport au poids de la matière végétale qui a servi pour l'extraction. Les échantillons d'huiles sont par la suite conservés à 4°C jusqu'à caractérisation.

2.2.2. Extraction à chaud (Méthode Soxhlet)

Les fruits de Laurier préalablement séchés à l'étuve à 80°C et broyés au mortier sont placés dans la cartouche de l'extracteur. L'huile est extraite à l'aide de l'éther de pétrole porté à une température voisine de celle de l'ébullition du solvant soit 60°C environ. L'extraction est arrêtée au bout de 6 heures. Le solvant gras est récupéré dans un ballon ou il est ensuite évaporé au moyen d'un évaporateur rotatif à 50°C.

2.3. Technique de macération

Les étapes de macération de l'huile d'olive avec les feuilles ou les fruits de laurier sont résumées dans la Figure 2:

2.4. Analyses physico-chimiques de l'huile de laurier et de l'huile d'olive après macération

La détermination de l'acidité est effectuée selon la norme ISO N°660,1990 ; l'indice de peroxyde par la norme NF T60 220, 2004 et l'indice d'iode est calculé d'après la méthode décrite dans NF T 60-231

Les coefficients d'extinction spécifique à 232 et à 270nm sont déterminées par spectrométrie UV selon la méthode UICPA et les impuretés par filtrage de l'huile à travers un filtre en le nettoyant avec de l'éther de pétrole d'après la méthode UICPA 2.604.

Le taux d'humidité est déterminé selon les conditions décrites par la norme ISO N°662,1998 et la teneur en poly phénols totaux est déterminée par spectrométrie.

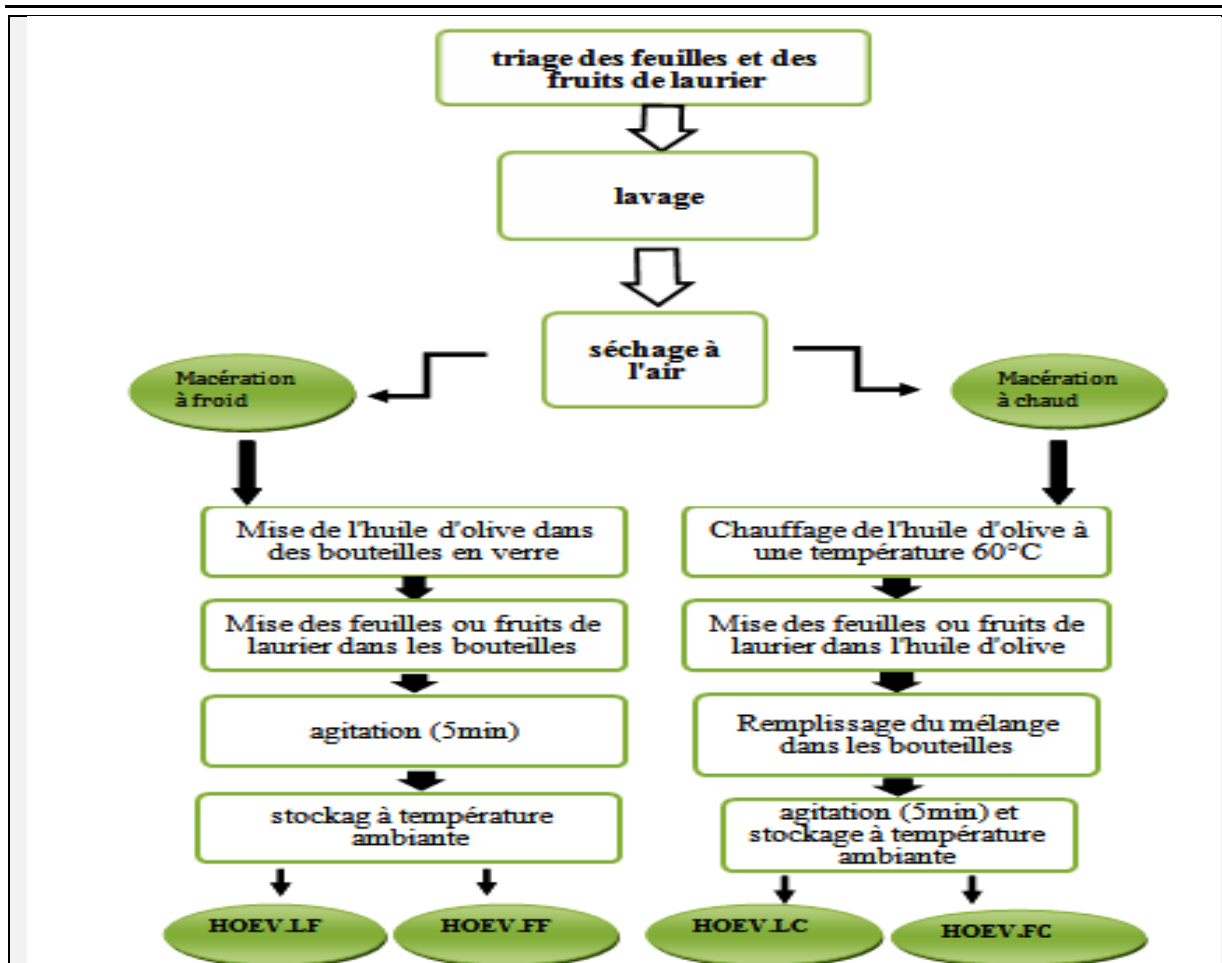


Figure 2 : Différentes étapes de macération de l'huile d'olive avec feuilles et fruits de laurier

HOEV.FF : huile d'olive extra vierge aromatisée par des fruits à froid ;

HOEV.FC : huile d'olive extra vierge aromatisée par des fruits à chaud ;

HOEV.LF : huile d'olive extra vierge aromatisée par des feuilles à froid ;

HOEV.LC : huile d'olive extra vierge aromatisée par des feuilles à chaud.

2.4.1. Détermination des teneurs en chlorophylle et en β -carotène par spectrophotométrie

Les teneurs en chlorophylle et en β -carotène sont déterminées selon la méthode décrite dans la norme NF EN ISO 10519,2001. L'absorbance est mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre à 670 nm pour les chlorophylles et à 470 nm pour les β carotènes.

La teneur en chlorophylle et en β -carotène sont calculés selon les expressions suivantes :

$$\text{Teneur en chlorophylle en mg/kg d'huile} = (\text{Abs}_{670} \cdot 10^6) / E1 \cdot 100 \cdot d$$

$$\text{Teneur en } \beta \text{ carotène en mg/kg d'huile} = (\text{Abs}_{470} \cdot 10^6) / E2 \cdot 100 \cdot d$$

Avec :

Abs : l'absorbance à la longueur d'onde indiquée

E1 : l'extinction spécifique de la phéophytine ; E1= 613

E2 : l'extinction spécifique de la lutéine ; E2 = 2000

d : épaisseur de la cuve ; d =1 cm

2.4.2. Détermination de la composition en acides gras par Chromatographie phase gazeuse (CPG)

Le principe de la séparation par CPG consiste à partager l'échantillon à analyser entre deux phases : L'une de ces phases est stationnaire uniformément répartie sous forme d'une pellicule mince sur un solide inerte de grande surface spécifique. Tandis que l'autre est un gaz qui s'écoule à travers l'ensemble stationnaire [9]. Le chromatographe utilisé de type Ajilent HP INNOWAx, à détecteur à

ionisation de flamme, équipé d'une colonne capillaire garnie d'une phase stationnaire: (la longueur: 30 m, le diamètre interne: 0,25 mm, le diamètre externe: 0,32 mm). La température du four est isotherme (175°C) et le gaz vecteur utilisé est l'Azote.

L'identification des pics des différents acides gras (AG) sur un chromatogramme est faite par la comparaison de leurs temps de rétention à ceux d'un mélange de témoin d'AG injecté auparavant. Les pourcentages des différents acides gras présents sont calculés à partir des surfaces des pics qui les représentent sur le chromatogramme : plus la surface du pic est grande, plus le pourcentage en acides est important.

Le pourcentage des acides gras est donné par la relation suivante :

$$\% \text{ en acides gras} = (S/\Sigma s) \times 100$$

S : surface du pic correspondant à l'AG considéré

Σs : Somme des surfaces de tous les pics d'un chromatogramme correspondant aux acides gras du mélange.

3. Résultats et Discussion

3.1. Rendement d'extraction

La méthode d'extraction par Soxhlet a permis d'obtenir un rendement d'extraction de 11% contre 8,29% pour l'extraction à froid. Ce résultat est comparable à celui de Mouden (2012) qui a signalé un rendement de 3,47% à 8,08% suite à une extraction par pression à froid et de 7,79% à 11,86% suite à une extraction par solvant.

3.2. Etude des paramètres de qualité et d'identification de l'huile de fruits de laurier et de l'huile d'olive

3.2.1. Critères de qualité

L'étude de critères de qualité montre que l'huile de fruits de laurier est plus dense que l'huile d'olive (0,9484 contre 0,9003), possède une acidité acceptable (1,5%), et un indice de saponification relativement élevé (206,49 mg KOH/1g d'huile) par rapport à l'huile d'olive (178,68 mg KOH/1g d'huile).

L'indice de peroxyde et les coefficients d'extinction K232 et K270 sont plus importants dans l'huile de fruit de laurier que dans l'huile d'olive ; le fruit de laurier est plus susceptible à l'oxydation que l'huile d'olive.

3.2.2. Etude de critères d'identification de l'huile de fruits de laurier et de l'huile d'olive

Les critères d'identification sont principalement liés à la détermination de l'indice d'iode et de la composition en acides gras.

L'indice d'iode de l'huile de fruit de laurier est de 87,40 g I₂/100g d'huile, cette valeur est comparable à celle de l'huile de colza (97 g I₂/100g d'huile).

Le tableau 1 résume la composition en acides gras de l'huile de fruit de laurier et de l'huile d'olive.

	Acide gras	Huile de fruit de laurier	Huile d'olive
AGS	Acide palmitique (%)	15,06	14,45
	Acide héptadécanoïque (%)	0,10	0,09
	Acide stéarique (%)	2,03	2,45
	Acide arachidique (%)	0,33	0,45
	Total(%)	-	17,22
AGMI	Acide palmitoleïque (%)	0,41	1,63
	Acide heptadécénoïque (%)	0,03	0,14
	Acide oléique (%)	41,09	66,24
Total(%)	-	43,38	68,25
AGPI	Acide linoléique (%)	34,48	13,62
	Acide linoléinique (%)	1,47	0,64
Total(%)	-	35,95	14,26

AGS : acide gras saturé ; AGMI : acide gras monoinsaturé ; AGPI : acide gras polyinsaturé.

D'après le tableau 1, on remarque que les acides gras majoritaires sont l'acide palmitique (C16 :0) et l'acide stéarique (C18 :0) avec une très légère variation entre les deux huiles pour les acides gras saturés, l'acide oléique (C18 :1) et l'acide linoléique (C18 :2) avec une variation remarquable entre les deux échantillons analysés pour les acides gras insaturés.

On remarque que l'acide oléique est l'acide gras le plus abondant dans les deux échantillons de 66.24% dans l'huile d'olive et 41.09% dans l'huile de fruit de laurier. Cependant, l'acide linoléique (C18 :2) présente une teneur plus élevée dans l'huile de fruit de laurier (34.48%).

Le tableau 1 montre aussi les différents acides gras minoritaires présents dans les deux huiles analysés. Les acides gras les plus quantitativement remarquables sont : l'acide palmitoléique (C16 :1), l'acide heptadécanoïque (C17 :0), l'acide heptadécénoïque (C17 :1), l'acide linoléique (C18 :3), l'acide gadoléique (C20 :1) et l'acide arachidique (C20 :0).

3.3. Etude quantitative des substances oxydatives de l'huile de fruits de laurier

Les teneurs en pigments chlorophylliens, en caroténoïdes et en polyphénols de l'huile de laurier sont données dans la figure 3 :

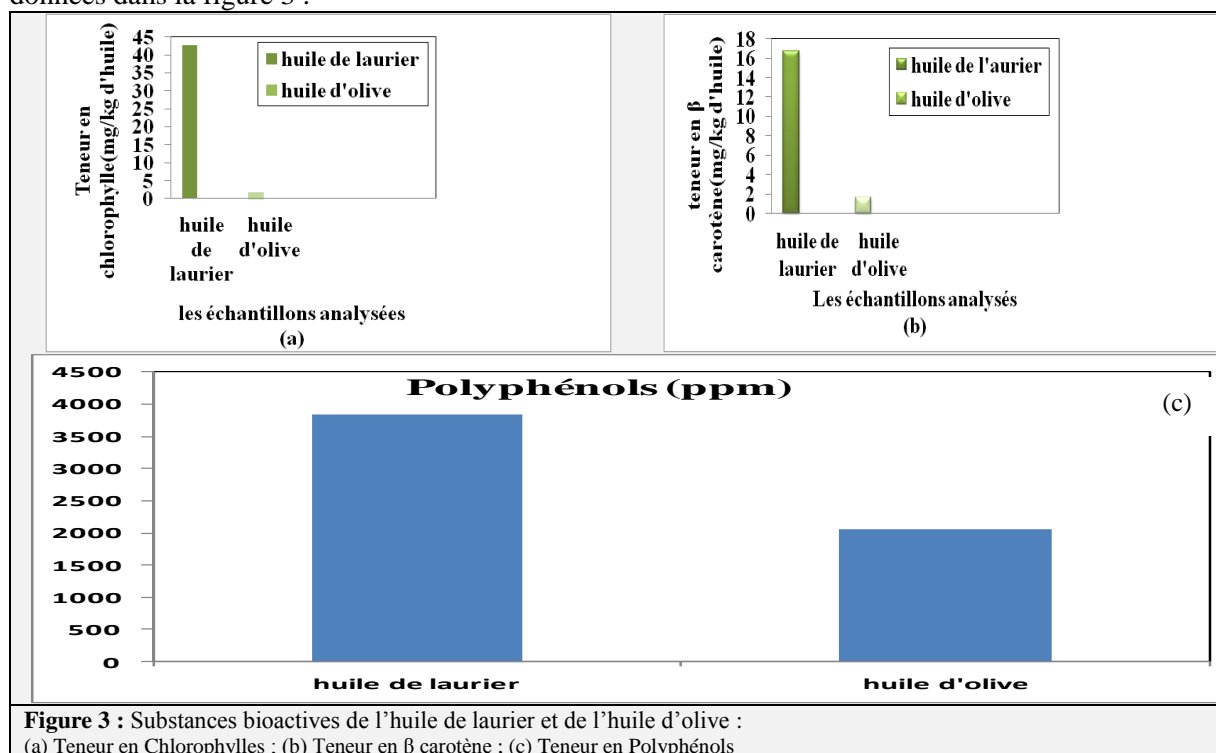


Figure 3 : Substances bioactives de l'huile de laurier et de l'huile d'olive :
(a) Teneur en Chlorophylles ; (b) Teneur en β carotène ; (c) Teneur en Polyphénols

La figure 3 montre que l'huile de laurier est plus riche en chlorophylle, en caroténoïdes et en polyphénols que l'huile d'olive. Cette richesse lui confère une couleur verdâtre plus foncée et une résistance importante à l'oxydation.

3.4. Effet de la macération avec les feuilles et les fruits de laurier sur les caractéristiques physico-chimiques et sensorielles de l'huile d'olive

3.4.1. Suivi des paramètres d'identification de l'huile d'olive au cours du temps

Après macération, l'évolution de l'indice d'iode, de la composition en acides gras est illustrée dans les figure 4, 5 et 6

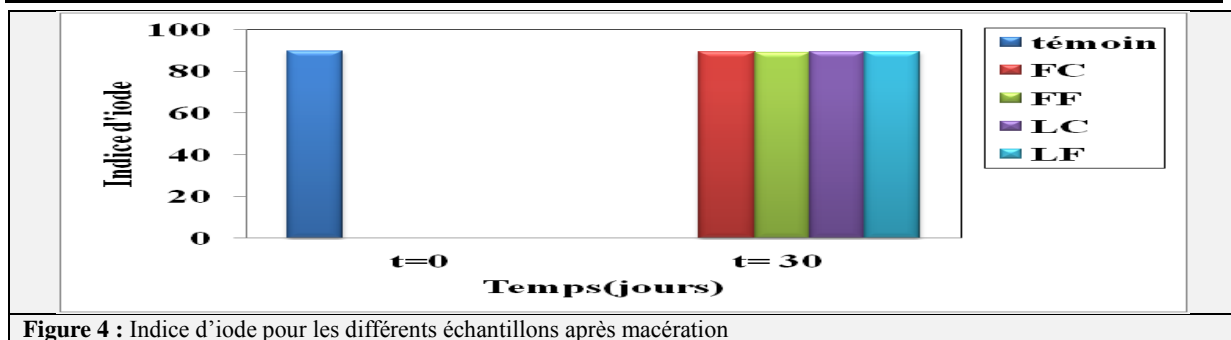


Figure 4 : Indice d'iode pour les différents échantillons après macération

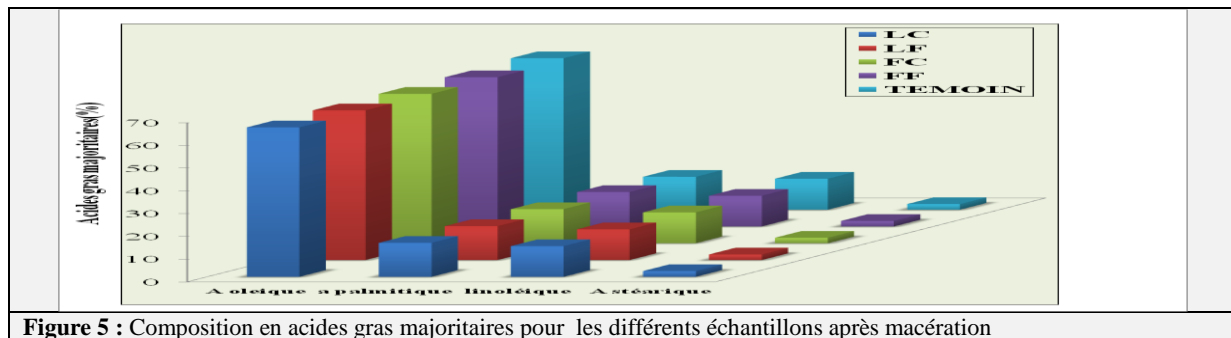


Figure 5 : Composition en acides gras majoritaires pour les différents échantillons après macération

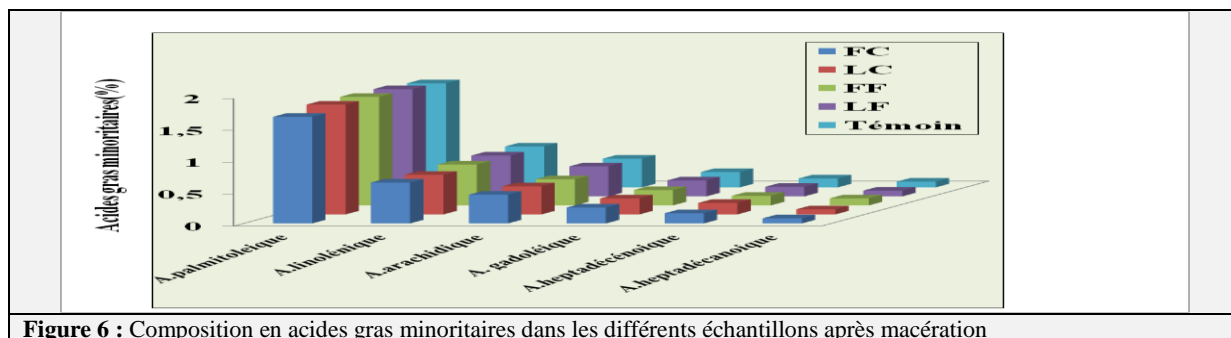


Figure 6 : Composition en acides gras mineurs dans les différents échantillons après macération

L'indice d'iode (I_i) reflète le degré d'insaturation de l'huile d'olive. La comparaison des valeurs d' I_i de la figure 4 montre une légère diminution de cet indice tout en restant dans la norme pour tous les échantillons.

Concernant la composition en acides gras majoritaires et mineurs obtenue par CPG, les variations entre les échantillons étudiés sont négligeables du fait qu'elles sont très faibles et comparables.

3.4.2. Suivi des paramètres de qualité de l'huile d'olive au cours du temps

Le suivi de l'acidité, de l'indice de peroxyde, de l'humidité, et des coefficients d'extinction spécifique K270 et K232 au cours du temps aboutit aux résultats affichés dans l'ensemble des graphes de la figure 7 :

Les huiles aromatisées aux feuilles et aux fruits de Laurier à chaud montrent une augmentation importante d'acidité et de l'indice de peroxyde au bout de 90 jours ce qui nous laisse suggérer que la macération à chaud entraîne l'oxydation de l'huile d'où une macération à froid est plus souhaitable.

D'après le règlement fixé par le COI, l'humidité d'une huile d'olive extra vierge doit être $\leq 0,2\%$, la figure 7 montre que toutes les huiles aromatisées étudiées appartiennent encore à cette catégorie, la différence entre les huiles aromatisées et le témoin est non significative.

L'huile d'olive aromatisé par les fruits de laurier à froid (FF) possède la plus faible valeur de K232 qui est égal à 2,40 en le comparant avec les autres échantillons ce qui montre que l'aromatization avec les fruits de laurier à froid rend l'huile extra vierge moins oxydable au cours du stockage.

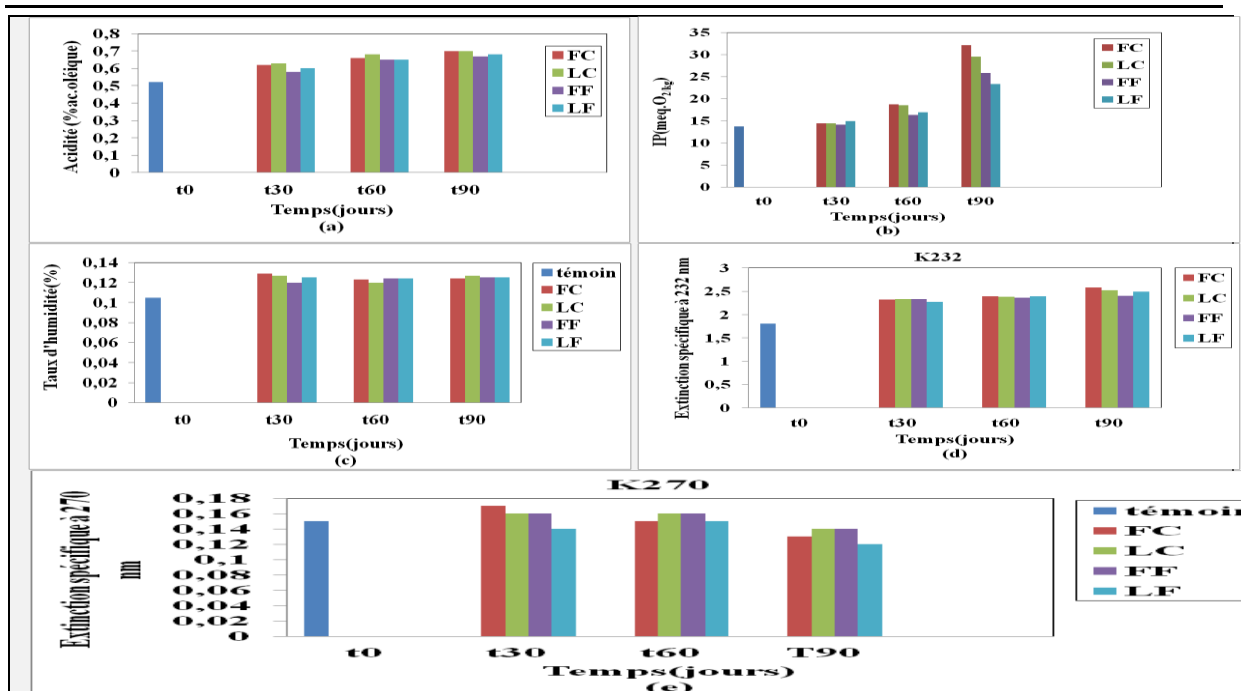


Figure 7 : Evolution au cours du temps (a) Acidité ; (b) Indice de peroxyde ; (c) Taux d'humidité ; (d) Coefficient d'extinction K232 ; (e) Coefficient d'extinction K270

3.4.3. Evolution des substances bioactives de l'huile d'olive au cours du temps

La figure 8 représente l'évolution au cours du temps des chlorophylle, des β -carotènes et des polyphénols dans les huiles aromatisées par macération avec les feuilles et fruits de laurier.

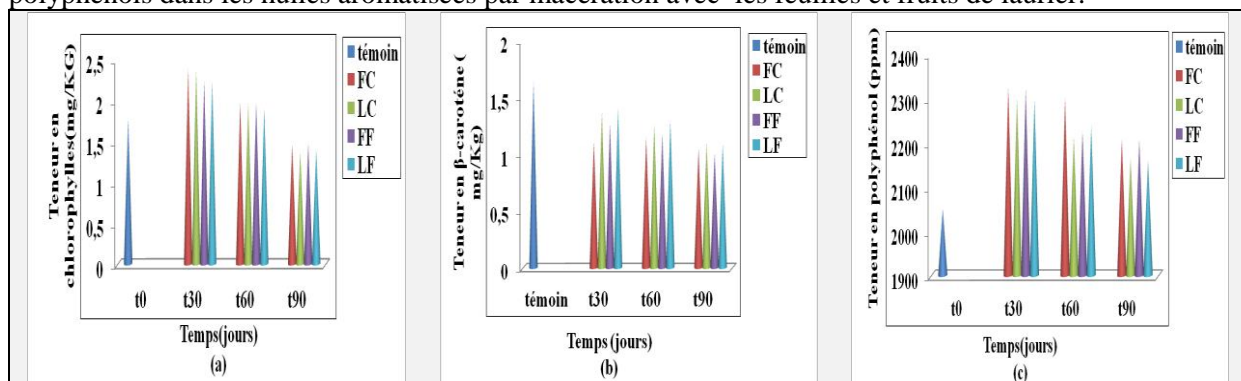


Figure 8 : Evolution au cours du temps de (a) Teneur en chlorophylle ; (b) Teneur en β -carotène ; (c) Teneur en polyphénols

Après macération, on remarque une augmentation de la teneur en chlorophylles et en polyphénols pour toutes les huiles aromatisées. Ces teneurs sont plus élevées pour les huiles qui ont subi une macération à froid. Après 60 jours, la teneur en chlorophylle, des β -carotènes et des polyphénols dans les différentes huiles aromatisées diminue de façon remarquable suite à une oxydation ou dégradation de ces pigments.

La macération avec les fruits de laurier est préférable à celle avec les feuilles de laurier.

3.4.4. Evaluation des caractéristiques sensorielles de l'huile d'olive après macération

Le profil sensoriel élaboré par un panel entraîné de l'ONH a montré que l'huile d'olive extra vierge au départ est d'une qualité organoleptique acceptable.

Après la macération et au cours de temps le panel a maintenu stable la qualité organoleptique de cette huile. La macération entraîne une légère différence des attributs positifs (fruité, amer, piquant) avec une entrée de légèreté de goût, saveur et odeur de laurier.

5. Conclusion

L'extraction et l'étude des caractéristiques physicochimiques de l'huile de fruits de laurier présente un indice de saponification très élevé par rapport à d'autres types d'huiles ce qui le rend une huile destinée à la fabrication des savons et des baumes. La composition en acides gras déterminé par par CPG-FID montre une composition en acides gras saturés similaire à l'huile d'olive, cependant, il existe une différence au niveau de la composition en acides gras insaturés entre les deux huiles. L'huile de fruit de laurier est riche en composés bioactives : chlorophylles, β -carotène et polyphénols ce qui lui confère une activité antioxydante très importante. L'évaluation des caractéristiques physicochimiques et sensorielles de quatre huiles d'olives aromatisées suivant deux types de macération à chaud et à froid comparées avec un témoin d'huile d'olive extra vierge non aromatisé, montre que la macération à froid avec des fruits de laurier est la mieux préférable.

Remerciements

A la fin de cette étude, il nous est agréable d'adresser nos vifs remerciements à tout le personnel de l'Office National d'Huile (ONH), de laboratoire nature d'orient et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail.

6. Références bibliographiques

- Hay R et Synge P.M. (2000)** Fleurs, plantes et arbustes en couleur. Edition oyez. Lille, France. 1971.
- ISO 660 (1996)** Norme pour les huiles d'olive ou les huiles de grignons d'olive.
- ISO N° 5508 (1990)**. Corps gras d'origines animale et végétale -- Analyse par chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras.
- ISO N° 662 (1998)** Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.
- Mouden, M ; Boujnah M ; Mbarki M ; Rakib E.M ; Badoc A et Doira Am (2012)**. Effet de deux méthodes d'extraction et de la période de récolte sur le rendement en huile des graines de figue de barbarie. *Bull. Soc. Pharm. Bordeaux*, 2012, 151(1-4), 7-14
- NF T60 220, 2004** Corps gras d'origines animale et végétale. - Détermination de l'indice de peroxyde.
- NF T 60-231,(1971)** Corps gras d'origine animale et végétale. Détermination de l'indice d'iode..
- NF EN ISO 10519 (2001)**. Graines de colza. Détermination de la teneur en chlorophylle.
- UICPA 2.604 (1992)** Standard Methods for the Analysis of Oils, Fats and Derivatives Method UICPA 2.604