

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Saad DAHLAB Blida 1
Faculté des Sciences de la nature et de la Vie
Département d'Agro-Alimentaire

MEMOIRE DE FIN DE CYCLE

En vue de l'obtention d'un diplôme de Master

En Sciences Alimentaires

Spécialité : Agroalimentaire et contrôle de qualité

Présenté par :

M^{lle}. CHAABANE Abir

M^{lle}. CHIHANE Imane

M^{lle}.FKAIR Safaa

**ETUDE DE L'EFFET D'ENRICHISSEMENT DE L'HUILE DE SOJA EN
THYMUS SUR LA QUALITE PHYSICO-CHIMIQUE,
MICROBIOLOGIQUE ET SENSORIELLE D'UNE MAYONNAISE
ELABOREE PAR LE PLAN DE MELANGE".**

Devant le Jury composé de :

Dr. ATTAL F.S.
Dr. BOUGHERRA F.
Dr. HAMOUDA ALI I.

MAA, ISTA, USDB1
MCB, USDB1
MCB, ISTA, USDB1

Présidente
Examineur
Promotrice

Année universitaire 2021/2022

REMERCIEMENTS

Au terme de notre travail, nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères au bon Dieu Allah le tout puissant de m'avoir donné courage, santé et patience qui nous ont été utiles tout au long de notre parcours.

Encore, il nous est agréable de remercier notre promotrice Mme HAMOUDA ALI Imane (Maitre de conférences, ISTA, Université de Blida 1) pour son encadrement, sa confiance, ses efforts, et sa patience durant la réalisation de ce travail.

Nous remercions également Mme ATTAL Fella Sara (Maitre assistante), ISTA, Université de Blida 1) de nous avoir fait l'honneur de présider le membre de jury.

Ainsi nous vive remerciments à Mr BOUGHERRA Fateh (Maitre de conférences, Université de Blida 1) pour avoir accepté d'examiner ce modeste travail.

Nous remercions également notre maître de stage Monsieur BADACHE Ali (Coordinateur QHSE) de nous avoir aidé à accomplir ce travail dans les meilleures conditions.

Enfin, nous remercions profondément, nos chers parents pour leur soutien durant nos études ainsi que toute personne qui ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

RESUME

Il existe une demande croissante dans l'industrie alimentaire pour le remplacement des conservateurs synthétiques par leurs alternatives naturelles. La composition chimique des plantes aromatiques et leurs teneurs en polyphénols, leurs confèrent une activité antibactérienne et une activité anti-oxydante intéressante ; souvent recherchée dans le secteur agroalimentaire pour la conservation des aliments.

C'est dans ce contexte que s'inscrit notre travail, qui consiste à évaluer l'effet d'enrichissement de l'huile de soja en *Thymus* sur la qualité physico-chimique, microbiologique et sensorielle d'une formule optimisée de mayonnaise élaborée par le plan de mélange.

D'après l'élaboration et l'optimisation de la formule de mayonnaise en utilisant le plan de mélange. Nous avons validé une formule de 71,05% d'huile, 1% de sel, 25,95% d'œuf entier et 2% de jus de citron. Une concentration de 03 % des feuilles de thymus séchée a été choisie pour faire l'objet d'infusion de l'huile de soja. Deux temps d'infusion ont été testés (15 jours et 75 jours). A cet effet, quatre formules de mayonnaise ont été caractérisées à savoir : deux mayonnaises aromatisées (MA1, MA3) et deux témoins (MT1, MT2 témoin négatif), (MT3, MT4 Témoin positif).

Un suivi des paramètres physicochimiques (pH, acidité titrable, taux de chlorure, teneur en eau, teneur en matière grasse et viscosité), microbiologiques (flore mésophile aérobie totale, bactéries pathogènes, levures et moisissures) a été effectué et ce durant 45 jrs. Ainsi qu'une analyse sensorielle (texture, couleur, odeur et goût) de mayonnaises élaborées.

D'après les différents résultats physico-chimiques (pH de 3,36, acidité titrable 0,60% ; viscosité 460 Po ; matière grasse 72%), Nous avons pu constater que l'enrichissement de l'huile de soja en thymus comme alternative aux antioxydants synthétiques conserve la qualité physico chimique de la mayonnaise élaborée par rapport au mayonnaise industrielle, ainsi que, le temps d'infusion n'a créé aucune différence sur les paramètres physico chimiques.

Les résultats d'analyses microbiologique (absence totale des germes pathogènes ainsi on note que *Thymus* à diminuer le nombre de la flore aérobie mésophiles totale et les levures et moisissures au

cour de l'entreposage) ont montré la conformité des produits ce qui signifie que les produits ont été préparés dans de bonnes conditions.

Sur le plan sensoriel, l'enrichissement de l'huile de soja en thymus a permis de développer une couleur spéciale (verte) et donner aux produits plus d'amertume. Une infusion de 15 jours était acceptable par les panelistes.

En raison des attributs sensoriels souhaitables et de sa stabilité à long terme, peut être considérée comme alternative appropriée aux conservateurs synthétiques, cependant, des études plus approfondies sont nécessaires afin de garantir la sécurité du consommateur.

Mots clés : Emulsion, huile de soja, formulation, *Thymus*, bio-conservation, stabilité.

Abstract

There is a growing demand in the food industry for the replacement of synthetic preservatives with their natural alternatives. The chemical composition of aromatic plants and their polyphenol content give them antibacterial activity and interesting antioxidant activity; often sought after in the food industry for food preservation.

It is in this context that our work falls, which consists in evaluating the effect of enrichment of soybean oil in Thymus on the physico-chemical, microbiological and sensory quality of an optimized formula of mayonnaise elaborated by the mixing plane. To answer our questions does the addition of aromatic plants affect the quality of the finished product, as well as see the influence of the infusion time on the stability of the emulsion. .

The approach followed during this work is based on the elaboration of a mayonnaise by the mixing plan with a concentration of thymus (3%) which has been used but the infusion time which is undone. Knowing that the first infusion of soybean oil by the thymus leaves maintains 45 days while the second infusion maintains 15 days. Accompanied by a comparison with a negative control (unflavoured mayonnaise) and an industrial lesieur brand mayonnaise (Positive control).

Three products were the subject of this study, A physicochemical and microbiological characterization is carried out as well as the organoleptic quality.

Due to desirable sensory attributes, long term stability and slow release of volatile compounds, may be considered a suitable alternative to synthetic preservatives, however, further studies are required to ensure consumer safety.

Keywords: Emulsion , soybean oil , formulation , Thymus , bio-preservation , stability

ملخص

هناك طلب متزايد في صناعة المواد الغذائية لاستبدال المواد الحافظة الاصطناعية ببدائلها الطبيعية. التركيب الكيميائي للنباتات العطرية ومحتواها من البوليفينول يمنحها نشاطاً مضاداً للبكتيريا ونشاطاً مثيراً للاهتمام كمضاد للأكسدة ؛ كثيراً ما يتم السعي وراءه في صناعة المواد الغذائية لحفظ الطعام

في هذا السياق يقع عملنا ، والذي يتمثل في تقييم تأثير تخصيص زيت فول الصويا في الغدة الصعترية على الجودة الفيزيائية . والكيميائية والميكروبيولوجية والحسية لصيغة محسنة من المايونيز تم تطويرها بواسطة مستوى الخلط. للإجابة على أسئلتنا ، هل تؤثر إضافة النباتات العطرية على جودة المنتج النهائي ، وكذلك معرفة تأثير وقت التسريب على ثبات المستحلب

النهج المتبع خلال هذا العمل يعتمد على وضع المايونيز بواسطة خطة الخلط مع تركيز من الغدة الصعترية (3%) والذي تم . استخدامه ولكن وقت التسريب الذي تم التراجع عنه. مع العلم أن التسريب الأول لزيت فول الصويا من أوراق الغدة الصعترية يستمر 45 يوماً بينما التسريب الثاني يستمر 15 يوماً. مصحوبة بمقارنة مع تحكم سلبي (مايونيز غير منكه) ومايونيز صناعي ماركة ليسيور (تحكم إيجابي

كانت ثلاثة منتجات موضوع هذه الدراسة ، تم إجراء توصيف فيزيائي كيميائي وميكروبيولوجي بالإضافة إلى الجودة الحسية نظراً للسمات الحسية المرغوبة ، يمكن اعتبار الاستقرار طويل المدى والإطلاق البطيء للمركبات المتطايرة بديلاً مناسباً للمواد الحافظة الاصطناعية ، ومع ذلك ، يلزم إجراء مزيد من الدراسات لضمان سلامة المستهلك

الكلمات المفتاحية : مستحلب ، زيت فول الصويا ، تركيبة ، زعيترة ، حفظ بيولوجي ، ثبات

LISTE DES ABREVIATIONS

AGI	Acide gras insaturé
AGL	Acide gras libre
AgNO₃	Nitrate d'argent
CG	Corps gras
Emulsion E / H	Emulsion eau dans huile
Emulsion H / E	Emulsion huile dans eau
FMAT	Flore mésophile aérobie totale
GCA	Générale condimentaire Algérie
IAA	Industrie Agro-Alimentaire
IP	Indice de peroxide
ISIRI	Iranian National Standard Organisation
MA1	Mayonnaise aromatisée à base de l'huile de soja infusionnée par les feuilles de <i>Thymus</i> pendant 15jours à 4°C
MA2	Mayonnaise aromatisée à base de l'huile de soja infusionnée par les feuilles de thymus pendant 15jours à 25°C
MA3	Mayonnaise aromatisée à base de l'huile de soja infusionnée par les feuilles de thymus pendant 75jours à 4°C
MA4	Mayonnaise aromatisée à base de l'huile de soja infusionnée par les feuilles de thymus pendant 75jours à 25°C
MT1	Mayonnaise Témoin conservé à 4 °C
MT2	Mayonnaise Témoin conservé à 25 °C
MT3	Mayonnaise Témoin industriel conservé à 4 °C
MT4	Mayonnaise Témoin industriel conservé à 25 °C
UFC	Unité format colonies

LISTE DES FIGURES

Figure 1:	Représentation schématique d'une émulsion.....	4
Figure 2 :	Représentations schématiques d'une émulsion directe et inverse.....	5
Figure 3:	Représentation schématique de microémulsion et de nano-émulsion.....	6
Figure 4:	Schéma structural d'un tensioactif.....	7
Figure 5:	Schéma de l'orientation des tensioactifs dans deux types d'émulsion.....	8
Figure 6:	La plante de soja et ses graines.....	12
Figure 7:	Description macroscopique de la graine de soja.....	13
Figure 8:	Éléments essentiels pour l'activité anti-oxydante des flavonoïdes auteurs.....	33
Figure 9:	Représentation d'un domaine d'étude à deux facteurs.....	40
Figure 10:	Histogramme surface de réponse.....	64
Figure 11:	Variation des valeurs de pH et de viscosité prédites en fonction des valeurs observées pour le mélange ternaire huile –jus de citron– œuf.....	66
Figure 12 :	Représentation graphique des courbes iso-réponses au sein du domaine d'étude de la réponse viscosité.....	67
Figure 13:	Représentation graphique des courbes iso-réponses au sein du domaine d'étude de la réponse pH.....	67
Figure 14:	Représentation graphique du suivi de la variation de l'acidité des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.....	72
Figure 15:	Représentation graphique du suivi de la variation du pH des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.....	73

Figure 16:	Représentation graphique du suivi de la variation de teneur en sel des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J45.....	74
Figure 17:	Représentation graphique du suivi de la variation de la viscosité des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.....	75
Figure 18:	Représentation graphique du suivi de la variation de taux d'humidité des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.. ..	76
Figure 19:	Représentation graphique du suivi de la variation de la matière grasse des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.....	77
Figure 20:	Résultats de la texture des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C;.....	84
Figure 21:	Résultats de la couleur des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C.....	85
Figure 22:	Résultats de l'odeur des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C.....	86
Figure 23:	Résultats du gout des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C.....	86

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1:	Différents types de Colloïdes.....	4
Tableau 2:	Caractéristiques des différentes catégories d'émulsions.....	6
Tableau 3:	Ingrédients fonctionnels ajoutés à la mayonnaise et leurs importances.....	10
Tableau 4:	Composition en acide gras de l'huile de soja.....	14
Tableau 5:	Valeur nutritionnelle de l'huile de soja.....	14
Tableau 6:	Valeurs nutritionnelles de la mayonnaise.....	23
Tableau 7:	Les Acides Phénoliques trouvés dans le genre <i>Thymus</i>	30
Tableau 8:	Les principaux Flavonoïdes trouvés dans le genre <i>Thymus</i>	36
Tableau 9:	Valeurs théorique pour chaque facteur.....	50
Tableau 10:	Facteurs retenus et leurs niveaux.....	50
Tableau 11:	Matrice du plan de mélange adoptée durant l'expérimentation.....	51
Tableau 12:	Matrice de corrélation réponse –réponse.....	63
Tableau 13:	Valeurs de R^2 et R^2 ajusté.....	65
Tableau 14:	Représentant la formule optimale.....	68
Tableau 15:	Profil d'AG d'huile de soja au cours du stockage.....	69
Tableau 16:	Résultats de caractérisation physico chimique d'huile de soja au cours du stockage.....	70
Tableau 17:	Résultats de la variation de la couleur L des mayonnaises élaborées (MA1,MA2, MA3, MA4, MT1, MT2, et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage	

à 4, 25 °C durant J0, J11, J22, J33, J45.....78

Tableau 18: Résultats de la variation de la couleur a des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d’entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J22, J33, J45.....79

Tableau 19: Résultats de la variation de la couleur b des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d’entreposage à 4, 25 °C durant J0, j11, j 22, j 33, j45.....79

Tableau 20: Résultats du suivi de la flore mésophile aérobie totale des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d’entreposage à 4 et 25°C.....80

Tableau 21: Résultat du suivi des *Enterobacteriaceae* des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d’entreposage à 4 et 25°C.....81

Tableau 22: Résultat du suivi des Staphylocoque des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d’entreposage à 4 et 25°C.....82

Tableau 23: Résultat du suivi des *Escherichia coli* des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d’entreposage à 4 et 25°C.....82

Tableau 24 :	Résultat du suivi des levures et moisissures des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage	à	4	et	
	25°C.....				83

SOMMAIRE

Remerciements	
Résumé	
Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Introduction.....	1

PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : ÉMULSION ALIMENTAIRE (CAS DE MAYONNAISE)

I.1 Généralités sur les émulsions.....	4
I.1.1 Définition d'une émulsion.....	4
I.1.2 Différents types d'émulsions.....	5
I.1.2.1 Sens de l'émulsion.....	5
I.1.2.2 Caractéristiques et stabilité.....	5
I.1.3 Composition d'une émulsion.....	7
I.1.3.1 Définition d'un tensioactif.....	7
I.1.3.2 Exemples d'émulsions.....	8
I.1.3.2.1 Émulsion H/E	8
I.1.3.2.2 Émulsion E/H.....	8
I.2. Mayonnaise.....	9
I.2.1 Origine	9
I.2.2 Définition.....	9
I.2.3 Ingrédients de la mayonnaise.....	9
I.2.3.1 Huile.....	11
I.2.3.1.1 Huile de soja.....	12
I.2.3.1.1.1 Définition.....	12
I.2.3.1.1.2 Origine de l'huile de Soja.....	12
I.2.3.1.1.3 Composition de l'huile de soja.....	13
I.2.3.1.1.4Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja.....	14
I.2.3.2 Eau.....	15
I.2.3.3 Œuf.....	15
I.2.3.3.1Rôle du jaune d'œuf.....	16
I.2.3.4 Vinaigre.....	17

I.2.3.4.1 Rôle du vinaigre.....	18
I.2.3.5 Sel.....	18
I.2.3.5.1 Rôle du sel.....	18
I.2.3.6 Moutarde.....	19
I.2.3.7 Sucre.....	19
I.2.3.7.1 Rôle du sucre.....	19
I.2.3.8 Additifs alimentaires.....	19
I.2.3.8.1 Épaississants.....	20
I.2.3.8.2 Stabilisants.....	20
I.2.3.8.3 Gomme xanthane.....	20
I.2.3.8.3.1 Rôle de gomme xanthane.....	20
I.2.3.8.4 Régulateur d'acidité.....	21
I.2.3.8.5 Colorants.....	21
I.2.3.8.5.1 Oléorésine de paprika.....	21
I.2.3.8.5.2 Lutéines.....	21
I.2.3.8.6 Antioxydants.....	21
I.2.3.8.6.1 EDTA calcio-disodique.....	21
I.2.3.8.7 Arôme.....	22
I.2.4 Processus de production industrielle de la mayonnaise.....	22
I.2.5. Valeurs nutritionnelles de la mayonnaise.....	23
I.2.6. Conservation.....	23
I.2.7 Qualité microbiologique de la mayonnaise.....	23

CHAPITRE II : PLANTE AROMATIQUE (CAS DE *THYMUS*)

I. Famille des LAMIACEAE.....	24
I.1 Présentation botanique et géographique.....	24
I.2 Intérêt économique, pharmacologique et nutritionnel.....	25
II. Genre <i>Thymus</i>	25
II.1 Histoire.....	25
II.2 Description morphologique.....	25
II.3 Classification taxonomique.....	26

II.4 Répartition géographique.....	26
II.5 Utilisations et activités biologiques.....	26
II.6 Métabolites isolés du genre <i>Thymus</i>	28
II.6.1. Acides phénoliques.....	28
II.6.1.1 Structure de base.....	28
II.6.1.2 Relation structure-activité antioxydante.....	29
II.6.1.3 Activités biologiques.....	31
II.6.2. Flavonoïdes.....	32
II.6.2.1 Structure de base.....	32
II.6.2.2. Structure-activité antioxydante.....	32
II.6.2 .3. Activités biologiques.....	33
II.6.3. Huiles essentielles.....	37

CHAPITRE III : PLANS D'EXPERIENCE

III.1 Généralités sur les plans d'expériences.....	39
III 1.1. Intérêts des plans d'expériences.....	39
III.1.2 Définitions.....	40
III.1.2.1 Terminologie.....	40
III.2 Différents types de plans.....	41
III.2.1. Plans de criblages.....	41
III.2.2. Plans de modélisation.....	41
III.2.3. Plans de mélange.....	42
III.2.3.1 Domaine expérimental et domaine d'étude.....	43
III.2.3.2 Modèles mathématiques.....	44

PARTIE II : ETUDE EXPERIMENTALE

CHAPITRE I : MATERIEL ET METHODES

I.1. Lieux de stage.....	46
I.1.1. Présentation de l'entreprise GCA.....	46
I.1.1.1. Situation géographique.....	46
I.1.1.2. Historique.....	46

I.2 Matériel et équipement utilisé.....	47
I.2.1 Matériel biologique.....	47
I.2.1.1 Œufs frais.....	48
I.2.1.2 Huile de soja.....	48
I.2.1.3 <i>Thymus</i> frais.....	47
I.2.1.4 Sel.....	47
I.2.1.5 Jus de citron.....	47
I.2.2 Equipements.....	48
I.2.3 Produits chimiques et réactifs.....	48
I.3 Méthodologie.....	48
I.3.1 Essai d'élaboration d'une mayonnaise à base des œufs frais.....	48
I.3.2 Choix du plan d'expérience.....	49
I.3.2.1 Optimisation et modélisation par le plan de mélange.....	49
I.3.2.1.1 Choix des facteurs et réponses.....	49
I.3.2.1.2 Niveaux de Facteurs retenus.....	50
I.3.2.1.3 Modèle mathématique et plans adopté.....	50
I.3.2.1.4 Construction du plan d'expérience.....	51
I.3.2.1.5 Représentation géométrique des mélanges.....	52
I.3.2.1.6 Sélection des réponses indépendantes.....	52
I.3.2.1.7. Model mathématique du plan de mélange.....	52
I.3.2.1.7.1 Modélisation.....	52
I.3.3 Formulation de la mayonnaise aromatisée à base des œufs frais.....	53
I.3.3.1 Préparation de la matière séchée du <i>Thymus</i>	53
I.3.3.2 Infusion de l'huile de soja avec des feuilles du <i>Thymus</i> séché.....	53
I.3.3.3. Elaboration de la mayonnaise aromatisée.....	54
I.3.4 Caractérisation physico-chimique, microbiologique et sensorielle.....	54
I.3.4.1 Caractérisation physico-chimiques.....	54
I.3.4.1.1. Détermination de l'acidité (exprimée en acidité acétique).....	55
I.3.4.1.1.1. Principe.....	55

I.3.4.1.2. Détermination de la couleur L*a*b d'une mayonnaise.....	56
I.3.4.1.2.1 Principe.....	56
I.3.4.1.3 Détermination de la viscosité – Méthode Brookfield.....	56
I.3.4.1.3.1 Principe.....	56
I.3.4.1.3.2 Expression des résultats.....	56
I.3.4.1.4 Détermination de la teneur en chlorure.....	56
I.3.4.1.4.1 Principe.....	56
I.3.4.1.4.2 Expression de résultats.....	57
I.3.4.1.5 Détermination du pH.....	57
I.3.4.1.5.1 Principe.....	57
I.3.4.1.6 Détermination de la teneur en eau.....	57
I.3.4.1.6.1 Principe.....	57
I.3.4.2 Caractérisation microbiologique.....	58
I.3.4.2.1 Préparation de l'échantillon	59
I.3.4.2.2 Préparation de la solution mère	59
I.3.4.2.3 Dénombrement d' <i>Escherichia coli</i>	59
I.3.4.2.4 Dénombrement <i>des</i> levures et Moisissures.....	59
I.3.4.2.5 Dénombrement <i>Salmonella</i>	59
I.3.4.2.6 Dénombrement des Staphylocoques à Coagulase Positif.....	60
I.3.4.2.7 Dénombrement des Germes aérobies à 30°C	60
I.3.4.2.8 Dénombrement des Entérobacteriaceae.....	60
I.3.4.3 Etude sensorielle.....	60
I.3.4.3.1 Aspect.....	61
I.3.4.3.2 Odeur.....	61
I.3.4.3.3 Gout.....	61
I.3.4.3.4 Couleur.....	61
I.3.4.3.5 Texture.....	62
I.3.4.4 Déroulement de l'analyse.....	62

CHAPITRE II : RESULTATS ET DISCUSSIONS

II.1 Résultats d'optimisation de la formule par approche réponse de surface.....	63
II.1.1. Analyses des effets des facteurs sur les réponses.....	63
II.1.2 Modélisation en surface de réponse.....	63
II.1.3 Détermination des coefficients du modèle postulé.....	64
II.1.4 Etude de l'effet des facteurs sur les réponses.....	65
II.1.4.1 Tracés des valeurs prédites en fonction des valeurs observées.....	66
II.1.4.2 Optimisation de la formule.....	68
II.2 Caractérisation physico-chimique de l'huile de soja.....	69
II.2.1 Profil d'AG d'une huile de soja vierge et huile in fusionnée par thymus.....	69
II.2.2 Caractéristiques physico-chimiques de la mayonnaise.....	71
II.2.2.1 Acidité.....	72
II.2.2.2 pH.....	73
II.2.2.3 Teneur en sel (NaCl).....	74
II.2.2.4 Viscosité.....	75
II.2.2.5 Teneur en humidité.....	76
II.2.2.6 Teneur en matière grasse.....	77
II.2.2.7 Couleur.....	78
II.3 Caractérisation microbiologique.....	80
II.3.1 Flore mésophile aérobie totale.....	80
II.3.2 Bactéries pathogènes.....	81
II.3.4 Levures et moisissures.....	83
II.4 Caractérisation de la qualité organoleptique.....	84
II.4.1 Texture.....	84

II.4.2 Couleur.....	85
II.4.3 Odeur.....	85
II.4.4 Gout.....	86
Conclusion.....	88

Références bibliographiques

Annexe

INTRODUCTION

Le domaine de l'industrie agroalimentaire (IAA) est l'un des secteurs stratégiques du pays qui s'est évolué. C'est un utilisateur important des produits agricoles, son principal défi aujourd'hui est de faire face à l'accroissement de la population mondiale tout en garantissant un développement durable et en offrant des produits sains, bien contrôlés (**Hassani et Ikni, 2017**).

L'oxydation des acides gras insaturés a été l'objectif principal de notre étude qui cible l'instabilité chimique des émulsions. La mayonnaise est une émulsion huile dans eau à faible pH composée de trois composants : 70 à 80 % d'huile (la phase dispersée), de vinaigre (la phase continue) et le jaune d'œuf comme émulsifiant à l'interface (**Li et al., 2014**).

L'oxydation des AGI provoque une saveur et un goût rance dus à la formation d'aldéhydes et de cétones, elle réduit aussi la valeur nutritionnelle par la destruction des acides gras essentiels, des vitamines liposolubles et qui provoque des effets néfastes sur la santé humaine en raison de la formation de radicaux libres (**Ikape&Cheikyula, 2017 ; Miyashita et al, 2018**).

Les antioxydants, lorsqu'ils sont présents à des concentrations inférieures à la substance, prolongent ou inhibent l'oxydation des substances oxydables (**Kasote, Katyare, Hegde et Bae, 2015**). La mayonnaise contient des antioxydants synthétiques comme le benzoate de sodium et le sorbate de potassium. Ces composés chimiques sont à l'origine de risques sanitaires (**Ben-Ali et al, 2014**) indésirables notamment des troubles chromosomiques, dommages à l'ADN et pseudo-allergie chez les patients sensibles et hyperactivité chez les enfants (**Mamur et al., 2012 ; Pongsavee, 2015 ; Piper et Piper, 2017**).

Ces dernières années, les antioxydants naturels font l'objet de plusieurs études de recherche, notamment, les pelures de tomates (**Kehili et al., 2018**) et les extraits d'algues (**Alavi & Golmakani, 2017**). Les antioxydants naturels présentent de nombreux avantages tels que l'empêchement des radicaux libres d'oxyder les cellules de l'organisme, l'acceptation par les consommateurs et des propriétés bénéfiques pour la santé (**Asensio et al, 2012**).

A cet effet, et dans le cadre de la valorisation de la flore végétale Algérienne, nous nous sommes intéressés dans la présente étude aux espèces de la famille des Lamiacées plus particulièrement à leurs feuilles. *Thymus*, cette biomasse végétale a été choisie en raison du bénéfice des propriétés thérapeutiques que leur a attribué la médecine traditionnelle, à savoir : les industries de l'aromatisation, de la parfumerie, de la conservation, des cosmétiques et de la pharmacologie grâce à ses divers effets antimicrobiens et antioxydants.

Dans ce contexte s'inscrit notre étude et qui a pour objectif principal d'étudier l'effet de l'enrichissement de l'huile végétale avec les feuilles de thymus sur la stabilité de la mayonnaise élaborée à base des œufs frais. Ainsi, il nous paraît de s'interroger :

- Est-ce que l'ajout des plantes aromatiques prolonge la durée de vie du produit ?
- Est-ce que le temps d'infusion influence la stabilité de l'émulsion ?

Ce manuscrit est subdivisé en deux parties :

La première partie consiste à une étude bibliographique qui présente l'état des connaissances en relation avec notre sujet. Le premier chapitre présente l'émulsion en général et la mayonnaise en particulier. Alors que, le deuxième chapitre traite des généralités sur les plantes aromatiques et le troisième chapitre porte sur des généralités sur le plan de mélange.

La deuxième partie s'agit d'une étude expérimentale et qui présente en premier chapitre les étapes de la mise au point de la mayonnaise aromatisée ainsi qu'une caractérisation physico-chimique, microbiologique et organoleptique des produits élaborés en les comparant avec un témoin mayonnaise et une mayonnaise industrielle. Tandis que, le deuxième chapitre présente les résultats obtenus dans le cadre de cette étude.

PARTIE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : ÉMULSION ALIMENTAIRE (CAS DE MAYONNAISE)

I.1 Généralités sur les émulsions

D'après **Caullet et al (2017)**, les émulsions font partie de la famille des colloïdes, que l'on peut définir comme un système composé de deux phases distinctes en suspension et dont la dimension caractéristique (diamètre des gouttelettes ou longueur des discontinuités) se situe entre le micromètre et le nanomètre. Il existe une grande variété de classes de colloïdes en fonction de la nature des deux phases, elles sont présentées sur le **Tableau 1**.

Tableau 1: Différents types de colloïdes (**Mascret, 2010**)

→Phase disperse ↓Phase continue	Solide	Liquide	Gazeuse
Solide	Suspension solide	Emulsion solide	Mousse solide
Liquide	Sol	Emulsion	Mousse
Gazeuse	Aérosol	Aérosol liquide	

I.1.1 Définition d'une émulsion

Une émulsion se définit comme la dispersion de deux phases liquides non miscibles. C'est un mélange de solutions lipophile et hydrophile se caractérisant par la présence de deux phases distinctes dont l'une est dispersée dans l'autre (**Figure 1**). On appelle phase dispersée ou phase discontinue, le liquide formant des gouttelettes, alors que l'on désigne le second fluide comme étant la phase dispersante ou la phase continue. Les émulsions faisant partie des colloïdes, la dimension des gouttelettes est située entre le micromètre et le nanomètre. (**Friberg et al, 2017**)

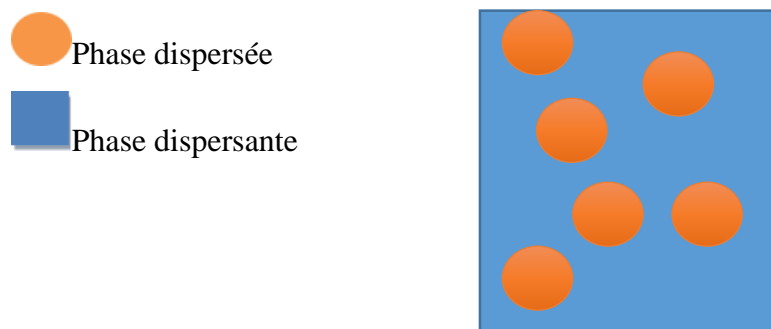


Figure 1 : Représentation schématique d'une émulsion. (**Doumeix, 2011**)

Une émulsion possède un aspect macroscopique homogène alors que sa structure microscopique est hétérogène. Cette répartition des deux liquides s'explique par la présence d'une énergie de surface au niveau de l'interface appelée tension interfaciale. Lorsque cette force est faible, on a besoin d'apporter moins d'énergie pour augmenter la surface des gouttelettes. L'émulsion est alors plus stable car on favorise la séparation des phases (**Doumeix, 2011**).

I.1.2 Différents types d'émulsions

Il existe plusieurs critères pour caractériser une émulsion.

I.1.2.1 Sens de l'émulsion

On différencie deux types d'émulsions selon la répartition des différentes phases employées. Une émulsion est dite directe (notée H/E pour Huile dans Eau) lorsque la phase dispersante est hydrophile et que la phase dispersée est lipophile. Au contraire, une émulsion inverse (notée E/H pour Eau dans Huile) se caractérise par une phase dispersante lipophile et une phase dispersée hydrophile. (**Figure 2**) (**Doumeix, 2011**).



Figure 2 : Représentations schématiques d'une émulsion directe et inverse. (A) : Huile dans l'eau (H/E), (B) : Eau dans l'huile (E/H) (**Doumeix, 2011**)

I.1.2.2 Caractéristiques et stabilité

On distingue trois grandes catégories d'émulsion selon la dimension des gouttelettes présentes dans la phase dispersée. En les classant dans l'ordre croissant de taille, on trouve les microémulsions, nano-émulsions, et macro-émulsions. De plus chacun de ces types d'émulsion possède des caractéristiques qui lui sont propres (indiquées sur le **tableau 2**) (**Danielsson et Lindman, 1981**).

Tableau 2 : Caractéristiques des différentes catégories d'émulsions.

(Danielsson et Lindman, 1981)

Propriétés	Macro-émulsion	Micro-émulsion	Nano-émulsion
Apparence	Opaque	Transparent ou légèrement turbide	Transparent ou légèrement turbide
Stabilité	Thermodynamiquement instable	Thermodynamiquement stable	Thermodynamiquement instable mais cinétiquement stable
Durée de vie	Courte	Longue	Courte
Taille gouttelettes	Supérieur à 1 μm	10 - 100 nm	20 - 500 nm

Contrairement à ce que l'on pense la dimension des gouttelettes des microémulsions est inférieure à celle des nano-émulsions (**Figure 3**). Cette confusion provient de l'ordre de découverte et de nomination de ces deux types d'émulsion. (David Julian ; 2012).

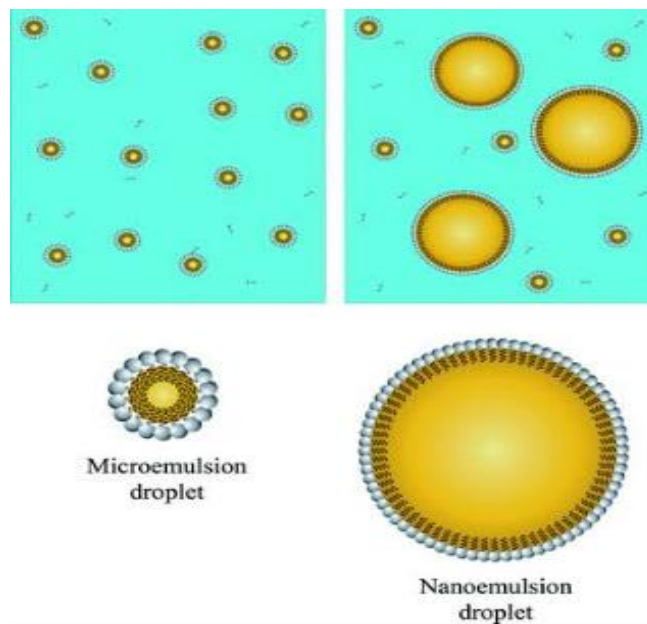


Figure 3 : Représentation schématique de microémulsion et de nano-émulsion. (David Julian, 2012)

Une des propriétés des émulsions est qu'elles ne sont pas naturellement stables. Il est donc nécessaire d'appliquer un traitement (mécanique ou chimique) pour garantir sa stabilité dans le temps.

I.1.3 Composition d'une émulsion

Pour formuler une émulsion, il faut une phase hydrophile et une phase lipophile. Ces deux phases étant naturellement non miscibles. Pour cela, nous utilisons un tensioactif afin de lier ces deux phases. Le tensioactif est le constituant clé, sans lui, il est impossible de former une émulsion. (Legrand, 2013).

I.1.3.1 Définition d'un tensioactif

Un tensioactif (aussi appelé surfactant ou agent de surface) est une molécule modifiant la tension interfaciale entre deux phases. Généralement, un tensioactif est une molécule amphiphile, c'est à dire possédant à la fois une partie hydrophile polaire et une autre hydrophobe apolaire(Figure 4) (Dupasquier et al., 2017).

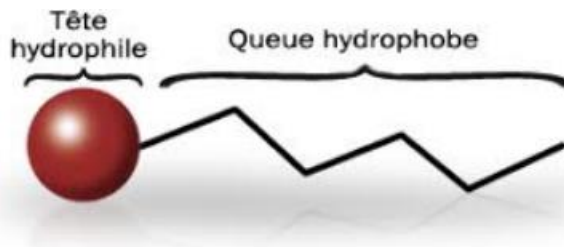


Figure 4 : Schéma structural d'un tensioactif. (Dupasquier et al., 2017)

Grâce à la "tête" hydrophile et à la "queue" hydrophobe, le tensioactif a une affinité avec les phases hydrophiles et les phases non hydrophiles (lipophiles par exemple). Il se place donc à l'interface de ces deux phases et permet de faire chuter la tension interfaciale. Ceci permet donc de solubiliser deux phases initialement non miscibles. (Dupasquier et al., 2017)

Dans le cas des émulsions, le tensioactif utilisé est appelé émulsifiant ou émulsionnant. Il aura une affinité avec la phase hydrophile (aqueuse) et une affinité avec la phase lipophile (grasse). Les tensioactifs sont essentiels dans les émulsions. Ce sont eux qui facilitent, en abaissant la tension interfaciale, la formation de l'émulsion. Lors de la préparation d'une émulsion, une étape

d'agitation permet aux tensioactifs de faciliter la dispersion d'une phase dans l'autre sous forme de gouttelettes. Ils assurent également la stabilité d'une émulsion dans le temps (de manière relative) en inhibant la coalescence des gouttes (**Doumeix, 2011**).

En fonction du type d'émulsion, l'orientation des tensioactifs ne sera pas la même. En effet, dans le cas d'une émulsion H/E, la tête hydrophile est placée à l'extérieur des gouttelettes et inversement dans le cas d'une émulsion E/H (**Figure 5**) (**Doumeix, 2011**).

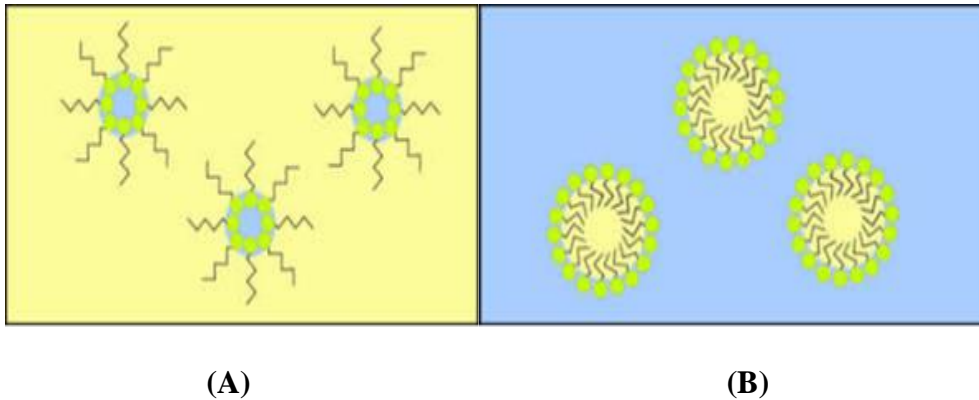


Figure 5 : Schéma de l'orientation des tensioactifs dans deux types d'émulsion.(A) : Emulsion H/E. (B) :Emulsion E/H. (**Dupasquier et al., 2017**)

I.1.3.2 Exemples d'émulsions

I.1.3.2.1 Émulsion H/E

En agro-alimentaire, c'est le type d'émulsion le plus courant. Filière «lait» : lait entier, crème, crème glacée... ; Filière « produit carné » : pâtes fines (knackies, saucisses de Francfort, saucisses de Strasbourg, mousse de foie...). Autres produits alimentaires: sauce, mayonnaise...

En cosmétique : crème nutritive. Passée sous l'eau, elle s'en va facilement. Les crèmes pour les mains sont souvent des émulsions H/E. Elles sont plutôt nutritives.

I.1.3.2.2 Émulsion E/H

En agro-alimentaire, ce type d'émulsion est plus rare. Beurre, Margarine... En cosmétique : les crèmes protectrices. Lors du lavage de mains enduites d'une crème à base d'émulsion E/H, l'eau va perler sur les mains en raison du film lipidique qui reste sur la peau et qui s'élimine difficilement.

I.2. Mayonnaise

I.2.1. Origine

Le mot mayonnaise vient de Mahón, capitale de Minorque, dans les Baléares, occupée par les Anglais et conquise par l'amiral français Louis-François-Armand du Plessis de Richelieu (**GrailleJ., 2003**). La mayonnaise est probablement l'une des sauces ou condiments les plus utilisés au monde. Elle existe depuis des siècles, bien que son origine exacte soit controversée, d'abord commercialisée au début des années 1900, et devenue populaire en Amérique de 1917 à 1927 (**Harrison et Cunningham, 1985**)

I.2.2. Définition

La mayonnaise est une sorte d'émulsion semi-solide d'huile (phase discontinue) dans l'eau (phase continue) (**Shen et al. 2011**). Elle présente des propriétés viscoélastiques dues au réseau formé par les lipoprotéines adsorbées autour des gouttes d'huile avoisinantes (**Ma et Canovas, 1995**).

En raison de son pH faible et de sa teneur élevée en graisse, elle est relativement résistante à la détérioration microbienne. Bien que les levures et les moisissures puissent causer des dommages, relativement peu d'autres organismes ont été isolés de la mayonnaise (**Fabian et Wetherington, 1950**).

Les émulsions sont des systèmes dispersés métastables constitués d'au moins deux liquides non miscibles et d'un agent amphiphile. Comme le montre là (**Figure 6**), l'un des liquides est dispersé dans le second sous forme de petites gouttes sphériques dont la taille varie selon les conditions de 0,1 à quelques dizaines de micromètres (**Arditty, 2004**).

I.2.3 Ingrédients de la mayonnaise

La mayonnaise est une émulsion huile dans eau (H/E) et est largement consommée comme assaisonnement traditionnel en raison de sa sensation en bouche crémeuse et saveur spéciale. La mayonnaise conventionnelle contient 65 à 80 % de matières grasses, qui contribue à sa texture, son apparence, sa saveur et sa durée de conservation (**Sun et al, 2018 ; Worrasinchai et al, 2006**).

La mayonnaise est présumée provenir de Port Mahon, France, en 1756. Il a été produit pour célébrer la conquête de la Port Mahon par les forces sous le commandement de Louis François Armand de Vignerot du Plessis, duc de Richelieu (1696-1788), maréchal de France, et elle s'appelait Mahonnaise.

Le mot a ensuite été changé à la mayonnaise, probablement à cause des vieux mots français pour l'œuf jaune et remuer, moyen et manière (Morley, 2016). La mayonnaise a été produite commercialement au début des années 1900 pour la première fois, puis est devenu populaire en Amérique de 1917 à 1927 (Harrison & Cunningham, 1985). Plus tard au Japon, la mayonnaise prix a augmenté de 21 % de 1987 à 1990 (Le, 1992).

Cette émulsion comprend une solution aqueuse comme phase constante et huile sous forme de phase dispersée (Aganovic et al., 2018). Il est produit à l'aide huile végétale, émulsifiant (lécithine d'œuf), composants acides (acétique acide, acide citrique et acide maléique), agents aromatisants (édulcorant, sel, moutarde ou ail), des exhausteurs de texture, des stabilisants et un inhibiteur de cristaux indésirables (Yildirim, Sumnu et Sahin, 2016).

Tableau 3 : Ingrédients fonctionnels ajoutés à la mayonnaise et leurs importances (Depree & Savage, 2001).

Ingrédient	Rôle
Huile	Stabilité microbienne Augmenter la viscosité et la stabilité de la mayonnaise
Jaune d'œuf	Forment une membrane solide autour des gouttelettes liquides Empêcher les gouttelettes d'huile de se rejoindre
Sel	Aider à disperser les granulés de jaune d'œuf Aider à neutraliser toutes les charges sur les protéines
Vinaigre	Baisser le pH Maintenir le pH proche de point d'isoélectrique moyen des protéines du jaune d'œuf Stabilité microbienne
Moutarde	Les particules de moutard charbonnent les gouttelettes d'huile
Sucre	Blindage des groupes réactifs, Affaiblir les interactions

I.2.3.1 Huile

L'émulsion de mayonnaise est formée en mélangeant tranquillement l'huile avec un pré-mélange, comprenant du vinaigre, de la moutarde et du jaune d'œuf, car le mélange de la phase aqueuse et de l'huile conduirait à la création d'une émulsion eau dans l'huile (**Liu, Xu, & Guo, 2007**).

Fabrication traditionnelle de l'émulsion comprend souvent des mélangeurs discontinus, ce qui signifie que l'huile est ajoutée progressivement à une phase aqueuse sous mélange extrême, bien que la production par l'utilisation d'un mélangeur à grande vitesse et le lot processus est assez inefficace (**Depree & Savage, 2001**). Continu des procédures sont également disponibles pour faire de la mayonnaise. Dans ces méthodes, il existe des pompes qui mélangent trois phases d'œuf, d'huile et l'eau dans un malaxeur, après homogénéisation continue. Par ailleurs, une méthode discontinue existe, qui est un mélange des deux procédures, où l'émulsion de forme grossière est faite par lots, suivant étapes continues pour diminuer les gouttelettes de graisse (**Aganovic et al., 2018**).

La mayonnaise est un aliment stable aux microbes en raison de sa teneur élevée en matières grasses le contenu et les conditions acides et peuvent être conservés à température ambiante ; néanmoins, la perte de qualité existe toujours du fait de l'auto-oxydation des acides gras insaturés (**Aganovic et al., 2018**).

La graisse, en tant que l'un des principaux ingrédients, affecte positivement la rhéologie attributs et caractéristiques sensorielles de la finale produite Mayonnaise. Il contribue également à la saveur, la texture, l'onctuosité, goût, apparence et durée de conservation de la mayonnaise (**Mun et al., 2009**).

De plus, l'une des caractéristiques les plus importantes de la mayonnaise, essentiellement induite par les matières grasses, est la propriété de la sensation en bouche. Généralement, la sensation en bouche des matières grasses dans un produit à base de lipides est un facteur rhéologique. Phénomène. La sensation de gras est un complexe phénomène impliquant les propriétés de fluidité et de viscosité d'un produit alimentaire. Ma et al. Étudié la fonctionnalité des

substituts de graisse dans aliments et a découvert que les particules de moins de 3 μm de diamètre ne pouvait être distingué par la langue humaine (Ma, Cai, Wang, & Soleil, 2006).

La stabilité et cohésion de notre mayonnaise. Elle peut cependant être diversifiée : huile d'arachide, de tournesol, de noix, d'olive... et cela influera uniquement le goût et la couleur mais ne perturbera pas "la prise" de la mayonnaise (Forsythe, 1963).

I.2.3.1.1 Huile de soja

I.2.3.1.1.1 Définition

L'huile de soja est un fluide jaune, plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. L'huile fraîche a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras polyinsaturés et notamment en acide gras essentiel α -linoléique. Elle est recommandée pour les assaisonnements. Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution des cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer (Cossut et al, 2002)

I.2.3.1.1.2 Origine de l'huile de Soja

A. Plante

La plante est annuelle, herbacée, dressée, et peut atteindre une hauteur de 1,5 m. La gousse est droite ou légèrement courbée, d'une longueur de deux à sept cm(Figure 6). Elle est formée par les deux moitiés du carpelle, soudées le long de leurs bords dorsal et ventral (Virginie et Melanie, (2007).



Figure6 : La plante de soja et ses graines (Virginie et Melanie, 2007).

B. Graine

A l'issue de la floraison et de la nouaison, se développe une gousse contenant, selon les cas, entre 1 et 4 graines. Comme chez les autres légumineuses, la graine se compose essentiellement d'une enveloppe lisse (la coque) et d'un embryon. Sa taille varie généralement entre 5 et 10 mm de diamètre et son poids (selon les variétés) oscille entre 50 et 400 mg. La forme de la graine varie selon les cultivars(**Figure 7**)(**Pouzet. 1992**).



Figure 7 : Description macroscopique de la graine de soja (**Hubert,2006**)

La qualité des protéines est idéale en termes de profil d'acides aminés et de digestibilité. Elles sont constituées principalement de globuline (90 % des protéines et 36 % du poids de la graine (**Hubert, 2006**).

La graine de soja contient aussi des glucides non structurels, pour environ 10 % du poids de la graine, avec principalement des sucres solubles, et peu d'amidon (moins de 3 % du poids des graines). (**Hubert, 2006**).

I.2.3.1.1.3 Composition de l'huile de soja

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence d'acide linoléique (C18:3) en quantité appréciable. Cet acide gras étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air. L'huile brute de soja est définie en termes d'humidité, d'impuretés, teneur en phosphatides, en acides gras libres et aussi en termes de couleur, caractéristiques d'oxydation et de traces métalliques (**Platon, 1988**).

Les triglycérides constituent plus de 95% des composés lipidiques de la graine de Soja. Les autres composés étant les phospholipides et les diacyglycérols (Tableau 4). (Debruyne, 2001).

Tableau 4: Composition en acide gras de l'huile de soja (Platon, 1988).

Types d'acides gras	Pourcentage (%)
Acide palmitique (C16:0)	11,5
Acide stéarique (C18:0)	4,0
Acide oléique (C18:1)	25,0
Acide linoléique (C18:2)	51,5
Acide linoléique (C18:3)	7,5
Acide arachidique (C20:0)	0,5

I.2.3.1.1.4 Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient

Tableau 5: Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de soja (Commission & Programme, 1993).

Caractéristiques	Valeurs
Densité relative (20°C/eau à 20°C)	0,919 – 0,925
Indice de refraction	1,466 – 1,470
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	189 – 195
Indice d'iode	120 – 143
Insaponifiable	Au maximum 15 g/Kg

L'huile de soja a une valeur très appréciable dans l'alimentation humaine et elle offre la plus haute teneur en acide gras polyinsaturé. Sa haute teneur en acide linoléique donne une valeur nutritive supérieure à celle des autres huiles végétales (**Asiedu, 1991**). L'huile de soja contient aussi de la lécithine qui a une action hypocholestérolémiant. Sa richesse en lécithine lui permet de supporter une chaleur jusqu'à 177 – 200°C (**Cossut et al, 2002**)

I.2.3.2 Eau

Quand on mélange eau et huile en fouettant vigoureusement, quelques gouttes d'eau entrent dans l'huile et quelques gouttes d'huile vont dans l'eau mais en laissant reposer les gouttelettes d'huile se rassemblent à nouveau, les deux phases se séparent : l'huile n'est pas miscible dans l'eau.

Pour mélanger l'huile à l'eau, il faut donc introduire des molécules (entremetteuses), ayant une affinité pour l'huile et l'eau : elles ont donc une extrémité hydrophile (« qui aime l'eau ») et une extrémité lipophile (« qui aime la graisse ») : ce sont des molécules tensioactives. On y trouve la moutarde, le jaune d'oeuf.

Ces tensioactifs entourent les gouttelettes d'huile par leur partie lipophile puis les dispersent dans l'eau par leur partie hydrophile. (**Dickinson, 1996**)

I.2.3.3 Œuf

Les œufs sont composés de trois parties principales, le blanc d'œuf (59 %), le jaune d'œuf (31 %) et la coquille externe (10 %) (**Nys et Guyot, 2011**). Cependant, dans la mayonnaise, seuls le jaune d'œuf et le blanc d'œuf sont utilisés comme agent émulsifiant.

Le jaune d'œuf est plus couramment utilisé que le blanc d'œuf en raison de ses propriétés émulsifiantes supérieures. Le blanc d'œuf ou albumen est composé d'eau, de protéines, de glucose et de certains minéraux. La majeure partie de l'albumen est constituée d'eau, 84 à 89 % (**Nys et Guyot, 2011**), tandis que la partie restante est dominée par des glycoprotéines globulaires (**Li-Chan et Kim, 2008**).

Le jaune d'œuf ne contient que 50 % d'eau et a donc une teneur en matière sèche considérablement plus élevée que l'albumen. Les 50 % restants du jaune d'œuf sont constitués de lipides (33 %), de protéines (15 %), de glucides (1 %) et de minéraux (1 %) (**Li-Chan et al., 1995**). Pour rendre tous les lipides solubles, ils sont liés à des protéines, ou apoprotéines, pour former des lipoprotéines. Ces structures peuvent être divisées en lipoprotéines de basse densité (LDL) et en lipoprotéines de haute densité (HDL). Les LDL ont une forme sphérique avec un diamètre d'environ 35 nm et contiennent une plus grande quantité de lipides (90 %) que les HDL (20 %) et

ont par conséquent une densité plus faible (**Anton, 2007 ; Li-Chan et Kim, 2008**). HDL n'a pas la forme sphérique que LDL a et ressemble plutôt à la structure des protéines globulaires. La structure du HDL est plus petite que celle du LDL, 7-20 nm, et elle est également plus rigide. (**Anton, 2007**)

La manière standard de classer le jaune d'œuf est de savoir comment il est séparé pendant la centrifugation, où les deux fractions sont le plasma (surnageant) et les granules (sédiment). Le plasma est la plus grande des deux fractions, responsable de 78 % du jaune d'œuf total (**Li-Chan et al, 1995**). Cette fraction contient des LDL et des livétines (**Anton, 2007**). Les granules contiennent des HDL, de la phosvitine et des LDLg où les LDLg sont une plus petite portion de LDL située dans les granules (**Stadelman et Cotterill, 1995**).

Le jaune d'œuf est utilisé dans la fabrication de la mayonnaise essentiellement pour ses propriétés émulsifiantes dues au complexe lécithine (33%)/protéine (16%). Le jaune d'œuf utilisable pour fabrication de mayonnaise peut se présenter sous différentes formes : à l'état frais, congelé, en poudre ou concentré (**Kone, 2001**).

I.2.3.3.1 Rôle du jaune d'œuf

Le jaune d'œuf est le principal agent émulsifiant de l'œuf car, bien que les composants de l'œuf dans le blanc d'œuf présentent également une certaine capacité émulsifiante, le jaune d'œuf est quatre fois plus efficace (**Bergquist, 1995**). Les propriétés émulsifiantes du jaune d'œuf sont principalement déterminées par la quantité de LDL, de livétines et dans une certaine mesure de granulés et de phosvitine (**Anton, 2013 ; Vincent et al., 1966**).

Le LDL et les livétines peuvent être trouvés dans le plasma et sont solubles dans presque toutes les conditions. Les granules et la phosvitine sont liés par des ponts phosphocalciques et, par conséquent, cette fraction n'est soluble que dans certaines conditions, telles qu'un pH naturel et une force ionique élevée (**Anton, 2013**).

La solubilité de l'émulsifiant est d'une grande importance car il doit être soluble pour atteindre et interagir avec l'interface huile-eau. Les propriétés émulsifiantes de différentes substances sont souvent mesurées comme la diminution de la tension interfaciale. En comparant la diminution de la tension interfaciale entre le jaune d'œuf (contenant à la fois des granules et du

plasma) et uniquement le plasma, il a été constaté que la contribution des granules était négligeable **(Vincent et al, 1966)**

La stabilité d'une émulsion est déterminée par sa capacité à résister à des mécanismes déstabilisants comme le crémage, la floculation et la coalescence. La stabilité des émulsions de jaune d'œuf est principalement assurée par les granulés (qui contiennent des HDL, de la phosvitine, des LDLg) **(Anton et Gandemer, 1997)**. Cette fraction contient plus de protéines que le plasma, ce qui peut contribuer à une couche épaisse de protéines à l'interface des gouttelettes. Cela garantit la stabilité d'une émulsion à la fois en introduisant plus de répulsion électrostatique et stérique et en permettant la réticulation entre les gouttelettes **(Anton et Gandemer, 1997 ; Ford et al., 1997)**.

Avec le plasma, les propriétés émulsifiantes sont très bonnes mais le plasma seul n'a pas les propriétés stabilisantes d'une émulsion de jaune d'œuf. On pense que cela est une conséquence de la quantité relativement faible de protéines disponibles dans la fraction plasmatique, puisque les LDL ne contiennent que 10 % d'apoprotéines **(Anton et Gandemer, 1997 ; Li-Chan et Kim, 2008)**. Avec moins de protéines disponibles, la réticulation entre les gouttelettes est peu susceptible de se produire et l'émulsion devient moins stable lorsque seul le plasma est utilisé.

Le jaune d'œuf liquide peut être séché par pulvérisation pour améliorer la durée de conservation, mais le traitement du jaune d'œuf de cette manière entraîne une certaine dénaturation des protéines. Cela influence la qualité de la mayonnaise et donne une texture plus ferme. **(Guerrero et Ball, 1994)**.

I.2.3.4 Vinaigre

Le vinaigre qui est un composé acide. Il joue un rôle double dans la fabrication de la mayonnaise : d'un côté il participe à la valeur gustative du produit fini et de l'autre contribue à assurer une certaine propriété microbiologique. Au besoin et selon les goûts, le jus de citron peut être utilisé en lieu et place du vinaigre. **(Kone, 2001)**

I.2.3.4.1 Rôle du vinaigre

Le rôle le plus important du vinaigre est l'ajustement du pH. La mayonnaise Le pH a un impact profond sur la structure de l'émulsion. La stabilité et la viscoélasticité de la mayonnaise

serait à son maximum lorsque le pH atteint le point isoélectrique des protéines de jaune d'œuf, à tel point que la charge de surface des protéines est amoindrie. La floculation des protéines ne se produirait jamais si les protéines étaient très chargées (**Depree & Savage, 2001**).

Les gouttelettes d'huile de mayonnaise sont chargées positivement en raison de la composition des protéines à l'interface, ainsi que le pH du milieu (<4,2 pour la mayonnaise). Il a été prouvé que les gouttelettes contenant une charge négative ont tendance à adsorber les ions métalliques à charge positive, ce qui peut favoriser le développement de l'oxydation des lipides (**Aleman et al., 2015**).

De plus, une faible valeur de pH (pH = 4) rompt les ponts ioniques présent entre la phosphatidylsérine et le fer. De plus, les ions ferriques sont insolubles et soluble dans des valeurs de pH neutres et basses, respectivement. Donc, la diminution de la valeur du pH peut également rendre la solubilisation incrémentée des ions de fer dans la mayonnaise (**Jacobsen et al, 2001**),

I.2.3.5 Sel

Le sel n'est pas un ingrédient indispensable mais peut seulement modifier le goût de la mayonnaise (assaisonnement). Car en effet le sel n'est pas approprié pour l'émulsion car il déstabilise cette émulsion, or on recherche une émulsion stable. Le sel a une formule chimique Na^+ , Cl^- et les ions Na^+ neutralisent les extrémités polaires des lécithines (essentiellement les groupes phosphate). Cependant, les ions Cl^- neutralisent les charges positives des atomes d'azote. Donc, la répulsion électrostatique entre les têtes polaires diminue et le mélange tend à se déstabiliser (**Gastronomayo, 1901**).

I.2.3.5.1 Rôle du sel

Concernant le sel, son ajout peut rehausser le mayonnaise caractéristique pour trois raisons principales. Premièrement, le sel aide à disperser les granulés de jaune d'œuf et augmentant la disponibilité de plus de tensioactifs matériaux. Deuxièmement, le sel neutralise les charges protéiques, de sorte que les protéines peuvent facilement être adsorbées à la surface des gouttelettes d'huile. Troisièmement, il assure la proximité des gouttelettes d'huile les unes par rapport aux autres, ce qui interagira plus fortement. Cependant, un excès de sel peut déclencher

l'agrégation des protéines de jaune d'œuf dans la phase aqueuse en raison de l'effet de relargage **(Depree & Savage, 2001)**.

I.2.3.6 Moutarde

La moutarde contribue à la saveur et à la couleur de la mayonnaise. La majeure partie de la saveur de la moutarde provient des isothiocyanates. L'acide dans la mayonnaise stabilise ces composés aromatiques. **(Depree et Savage, 2001)** La moutarde utilisée dans la mayonnaise peut être ajoutée sous forme de farine de moutarde au lieu de moutarde ordinaire si désiré **(Duncan, 2004)**

La moutarde apporte une quantité d'eau plus importante que celle de l'huile. Par conséquent, elle permet la dispersion des micelles dans l'eau **(Gastronomayo, 1901)**.

I.2.3.7 Sucre

Le sucre est un produit alimentaire au goût doux, fabriqué à partir de la betterave sucrière ou de la canne à sucre. Du point de vue chimique, le sucre blanc de table est constitué de saccharose. Le sucre cristallisé est soluble dans l'eau. **(Kone, 2001)**

De manière générale, le terme de sucre est souvent utilisé pour désigner les glucides ; par exemple, le glucose est qualifié de « sucre simple » et l'amidon de « sucre complexe ». Cependant, le goût sucré n'est spécifique que de certains glucides comme le saccharose et le fructose ; c'est pourquoi ces molécules servent d'additifs dans l'industrie agroalimentaire. **(Kone, 2001)**.

I.2.3.7.1 Rôle du sucre

Il est basé sur l'amélioration de goût, de l'aspect et la texture, aussi il est un bon agent de conservation dans la mayonnaise **(Kone, 2001)**.

I.2.3.8 Additifs alimentaires utilisés

On appelle additifs alimentaires des substances ajoutées pour préserver ou améliorer l'innocuité, la fraîcheur, le goût, la texture ou l'aspect des aliments.

De nombreux additifs alimentaires ont été mis au point au cours du temps pour répondre aux besoins de la production alimentaire, car les conditions de la préparation des aliments à grande échelle diffèrent très largement de celles régissant la confection des repas à domicile. C'est

pourquoi l'entreprise utilise certains types d'additifs pour conserver ses produits, et parmi ces additifs on retrouve :

Les épaississants, les stabilisants, régulateurs d'acidité, colorants, Antioxydants, Aromes. **(Kone, 2001)**

I.2.3.8.1 Épaississants

Les épaississants sont des additifs alimentaires qui ont la propriété de former avec les préparations alimentaires, des suspensions visqueuses. Ils permettent de donner une texture plus épaisse à la nourriture trop liquide.

Dans le cas de mayonnaise ; ils utilisent généralement le adipate de diamidon acétylé (SIN 1422) qui est produit via une réaction entre de l'amidon acétylé (SIN1420) et de l'acide acétique.

I.2.3.8.2 Stabilisants

Sont des additifs utilisés en vue de maintenir l'état physico-chimique des denrées alimentaires. Ils permettent de maintenir la consistance ou la texture tout en stabilisant les phases non miscibles dans le but d'éviter la séparation des ingrédients dans les produits alimentaires.

Parmi les stabilisants les plus utilisés, on a la gomme xanthane

I.2.3.8.3 Gomme xanthane

La Xanthane est composée de polymères de sucres naturels produits par biotechnologie : fermentation de sucre de betterave, de canne ou de maïs par des bactéries *Xanthomonas campestris* non génétiquement modifiées. **(Louis, 2002)**

I.2.3.8.3.1 Rôle de gomme xanthane

Soluble à froid, elle donne des solutions de haute viscosité qui peuvent stabiliser les émulsions mais elle n'a pas, en elle-même, de pouvoir gélifiant. C'est un épaississant très stable sur une large gamme de pH et de température. **(Louis.2002)**

I.2.3.8.4 Régulateur d'acidité

Sont des additifs ajoutés dans le but de modifier ou de maintenir le pH à un niveau donné. Ils confèrent un goût acide aux denrées alimentaires et donc améliore la conservation des aliments

Le régulateur le plus utilisé est : Acide citrique. SIN330

I.2.3.8.5 Colorants

Sont des substances additionnées aux denrées alimentaires de base en vue d'offrir un aspect coloré et original aux aliments sans en altérer le goût.

Dans notre cas, nous recherchons la couleur jaune-orange qui caractérise la mayonnaise. Les plus utilisés sont :

I.2.3.8.5.1 Oléorésine de paprika

Le paprika oléorésine est un colorant alimentaire utilisé pour colorer les aliments en rouge foncé s'ils sont sous forme liquide ou contiennent de la graisse liquide. C'est un colorant alimentaire naturel obtenu en extrayant des lipides, ou graisses végétales, et des pigments de poivrons rouges doux.

I.2.3.8.5.2 Lutéines

La lutéine fait partie de la grande famille des caroténoïdes. Tout comme la zéaxanthine (autre caroténoïde), c'est un composé appelé xanthophylle (en grec, « xantho » signifie jaune), un pigment jaune que l'on trouve dans de nombreuses plantes et végétaux. Lorsque le taux de lutéine est très concentré, celle-ci apparaît de couleur orange-rouge.

I.2.3.8.6 Antioxydants

On regroupe sous le terme « antioxydants » certaines vitamines, oligo-éléments, certains micronutriments et micronutriments présents naturellement dans notre alimentation et qui ont pour effet commun d'aider à protéger les cellules de l'organisme de l'effet des radicaux libres.

Parmi les antioxydants, ils utilisent généralement le EDTA calcio-disodique (SIN 385)

I.2.3.8.6.1 EDTA calcio-disodique

L'EDTA soutient l'action des antioxydants et préserve les aliments de l'altération des arômes et de la couleur. Compte tenu de sa capacité à se lier fortement avec les minéraux et les métaux, l'EDTA forme des complexes métalliques très stables qui peuvent avoir des effets métaboliques indésirables.

I.2.3.8.7 Arôme

Un arôme est un produit utilisé pour améliorer ou modifier l'odeur et/ou le goût des aliments pour le bénéfice du consommateur (selon le règlement européen 1334/2008).

Dans le cas des mayonnaises, ils utilisent que l'arôme de moutard

I.2.4 Processus de production industrielle de la mayonnaise

On distingue deux types de processus de production : discontinu et continu. Ces derniers peuvent être divisés en processus froids et semi-chauds. Dans le processus à froid, toutes les opérations de fabrication (mélange des ingrédients, formation d'émulsion pendant l'homogénéisation, conditionnement) sont effectuées à froid. Dans le processus semi-chaud, les ingrédients (eau, épices) sont pasteurisés à 80°C pendant quelques minutes puis refroidis. Les autres opérations sont semblables au processus à froid parce que l'homogénéisation nécessite une basse température pour former une émulsion stable (**Saarela et al., 2010**). Ils consistent à préparer:

- Phase grasse

La phase grasse est constituée de l'huile dans les proportions définies selon la recette ainsi que des auxiliaires de fabrication qui y sont solubles tels que : l'émulsifiant, les vitamines, les arômes. La préparation proprement dite de la phase grasse consiste à dissoudre les additifs dans l'huile. Le liquide limpide ainsi obtenu constitue la phase grasse complète (**Kone, 2001**).

- Phase aqueuse

La phase aqueuse est constituée de l'eau et du vinaigre ainsi que des additifs qui y sont solubles tels que : le sel, le sucre, les arômes, les conservateurs ...etc. Selon **Kone (2001)**, le procédé discontinu ou fabrication par charge est le procédé de choix pour la production de la mayonnaise à l'échelle semi-artisanale. Elle se déroule de la manière suivante sous vide :

- * Introduire la phase aqueuse et le jaune d'œuf dans la cuve ;
- * Mettre en marche le broyeur colloïdal avec retour dans la cuve ;
- * Introduire, en petites quantités au départ, la phase huileuse ; Augmenter progressivement la quantité de la phase huileuse à ajouter au fur et à mesure que l'émulsion commence à devenir visqueuse.

I.2.5. Valeurs nutritionnelles de la mayonnaise

La valeur nutritionnelle de la mayonnaise est étroitement liée aux ingrédients utilisés durant la préparation (**Mann et Truswell, 2002**). Le tableau 6 montre la composition biochimique de la mayonnaise.

Tableau 6: Valeurs nutritionnelles de la mayonnaise (Mann et Truswell, 2002).

Valeur énergétique	721 kcal (2965 kJ)
Protéines	1,2 g
Glucides	0,5 g
Lipides	79,3 g
Acides gras saturés	8,8 g
Fibres	0,2 g
Sodium	395 mg

- Tous les ingrédients doivent être de bonne qualité et convenir à la consommation
- L'eau doit être de qualité potable
- Les œufs et les produits à base d'œufs doivent être des œufs de poule ou en provenir.

I.2.6. Conservation

La mayonnaise est conservée (conditionnée) dans des bouteilles et pots en verre ou en plastique. Elle est conservée à des basses températures (réfrigérateur) durant le stockage et aussi après l'ouverture (Feriel et al., 2008).

I.2.7 Qualité microbiologique de la mayonnaise

Les mayonnaises sont des produits relativement fragiles sur le plan microbiologique et certains ingrédients dont particulièrement le jaune d'œufs frais est souvent contaminé. La quantité d'eau disponible pour les micro-organismes et le pH constituent les facteurs clés pour la stabilité de la mayonnaise. Un contrôle basé sur les bonnes pratiques de fabrication (GMP = Good Manufacturing Practices) ainsi que sur la qualité des matières premières, particulièrement les œufs, est décisif pour la qualité du produit fini. Il ne faut, en outre pas oublier le contrôle de l'air ainsi que des emballages utilisés (Kone, 2001).

CHAPITRE II : PLANTE AROMATIQUE (CAS DE *THYMUS*)

I. Famille des LAMIACEAE

I.1. Présentation botanique et géographique

La famille des Lamiacées (Lamiaceae) ou Labiées (Labiatae) est une importante famille de plantes dicotylédones, comprenant environ 6000 espèces et près de 210 genres répartis dans le monde entier, mais surtout dans la région méditerranéenne. Elles sont réparties en sept sous-familles (Ajugoïdeae, Chloanthoïdeae, Lamioïdeae, Nepetoïdeae, Scutellarioïdeae, Teucroïdeae, Viticoïdeae, Pogostemoïdeae) (**Harley et al., 2004**).

Le plus souvent, ce sont des plantes herbacées, des arbustes et rarement des arbres ou des lianes, producteurs d'huiles essentielles, largement répartis autour du monde et dans tout type de milieux. La forme de lèvre de la fleur et la présence d'huiles essentielles signent cette famille. Pour la plupart des genres, la section carrée de la tige et les feuilles opposées sont aussi des caractéristiques. De nombreuses espèces de cette famille sont des plantes mellifères, fréquentées par les abeilles (**Guignard, 2001**).

Les plantes de cette famille sont rarement ligneuses, souvent velues, à tige généralement quadrangulaire. Les feuilles sont opposées et décussées (disposées en paire se croisant d'un noeud à l'autre), dépourvues de stipules, à limbe généralement denté. Les fleurs généralement sont hermaphrodites, à symétrie bilatérale ou parfois presque radiaire. Les sépales (calice) et les pétales (corolle) sont soudés en tubes comportant habituellement quatre ou cinq lobes, ou lèvres, de forme irrégulière (symétrie bilatérale). Les deux, quatre ou cinq étamines sont attachées à l'intérieur du tube corollaire. L'ovaire est supère, libre et possède deux carpelles (**Bonniere & Douin, 1992**).

Les Lamiacées possèdent souvent des poils glanduleux et des glandes sous-épidermiques à huiles essentielles les rendant très odorantes. On note le caractère aromatique des plantes de cette famille, la plupart étant riches en huiles essentielles (**Quezel & Santa, 1963**).

I.2 Intérêt économique, pharmacologique et nutritionnel

Cette famille est une importante source d'huiles essentielles, d'infusion et d'antibiotiques pour l'aromathérapie, la parfumerie et l'industrie des cosmétiques. On y rencontre beaucoup d'espèces cultivées comme plantes condimentaires (sauge, thym, basilic, menthe, etc...). On y trouve aussi

des plantes ornementales (sauge, lavande, etc....) (**Lampion et al., 2004**).

II. Genre *Thymus*

II.1. Histoire

Thymus provient du grec *thumon* qui signifie « offrande (que l'on brûle) » et « parfum », à cause de l'odeur agréable que la plante dégage naturellement ou lorsqu'on la fait brûler (**Rey, 1992**). L'utilisation du thym dans la vie humaine date depuis très longtemps ; il a été surtout utilisé en médecine et dans les rituels religieux ou magiques, ses rituels culinaires se limitent à aromatiser le fromage et les liqueurs (**Binate et Dikes, 2018**).

Mélangé aux onguents, il a été utilisé par les Égyptiens et les Étrusques pour embaumer leurs morts. Pensant que cette plante était source de courage, les Grecs en brûlaient devant l'autel de leurs dieux, les places publiques et les riches demeures. En plus de ses rituels culinaires, ils s'en servaient aussi pour parfumer l'eau des bains. Théophraste connaissait deux espèces de thym, l'un blanc, médicinal et très mellifère, l'autre noir, « qui corrompt l'organisme et suscite la bile » (**Benbouali, 2006**).

Le thym est diffusé en Europe par les Romains, qui en faisaient de nombreuses sortes de cosmétiques et s'en servaient pour purifier leurs pièces d'habitation et pour « donner du parfum aux fromages et liqueurs » (**Zeghib, 2013**).

II.2. Description morphologique

Le thym est une plante sous-ligneuse, odorante, formant des touffes compactes très ramifiées qui s'élèvent à une vingtaine de centimètres au-dessus du sol. Il pousse de façon spontanée sur les coteaux secs et rocaillieux et dans les garrigues.

Les feuilles du thym sont plus au moins contractées et les inflorescences sont en faux verticilles. Le calice, quant à lui, est tubuleux et la corolle est plus au moins exserte (**Quezel & Santa, 1963**).

II.3. Classification taxonomique

Le *Thymus* est un genre de plantes (couramment appelées **thym** ou **serpolet**) de la famille des Lamiacées. Ce sont des plantes rampantes ou en coussinet, portant de petites fleurs rose pâle ou blanches. Ces plantes sont riches en huiles essentielles et à ce titre font partie des plantes aromatiques (*Thym*). (**Zeghad, 2009**).

Règne	Plantae (végétal)
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Asteridae
Ordre	Lamiales
Famille	Lamiaceae
Genre	<i>Thymus</i>

II.4 Répartition géographique

Le genre *Thymus* est l'un des 250 genres les plus diversifiés de la famille des labiées (Naghbi et al., 2005). Il est composé d'environ 928 espèces distribuées principalement dans les pays méditerranéens, la partie du nord de l'Afrique et le Groenland du Sud (Sunar et al., 2009). Plusieurs auteurs (Cronquist, 1988 ; Heywood, 1993 ; Morales, 2002 ainsi que Stahl- Biskup & Saez, 2002), rapportent que la région de la Méditerranée peut être décrite comme le centre de ce genre.

C'est une plante très répandue dans le nord-ouest africain (Maroc, Algérie, Tunisie et Libye), elle pousse également sur les montagnes d'Ethiopie et d'Arabie du sud-ouest en passant par la péninsule du Sinaï en Egypte. Elle est trouvée également en Sibérie et même en Himalaya (Dob et al., 2006).

II.5 Utilisations et activités biologiques

Selon Fecka & Turek (2008), le thym est inscrit dans les éditions actuelles de la Pharmacopée européenne ou la Pharmacopée des États-Unis, par exemple, la Pharmacopée polonaise. Thymi herba (du *Thymus vulgaris* L.) est officiellement dans la Pharmacopée européenne (pH. 5). Le *Thymus vulgaris* L. est une herbe vivace, indigène dans le centre et le sud de l'Europe, de l'Afrique et de l'Asie, qui est riche en huiles essentielles et en substances phénoliques antioxydantes (WHO, 1999).

Depuis les Grecs antiques, les Egyptiens et les Romains, le thym était généralement utilisé en alimentation et en médecine populaire (**Ündeğer et al., 2009**).

Plusieurs auteurs rapportent l'utilisation de thym comme épices et condiments dans des produits alimentaires, principalement pour ses vertus de saveur, d'arôme et de conservation (**Ündeğer et al., 2009 ; Ozen et al., 2011 ; Nasab et al., 2012**). Il est aussi connu l'utilisation de *Thymus* comme infusion ou tisane, insecticide et comme agent d'assaisonnement (**Ozen et al., 2011 ; Nasab et al., 2012**).

L'utilisation de thym en médecine populaire a été rapportée par plusieurs auteurs. Les propriétés aromatiques et médicinales du genre *Thymus* ont rendu cette plante médicinale la plus populaire (**Nickavar et al., 2005**). Son huile est parmi les dix premières huiles essentielles du monde (**Rahimmalek et al., 2009**).

À cause de leurs propriétés antiseptique, carminative, expectorante, antispasmodique et anti-inflammatoire, les espèces de *Thymus* ont été utilisées le plus fréquemment en phytothérapie traditionnelle (**Nasab et al., 2012**).

Plusieurs auteurs (**Knols et al., 1994 ; Pattnaik et al., 1996 ; Ernst et al., 1997 ; Marino et al. 1999 ; Youdim et al., 1999**) montrent diverses activités pharmacodynamiques aussi bien pour les extraits que les huiles essentielles de thym. **Sunar et al. (2009)** ont montré que ce genre possède de fortes activités antifongique, antivirale, antibactérienne, antiparasitaire, antioxydante et spasmolytique.

Fecka & Turek (2008) rapportent que le thym et ses extraits sont utilisés par voie orale pour traiter la dyspepsie et d'autres perturbations gastro-intestinales, la toux due au froid, la coqueluche, la bronchite, la laryngite et l'angine (par gargarisme). Les préparations de thym sont utilisées dans le traitement de blessures mineures, le rhume, les troubles de la cavité buccale et dans l'hygiène bucco-dentaire. En Europe, le thym est considéré comme un bronchospasmodique, un expectorant et un antimicrobien. Il est utilisé pour le catarrhe des voies respiratoires supérieures et contre les symptômes de bronchite (les monographies WHO, ESCOP, la Commission allemande E).

II.6 Métabolites isolés du genre *Thymus*

Le genre *Thymus* a fait l'objet de nombreuses études phytochimiques et biologiques. L'investigation phytochimique extensive, a révélé la présence de plusieurs composés bioactifs tels que les acides phénoliques, les flavonoïdes, les terpenoïdes, les huiles essentielles (**Boros et al., 2010 ; Hossain et al., 2010**), les oligomères d'acide caféique (connu comme labiataetannins), les dérivés d'hydroquinone, les biphényles, etc. Sa qualité est généralement déterminée par son contenu d'huile essentielle (**Fecka & Turek, 2008**).

Les composés phénoliques typiques qui possèdent une activité antioxydante, sont principalement les acides phénoliques et les flavonoïdes (**Spiridon et al., 2011**).

II.6.1. Acides phénoliques

Le terme acide phénolique peut s'appliquer à tous les composés organiques possédant une fonction carboxylique et un hydroxyle phénolique. En phytochimie, l'emploi de cette dénomination est réservée aux seuls dérivés des acides benzoïque et cinnamique.

II.6.1.1 Structure de base (Bruneton, 1999)

Ces composés sont des dérivés benzoïques (C₆-C₁) et cinnamiques (C₆-C₃). Les acides phénoliques dérivés hydroxylés de l'acide benzoïque, sont des composés très communs dans la nature. On trouve ces composés aussi bien sous forme libre que combinée, à l'état d'ester ou d'hétéroside.

Les acides phénoliques dérivés de l'acide cinnamique tels que les acides *p*- coumarique, caféique, férulique et sinapique ont une distribution très large. Ces composés sont rarement présents sous forme libre. On les trouve sous forme jectérifiée notamment sous la forme d'esters d'alcools aliphatiques ou d'esters de l'acide quinique (acideChlorogénique).

II.6.1.2Relation structure-activité antioxydante

L'activité antioxydante des acides phénoliques va dépendre de plusieurs critères. Le premier critère étant le nombre de groupements hydroxyles de la molécule. Les composés polyphénoliques présenteront une activité antioxydante supérieure aux composés monophénoliques (**Cuvelier et al., 1992 ; Terao et al., 1993 ; Natella et al., 1999**).

Le second critère sera la présence ou non d'un méthoxyle sur le cycle. La présence d'un ou plusieurs méthoxyles substitués en *ortho* par rapport à un hydroxyle, va permettre d'augmenter l'activité d'une molécule. Cette substitution *ortho* par un groupement méthoxyle va permettre, grâce à sa propriété électrodonneur, d'augmenter la stabilité du radical aryloxy lors de l'oxydation de la molécule et donc d'augmenter son activité antioxydante (**Cuvelier et al., 1992 ; Terao et al., 1993 ; Natella et al., 1999**).

Enfin, les dérivés de l'acide cinnamique présentent une meilleure activité antioxydante que leurs homologues dérivés de l'acide benzoïque (**Cuvelier et al., 1992 ; Rice-Evans & Miller, 1996 ; Natella et al., 1999**). Cette différence d'activité serait due à la double liaison de la chaîne latérale des dérivés cinnamiques. Celle-ci aurait un effet stabilisateur du radical phénoxy par un phénomène de résonance (**Natella et al., 1999**).

Petersen & Simmonds (2003) rapportent que l'acide rosmarinique est l'un des plus importants polyphénols antioxydants dans le thym et il est aussi largement trouvé dans les plantes de la famille des Lamiaceae.

L'investigation phytochimique de la plante *Thymus capitatu* (**Achour et al., 2012**) a conduit à l'isolement de l'acide carnosique et l'acide rosmarinique à partir de l'extrait aqueux. Nous présentons dans le **Tableau 7** les Acides Phénoliques trouvés dans le genre *Thymus*.

Tableau 7 : les Acides Phénoliques trouvés dans le genre *Thymus* (**Kulišić et al., 2005**).

Acides phénoliques	Espèces de <i>Thymus</i>
Dérivés de l'acide caféique	
Acide caféique	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
	<i>T. quinquecostatus</i>

Acide chlorogénique	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
	<i>T. webbianus</i>
Acide caféique éthyle ester	<i>T. serpyllum</i>
Acide caféique glucoside	<i>T. vulgaris</i> L.
Acide dicafféoylquinique	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. webbianus</i>
Acide rosmarinique	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
	<i>T. sipyleus</i>
	<i>T. quinquecostatus</i>
	<i>T. capitatus</i>
Acide lithospermique	<i>T. serpyllum</i>
Glucoside acide rosmarinique	<i>T. vulgaris</i> L.
3'- <i>O</i> -(8''- <i>Z</i> -Cafféoyl) acide rosmarinique	<i>T. vulgaris</i> L.
Rosmarinate de méthyle	<i>T. vulgaris</i> L.
Acide Salvianolique I	<i>T. vulgaris</i> L.
Acide Salvianolique K	<i>T. vulgaris</i> L.
Autres acides phénoliques	
Acide gentisique	<i>T. vulgaris</i> L.
Acide protocatechique	<i>T. vulgaris</i> L.
Acide hydroxybenzoïque	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
Acide férulique	<i>T. vulgaris</i> L.
<i>p</i> - Acide coumarique	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. webbianus</i>
	<i>T. serpyllum</i>
Acide gallique	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. webbianus</i>
Acide syringique	<i>T. vulgaris</i> L.
Acide hydroxybenzoïque- <i>O</i> -hexoside	<i>T. vulgaris</i> L.
Acide vanillique	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>

II.6.1.3 Activités biologiques

Les acides phénoliques sont des composés connus pour leurs propriétés antioxydantes. Cette capacité à piéger les radicaux libres leur permet d'intervenir dans de nombreux phénomènes biologiques.

Certaines études ont montré que les propriétés antioxydantes de ces composés, permettent de protéger la cellule contre un stress oxydant. Des composés tels que l'acide gallique et l'acide protocatéchique, sont capables d'augmenter le taux de survie de cellules de peau soumises à un stress oxydant important (**Masaki et al., 1997**).

Plus généralement, ces composés sont non seulement capables d'inhiber l'oxydation de composés, tels que les protéines ou l'ADN, soumis à un stress oxydant (**Makris & Rossiter, 2001**) mais, aussi, d'inhiber la peroxydation lipidique. Cette capacité à inhiber la peroxydation lipidique a été plusieurs fois démontrée *in vitro* sur des LDL humains isolés. Ainsi, les acides phénoliques, qu'ils soient dérivés de l'acide benzoïque ou cinnamique, sont capables de diminuer la sensibilité de ces structures complexes vis-à-vis d'un stress oxydant (**Laranjinha et al., 1994 ; Nardini et al., 1995**).

Ces phénomènes observés *in vitro* ont pu être confirmés *in vivo*. Ainsi, une étude réalisée sur les rats, montre que le fait d'ajouter à leur nourriture de l'acide caféique, pendant 6 semaines, a permis d'augmenter la résistance de leurs LDL à un stress oxydant, par rapport au groupe témoin (**Nardini et al., 1997**). Par ailleurs, il a été constaté qu'avec ce régime alimentaire, il y a une augmentation du taux d'a-tocophérol dans le plasma et les LDL de ces animaux.

Les acides phénoliques ne sont pas seulement connus pour leur activité antioxydante. Des études ont montré qu'ils présentent également des activités anti-inflammatoire et anti-carcinogène. Certains acides phénoliques, particulièrement l'acide caféique, exerçaient une activité anti-inflammatoire en inhibant, de manière spécifique, la synthèse des leucotriènes (**Koshihara et al., 1984**). Ces composés, impliqués dans l'initiation des phénomènes inflammatoires, sont synthétisés à partir d'un lipide membranaire particulier, l'acide arachidonique. L'acide caféique bloque la synthèse de ces composés en inhibant de manière spécifique l'enzyme responsable de leur biosynthèse, la 5-lipoxygénase.

L'activité anti-carcinogène des acides phénoliques a été démontrée, à plusieurs reprises, lors d'études réalisées *in vitro* et *in vivo*. Une de ces études a montré que l'acide protocatéchique (acide 3,4-dihydroxybenzoïque), administré oralement, peut diminuer le pouvoir

carcinogène qu'exerce le diéthylnitrosamine sur les cellules hépatiques de rat (Tanaka et *al.*, 1993).

II.6.2. Flavonoïdes

Les flavonoïdes, au sens large, sont des pigments quasiment universels des végétaux (**Rice-Evans & Miller, 1996**). Plus de 4000 flavonoïdes naturels ont été décrits. Plus ou moins hydrosolubles, ils sont responsables de la coloration des fleurs, des fruits et parfois des feuilles. C'est le cas notamment des flavonoïdes jaunes dont font partie les chalcones, les aurones et les flavonols jaunes, mais aussi, des anthocyanosides qui peuvent être de couleur rouge, bleue ou violette.

Les flavonoïdes sont également présents dans la cuticule foliaire et dans les cellules épidermiques des feuilles, au niveau desquelles ils assurent la protection des tissus contre les effets nocifs du rayonnement solaire.

II.6.2.1 Structure de base

Flavonoïdes (de *flavus*, « jaune » en latin) est le terme générique pour des composés basés sur un squelette à 15 carbones, qui, à son niveau le plus simple, consiste en deux cycles phényles, les cycles A et B, connectés par un pont à trois carbones (structure en C₆-C₃-C₆). Le pont en C₃ entre les cycles A et B est communément cyclisé pour former le cycle C.

II.6.2.2. Structure-activité antioxydante

Les éléments structuraux nécessaires à l'obtention d'une activité antioxydante optimale ont été établis par plusieurs auteurs (**Van Acker et al., 1996 ; Aliaga & Lissi, 2004**). Il s'agit de:

- La présence d'une fonction catéchol sur le cycle B.

La configuration des hydroxyles du noyau B est le paramètre structural le plus significatif de l'activité antioxydante. Les radicaux phénoxy sont stabilisés par la présence d'un hydroxyle en *ortho* de celui qui a cédé son atome d'hydrogène. En effet, cette stabilité résulte de la délocalisation de l'électron non apparié et de la formation d'une liaison hydrogène.

- La présence de la fonction 4-one dans le cycle C.

La double liaison entre C₂ et C₃ et la fonction carbonyle en C₄, permettent une délocalisation

électronique stabilisante du radical phénoxy.

- La présence de groupement hydroxyle en position 3 sur le cycle C.

La présence d'un groupement hydroxyle en position 3, renforce les propriétés antioxydantes dans le cas où le cycle C est insaturé. La présence d'un groupe hydroxyle en position 5 peut, aussi, contribuer à l'effet antioxydant dans le cas des isoflavones (Heim *et al.*, 2002). La glycosylation ou la méthylation de l'hydroxyle en position 3 des flavonols conduit à une diminution importante de l'activité antioxydante. Cet effet est moins marqué lorsque les autres groupements phénoliques sont substitués.

Le critère dominant permettant l'activité antiradicalaire de ce type de molécules reste, toutefois, la présence de la double liaison 2-3 couplée à la fonction 4-one sur le cycle C.

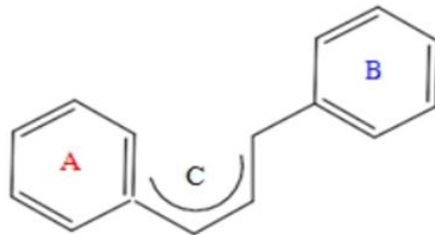


Figure 8:Eléments essentiels pour l'activité anti-oxydante des flavonoïdes auteurs (Van Acker *et al.*, 1996 ; Aliaga & Lissi, 2004)

II.6.2 .3. Activités biologiques

Les flavonoïdes ne sont pas seulement des composés capables de piéger les radicaux libres, ils présentent aussi des propriétés anti-carcinogènes, œstrogéniques, inhibitrices de certaines enzymes et anti-microbiennes. En fait, les propriétés biologiques attribuées à ces composés sont pratiquement les mêmes que celles attribuées aux acides phénoliques. Ceci se conçoit aisément, puisque les propriétés de ces composés sont principalement attribuées à la présence, dans ces molécules, d'un ou plusieurs cycles aromatiques hydroxylés.

Une étude épidémiologique hollandaise a démontré que le risque de développer des maladies cardio-vasculaires, chez des sujets masculins d'âge moyen, est inversement proportionnel à la quantité journalière de flavonoïdes qu'ils consomment (Hertog *et al.*, 1993). Ils seraient

impliqués dans la prévention de l'athérosclérose, qui est responsable de nombreux problèmes, principalement, coronaires et cérébraux. La probabilité que ces composés puissent jouer un rôle préventif dans ce type de maladie, est renforcée par le fait que ces composés sont connus pour avoir un effet inhibiteur de l'oxydation des LDL. On sait que la quercétine est capable de limiter l'oxydation de LDL humains soumis à un stress oxydant (**Lebeau et al., 2000**).

Malgré les incertitudes qui planent sur l'effet réel qu'exerceraient ces molécules sur l'organisme, de nombreuses études nous permettent d'être plus affirmatif quant à leur efficacité sur des systèmes biologiques plus restreints.

De très nombreuses études ont signalé la capacité des flavonoïdes à neutraliser les radicaux libres. Ils sont capables de piéger les radicaux hydroxyles (OH^\cdot) générés par la réaction de Fenton ainsi que le radical stable DPPH (**Gao et al., 1999 ; Guo et al., 1999**). Ils piègent également les radicaux superoxydes ($\text{O}_2^{\cdot-}$) issus du système xanthine/xanthine oxydase (**Cos et al., 1998**).

Les flavonoïdes sont aussi efficaces dans des systèmes plus « biologiques ». Ils sont capables d'inhiber la peroxydation lipidique induite par différents systèmes générateurs (Fe^{2+} -ascorbate, Fe^{3+} -ADP/NADPH) sur des microsomes (**Rodriguez et al., 2001**). Mais aussi de prévenir l'oxydation des protéines et de l'ADN soumis à un stress oxydant (**Makris & Rossiter, 2001**).

D'autres études ont permis de démontrer que ces composés sont, aussi, capables d'exercer leur effet protecteur de manière plus globale sur la cellule, lorsque celle-ci est soumise à un stress oxydant. C'est le cas des neuroblastes soumis à un stress oxydant généré par le peroxyde d'hydrogène (**Gao et al., 1999**) ou des cellules de rétine de poulet stressées par le système Fer (II)/ascorbate (**Areias et al., 2001**).

Les isoflavonoïdes (qui ne font pas partie des flavonoïdes au sens strict) tels que la daidzéine (7,4'-dihydroxyisoflavone), la génistéine (5,7,4'-trihydroxyisoflavone) et leurs dérivés glycosylés, présentent une activité œstrogénique (**Le Bail et al., 2000**). Ces composés sont capables de se fixer sur les récepteurs et de déclencher une activité oestrogénique, généralement faible. Ce type d'activité se retrouve également pour les chalcones (**Calliste et al., 2001**).

Les isoflavonoïdes présentent aussi une activité anti-tumorale. Ils sont actifs au niveau de la cancérogenèse mammaire et prostatique. Ils possèdent aussi une activité antioxydante non négligeable bien que celle-ci soit en général inférieure à celle des flavonoïdes.

Une étude récente réalisée sur des lymphocytes humains, a montré que la génistéine diminue les lésions occasionnées par le peroxyde d'hydrogène sur l'ADN de ces cellules. Ce composé agit à des concentrations physiologiques et inférieures à celles de l'acide ascorbique ou de l'a-tocophérol (Coward *et al.*, 1993 ; Sierens *et al.*, 2001).

Les flavonoïdes ont également un effet potentialisateur de la vitamine C. Ils auraient pour rôle d'éviter l'oxydation de la vitamine C par les métaux, tels que le fer ou le cuivre, et pourraient aussi avoir pour rôle de régénérer la vitamine C oxydée. Le mécanisme exact par lequel les flavonoïdes interagissent avec l'acide ascorbique n'a pas été clairement identifié, mais on sait, qu'*in vitro*, les flavonoïdes ont la capacité de retarder considérablement son oxydation (Kandaswami & Middleton, 1994).

D'autres études ont montré que les flavonoïdes interviennent dans la défense des plantes, comme agents protecteurs contre les invasions microbiennes (Harborne, 1985 ; Cowan, 1999). Certaines études ont étendu cet effet à une activité antifongique (Gafner *et al.*, 1996). Par ailleurs, beaucoup d'isoflavonoïdes sont considérés comme des phytoalexines, connues pour leur réponse à l'attaque microbienne (Dixon, 2004).

Les flavonoïdes sont des métabolites secondaires largement répandus dans le genre *Thymus*. Certains d'entre eux servent de chémomarqueurs des espèces *Thymus* : la lutéoline, la 6-hydroxylutéoline et la thymusine (5,6-dihydroxy-7,8,4'-triméthoxyflavone) (Tomas-Barberan *et al.*, 1987 ; Tomas-Barberan & Gil, 1990 ; Tomas-Barberan & Wollenweber, 1990 ; Kulevanova *et al.*, 1998). L'importance biologique des flavonoïdes a été largement démontrée.

La recherche bibliographique réalisée sur les flavonoïdes du genre *Thymus*, montre la présence de : flavones, flavanones, flavonols et dihydroflavonols. Nous présentons dans le **Tableau 8** les principaux Flavonoïdes trouvés dans le genre *Thymus*.

Tableau 8 : Principaux Flavonoïdes trouvés dans le genre *Thymus*. (Kulišić *et al.*, 2005).

Flavonoïdes	Espèces de <i>Thymus</i>
Flavones	
	<i>T. vulgaris</i> L.

Lutéoline	<i>T. serpyllum</i>
	<i>T. sipyleus</i>
	<i>T. herba-barona</i>
	<i>T. striatus</i>
	<i>T. webbianus</i>
	<i>T. hirtus</i>
	<i>T. hyemalis et T. baeticus</i>
Lutéoline- <i>O</i> -glucoside	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
	<i>T. sipyleus</i>
	<i>T. webbianus</i>
Lutéoline- <i>O</i> -rutinoside	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
Lutéoline- <i>O</i> -glucuronide	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
	<i>T. sipyleus</i>
Lutéoline- <i>O</i> -diglucoside	<i>T. vulgaris</i> L.
Lutéoline-acétyle- <i>O</i> -glycoside	<i>T. vulgaris</i> L.
Lutéoline-7- <i>O</i> -(6-feruloyl)- <i>s</i> -glucopyranoside	<i>T. sipyleus</i>
Apigénine	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
	<i>T. herba-barona</i>
	<i>T. striatus</i>
	<i>T. webbianus</i>
	<i>T. hirtus</i>
	<i>T. hyemalis et T. baeticus</i>
Apigénine-7- <i>O</i> -rutinoside	<i>T. vulgaris</i> L.
Apigénine-7- <i>O</i> -glucoside	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>

Suite du tableau 8 : Principaux Flavonoïdes trouvés dans le genre *Thymus*(Kulišić et al. ,2005).

Apigénine	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
	<i>T. herba-barona</i>
	<i>T. striatus</i>
	<i>T. webbianus</i>
	<i>T. hirtus</i>
	<i>T. hyemalis et T. baeticus</i>
Apigénine-7- <i>O</i> -rutinoside	<i>T. vulgaris</i> L.
Apigénine-7- <i>O</i> -glucoside	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
	<i>T. webbianus</i>

Apigénine-7- <i>O</i> -glucuronide	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. serpyllum</i>
Apigénine-6,8-di- <i>C</i> -glucoside	<i>T. vulgaris</i> L.
	<i>T. webbianus</i>
Thymusine	<i>T. herba-barona</i>
	<i>T. striatus</i>
	<i>T. hyemalis</i> et <i>T. baeticus</i>

II.6.3. Huiles essentielles

D'après, **Abdelli, 2017**, le thymolet le carvacrol sont les principaux composés phénoliques trouvés dans les huiles essentielles du genre *Thymus*, ainsi que le para-cymène, le 1,8-cinéol (eucalyptol), le linalol et d'autres monoterpènes, triterpènes. Les espèces peuvent être regroupées selon des chémotypes identifiés par la richesse en certains composants (**Composants**) :

- **Chémotype 1** : huile riche en carvacrol,
- **Chémotype 2** : huile riche en monoterpènes aromatiques (principalement thymol) et plus pauvre en carvacrol, α -terpinène et méthyl carvacrol,
- **Chémotype 3** : huile riche en 1,8-cinéol,
- **Chémotype 4** : huile riche en linalol,
- **Chémotype 5** : huile riche en citral,
- **Chémotype 6** : huile riche en α -terpinéol,
- **Chémotype 7** : huile riche en monoterpènes aromatiques et bornéol,
- **Chémotype 8** : huile riche en géraniol,
- **Chémotype 9** : huile riche en 1,8-cinéol, camphre et thymol,
- **Chémotype 10** : huile riche en *cis*- et *Trans*-hydrates de sabinène et terpinène-4-ol,
- **Chémotype 11** : huile riche en cétone,
- **Chémotype 12** : huile riche en citronellal.

CHAPITRE III : PLANS D'EXPERIENCE

L'industrie agroalimentaire, devant l'amélioration ou la création d'un nouveau produit, accorde ces dernières années une place importante à l'organisation des essais expérimentaux. La démarche traditionnelle pas à pas était basée sur le savoir-faire et le bon sens de l'expérimentateur. Cela engendrait de nombreux essais et un temps considérable pour atteindre parfois des résultats difficilement interprétables. (Sabre, 2006)

Cependant, les exigences du client sur le plan qualité et goût d'une part et la course des entreprises vers des réductions des coûts de développement d'autre part, nécessitent l'utilisation d'une approche scientifiquement rigoureuse : un « **plan de mélange** » appelé aussi une « **stratégie d'expériences** ». (Sabre, 2006)

III.1 Généralités sur les plans d'expériences

III 1.1. Intérêts des plans d'expériences

L'approche des plans d'expériences est un outil robuste pour la compréhension et l'optimisation des paramètres expérimentaux, permettant une étude rationnelle de leur influence sur les réponses choisies avec une diminution considérable du nombre d'essais et une amélioration de la compréhension du procédé (Lewis, 1999 ; Singh, 2005 ; Tye, 2004).

C'est le scientifique britannique A. Fisher qui a introduit les plans d'expériences dans les années 1920, dans le secteur agronomique puis dans l'industrie et dans le domaine biologique et médical. Optimiser une forme galénique c'est optimiser sa formulation et son procédé d'obtention. Les plans d'expériences permettent d'étudier un très grand nombre de facteurs, de détecter des interactions éventuelles, de modéliser précisément les résultats obtenus, et fournissent l'assurance de la qualité du procédé (Desire, 2011)

Au cours de ces dernières années, avec le progrès des logiciels, la méthode des plans d'expériences a connu un essor spectaculaire et est aujourd'hui un outil indispensable à l'amélioration et à l'étude des procédés de fabrication. Cependant, cette méthodologie est basée sur des règles mathématiques strictes et exige une démarche rigoureuse de la part de l'expérimentateur. Une terminologie adaptée et précise doit être utilisée dans l'organisation des essais et la modélisation des résultats (Desire, 2011)

III.1.2 Définitions

III.1.2.1 Terminologie

Les variables étudiées sont des facteurs. Ils sont définis comme une variable ou un état qui agit sur le procédé étudié. Un facteur peut être de type continu (une vitesse) ou discret (un type d'équipement). Un facteur peut prendre n'importe quelle valeur entre une limite haute (+1) et une limite basse (-1), représentées sur un axe gradué et orienté. La graduation peut être en grandeurs normales spécifiques à chaque domaine d'expérience, ou en grandeurs codées qui confèrent aux plans d'expériences une présentation unifiée et générale. L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre un facteur entre ces deux bornes est le domaine de variation. Une expérience donnée constitue un point expérimental et par conséquent l'ensemble des points expérimentaux constitue le domaine expérimental (**figure 9**)(Lewis, 1999). Le domaine expérimental défini est ainsi habituellement un carré pour deux facteurs, un cube pour trois facteurs, etc.

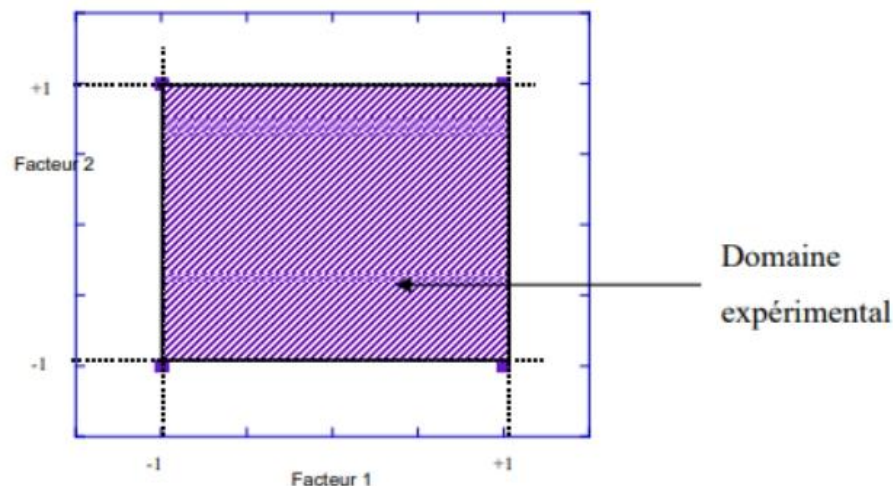


Figure 9: Représentation d'un domaine d'étude à deux facteurs (Goupy, 2005)

Le choix du nombre et de l'emplacement des points correspondant aux expériences dans le domaine d'étude est le problème fondamental des plans d'expériences : l'objectif est de faire le minimum d'expériences, en un minimum de temps avec une quasi-certitude d'aboutir à la solution. (Desire, 2011)

La réponse est un critère choisi pour évaluer l'effet des facteurs sur la qualité du procédé. Une réponse peut être qualitative (couleur) ou quantitative (le résultat d'une analyse). Le choix de

réponses caractéristiques du procédé à étudier relève d'une analyse minutieuse des phénomènes, des objectifs et des contraintes mis en jeu. (Desire, 2011)

Lorsque le modèle postulé est validé, il permet de décrire en tout point du domaine expérimental couvert, la surface de réponses. Cette surface de réponses, dans le cas de l'étude de l'influence de deux variables, peut être représentée par un « relief géographique » : une surface plane plus ou moins pentue si le modèle linéaire est retenu, ou un « sommet » ou « crevasse » en 3D permettant de localiser un optimum (maximum ou minimum) si le modèle est quadratique (du second degré), adapté pour décrire la relation entre variables et réponses (Cardot, 2007).

III.2 Différents types de plans

Il existe trois grands types de plans d'expériences :

III.2.1. Plans de criblages

Dont l'objectif est de découvrir les facteurs les plus influents sur une réponse donnée en un minimum d'expériences. C'est la plus simple des familles car proche de l'intuition expérimentale (elle est parfois considérée comme une sous-famille de la deuxième famille). (Lewis, 1999 ; Cardot, 2007).

III.2.2. Plans de modélisation,

Dont l'objectif est de trouver la relation mathématique qui lie les réponses mesurées aux variables associées aux facteurs. Les plans factoriels complets et fractionnaires (2 niveaux par facteurs avec modèles linéaires) ainsi que les plans pour surfaces de réponses (au moins 3 niveaux par facteurs avec modèles du second degré) font partie de cette famille. Ces deux premiers types de plans sont définis comme des plans d'expériences « conventionnels » : ils concernent des plans dont les facteurs sont indépendants, c'est-à-dire dont on peut choisir le niveau indépendamment des autres facteurs. Ces plans sont typiquement employés pour l'étude et l'optimisation du procédé. Selon le type, ils permettent de mesurer les effets linéaires, rectangles (interactions) ou quadratiques des variables contrôlées (liées aux conditions opératoires) sur les réponses à optimiser (Lewis, 1999 ; Cardot, 2007).

III.2.3. Plans de mélange

Les plans de mélange sont des plans d'expériences que l'on utilise lorsqu'on étudie des produits composés de plusieurs constituants. L'étude de l'influence d'un constituant sur le mélange nécessite la variation de son dosage et l'évolution des réponses dans le temps. Ainsi, pour le mélange béton, l'étude de l'influence du paramètre superplastifiant signifie varier son dosage et observer l'évolution des réponses rhéologiques. Or, la variation du dosage du superplastifiant est directement liée à la variation d'autres paramètres tels que l'eau et la concentration volumique en solides. Cela veut aussi dire que cette variation nécessite de maintenir les autres constituants constants, sans avoir la possibilité d'étudier des éventuelles interactions entre ces paramètres. (Lewis, 1999 ; Cardot, 2007).

En effet, il est très difficile de combiner les différents dosages fixés des constituants pour obtenir un mélange caractérisable, et encore plus difficile pour étudier les influences des paramètres sur eux même. Ces difficultés seraient plus accentuées d'autant plus que le nombre de ces constituants est élevé. Par ailleurs, si la démarche classique paramétrique utilisée fournit des possibilités intéressantes, elle ne permet pas d'établir une hiérarchisation de l'importance des paramètres sur les réponses attendues, ni de déceler les éventuelles interactivités entre tous ces paramètres. (Goupy, 2005)

Ainsi, pour palier à ces difficultés, se confirme le besoin au recours à une autre méthode expérimentale, qui permet de fournir un maximum d'informations avec un nombre d'essais réduit. La solution à ce genre de problème est de faire varier l'ensemble des paramètres à la fois, cette solution apporte plusieurs avantages (Picaud 2001) :

- Diminution du nombre d'essais.
- Connaissance des effets des paramètres, déduction des paramètres influents
- Possibilité d'évaluer les effets des interactions entre les paramètres.
- Meilleure précision des résultats.
- Modélisation mathématique de l'expérience.

La solution consiste donc à établir un plan de mélange, c'est-à-dire utiliser la méthodologie de la recherche expérimentale pour agencer une série d'expériences dont la réalisation permettra la mise

en évidence des rôles de tous les constituants puis la détection des éventuelles interactions entre eux. **(Picaud, 2001)**

Le plan de mélange nécessite d'abord la détermination d'un domaine expérimental, où l'on définit à chacun des paramètres une plage de variation, tout en s'assurant que toute combinaison possible des dosages appartenant chacun à sa plage de variation, aboutira à un mélange dont les propriétés rhéologiques sont mesurables. L'inconvénient d'un tel domaine, est qu'il risque d'être réduit par rapport à celui utilisé dans la démarche paramétrique, et qu'il nécessite un nombre plus élevé d'essais préliminaires, mais il garantit une étude dépourvue de mélanges non mesurables, donc de bonne qualité **(El-Barrak, 2005)**.

Dans certaines disciplines telle que la Chimie où un grand nombre de produits est mélangé, les chercheurs doivent manipuler non seulement des conditions relatives aux essais telles que les concentrations et les températures mais aussi les proportions des constituants. L'objectif de ces mixages est d'obtenir un « produit mélange » ayant des caractéristiques optimales, ou répondant à certaines exigences fixées dès le départ **(Mathieu, 2000)**.

Or, par définition, un mélange est une substance obtenue en mélangeant deux ou plusieurs ingrédients différents, en certaines proportions. La réponse recherchée du mélange dépend principalement des proportions de ses constituants. Dans le cas des mélanges, les facteurs étudiés sont donc les proportions volumiques (X_i) des différents constituants (i) entrant dans la formulation. La somme des facteurs est égale à l'unité, ce qui veut dire qu'ils ne sont pas indépendants les uns des autres. Le domaine expérimental est contraint par la relation suivante **(Tinsson, 2010)** :

$$\sum X_i = 1$$

III.2.3.1 Domaine expérimental et domaine d'étude

Pour mieux comprendre la construction des plans de mélange et mieux interpréter les résultats, on donne une interprétation géométrique de la relation facteurs – réponses. Sous forme mathématique, cette relation peut s'écrire :

$$Y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$$

Avec Y : réponse ou grandeur d'intérêt.

X_i : variables ou facteurs.

f : fonction ou modèle mathématique qui explique le mieux les variations de la réponse selon les différentes valeurs données aux x_i. Cette fonction est souvent un polynôme.

III.2.3.2 Modèles mathématiques

Les propriétés d'une réponse (Y) dépendent de celles des facteurs (X_i), pour cela, le choix de la fonction est primordial. Cette fonction peut être représentée par un modèle mathématique judicieusement choisi. Selon la complexité du phénomène dans le domaine expérimental, l'expérimentateur peut postuler des modèles polynomiaux de Scheffé de différents degrés [Mathieu 2006], dont les plus fréquemment utilisés sont les suivants :

$$Y = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_n x_n$$

Modèle polynomial du premier degré à n coefficients.

$$Y = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_n x_n + \beta_{12} x_1.x_2 + \beta_{23} x_2.x_3 + \dots + \beta_{n-1, n} x_{n-1}.x_n$$

Modèle polynomial du second degré (quadratique) à $[n + n(n-1) / 2]$ coefficients.

$$Y = \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \dots + \beta_n x_n + \beta_{12} x_1.x_2 + \beta_{23} x_2.x_3 + \dots + \beta_{n-1, n} x_{n-1}.x_n + \beta_{123} x_1.x_2.x_3 + \dots + \beta_{n-2, n-1, n} x_{n-2}.x_{n-1}.x_n$$

Modèle polynomial du troisième degré (cubique réduit) à $[n + n(n-1)(n-2) / 6]$ coefficients.

Pour ces types de modèles, les termes de chaque équation auraient une signification physique. Il faut donc noter que (Mathieu 2006) :

- le modèle ne comporte aucun terme constant β_0 , qui n'aurait pas de signification : il correspondrait à la réponse expérimentale lorsque les proportions de tous les composants sont nulles.
- Même pour un degré supérieur ou égal à 2, le modèle mathématique postulé ne comporte aucun terme carré ou cubique.
- Le modèle est symétrique par rapport à tous les composants du mélange.
- Les coefficients β_i peuvent être interprétés comme la valeur que prendrait la réponse si le ième composant était pur ($x_i = 1, x_j = 0$ pour $j \neq i$).

PARTIE II : ETUDE EXPERIMENTALE

CHAPITRE I : MATERIEL ET METHODES

I.1. Lieux de stage

Notre travail a été réalisé au niveau de l'entreprise Générale Condimentaire Algérie (**GCA**), Tessala El Merdja Wilaya d'Alger. Ainsi que toutes les préparations de la mayonnaise ont été réalisées au niveau de l'ISTA.

I.1.1. Présentation de l'entreprise GCA

I.1.1.1. Situation géographique

La Générale Condimentaire Algérie se situe à Route de Sidi Abbed – Birtouta – Wilaya d'Alger

I.1.1.2. Historique

Au départ, il y avait 5 frères qui importaient les produits Lesieur France comme étant les seuls distributeurs officiels en Algérie en ayant une exclusivité de vente et d'achat. En 2017, avec le changement de loi en Algérie à propos de l'arrêt de l'importation de certains produits agro-alimentaire dont Lesieur et en vue du marché importants en Algérie de ses produits, Lesieur France et groupe Avril ont décidé d'investir sur le territoire algérien en collaboration avec ces 5 frères afin de créer la SPA Lesieur-GCA. 51% des actions sont détenues par les frères algériens et 49% des actions par Lesieur France. 800 millions d'euros de capital ont été investie pour la création de l'entreprise et l'achat du terrain et cela a été fait d'octobre 2017 jusqu'à août 2018. Afin d'encourager cela, l'agence nationale du développement d'investissement a mis en place des avantages sur l'achat des équipements et des machines. Une présence française a été assuré par Lesieur France pendant 6 mois pour le bon déroulement de l'usine.

La GCA adopte une certaine stratégie qui consiste à sauter le plan fiscal en donnant l'exclusivité à "MAOUADA distribution" qui s'occupe du stockage et de la vente de ses produits, 8 % du chiffre d'affaires lui sera destiné.

Pour le soulagement de l'entreprise et la création de sa richesse des "modern threat" sont élaborés au niveau de l'usine qui consiste à donner la responsabilité de certaines activités tel que : le transport et la sous-traitance à des sociétés externes.

En son premier mois d'août 2018, Lesieur-GCA avait une seule ligne de conditionnement qui produisait les pots en verre de la mayonnaise. La capacité de production a atteint les 55,7 Tonnes les premiers jours, avec un tonnage total de 2323 tonnes enregistré en fin de cette année. Au fur et à mesure, avec l'élaboration des stratégies industrielles qui ont pour but d'optimiser les processus de fabrication et avec la bonne maîtrise des machines automatisées la capacité de production s'est améliorée jusqu'à 1023 tonnes par mois.

En février 2019, une 2ème ligne de conditionnement a été mise en place spécialement pour la production des squeeze de ketchup et de sauces vinaigrettes, la production du ketchup a commencé en Septembre 2019 et celle des vinaigrettes en Juin 2019.

Annexen°1 représente le plan de masse de l'entreprise

I.2 Matériel et équipement utilisé

I.2.1 Matériel biologique

Le matériel biologique qui a été utilisé pour la formulation de la mayonnaise et l'aromatisation de l'huile s'agit de :

I.2.1.1 Œufs frais : (1 œuf d'environ 50g pour 120g de mayonnaise) : Le choix d'utiliser un œuf complet a pour but d'obtenir une bonne texture et une meilleure couleur, les œufs ont été conservés à 4 °C jusqu'à leurs utilisations. Ils ont été achetés à partir du marché de la région de BLIDA.

I.2.1.2 Huile de soja : Cette huile a été fabriquée en Algérie de marque SIM (BAHIA) et ce qui a été fourni par l'entreprise de stage.

I.2.1.3 *Thymus* frais : Le thymus a été acheté du marché de la région de BLIDA

I.2.1.4 Sel : Le sel a été fabriqué en Algérie de marque ENASEL.

I.2.1.5 Jus de citron : Le jus a été concentré à partir des fruits de citron entier naturellement (et ce qui a été fourni par l'entreprise de stage).

I.2.2 Equipements

Le matériel qui a été utilisé au niveau du laboratoire est résumé en annexe n°2

I.2.3 Produits chimiques et réactifs

Les produits chimiques et les réactifs qui ont été utilisés pour la réalisation du travail sont résumés en annexe n°3

I.3 Méthodologie

I.3.1 Essai d'élaboration d'une mayonnaise à base des œufs frais

Notre partie expérimentale s'est basée en première étape sur le développement d'une mayonnaise selon le plan de mélange. Chaque préparation a été caractérisée, des analyses physico-chimiques (pH, acidité, teneur en sel, viscosité) et sensorielles (texture, couleur) ont été effectuées. Toutes les préparations ont été réalisées au niveau de l'ISTA.

L'émulsion a été préparée selon la méthode traditionnelle (classique) comme suit :

Dans un récipient, nous avons mis une masse donnée d'œuf entier et pour laquelle nous avons rajouté le mélange jus de citron-sel.

Ensuite, nous avons mis en marche le batteur et nous avons versé de l'huile peu à peu pour que la pré-émulsion se fasse, et en continue jusqu'à ce que l'émulsion de la mayonnaise se forme.

La mayonnaise une fois préparée a été mise dans des pots en verre fermés hermétiquement.

Afin d'optimiser le protocole de la préparation de la mayonnaise, nous avons étudié l'influence de la quantité d'huile, de sel et du jaune et blanc d'œuf (facteurs liés à la composition) sur les propriétés organoleptiques (texture, couleur, gout et couleur) et aussi sur la viscosité du produit élaboré.

I.3.2 Choix du plan d'expérience

Comme le but de cette étude est d'optimiser une recette de mayonnaise, le choix s'est porté sur un plan de mélange, qui nous permettra en premier lieu d'évaluer l'influence des facteurs sur les réponses choisies et au final d'aboutir la détermination des valeurs optimales de ces facteurs (Goupy et Creighton, 2002).

I.3.2.1 Optimisation et modélisation par le plan de mélange

I.3.2.1.1 Choix des facteurs et réponses

L'étape la plus essentielle dans le plan de mélange est le choix des facteurs et des réponses ainsi que le choix des domaines d'études.

De ce fait, le début de notre travail était sur 13 émulsions à différentes proportions des constituants, à la recherche de la préparation la plus stable du point de vue physico-chimique et sensorielle et qui fera l'objet du reste de l'étude.

Les facteurs sélectionnés sont ceux qui sont liés à la composition :

- Facteur 1 : Huile de soja
- Facteur 2 : Jus de citron
- Facteur 3 : Œuf entier

Ces facteurs sont considérés comme étant des facteurs clés de la formulation. Les autres qui sont liés au procédé de fabrication (vitesse et temps d'agitation lors du mélange d'ingrédients, débit d'écoulement de l'huile, température de la cuve de préparation) sont éliminés de notre étude.

I.3.2.1.2 Niveaux de Facteurs retenus

Les niveaux des facteurs désignent en fait la quantité minimale et maximale qu'on pourrait ajouter au niveau de notre formulation. Ces valeurs sont établies selon une recherche bibliographique entreprise dans ce sens et selon aussi une réglementation et des normes limitant l'utilisation de ces produits (Tableau 9). Les niveaux des facteurs retenus sont précisés au niveau du tableau 9

Tableau 9: Valeurs théorique pour chaque facteur

Ingrédients	Valeur (%)	Référence
Huile de soja	70	CODEX STAN 210-1999
Jus de citron	0,3-0,5	CODEX STAN 47-1981
Œuf entire	20	CODEX STAN 212-1999

Tableau 10 : Facteurs retenus et leurs niveaux

Quantité Facteurs	Minimum(g)	Maximum(g)
Huile de soja	120,35	188,825
Jus de citron	4,15	10,375
Œuf entier	12,45	74,7

I.3.2.1.3 Modèle mathématique et plans adopté

L'objectif étudié renvoi à l'utilisation d'un modèle polynomial non linéaire. Le modèle mathématique adopté dans ce cas est celui du second degré. Il s'agit d'un modèle à trois facteurs qui sont: l'huile, le jus de citron et l'œuf. On ne tient compte en fait que des facteurs qui varient dans le plan de mélange. Ce modèle est représenté par la formule suivante :

$$Y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_1x_2 + a_5x_1x_3 + a_6x_2x_3 + a_7x_1^2 + a_8x_2^2 + a_9x_3^2$$

Où:

Y : est désigné comme étant la réponse.

x_1, x_2, x_3 : sont les teneurs respectives des trois facteurs : huile de soja , jus de citron , œuf entier

a_0 :

$a_1, a_2, a_3, a_4, a_5, a_6, a_7, a_8, a_9$: représentent des coefficients constantes inconnus.

I.3.2.1.4 Construction du plan d'expérience

Les facteurs et les niveaux sélectionnés sont introduits dans le logiciel. Le but est d'éviter en fait les calculs matriciels fastidieux et compliqués. L'introduction des différents facteurs avec leurs niveaux a donné les recettes ou les formules illustrées dans le tableau 11.

Après avoir introduire les différents facteurs et leurs niveaux au niveau du logiciel MODDE 6. Le but est d'éviter en fait les calculs matriciels fastidieux et compliqués, nous avons obtenu les formules illustrées dans le Tableau 11. De ce fait, le model a utilisé sera un modèle quadratique de degré 2.

Tableau 11 : Matrice du plan de mélange adoptée durant l'expérimentation

Essais	Huile(%)	Sel (%)	Jus de Citron(%)	Œufs(%)
1	78	1	5	16
2	58	1	5	36
3	59	1	4	36
4	745	1	3.5	21
5	91	1	2	6
6	88	1	5	6
7	745	1	3.5	21
8	61	1	2	36
9	68	1	5	26
10	89	1	4	6
11	71	1	2	26
12	60	1	3	36
13	745	1	3.5	21

I.3.2.1.5 Représentation géométrique des mélanges

On utilise un triangle équilatéral pour représenter les mélanges à trois composants. Les produits purs sont aux sommets du triangle équilatéral. Un point de la surface intérieure du triangle équilatéral représente un mélange tertiaire. Les compositions de chaque produit se lisent sur les côtés du triangle. Les propriétés géométriques du triangle équilatéral assurent que la contrainte fondamentale des mélanges est bien respectée.

I.3.2.1.6 Sélection des réponses indépendantes

Le choix des réponses s'est porté sur les résultats des déterminations qui influent sur l'objectif étudié et qui présentent par conséquent des variations notables entre les essais. Les autres résultats qui présentent peu ou pas de fluctuation entre les échantillons formulés ne seront pas pris en compte. De ce fait, on a opté pour six réponses qui sont les suivantes:

- Réponse 1 : pH
- Réponse 2 : Acidité titrable
- Réponse 3 : Taux de chlorure
- Réponse 4 : Viscosité
- Réponse 5 : Couleur
- Réponse 6 : Texture

I.3.2.1.7. Model mathématique du plan de mélange

L'objectif étudié renvoie à l'utilisation d'un modèle polynomial. Il s'agit d'un modèle à 3 facteurs qui sont: huile de soja, jus de citron, sel. Ce modèle est représenté par la formule suivante:

I.3.2.1.7.1 Modélisation

La modélisation mathématique et sa vérification sont menées selon le schéma suivant :

- Tests statistiques (test de validité) : le R^2 , le R^2 ajusté,
- Calcul de coefficients du modèle,
- Tracés des courbes de la variation de la réponse en fonction de chaque facteur et des courbes iso-réponses,
- Tracés de la variation des valeurs expérimentales en fonction de valeurs prédites.

I.3.3 Formulation de la mayonnaise aromatisée à base des œufs frais

I.3.3.1 Préparation de la matière séchée du *Thymus*

Environ 1 kg des feuilles de la plante ont été achetés bien nettoyés avec l'eau de robinet, afin d'éliminer toutes les poussières et puis essuyés à l'aide du papier absorbant (Figure 1 en annexe n°4). Après l'égouttage, nous avons noté la masse initiale de l'échantillon puis, la plante a été séchée à 45 °C dans une étuve ventilée.

Il faut préciser la consigne de température de l'étuve, le temps de séjour et la taille de l'échantillon testé. Même si cette taille n'est pas en général critique, le temps de séjour dans l'étuve doit être adapté au rapport surface/volume. La meilleure durée est « jusqu'à poids constant » pour atteindre la masse sèche. L'air présent dans l'étuve peut être augmenté par la vapeur émise par les échantillons séchés en fonction du renouvellement de l'atmosphère interne de l'étuve. Dans notre cas on a procédé à un séchage d'environ une semaine à 45°C.

La perte de poids a été calculée par la différence de pesée avant et après séchage. La matière végétale a été stérilisée par des rayons pendant 3 minutes avant d'être infusée.

I.3.3.2 Infusion de l'huile de soja avec des feuilles du *Thymus* séché.

Nous avons infusé l'huile de soja aux *thymus* dans des fioles de 1L à l'abri de la lumière (Figure 6 en annexe n°4) à une concentration 3%. Le choix de cette concentration a été validé suite aux résultats d'une analyse sensorielle d'un projet tuteuré qui a été fait au niveau de l'ISTA (**Saad et al 2020**). Entre les trois concentrations testées (1, 3 et 5 %) ils ont opté pour une concentration de 3 % et ce qui a été la plus appréciée par les panélistes.

Après infusion, les fioles ont été stockées à une température de $25 \pm 0,02$ °C pendant 15 jours (MA 1) et 75 jours (MA 2). Une analyse microbiologique et le suivi du profil des acides gras (AG) d'huile infusée par *thymus* sont réalisées.

I.3.3.3.Elaboration de la mayonnaise aromatisée

Dans l'objectif d'étudier l'effet d'enrichissement de l'huile de soja en thymus sur les propriétés physico-chimiques, microbiologiques et la qualité organoleptique de la mayonnaise, celle-ci a été fabriquée à l'échelle de laboratoire (ISTA).

Les échantillons ont été préparés selon le protocole suivant (quantité exprimé en %) :

- on mélange l'œuf (25,95%) avec le sel (1 %) et le jus de citron (2%) lentement à l'aide d'un mixeur à vitesse réduite et à sens unique, puis on ajoute progressivement 71 % d'huile végétale. Après l'obtention d'une masse dense et homogène, à ce moment, la vitesse est réglée au maximum. L'opération de mélange est fixée à 10 min. Les échantillons de mayonnaise obtenus ont été placés dans des pots en plastique alimentaires. Les analyses physico-chimiques, microbiologiques et sensorielles ont été effectuées sur l'ensemble des échantillons de la mayonnaise en J0, J11, J22, J33, J45.
- Echantillon 1 : mayonnaise élaborée par l'huile de soja infusée en thymus pendant 15 jours (MA1).
- Echantillon 2 : mayonnaise élaborée par l'huile de soja infusée en thymus pendant 75 jours (MA 2).
- Echantillon 3 : mayonnaise élaboré par l'huile de soja vierge (MT témoin blanc)

I.3.4 Caractérisation physico-chimique, microbiologique et sensorielle

I.3.4. 1 Caractérisation physico-chimiques

L'analyse physico-chimique est effectuée afin de juger le contenu des produits alimentaires, c'est-à-dire : la quantité de certaines substances par exemple : le sel, les acides organiques, des graisses, des additions étrangères et des métaux.

Les analyses physico-chimiques des échantillons ont été effectuées au niveau du laboratoire de l'entreprise GCA (LESIEUR) correspondant à la détermination des paramètres suivants :

A. pH;

B. Teneur en sel;

- C. Teneur en humidité;
- D. Teneur en matière grasse.
- e. Viscosité
- f. Couleur
- g. Acidité

Ces analyses ont été appliquées pour la mayonnaise commerciale et les mayonnaises formulées préférées d'après les analyses sensorielles.

Les présentes méthodes sont des méthodes officielles de l'entreprise GCA (LESIEUR)

L'ensemble des modes opératoires d'analyses physicochimiques sont représenté en annexe n°5

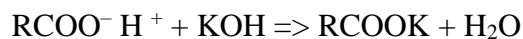
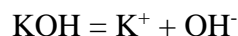
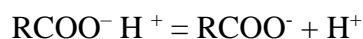
I.3.4.1.1. Détermination de l'acidité (exprimée en acidité acétique)

Méthode automatique (pH-mètre)

La présente méthode est une méthode interne, et s'appuie sur les normes suivantes : NF EN ISO 12147 : 1996 EN ISO 3696 : 1995

I.3.4.1.1.1. Principe

Une prise d'essai est mise en solution dans de l'eau. Un dosage acido-basique est ensuite réalisé avec une base forte, l'hydroxyde de potassium. Le point d'équivalence est obtenu par suivi du pH du mélange réactionnel, où par virage de couleur à l'aide d'un indicateur coloré. L'équation de la réaction est la suivante :



I.3.4.1.2. Détermination de la couleur L*a*b d'une mayonnaise

I.3.4.1.2.1 Principe

Un système d'éclairage (lampe à xénon) envoie une lumière sur l'échantillon à analyser. Cette lumière est réfléchiée et vers le récepteur de l'appareil qui comprend 3 capteurs filtrés pour que leur sensibilité corresponde à celle de l'œil humain. Les valeurs tristimulus X, Y et Z sont calculées par un microprocesseur et sont ensuite converties dans l'espace chromatique L*a*b

I.3.4.1.3 Détermination de la viscosité – Méthode Brookfield

I.3.4.1.3.1 Principe

Un mobile (cylindre ou disque) est entraîné par un moteur synchrone.

Celui-ci tourne à vitesse constante autour de son axe et dans l'échantillon.

La résistance exercée par le fluide sur le mobile, résistance traduisant la viscosité du fluide, provoque la tension d'un ressort en spirale, cette tension est traduite par une indication numérique sur le cadran de l'appareil.

I.3.4.1.3.2 Expression des résultats

L'unité internationale de viscosité est le Pascal par seconde (Pa/sec) :

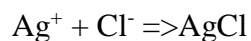
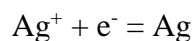
1 Pa/sec = 10 poises = 1 000 centipoises

I.3.4.1.4 Détermination de la teneur en chlorure

I.3.4.1.4.1 Principe

Le principe est celui de la méthode de Mohr : une prise d'essai est mise en solution dans de l'eau.

Un dosage d'oxydoréduction est réalisé avec une solution de nitrate d'argent. Le point d'équivalence est obtenu par potentiomètre, à l'aide d'une électrode d'argent combinée. L'équation de la réaction est la suivante :



I.3.4.1.4.2 Expression de résultats

La teneur en chlorures, exprimée en pourcentage massique est donnée par l'expression suivante : $[Cl^-]$
 $= (V_{eq} \times [AgNO_3] \times M \times 100 / 1000 \times m)$

Avec :

$[Cl^-]$ la teneur en chlorures exprimée en %

M la masse molaire du chlore, soit 35,45 g/mol ou 58,4 g/mol pour NaCl.

V_{eq} le volume à l'équivalence, en ml, d'hydroxyde de potassium utilisé pour le titrage.

$[AgNO_3]$ la concentration du nitrate d'argent ayant servi pour le dosage, soit 0,1 mol/l.

m : la masse exacte, en g, de la prise d'essai.

I.3.4.1.5 Détermination du pH

I.3.4.1.5.1 Principe

Une sonde de pH constituée d'une électrode de verre et d'une électrode de référence est plongée dans la solution à analyser. La différence de potentiel électrochimique qui s'établit entre les deux électrodes sera fonction de la concentration en ions H_3O^+ , et donc proportionnelle à la valeur du pH.

I.3.4.1.1.6 Détermination de la teneur en eau

I.3.4.1.1.6.1 Principe

Une prise d'essai est placée sur un cristallisoir puis séchée à l'étuve avant d'être refroidie dans un dessiccateur. La prise d'essai est alors pesée.

L'opération de séchage est renouvelée jusqu'à l'obtention d'une masse constante.

I.3.4.2 Caractérisation microbiologique

Selon la réglementation algérienne focalisée dans l'arrêté interministériel du 08 chaoual 1438 correspondant au 02 juillet 2017 fixant les critères microbiologiques des denrées alimentaires, le contrôle de la conformité de la qualité microbiologique de la mayonnaise et les autres sauces condiments consiste à la recherche des germes suivants :

- Germes aérobies à 30°C
- Levures et moisissures
- *Escherichia coli*
- *Salmonella*
- Staphylocoques à coagulase +

Ainsi que :

- Enterobacteriaceae

I.3.4.2.1 Préparation de l'échantillon

Le prélèvement de la mayonnaise a été réalisé dans les conditions aseptiques entre deux flammes de becs benzènes pour une quantité de 100g disposé dans une boîte stérile bien fermée afin de travailler sous la hotte à flux laminaire.

I.3.4.2.2 Préparation de la solution mère

Nous avons commencé par la préparation du diluant eau sel peptone (90 ml) dans flacons et les stériliser dans l'autoclave pendant une heure, ensuite la préparation de la solution mère 90 ml + 10g de produits, par pesage de 10g de produits dans la balance de précision et les ajouter au diluant en assurant une bonne homogénéisation. Nous avons préparé 12 tubes à essai remplis avec 09 ml de diluant 06 tubes. Prélever 1ml de la solution mère et l'ajouter à la dilution 10^{-1} . Prélever 1ml de la dilution 10^{-1} et l'ajouter à la dilution 10^{-2} ainsi de suite jusqu'à la dilution, 10^{-6} . Pour le *Salmonella*, la préparation de solution mère est différente (225 ml de diluant+25g de produits)

I.3.4.2.3 Dénombrement d'*Escherichia coli*

Pour la recherche du germe *Escherichia coli* les dilutions à préparer sont : SM, 10^{-1} , 10^{-2} en utilisant le milieu de culture VRBG et ensemercer le produit en profondeur et incubé les boîtes pétri pendant 48h à une température de 44 °C.

I.3.4.2.4 Dénombrement des levures et Moisissures

Pour la recherche des Levures et Moisissures, les dilutions à préparer sont : SM, 10^{-1} , 10^{-2} , en utilisant le milieu de culture OGA et ensemercer le produit en profondeur et incubé les boîtes pétri pendant 05 jours à 37 °C.

I.3.4.2.5 Dénombrement *Salmonella*

Pour la recherche du germe *Salmonella*, les dilutions à préparer sont : SM, 10^{-1} , 10^{-2} en utilisant le milieu de culture Hektoon et ensemercer le produit en surface et incubé les boîtes pétri pendant 24 h à 37 °C

I.3.4.2.6 Dénombrement des Staphylocoques à Coagulase Positif

Pour la recherche du germe Staphylocoque à Coagulase Positive, les dilutions à préparer sont : SM, 10^{-1} , 10^{-2} , en utilisant le milieu de culture Baird Parker et ensemencer le produit en surface et incuber les boîtes pétri pendant 48 h à 37 °C, puis une confirmation est nécessaire à l'aide du Test de la catalase et de la coagulase.

I.3.4.2.7 Dénombrement des Germes aérobies à 30°C

Pour la recherche des *germes aérobies à 30°C*, les dilutions à préparer sont : SM, 10^{-1} , 10^{-2} , en utilisant le milieu de culture PCA et ensemencer le produit en profondeur et incuber les boîtes pétri pendant 72 h à 30 °C

I.3.4.2.8 Dénombrement des Entérobacteriacea

Pour la recherche des Entérobacteriacea, les dilutions à préparer sont : SM, 10^{-1} , 10^{-2} , en utilisant le milieu de culture la gélose Drigalski et la gélose EMB et ensemencer le produit en profondeur et incuber les boîtes pétri pendant Incuber à (30 °C, 35 °C ou 37 °C) ± 1 °C pendant 24 h ± 2 heures puis faire la sélection des germes recherchées.

I.3.4.3 Etude sensorielle

L'analyse sensorielle est extrêmement importante dans la fabrication d'une mayonnaise (Avramescu et al., 2014). Les indicateurs de la qualité organoleptique des échantillons de la mayonnaise ont été déterminés selon les critères suivants: aspect, couleur, odeur, gout et texture. L'évaluation organoleptique a été réalisée par un panel constitué de 30 dégustateurs.

Dans notre travail, nous avons étudié les caractéristiques sensorielles suivantes :

I.3.4.3.1 Aspect

D'abord un contrôle primordial à coup d'œil pour déceler une anomalie sur l'échantillon si elle existe, ensuite il faut distinguer si le produit est consistant ou liquide par la méthode simple d'écoulement du produit (**Toussain, 2003**).

I.3.4.3.2 Odeur

L'odeur du produit est détectée par les récepteurs olfactifs dans le nez si elle est agréable ou désagréable (**Itab, 2019**).

I.3.4.3.3 Gout

Elle est détectée après la dégustation du produit par les bourgeons gustatifs de la bouche, les saveurs qu'on peut déceler sont le sucré, salé, acide, amère et piquant (**Briand, 2018**).

I.3.4.3.4 Couleur

La couleur d'un aliment est importante dans le choix de ce que l'on mange, détectée par la vue (**Toussain, 2003**).

I.3.4.3.5 Texture

L'analyse de texture consiste donc à analyser un produit alimentaire du point de vue de la sensation ressentie lorsque ce produit est mis en bouche avant son ingestion (**Picard, 2013**).

I.3.4.4 Déroulement de l'analyse

Le panel sensoriel a été composé de 30 dégustateurs non qualifiés. Ces derniers ne sont pas des fumeurs, n'avaient aucun parfum et n'avaient consommé aucune nourriture ou boissons qui pourraient influencer leurs perceptions pendant une période d'une heure avant l'analyse.

L'analyse sensorielle a été réalisée selon le test hédonique pour évaluer d'une façon générale le degré d'appréciation du produit élaboré.

Les échantillons (Mayonnaise aromatisée, Témoin et Mayonnaise industrielle de marque Lesieur) de 50 g ont été présentés simultanément dans des pots en verre et codifiés. Les sessions d'évaluation ont été effectuées de façon séparée pour qu'il n'ait pas influence entre les membres du panel.

Nous avons demandé aux dégustateurs d'évaluer chaque échantillon codé selon une échelle d'intensité universelle allant de 1 à 5 points pour chaque attribut. 1 = Extrêmement inappréciable, 5 = Extrêmement appréciable et de remplir le bulletin en se basant sur l'analyse organoleptique des produits: l'aspect, le gout, la texture et la couleur.

CHAPITRE II : RESULTATS ET DISCUSSIONS

II.1 Résultats d'optimisation de la formule par approche réponse de surface

II.1.1. Analyses des effets des facteurs sur les réponses

Une matrice de corrélation (Tableau 12) a été établie entre l'ensemble des variables (prises deux à deux). Le but de cette notion est de détecter les corrélations éventuelles entre toutes les réponses, pour identifier les réponses dépendantes et les écarter de la matrice d'expériences. Car, lorsque deux réponses sont dépendantes, elles sont systématiquement gouvernées par le même mécanisme. On considérera que les réponses sont corrélées si $R \geq 70\%$.

On remarque de cette matrice que la viscosité, la texture et la couleur sont dépendantes. On se propose alors d'écarter la contrainte seuil chlorure du fait de leur faible coefficient de prédiction.

Ce qui concerne le pH, nous avons remarqué qu'il interagit avec l'acidité. De ce fait, nous tenons compte d'une seule réponse qui est le pH.

Tableau 12 :Matrice de corrélation réponse –réponse

	pH	Acidité	Viscosité	Chlorure	Texture	Couleur
Ph	1	-0,978933	-0,0888171	-0,533697	0,117929	-0,165591
Acidité	-0,978933	1	0,0369399	0,568047	-0,148882	0,123381
Viscosité	-0,0888171	0,0369399	1	-0,0823908	0,779387	0,814539
Chlorure	-0,533697	0,568047	-0,0823908	1	-0,345859	-0,316633
Texture	0,117929	-0,148882	0,779387	-0,345859	1	0,802068
Couleur	-0,165591	0,123381	0,814539	-0,316633	0,802068	1

II.1.2 Modélisation en surface de réponse

D'après les résultats de modélisation en surface de réponse obtenus, nous pouvons noter que le pH, l'acidité, la viscosité, la texture et la couleur sont de bonne qualité au sens statistique (R^2 est supérieur à 0,70) par contre le taux de chlorure est de médiocre qualité car, le pouvoir prédictif Q^2 est bas en comparaison aux autres.

Le choix des réponses s'est porté sur les résultats des déterminations qui influent sur l'objectif étudié et qui présentent par conséquent des variations notables entre les essais. D'après les résultats physico-chimiques et organoleptiques obtenus de chaque essai les réponses retenues pour la réalisation d'un plan d'expérience sont les suivantes :

- Réponse physico-chimique : pH
- Réponse organoleptique : viscosité

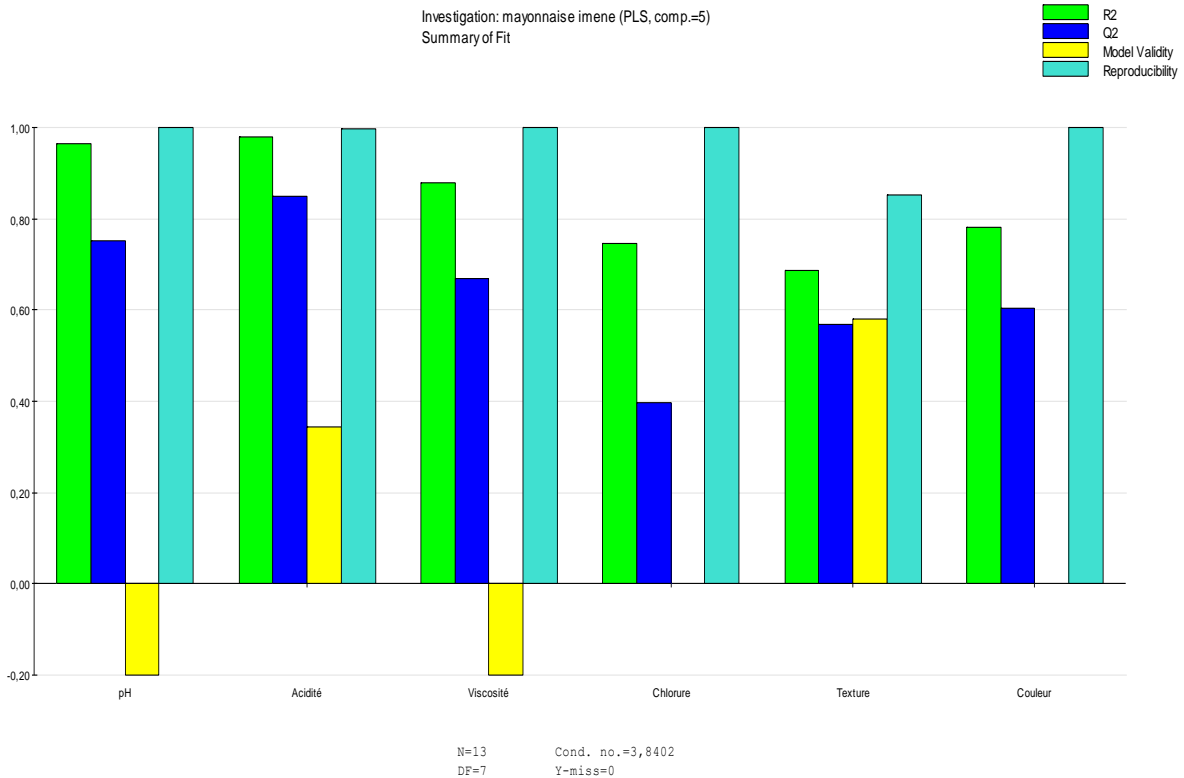


Figure 10: Histogramme surface de réponse

II.1.3 Détermination des coefficients du modèle postulé

Après avoir introduire les résultats des essais sur le logiciel MODDE 6, nous avons obtenu les valeurs des coefficients du modèle.

Les coefficients inconnus du modèle ont été calculés pour chacune des réponses à l'aide de la régression PLS exécutée par le logiciel. Les modèles mathématiques obtenus peuvent s'écrire donc de la manière suivante :

$$\text{pH} = 3,61538 + 0,00872257 x_1 - 0,303348 x_2 + 0,0216662 x_3 + 0,02299x_1 x_2 - 0,00417299 x_1 x_3 - 0,0225735 x_2 x_3 + 0,000764691x^2_{11} - 0,0111334 x^2_{22} + 0,00760391x^2_{33}$$

$$\text{Viscosité} = 345,182 + 13,7624x_1 + 5,10735x_2 - 14,1881 x_3 - 9,04148 x_1 x_2 + 52,6292x_1 x_3 + 7,27201x_2 x_3 - 48,559x^2_{11} + 28,0856x^2_{22} - 54,9404 x^2_{33}$$

Où:

X₁ représente l'huile de soja,

X₂ représente le jus de citron,

X₃ représente l'œuf.

II.1.4 Etude de l'effet des facteurs sur les réponses

Une fois validés, ces modèles mathématiques sont ensuite représentés graphiquement par des courbes dites courbes d'iso-réponses. Le rôle de ces graphiques étant de représenter les différentes relations entre les facteurs composants un modèle mathématique prédictif dans les limites du domaine d'étude. Ils nous permettent ainsi de comparer plus efficacement les effets des facteurs et leurs impacts sur la réponse et de déceler ainsi le comportement du système étudié.

Les valeurs de R² signifient que les modèles expliquent bien les résultats, et les valeurs de R² ajusté confirment que les modèles expliquent bien les résultats et que l'ajustement est d'une bonne qualité. Les modèles sont donc bien ajustés, seront déclarés globalement significatif (Tableau 13).

Tableau 13 : Valeurs de R² et R² ajusté

Valeurs	pH	Viscosité
R ²	0,964	0,878
R ² ajusté	0,938	0,791

II.1.4.1 Tracés des valeurs prédites en fonction des valeurs observées

Pour se convaincre que le modèle quadratique peut être accepté, traçons la variation des valeurs prédites en fonction des valeurs observées. Considérons comme bonne la concordance entre les valeurs observées et calculées à l'intérieur du domaine, le modèle quadratique est jugé valide.

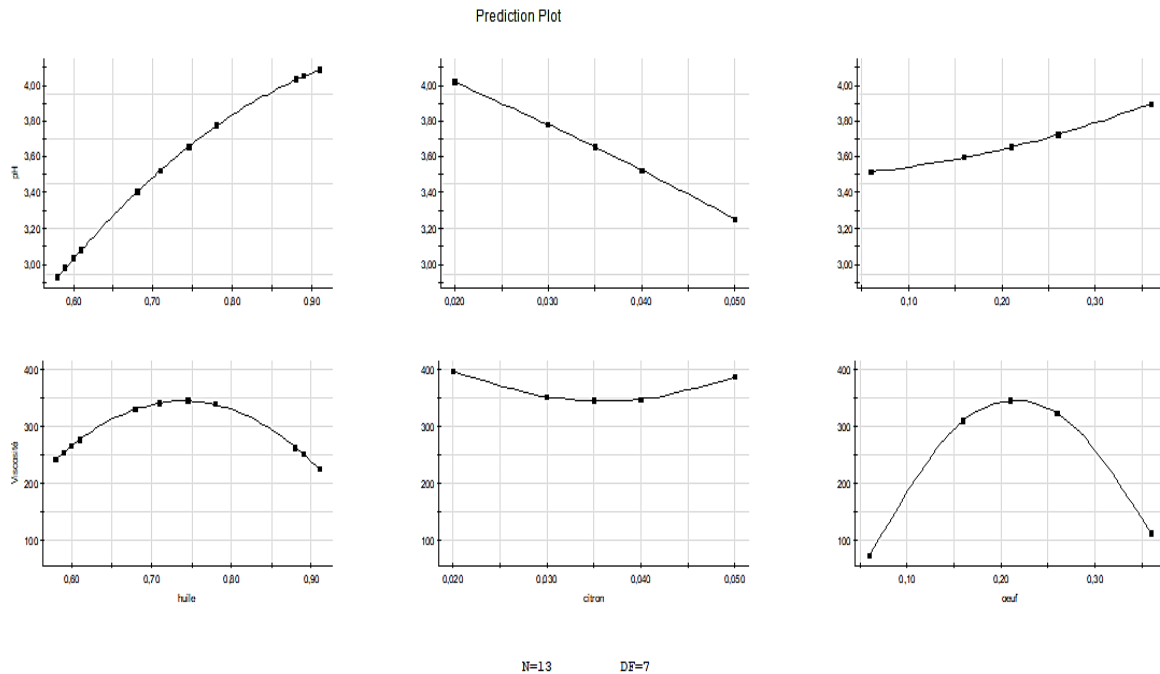


Figure 11 : Variation des valeurs de pH et de viscosité prédites en fonction des valeurs observées pour le mélange ternaire huile –jus de citron– œuf.

D'après les graphes obtenus, nous pouvons noter qu'il existe une variation proportionnelle entre la quantité des œufs et le pH et que la teneur en huile joue un rôle important sur la valeur du pH. Ceci s'explique par le taux et la composition en acides gras présent. Par contre, le jus de citron diminue la valeur du pH.

Nous avons remarqué que la viscosité est proportionnelle aux facteurs huile et œuf à un seuil donné et au-delà de ce seuil elle deviendra inversement proportionnelle.

Ceci s'explique par effet émulsifiant du jaune d'œuf qui permette de garder les gouttelettes dispersées malgré les forces gravitationnelles. Dans la mayonnaise, ce sont les molécules tensio-actives contenues dans le jaune d'œuf (Lécithine)

Ces résultats révélés sont confirmées par les courbes d'iso réponses illustrées dans les figures ci-dessous :

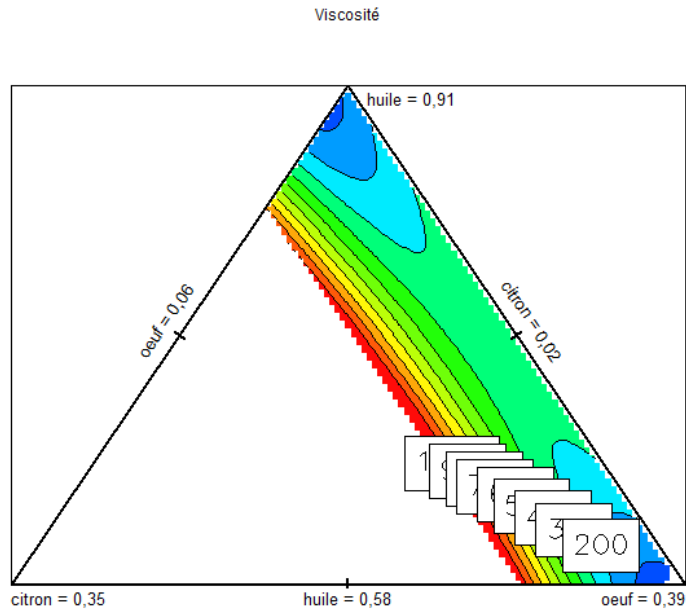


Figure 12 : Représentation graphique des courbes iso-réponses au sein du domaine d'étude de la réponse viscosité

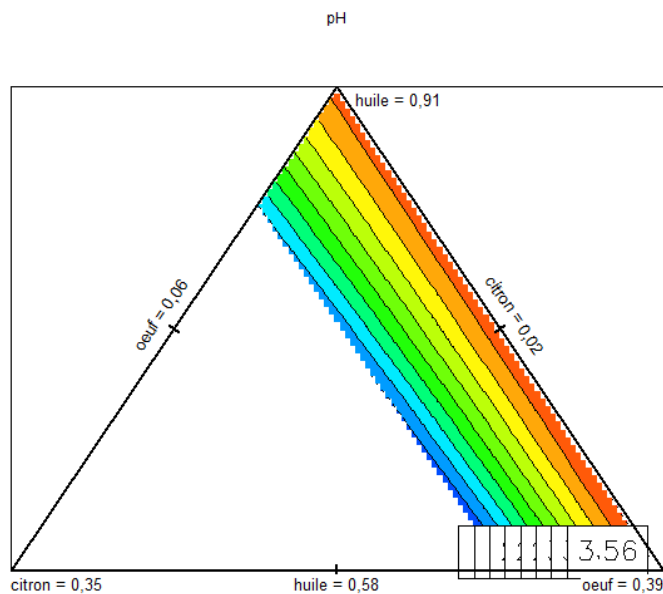


Figure 13 : Représentation graphique des courbes iso-réponses au sein du domaine d'étude de la réponse pH.

D'après ces courbes, nous pouvons révéler que l'augmentation graduelle du volume en huile accroît de façon spectaculaire le pH de la mayonnaise ainsi que pour les œufs (Figure 13) jusqu'à

atteindre des valeurs maximales. Par contre, nous pouvons confirmer, l'effet négatif de l'augmentation du jus de citron sur cette réponse.

D'après la figure 12, nous pouvons constater la grande influence qui exercent ces trois facteurs sur la réponse viscosité.

II.1.4.2 Optimisation de la formule

Faisant suite aux résultats révélés, nous pouvons déduire notre formule optimale (Tableau 14). Afin de déterminer cette formule: il faut préciser ce que nous désirons maximiser ou alors minimiser comme réponse. De ce fait, nous choisissons de maximiser le pH et minimiser la viscosité selon la réglementation.

L'optimum se déduira par dérivation d'équation du modèle pour trouver les valeurs x des niveaux des facteurs conduisant à l'extrémum. Ainsi les résultats d'optimisation ont donné la formule suivante :

Tableau 14: Représentant la formule optimale.

Facteur	Teneurs (%)
Huile	71,05
Sel	01
Jus de citron	02
Œuf entier	25,95

Cette formule présente ainsi un pH de 4,045 et une viscosité de 375,374 (poise)

II.2 Caractérisation physico-chimique de l'huile de soja

II.2.1 Profil d'AG d'une huile de soja vierge et huile in fusionnée par thymus

L'huile de soja est l'une des huiles les plus pauvres en acide gras saturé, elle est riche en acide gras insaturé (Roussel, 2006), elle est riche en acide linoléique (50 à 60%) et oléique (20 à 30%) ainsi qu'au tocophérol (10 à 170mg /100g). Toutefois, elle contient aussi une proportion non négligeable d'acide linoléique (5 à 9%) ce qui provoque une certaine fragilité à chaud (Dupin, 1992), et elle ne contient pas de cholestérol (Roussel, 2006).

Les résultats d'analyse des acides gras de l'huile aromatisée par les feuilles du *Thymus* durant les 75 jours d'infusion sont représentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 15 : Profil d'AG d'huile de soja au cours du stockage

Composition	J0	J15	J45	J75
Acide palmatique(%)	9,35	10,75	11,12	13,45
Acide palmitoléique(%)	0,07	0,11	0,20	0,33
Acide stéarique (%)	3,45	3,05	3,04	2,88
acide oléique Cis (%)	22,95	22,26	23,31	25,69
Acide linoléique cis (%)	51,88	52,91	53,43	59,58
Acide palmitique trans(%)	0,39	0,51	0,50	0,73
Acide linoléique cis (%)	5,46	7,16	6,26	7,67
Acide linoléique trans(%)	0,57	0,45	0,41	0,39
Acide arachidique (%)	0,3	0,40	0,48	0,53
Acide gadoléique(%)	0,23	0,40	0,51	0,87
Acide béhénique(%)	0,53	0,37	0,37	0,32
Acide érucique (%)	0,13	0,13	0,23	0,41
Acide lignocérique (%)	0,19	0,17	0,13	0,10

Tableau 16 : Résultats de caractérisation physico chimique d'huile de soja au cours du stockage

Paramètres	J0	J15	J45	J75
Acidité oléique (%)	0,01	0,08	0,08	0,10
Indice de peroxyde (meqO ₂ /kg)	0,17	0,27	0,96	1,8
Teneur en eau (%)	-0,003	0,016	0,019	0,20

D'après les résultats obtenus, nous avons remarqué que les pourcentages d'acides gras présents dans huile augmentent au cours du temps. Acide principale d'huile (linoléique) qui passe de 51,43% à 59,88% ainsi qu'acide oléique de 22,26 % à 25,69%. Les acides gras insaturés (comme oméga ω 3 et ω 6) donnent aux huiles un profil lipidique très intéressant, mais ils accélèrent également leur oxydation. La composition en acides gras d'une huile joue donc un rôle important dans son potentiel oxydatif (**Marie et al 2020**).

L'acidité de l'huile de soja infusion née à J0 analysée dans notre étude a été (estimée à 0,01% ; cette valeur est inférieure à celle exigée par le Codex alimentarius (STAN 23-1981) (0,03%).

Durant l'infusion, l'acidité des échantillons d'huile de soja a augmenté de 0,01% à 0,10 % cela est du probablement à la présence d'eau lors d'incorporation d'huile par les feuilles de *thymus* séchée et ce qui induit à une l'hydrolyse des triglycérides (TG) et l'accumulation des acides gras libre(AGL) est responsable de l'acidification de ce corps gras.

Cette réaction est catalysée par divers facteurs, on en cite les traces d'eau, la chaleur et les rayons solaires (**Guillaulin, 1969**).

La mesure de l'oxydation d'un corps gras en temps réels se fait par la mesure de l'indice de peroxyde (IP) ; une valeur élevée de cet indice signifie que le corps gras(CG) est rance (**Frenot et Vierling, 2001**)

L'IP constitue l'un des critères utilisé dans l'appréciation de la qualité des huiles. Il sert à évaluer l'état d'oxydation d'une huile au cours du stockage ; la valeur de cet indice chimique ne doit pas dépasser 10 mEq O₂ / kg (**Snima, 2003**)

La valeur de l'IP de l'huile fraîche (avant incorporation et stockage) est de 0,17 mEq O₂/kg ; tandis qu'huile infusonnée après 75 jours à une valeur de 1,8 meq O₂/ kg. Donc durant le stockage (l'infusion), il s'est produit une peroxydation d'huile.

Selon Constantin (2000) et Judde(2004), cette augmentation serait due à l'apparition de composés peroxydés (ROO°) à partir des radicaux libres instables (R°) des AGI. De plus, la formation de ces peroxydes pourrait être influencée par l'action de la chaleur et la destruction des tocophérols présents dans l'huile ; ces composés de la partie insaponifiable de l'huile jouent un rôle antioxydant (**Constantin, 2000 ; Judde, 2004**). Les peroxydes se forment et s'accumulent avec l'augmentation de la durée de stockage.

Lors de notre étude, nous avons trouvé une valeur maximale de la teneur en eau pour huile infusonnée par thymus pendant 75 jours (0,20%), alors que la valeur minimale est enregistrée pour huile vierge (-0,003%).Par ailleurs ces fluctuations de valeurs peuvent être reliées au processus métabolique qui pourrait survenir à l'intérieur des feuilles de *thymus*, ainsi peut être expliqué par un séchage de la matière végétale insuffisant.

II.2.2 Caractéristiques physico-chimiques de la mayonnaise

Dans cette partie, nous sommes intéressés à l'analyse physico-chimique de différentes types de mayonnaise aromatisée (MA1, MA2 , MA3, MA4), mayonnaise témoin non aromatisée (MT1, MT2) et mayonnaise témoin industrielle (MT3, MT4) et cedans le but de faire une comparaison entre les trois échantillons pour pouvoir suivre le vieillissement des trois produits en prenant en considération le facteur temps : **J0** (jour de la formulation) **J11** , **J22**, **J33** et **J45** dans des températures d'incubation différentes **4 °C**, **25 °C** .

MA1 : Echantillon d'infusion 15 j à 4 °C MA2 : Echantillon d'infusion 15 j à 25°C

MA3 : Echantillon d'infusion 75 j à 4 °C MA4 : Echantillon d'infusion 75 j à 25°C

II.2.2.1 Acidité

Les résultats de la variation d'acidité des mayonnaises élaborés (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours de l'entreposage à 4 et 25 °C sont représentés dans la **Figure 14** respectivement (tableaux en annexe n°6)

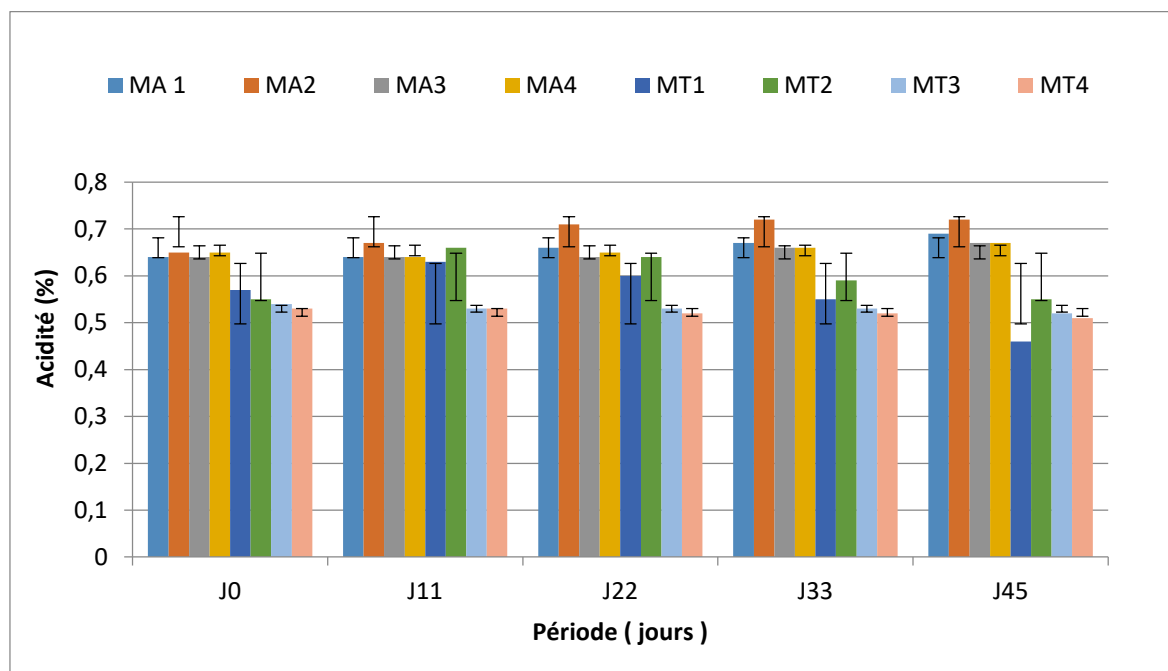


Figure 14 : Représentation graphique du suivi de la variation de l'acidité titrable des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.

L'acidité des mayonnaises préparés sans et avec thymus (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1 et MT2) marqué une augmentation légère durant le stockage ; avec des valeurs qui ont varié de 0,64 % à 0,72 %. Par ailleurs, MT3 et MT4 reste stable (0,50%).

D'après la figure 14, l'acidité de MA1 à une valeur de 0,64 et 0,65 pour MA2, 0,64 pour MA3 et 0,65 pour MA4 qui va être augmenter au cours du stockage, nous avons constaté que la température et le temps d'infusion n'a aucune influence sur l'acidité titrable de la mayonnaise.

Nous expliquons, l'augmentation de l'acidité qui peut être causé par l'hydrolyse de triglycérides et l'augmentation consécutive des acides gras libres (Uluko et al., 2015). Et le maintien de la

mayonnaise industriel à une acidité de 0.55% qui est expliquer par la présence des additifs alimentaires.

II.2.2.2 pH

Les résultats de la variation de pH des mayonnaises élaborés (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours de l'entreposage à 4 et 25 °C sont représentés dans la **Figure 15** respectivement (tableaux en annexe n°6)

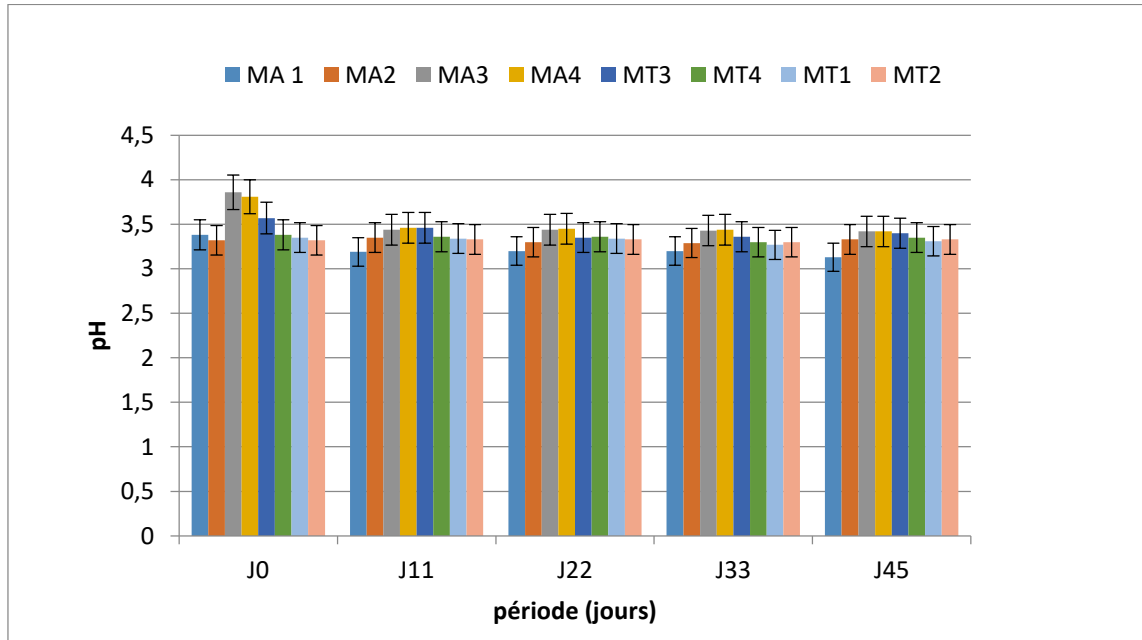


Figure 15 : Représentation graphique du suivi de la variation du pH des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.

Le pH des mayonnaises expérimentaux a été mesuré pendant le jour d'élaboration(J0) et au cours de 45 jours de stockage à deux différentes températures (4°C et 25°C) (figure15). Il a été constaté, une diminution des valeurs de pH dans l'ensemble des mayonnaises testés ; soit les teneurs qui ont variées de 3,86 à 3,13 en moyenne pour la mayonnaise aromatisée et de 3,35 à 3,31 en moyenne pour la mayonnaise industrielle.

Durant toute la période expérimentale, l'échantillon témoin (MT1, MT2) a présenté de faibles résultats en comparaison aux autres produits aromatisés par *thymus*, un pH de 3,2 pour MA1, et pH = 3,38 pour MA2 , 3,81 pour MA3 et 3,86 pour MA4 , nous avons constaté que la température de stockage ainsi que le temps d'infusion ont influencé sur le pH des mayonnaises aromatisées .

Et en fin de stockage, les valeurs de pH ont noté une évolution légèrement décroissante pour les mayonnaises aromatisées tandis que MT3, MT4 reste stable.

Ces résultats montrent que le pH et l'acidité des quatre échantillons sont stables. Un pH <4 élimine le risque de développement des bactéries pathogènes.

II.2.2.3 Teneur en sel (NaCl)

Les résultats de la variation de la teneur en sel des mayonnaises élaborés (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours de l'entreposage à 4, 25, 40°C sont représentés dans la Figure 16 (tableaux en annexe n°6)

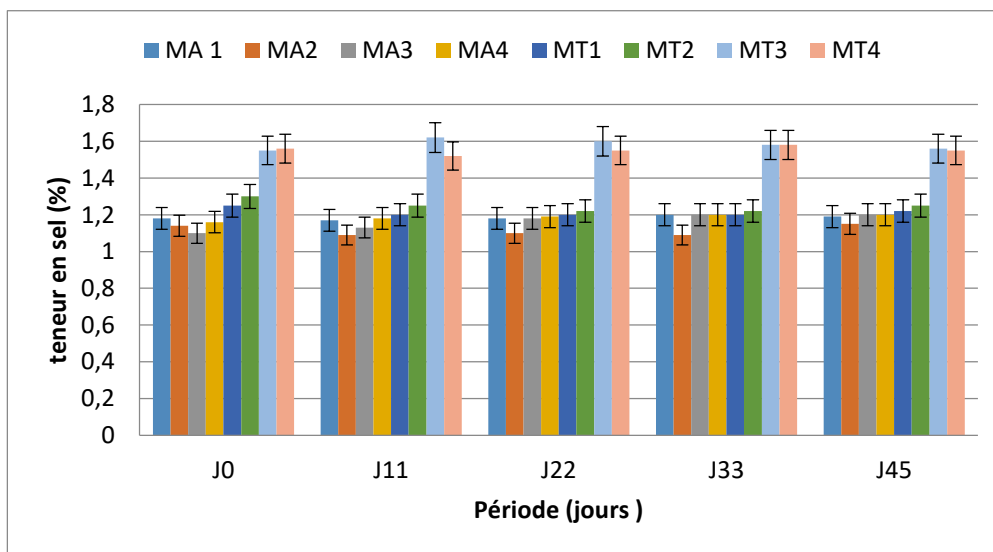


Figure 16 : Représentation graphique du suivi de la variation de teneur en sel des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J4

Selon la figure 16, nous avons constaté que la teneur en sel reste stable pour les mayonnaises aromatisées (MA1, MA2, MA3, MA4) ainsi que témoin blanc (MT1, MT2) au cours du stockage à une moyenne de 1,15% .donc on a noté que la température et le temps d'infusion n'a aucune influence. Tandis que MT3 et MT4 présente une valeur plus élevé que les autres, celle-ci est expliquer par la différence dans la composition de chaque formule.

L'ajout de sel à la mayonnaise vient de la nécessité d'améliorer la sapidité à la consommation, il permet aussi de ralentir le développement de certains micro-organismes et par conséquent, il aide à l'amélioration de la durée de conservation. Il est utilisé à une dose précise selon le poids de la mayonnaise.

A une forte dose la mayonnaise devient trop salée d'une part. D'autre part, une consommation trop élevée de sel peut provoquer l'augmentation des taux de sodium dans le sang et donc augmenter le risque d'une tension artérielle élevée, de cardiopathies et de maladies cérébrovasculaires.

En revanche, à faible dose, le goût devient déplaisant et la mayonnaise devient désagréable à la consommation (**Depree et Savage, 2001**)

II.2.2.4 Viscosité

Les résultats de la variation de la viscosité des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours de l'entreposage à 4 et 25 °C sont représentés dans la Figure 17 (tableaux en annexe n°6)

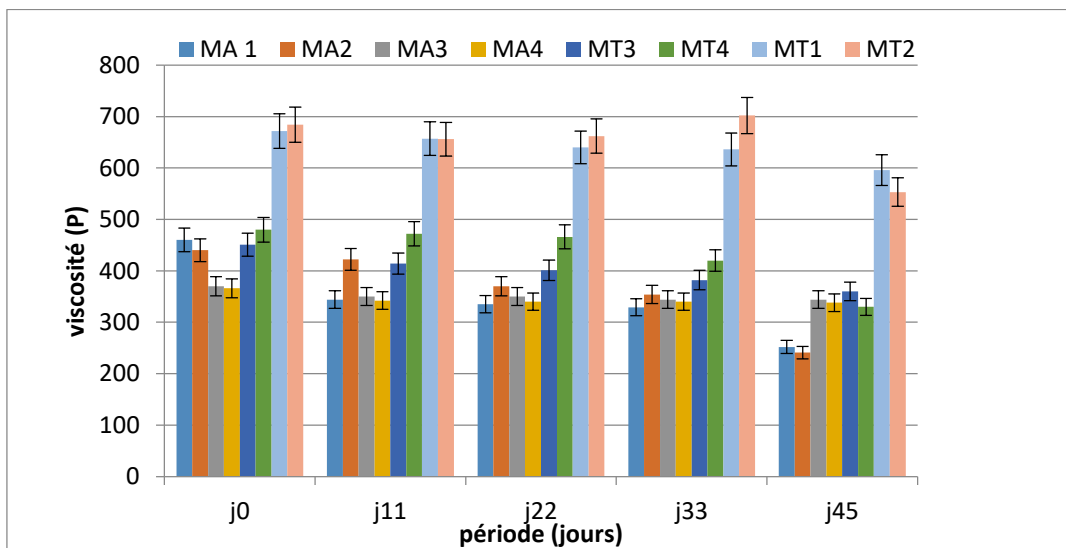


Figure 17 : Représentation graphique du suivi de la variation de la viscosité des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.

La figure 17 fait apparaître les résultats de viscosité apparente des mayonnaises élaborées pendant 45 jours de stockage à 40°C et 25 °C. Globalement, il résulte sommairement que la

viscosité des mayonnaises aromatisées est relativement inférieure à celle du témoin blanc qui est lui-même inférieure au témoin industriel.

En effet, MA1 a marqué une viscosité de 460 Po et 440Po pour MA2, 370 Po pour MA3 et 366 Po pour MA4 qui va t'être diminuer au cour du stockage. Nous remarqué que la température et le temps d'infusion à influe sur la viscosité des produits. Tandis que MT3, MT4 reste stable au cours du stockage. Cette différence est due à la présence des agents texturant (gomme de xanthine) et l'équipement utilisé pour la préparation (rotor stator).

II.2.2.5 Teneur en humidité

Les résultats de la variation de la teneur en humidité des mayonnaises élaborés (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours de l'entreposage à 4 et 25 °C sont représentés dans la Figure 18 (tableaux en annexe n°6)

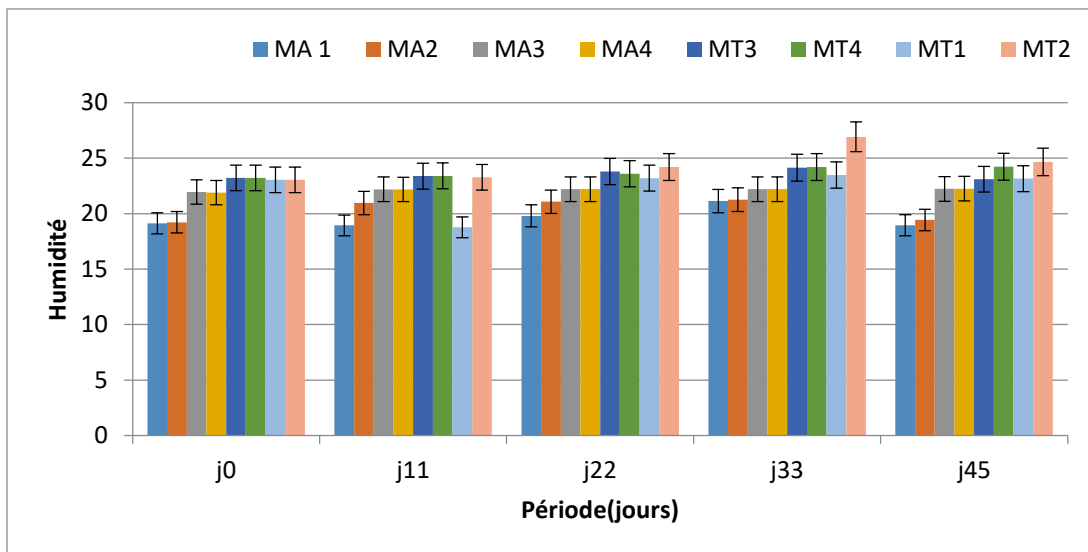


Figure 18 :Représentation graphique du suivi de la variation de taux d'humidité des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45

La teneur en eau des mayonnaises préparés sans et avec thymus (MA1,MA2, MA3,MA4, MT1et MT2) a marqué diminution légère durant le stockage ; avec des valeurs qui ont varié de 21.96 % à 18.75 %. Par ailleurs, MT3et MT4 reste stable (23 %).

D’après la figure 18, nous avons constaté que MA1 et MA2 présente une valeur d’humidité proche (19,12% ; 19,22% respectivement), pareil pour la MA3 et MA4 qui présentent des valeurs de (21,96 ; 21,88% respectivement).

Nous avons remarqué que la température n’a aucune influence tandis que le temps d’infusion a provoqué une augmentation de la teneur en eau des produits élaborés (à J75).

En effet, l’humidité varie selon les conditions et la période de stockage (Naud et Andre, 1995). L’augmentation de la teneur en eau favorise le développement de certains microorganismes notamment les streptocoques... (Galzy, 1980), mais également affecterait les qualités organoleptiques et la consistance du produit.

II.2.2.6 Teneur en matière grasse

Les résultats de la variation de la teneur en matière grasse des mayonnaises élaborés (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours de l’entreposage à 4 et 25 °C sont représentés dans la Figure 19(tableaux en annexe n°6)

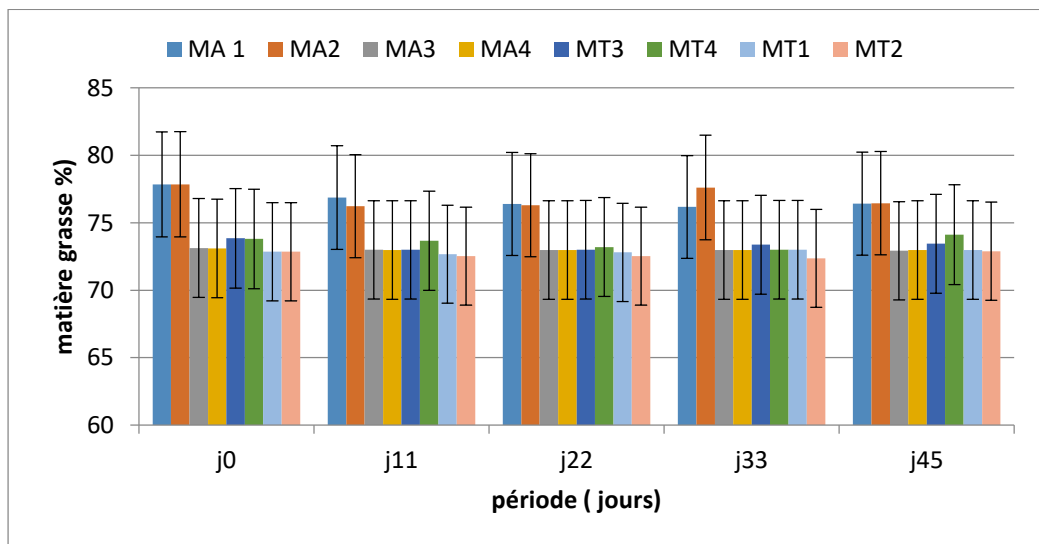


Figure 19 : Représentation graphique du suivi de la variation de la matière grasse des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d’entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45

La figure 19, fait apparaitre les résultats de la teneur en matière grasse apparente des mayonnaises élaborées pendant 45 jours de stockage à 40°C et 25°C. Globalement, il résulte sommairement que la matière grasse des mayonnaises aromatisées et témoin blanc est relativement supérieure à celle du témoin industriel qui reste stable au cours du stockage. Nous avons noté que la température et le temps de stockage n'a pas influencé sur le taux de la matière grasse. En revanche, la matière grasse des produits élaborés est supérieure à celle du témoin industriel ceci peut être expliqué par la différence dans la formulation.

II.2.2.7 Couleur

Les résultats de la variation de la couleur des mayonnaises élaborés (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2 et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours de l'entreposage à 4 et 25 °C sont représentés dans les tableaux suivants :

Tableau 17: Résultats de la variation de la couleur **L** des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2, et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, j11, j 22, j 33, j45

	L J0	L J11	L J 22	L J 33	L J 45
MA 1	88,14	87,63	87,5	87,3	85,16
MA2	88,17	88,06	86,09	85,06	82,74
MA3	87,88	86,82	86,80	86,63	86,60
MA4	88,19	86,56	86,50	86,50	86,45
MT1	90,34	89,97	89,88	89,1	88,39
MT2	90,34	90,32	90,3	90,3	89,74
MT3	90,93	91,05	90,89	90,67	90,57
MT4	91,22	91,05	91,16	90,54	90,89

Tableau18 : Résultats de la variation de la couleur a des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2)et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4)au cours d’entreposage à 4, 25 °C durant J0, j11, j 22, j 33, j45

	a J0	a j 11	a j 22	a j 33	a j 45
MA 1	-1,58	-0,73	-0,76	-0,77	-0,2
MA2	-1,51	-1,39	-0,88	0,4	0,76
MA3	-1,91	-0,88	-0,88	-0,8	-0,8
MA4	-1,86	-0,87	-0,86	-0,8	-0,8
MT1	-1,4	-1,34	-1,2	-0,99	-0,4
MT2	-1,4	-1,3	0,5	0,6	0,69
MT3	0,75	0,74	0,7	0,6	0,67
MT4	0,81	0,77	0,72	0,7	0,78

Tableau 19 : Résultats de la variation de la couleur b des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2)et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4)au cours d’entreposage à 4, 25 °C durant J0, j11, j 22, j 33, j45.

	b J 0	b J 11	b J 22	b J 33	b J 45
MA 1	26,61	23,76	23,5	23,59	24,36
MA2	26,41	26,68	24,82	22,05	23,56
MA3	27,72	24,36	24,30	24,29	24,29
MA4	28,12	24,56	24,50	24,47	24,47
MT1	22,5	22,67	22,32	22,09	20,65
MT2	22,5	22,33	22,23	22,08	21,86
MT3	24,34	24,25	23	23,84	24,11
MT4	24,81	24,26	23,6	23,73	23,79

D’après les résultats des tableaux 16, 17, 18, nous avons pu constater que les échantillons aromatisés (MA1, MA2) présentaient une luminosité élevée, tendance au vert (-a*) et jaune (+b*) et une intensité de couleur relativement faible (I*) ce qui signifie que toute mayonnaise formulée

les échantillons présentait une couleur jaunâtre opaque. Lorsqu'on le compare à échantillon témoin (MT1, MT2).

Pour MA3, MA4, luminosité (a*) différaient significativement par rapport à l'échantillon témoin. Cela était probablement dû au fait que l'huile (infusion 75 jours) elle-même est plus foncée que les autres huiles.

Cependant, toutes les mayonnaises formulées sont visuellement similaires mais se différencient sur le plan gustatif sachant que MA3, MA4 sont plus amers que MA1, MA2.

II.3 Caractérisation microbiologique

Les résultats du suivi de la qualité microbiologique de la MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours de l'entreposage à 4, 25, 40 °C AU J1, J20 et J40 sont présentés dans les tableaux qui suit :

II.3.1 Flore mésophile aérobie totale

Les Résultats du suivi de la flore mésophile aérobie totale des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4 et 25 °C sont représentés dans le tableau 19.

Tableau 20 : Résultats du suivi de la flore mésophile aérobie totale des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4 et 25 °C.

	FAMT (UFC/g) <1000/g / Méthode NA 1207				
	j0	j11	j22	j33	j45
MA 1	60	10	<10	<10	<10
MA2	60	10	<10	<10	<10
MA3	670	430	270	150	60
MA4	680	520	260	170	50
MT1	150	10	<10	<10	<10
MT2	150	10	<10	<10	<10
MT3	<10	<10	<10	<10	<10
MT4	<10	<10	<10	<10	<10

D'après nos résultats, nous avons noté que la FMAT a J0 est de l'ordre de 60 UFC/g pour la MA1 et MA2, plus au moins importante pour les MA3, MA4 680 UFC/g. tandis que le témoin blanc MT1, MT2 à une valeur de 150 UFC/g.

A partir du J11, nous avons constaté une diminution de la FMAT pour les MA1, MA2, MA3, MA4, ses résultats pourrait être expliqué par le fait que le *thymus* contient des substances antibactériennes (Boyer et al., 1995), contribuant à la réduction de la flore mésophile aérobie totale. Ce résultat a été constaté par plusieurs auteurs. Ainsi Karamen et al. (2001) ont montré que les huiles essentielles du thym présentent des activités antibactériennes et antifongiques. De même, l'activité bactéricide du thym, a été aussi démontré par Rasooli et al. (2002), et par Tepe et al. (2005).

Les résultats de la FMAT sont satisfaisant en comparaison aux normes algériennes (UFC/g) <1000/g / **Méthode** NA 1207.

II.3.2 Bactéries pathogènes

Les résultats du suivi des bactéries pathogènes de MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours de l'entreposage à 4, 25, 40 °C AU J1, J20 et J40 sont présentés dans les tableaux qui suit :

Tableau 21: Résultat du suivi des *Enterobacteriaceae* des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4 et 25 °C

<i>Enterobacteriaceae</i> : Normes GECO Algérie (UFC/g) <10/g / Méthode NA 6813					
	j0	j11	j22	j33	j45
MA 1	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA2	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA3	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA4	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT1	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT2	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT3	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT4	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs

Tableau 22 : Résultat du suivi des Staphylocoque des mayonnaises élaborées (MA1,MA2,MA3, MA4, MT1, MT2)et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4)au cours d’entreposage à 4 et 25°C.

Staphylocoques : Normes GECO Algérie (UFC/g) <100/g / Méthode ISO 6888					
	j0	j11	j22	j33	j45
MA 1	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA2	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA3	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA4	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT1	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT2	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT3	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT4	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs

Tableau 23 : Résultat du suivi des *Escherichia coli* des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4)au cours d’entreposage à 4 et 25 °C

<i>Escherichia coli</i> : Normes GECO Algérie (UFC/g) <100/g / Méthode NA 6812					
	j0	j11	j22	j33	j45
MA 1	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA2	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA3	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA4	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT1	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT2	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT3	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT4	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs

D’après les résultats des tableaux 20,21,22, nous avons constaté une absence totale des Staphylocoques, *Escherichia coli* ainsi que des *Enterobacteriaceae*.

Le pH est un indice de qualité déterminant l'aptitude à la conservation des aliments. Il constitue l'un des principaux obstacles que la flore microbienne doit franchir pour assurer sa prolifération (Giddey, 1982 ; Gatel, 1982 ; Brissonet et al.,1990). Donc, il est important de mesurer le pH, afin de connaître la stabilité de l'aliment vis-à-vis les microorganismes.

Puisque nos produits ont un pH inférieur à 4, il est rare que les microorganismes pathogènes pour l'homme se développent à un pH acide, (Adamou, 2006). La plupart des microorganismes se développent à des pH proches de la neutralité, dont les moisissures se développent à des pH acide (Oteng-Gyang, 1984).

II.3.4 Levures et moisissures

Tableau 24 : Résultat du suivi des levures et moisissures des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4 et 25 °C.

Levures et moisissures : Normes GECO Algérie (UFC/g) <100/g / Méthode NA 1210					
	j0	j11	j22	j33	j45
MA 1	Abs	Abs	Abs	Abs	70
MA2	Abs	Abs	Abs	10	120
MA3	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MA4	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT1	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT2	Abs	Abs	Abs	Abs	Abs
MT3	abs	abs	Abs	Abs	Abs
MT4	abs	abs	Abs	Abs	Abs

D'après les résultats du tableau 23, nous constatons une absence totale des levures et moisissures dans les premiers jours.

Les additifs naturels ajoutés ont contribué à une légère augmentation des levures et des moisissures, mais le nombre de ces germes se stabilise presque après, ce qui pourrait être due à une auto inhibition par compétition sur le substrat ou par les modifications des conditions physicochimiques du milieu.

II.4 Caractérisation de la qualité organoleptique

Les résultats de l'analyse sensorielle des émulsions élaborées en comparaison avec le témoin et la mayonnaise industrielle de cinq descripteurs (aspect, texture, couleur, odeur et gout) selon une échelle hédonique à 5 points.

II.4.1 Texture

La figure 20 représente les résultats de la texture des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C.

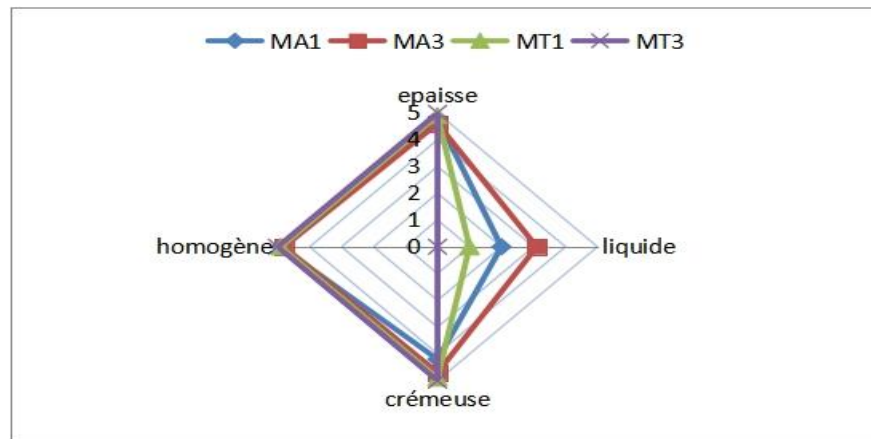


Figure 20 : résultats de la texture des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C

D'après les résultats de la Figure 20, nous remarquons que les échantillons MA1 et MA3 présentent une texture homogène et crémeuse mais moins épaisse on comparaison avec MT1 et MT3 .Cela peut être expliqué par l'absence des agents texturants ainsi grâce à la composition chimique de l'huile (essentiellement en acide grâce).

II.4.2 Couleur

La figure 21 représente les résultats de la couleur des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C

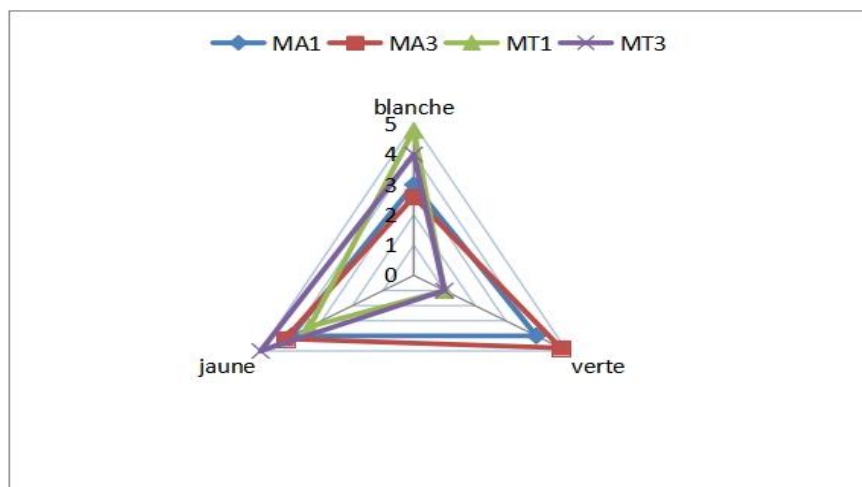


Figure 21 : représente les résultats de la couleur des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C

Selon la figure 21, nous constatons que les échantillons MA1 et MA3 ont une couleur verdâtre, du fait que les dégustateurs n'ont pas préféré le caractère de ces derniers, qui peut être expliqué par l'influence de temps de l'infusion de l'huile de soja en thymus qui est riche en chlorophylle ce qui résulte une couleur plus foncée dans l'infusion de 75 jours.

Tandis que la MT1 présente une couleur jaunâtre qui est proche de la couleur de produit commercial MT3 que nous avons l'habitude de le consommer.

II.4.3 Odeur

La figure 22 représente les résultats de l'odeur des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C

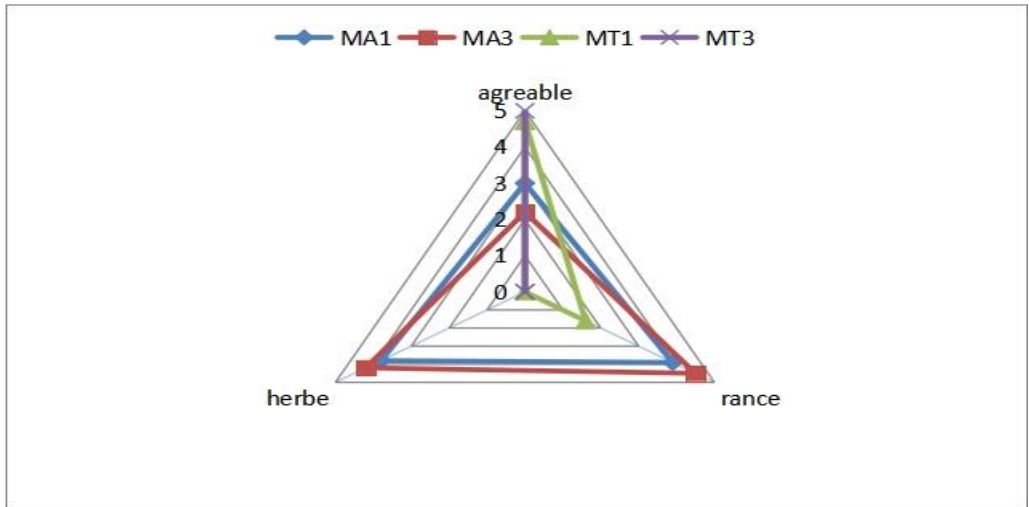


Figure 22: résultats de la couleur des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C.

D'après nos résultats nous avons constaté que la MA3 présente une odeur des herbes et de rance plus prononcé que la MA1 ce qui explique par la durée prolongée de l'infusion (75 jour), tandis que la MT1 et MT3 ont une odeur agréable.

II.4.4 Gout

La figure 23 représente les résultats du gout des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C

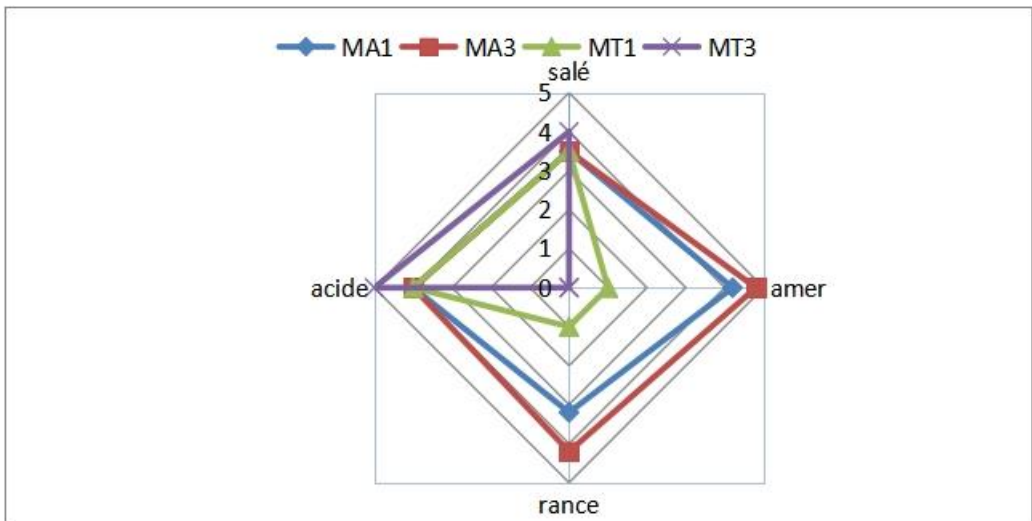


Figure 23 représente les résultats du gout des mayonnaises élaborées (MA1, MA3, MT1 et MT3) à 4°C.

On note que la MA1 et MA3 ont les plus fortes valeurs en amertume et un gout de rance, tandis que la MT1 et MT3 ont un gout d'acide caractéristique de la mayonnaise. La différence de gout est induite par le temps d'infusion. Une infusion de 15 jours était acceptée par les panelistes.

CONCLUSION

Les consommateurs sont très conscients de la nécessité de s'alimenter d'une manière saine et équilibrée. Ils s'orientent souvent à l'utilisation d'aliments auxquels sont ajoutés des ingrédients naturels plutôt que des composés chimiques synthétiques à effets néfastes pour la santé. Des preuves irréfutables de plus en plus nombreuses confirmant les intérêts des polyphénols naturels des plantes médicinales sur la santé humaine ont suscité notre curiosité à les incorporer comme additifs dans certains produits alimentaires transformés.

L'incorporation dans la mayonnaise des feuilles de *Thymus* qui est une approche pratique pour augmenter le contenu phénolique du produit et améliorer son profil antioxydant.

Pour cela nous avons tenté à formuler deux émulsions un témoin et un échantillon aromatisé avec une concentration de 3% ainsi les variations du temps et de la température d'infusion ont fait l'objet de notre étude, puis de caractériser les produits élaborés.

Les résultats de l'analyse microbiologique ont révélé que l'ajout du thymus a contribué à la réduction de la flore mésophile aérobie totale pendant le stockage ainsi qu'une absence totale de *Enterobacteriaceae*, Staphylocoques, *Escherichia coli*, concernant les levures et moisissures, nous avons noté une légère augmentation au cours du stockage mais se stabilise après, ceci confirme l'effet bactéricide du *Thymus*. Sachant que MT1, MT 2 est stable par rapport au mayonnaise industrielle(MT3, MT4).

Sur le plan sensoriel, MA3, MA4 sont caractérisés par une couleur plus foncée que MA1, MA2 ainsi qu'un goût d'amertume, du fait que les dégustateurs n'ont pas préféré le caractère de ces derniers. La différence de goût est induite par le temps d'infusion.

Une infusion de 15 jours était acceptée par les panelistes car elle est proche au produit commercial MT3, MT4 que nous avons l'habitude de le consommer.

A la lumière des résultats obtenus, nous pouvons considérer que *Thymus* est une alternative appropriée aux conservateurs synthétiques.

REFERENCE BIBLIOGRAPHIQUE

A

Achour,S.,Khelifi, E.,Attia,Y.,Ferjani,E.,Hellal,A.H.(2012).ConcentrationofAntioxidant Polyphenols from *Thymus capitatus* extracts by Membrane Process Technology.Journalof Food Science,**77 (6)** : 703-709.

Anton, Li-Chan etkim, 2008.Egg yolk granules: Separation, characteristics and applications in food industry .Food Science and TechnologyVolume 59, Issue 1, November 2014, Pages 1-5

Arditty, 2004 .Materials based on solid-stabilized emulsions.Journal of Colloid and Interface Science .Volume 275, Issue 2, 15 July 2004, Pages 659-664

Abdelli,W. (2017).Caractérisation chimique et étude de quelques activités biologiques deshuiles essentielles de Juniperus phoenicea et de Thymus vulgaris. Thèse de Doctorat,Université Abdelhamid Ibn Badis – Mostaganem, Algérie.

Anton etgandemer, 1997 ; Ford et al., 1997.Effect of feeding CLA on plasma and granules fatty acid composition of eggs and prepared mayonnaise quality.Volume 197, Part A, 15 April 2016, Pages 57-65

Aganovic et al., 2018.Influence of iota carrageenan addition on the properties of soya protein meat analoguesVolume 87, January 2018, Pages 546-55

Areias,F.M.,Rego,A.C.,Oliveire,C.R.,Seabra,R.M.(2001).Antioxidanteffectofflavonoids after ascorbate/Fe²⁺-induced oxidative stress in cultured retinal cells. BiochemicalPharmacology,**62** : 111-118.

Alavi, N. and Golmakani, M.T. Improving oxidative stability of olive oil: Incorporation of Spirulina and evaluation of its synergism with citric acid. Grasas y Aceites. 68, 1 (Mar. 2017).

Asensio, Nepote et Grosso, 2012. Sensory Attribute Preservation in Extra Virgin Olive Oil with Addition of Oregano Essential Oil as Natural Antioxidant. *Food Science* Volume 77, Issue 9 September 2012 Pages S294-S301.

B

Barazandeh, M.M., Bagherzadeh, K. (2007). Investigation on the chemical composition of the essential oil of *Thymus daenensis* Celak from four different regions of Isfahan province. Edited By : Bazarnova, N.G., Markin, V.I. From *Faslnameh-i Giyahan-i Daruyi*, **6(23)** : 12-19.

Bentes, J., Miguel, M.G., Monteiro, I., Costa, M., Figueiredo, A.C., Barroso, J.G., Pedro, L.G. (2009). Antioxidant activities of the essential oils and extracts of Portuguese *Thymus capitata* and *Thymus mastichina*. *Italian Journal of Food Science*, **21(2)**: 183-195.

Binate, G et Dikes, L. (2018). Etude de l'effet antibactérien et prébiotique des extraits de *Thymus vulgaris* et de *Thymus serpyllum*. Mémoire de Master, Université Djilali Bounaama de Khemis Miliana, Algérie.

Benouali, D. (2016). Extraction et identification des huiles essentielles. Mémoire de Master, Université des sciences et de la technologie d'Oran, Algérie.

Ben-Ali, Dhouib, Damak et Allouche, 2014. Stabilization of Sunflower Oil During Accelerated Storage: Use of Basil Extract as a Potential Alternative to Synthetic Antioxidants. Pages 1547-1559

Brantner, A.H., Pfeifhofer, H.W., Ercegovac, O., Males, Z., Plazibat, M. (2005). Essential oil composition and antioxidant activity of *Thymus bracteosus* vis. Ex Benth. *Flavour and Fragrance Journal*, **20(6)**: 596-600.

Bucar, F., Males, Z., Plazibat, M. (2005). Essential oil of *Thymus bracteosus* Vis. Ex Benth., an endemic species of Dinaric Karst. *Journal of Essential Oil Research*, **17(4)**: 457-458.

Boros, B., Jakabová, S., Dörnyei, Á., Horváth, G., Pluhár, Z., Kilár, F., Felinger, A. (2010). *Journal of Chromatography A*, **1217** : 7972-7980. In : **Rubió, L., Serra, A., Macià, A., Borràs, X., Romero, M.P., Motilva, M.J. (2012).** Validation of determination of plasma metabolites derived

from thyme bioactive compounds by improved liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry. *Journal of Chromatography B*, **905** :75-84.

C

Calliste, C.A., Le Bail, J.C., Trouillas, P., Pouget, C., Habrioux, G., Chulia, A.J., Duroux, J.L. (2001). Chalcones : structural requirements for antioxidant, estrogenic and antiproliferative activities. *Anticancer Research*, **21** (6).

Cittadin, Corrêa, Arndt Roberto et Dalledone Machado, **2017**. Selective enrichment and modal matrix reduction in the generalized / extended Finite Element Method applied to dynamic analysis of plane state problems , January–February 2022, 104430

Corticchiato, M., Bernardini, A., Costa, J., Bayet, C., Saunois, A., Voirin, B. (1995). *Phytochemistry*, **40**, 115.

Codex alimentaire. (2016). Mayonnaise – spécifications. APNI 4682

Cos, P., Ying, L., Calomme, M., Hu, J.P., Cimanga, K., Van Poel, B., Pieters, L., Vlietinck, A.J., Van den Berghe, D. (1998). Structure-activity relationship and classification of flavonoid inhibitors of xanthine-oxidase and superoxide scavengers. *Journal of Natural Products*, **61** : 71-76.

Coward, L., Barnes, N.C., Setchell, K.D.R., Barnes, S. (1993). Genistein, daidzein and their β -glycosides conjugates : antitumor isoflavones in soybean foods from American and Asian diets. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, **41** : 1961-1967.

Caullet et al, 2017, Les émulsions Alimentaires et Cosmétiques

Cossut et al, 2002 Etude de l'influence de la variété sur la qualité de l'huile d'olive vierge. Mémoire Master. Université Mohamed el bachir el ibrahimi -Bordj bou Arréridj

Cronquist, A. (1988). The evolution and classification of flowering plants. The New York Botanical Garden, New York, USA. In: **Ghasemi-Pirbalouti, A., Rahimmalek, M., Malekpoor, F., Karimi, A. (2011).** Variation in antibacterial activity, thymol and carvacrol contents of wild populations of *Thymus daenensis* subsp. *Daenensis* Celak. *Plant Omics Journal*, **4**(4): 209-214.

Chen, G., Tang, Y., Qu, C., Zhang, Q., Mu, S. (2009). Study on the chemical components of essential oil of *Thymus quinquecostatus* Celak. From Shandong Yimeng. *Jingxi Huagong Zhongjianti*, **39(2)**: 70-72

Constantin, 2000 ; Judde, 2004. Évaluation de l'altération de l'huile de soja au cours de la friture de poisson dans les restaurants universitaires Bastos et Hasnaoua

Chouchouli et al. (2013), Fortification of yoghurts with grape (*Vitis vinifera*) seed extracts *Food Science and Technology*. Volume 53, Issue 2, October 2013, Pages 522-529

D

David Julian, Nanoemulsions versus microemulsions: terminology, differences, and similarities. McCLEMENTS. [Consulté le 5 décembre 2017]

Dixon, R.A. (2004). Phytoestrogens. *Annual Review of Plant Biology*, **55**:225-261. Dupasquier et al, 2017. The comparison of omega-3 and flaxseed oil on serum lipids and lipoproteins in hyperlipidemic male rats. Volume 8, Issue 6, e09662.

Depree & Savage, 2001. Evaluation of Egg Based Products through Egyptian Regulation. **Source:** Alexandria Journal for Veterinary Sciences. Jul 2019, Vol. 62 Issue 1, p166-171. 6p.

Depree; Savage, 2001. Physicochemical Characteristics, Oxidative Stability, and Microbiological Properties of Blended French Sauce with Olive and Soybean Oils and Augmented with Olive Leaf Polyphenolic Extract Obtained via Ultrasound-Assisted Extraction

Duncan, 2004. Utilización de las pruebas de comparación de tratamientos en las investigaciones formativas de la Universidad de Sucre. Editorial :Facultad Educación y Ciencias

DUPASQUIER, M.-L., NAZARI, A., FONTAINE-VIVE, F. et al. Formulation cosmétique, les émulsions. Ressource unisciel [en ligne]. disponible sur: Formulation cosmétique, les émulsions - (unisciel.fr) [consulté le 21 novembre 2017]

Dickinson, 1996. Caractérisation de propriétés physico-chimiques d'interface air/eau de colloïdes laitiers concentrés à différents facteurs de concentration

Dob, T., Dahmane, D., Benabdelkader, T., Chelghoum, C. (2006). Composition and antimicrobial activity of the essential oil of *Thymus fontanesii*. *Pharmaceutical Biology*, **44(8)** :607-612.

Danielsson et Lindman, 1981.Architecting water-dispersible organic nanopowder from volatile microemulsion: An emerging colloidal technology., 100536

Doumeix, 2011 .Improvement of skin whitening agents efficiency through encapsulation: Current state of knowledge .Volume 526, Issues 1–2, 30 June 2017, Pages 50-68

Desire, 2011.First international workshop on data infrastructures for supporting information retrieval evaluation.

Depre et Savage, 2001. Physical and flavour stability of mayonnaise.Trends in Food Science & Technology .Volume 12, Issues 5–6, May–June 2001, Pages 157-163

E

El Ajjouri, M., Ghanmi, M., Satrani, B., Amarti, F., Rahouti, M., Aafi, A., Ismaili, M.R.,Farah, A. (2010). Chemical composition and antifungal activity of *Thymus algeriensis* Boiss.& Reut. And *Thymus ciliatus* (Desf.) Benth. Essential oils against wood-rotting fungi. ActaBotanica Gallica, **157(2)**: 285-294.

El-Barrak 2005. Etude de l'interaction pâte-granulats à l'état frais en vue d'une méthodologie de formulation des BAP

F

Fecka, I., Turek S. (2008). Determination of polyphenolic compounds in commercial herbaldrugsandspicesfromLamiaceae:thyme,wildthymeandsweetmarjorambychromatographic techniques.Food Chemistry, **108** :1039-1053.

Feriel et al., 2001. Optimiser la nutrition azotée et phosphorée du colza pour une production durable via l'utilisation de biointrants améliorant le fonctionnement du phytobiome

Frenot et Vierling, 2001.Le cholestérole, structure et role biologique, par Guesmia, A pour un master .Université Mohamed boudiaf de Msila .

Fabian et Wetherington, 1950.Physical and flavour stability of mayonnaise Trends in Food Science & Technology .Volume 12, Issues 5–6, May–June 2001, Pages 157-163

Friberg et al, 2017.Selective enrichment and modal matrix reduction in the generalized / extended Finite Element Method applied to dynamic analysis of plane state problems . January–February 2022, 104430

G

Guerrero et Ball, 1994. Effect of spray –dried or reduced-cholesterol yolk and temperature on the linear viscoelastic properties of mayonnaise. Volume25, Issue4 December 1994 ,Pages 363-381

Gafner, S., Wolfender, E.F., Mavi, S., Hostettman, K. (1996). Antifungal antibacterial chalcones from *Myrica serrata*. *Planta Medica*, **62** : 67-69.

Gao, Z., Huang, K., Yang, X., Xu, H. (1999). Free radical scavenging and antioxidant activities of flavonoids extracted from the radix of *Scutellaria baicalensis* Georgi. *Biochimica et Biophysica Acta*, **1472**: 643-650.

Goncalves, M.J., Cruz, M.T., Cavaleiro, C., Lopes, M.C., Salgueiro, L. (2010). Chemical, antifungal and cytotoxic evaluation of the essential oil of *Thymus zygis subsp. Sylvestris*. *Industrial Crops and Products*, **32(1)**: 70-75.

Graille J, 2003. Industrial Crops Application of Microbial Biotechnology in Food Processing and Future Developments in Microbial Biotechnology and Bioengineering , Pages 73-10

Guillaulin, 1969. ÉTUDE PHYSIOPATHOLOGIQUE SUR RATS DE QUELQUES HUILES ALIMENTAIRES CHAUFFÉES. Pages 467-481.

Goupy, 2005. Enrichment of Tomato Paste with 6% Tomato Peel Increases Lycopene and β -Carotene Bioavailability in Men. Volume 135, Issue 4, April 2005.

Gerhard, Krastanov, A., Stoyanova, A., Schimdt, E., Jirovetz, L. (2008). Chemical composition, olfactory evaluation and antioxidant effects of an essential oil of *Thymus vulgaris* L. From Germany. *Natural Product Communications*, **3(7)**: 1047-1050.

Guignard, J.L. (2001). *Botanique systématique moléculaire*, Masson, Paris, 221-225.

Galzy, 1980, Inhibition of alcoholic fermentation by substrate and ethanol. Volume22, Issue11 November 1980 ,Pages 2375-2381

Giddey, 1982 ; Gatel, 1982 ; Brissonet et al.,1990. Essai de fabrication d'un camembert au thym et étude de son effet sur la durée de vie du produit. Par khemis .L et Agherghour N pour master en biologie .Université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou .

H

Harborne, J.B.(1985). Phenolics and plant defence. Annual Proceedings of the phytochemical society of Europe, **25** : 393-408.

Hazzit, M., Baaliouamer, A. (2007). Essential oil composition of *Thymus algeriensis* Boiss. Et Reut. And *Thymus numidicus* Poiret from Algeria. Rivista Italiana EPPOS, **43**: 11-18.

Hassani et Ikini 2017 . Perception des risques dans les IAA Cas de la Wilaya de Béjaia.

Harrison et Cunningham, 1985. Factors influencing the quality of mayonnaise : a review First published: September 1985 .

Harley R.M., Atkins S., Budantsev A., Cantino P.H., Conn B., Grayer R., Harley M.M., Kok R., Krestovskaja T., Morales A., Paton A.J., Ryding O., Upson T., Labiatae. In: Kadereit, J.W. 2004. The families and genera of vascular plants (Kubitzki, K: ed). Volume 7, P 167-275

Hazzit, M., Baaliouamer, A. (2009). Variation of essential oil yield and composition of *Thymus pallescens* de Noe from Algeria. Journal of Essential Oil Research, **21(2)**: 162-165.

Harrison & Cunningham, 1985). Chemical, microbiological and sensory evaluation of mayonnaise prepared from ostrich eggs

Hashemi, P., Abolghasemi, M.M., Hassanvand, H., Ahmadi, S. (2010). Headspace solvent microextraction of volatile components of *Thymus daenensis*. Journal of Essential Oil Research, **22(4)**: 365-368.

Hertog, M.G.L, Feskens, E.J.M., Hollman, P.C.H., Katan, M.B., Kromhout, D. (1993). Dietary antioxidant flavonoids and risk of coronary heart disease : The Zutphen elderly study. Lancet, **342** : 1007-1011.

Horwath, A.B., Grayer, R.J. Keith-

Lucas, D.M. Simmonds, M.S.J. (2008). Chemical characterisation of wild populations of *Thymus*

from different climatic regions in southeast Spain. *Biochemical Systematics and Ecology*, **36**: 117-133.

I

Ikape S.I., Cheikyula. Fish Spoilage In The Tropics: A Review. , Benue State University Makurdi Nigeria. Centre for Food Technology and Research

J

Jane Hubert. Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de soja : étude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines. Université de Reims Champagne-Ardenne, France

Jamshidi, A.M., Aminzadeh, M., Azarnivand, H., Abedi, M. (2006). Effect of evaluation for quality and quantity of essential oil of *Thymus kotschyanus* (damavand-tar). *Faslnameh-iGiyahan-iDaruyi*, **5(18)**: 17-22, 69.

Jia, H.L., Ji, Q.L., Xing, S.L., Zhang, P.H., Zhu, G.L., Wang, X.H. (2010). Chemical composition and antioxidant, antimicrobial activities of the essential oils of *Thymus marschallianus* Will. And *Thymus proximus* Serg. *Journal of Food Science*, **75(1)**: 59-65.

K

Kabouche, Z., Boutaghane, N., Laggoune, S., Kabouche, A., Ait-Kaki, Z., Benlabed K. (2005). Comparative antibacterial activity of five Lamiaceae essential oils from Algeria. *The International Journal of Aromatherapy*, **15** : 129-133.

Kasote, Katyare, Hegde et Bae. Significance of Antioxidant Potential of Plants and its Relevance to Therapeutic Applications. *International Journal of Biological Sciences*. First published on June 2015

Kone, S. Fabrication artisanale de la mayonnaise. Licence, université de CAMBRIDGE en Angleterre

Kulisic T., Radonic A., Milos M, 2005. Antioxidant properties of thyme (*Thymus vulgaris* L.) And wild thyme (*Thymus serpyllum* L.) Essential oils. *Italian J. Food Sci*, **17(3)**, 1-10p.

Kandaswami, C., Middleton, E. (1994). Free radical scavenging and antioxidant activity of plant flavonoids. *Advances in Experimental Medicine and Biology*, **366** : 351-376.

Kizil, S., Uyar, F. (2006). Antimicrobial activities of some thyme (*Thymus*, *Satureja*, *Origanum* and *Thymbra*) species against important plant pathogens. *Asian Journal of Chemistry*, **18(2)**: 1455-1461.

Kone, 2001. Biodiversity of psychrotrophic bacteria of the *Bacillus cereus* group collected on farm and in egg product industry. *Food Microbiology* Volume 28, Issue 2, April 2011, Pages 261-265

Kehili, Choura, Zammel, Allouche et Sayadi, 2018. Oxidative stability of refined olive and sunflower oils supplemented with lycopene-rich oleoresin from tomato peels industrial by-product, during accelerated shelf-life storage. *Food Chemistry* , **25 April 2018, Pages 295-304**

Kivilompolo et Hyotylainen, 2007 ; Stahl-Biskup et Venskutonis, 2012. Effets inhibiteurs des extraits de *Thymus vulgaris* sur *Streptococcus thermophilus* et *Lactobacillus bulgaricus*, impact sur la qualité et la stabilité d'un lait par MK Haroune . Université de Mestghanem ...

Kucukbay, F.Z., Kuyumcu, E. (2010). Essential oil composition of *Thymus serpyllifolius* (Ronniger) Jalas from Turkey. *Asian Journal of Chemistry*, **22(5)**:3615-3621.

Knols, G., Stal, P.C., Van Ree, J.W. (1994). HUISARTSWET **37**:392-394. **In: Rubió, L., Serra, A., Macià, A., Borràs, X., Romero, M.P., Motilva, M.J. (2012).** Validation of determination of plasma metabolites derived from thyme bioactive compounds by improved liquid chromatography coupled to tandem mass spectrometry. *Journal of Chromatography B*, **905** :75-84.

Koshihara, Y., Neichi, T., Murota, S., Lao, A., Fujimoto, Y., Tatsuno, T. (1984). Caffeic acid is a selective inhibitor for leukotriene biosynthesis. *Biochimica et Biophysica Acta*, **792** :92-97.

L

Lambinon, J., Delvosalle, L., Duvigneaud, J. (2004). La nouvelle flore de la Belgique du Grand-Duché de Luxembourg, du Nord de la France et des régions voisines, 5ème édition, Jardin Botanique National de Belgique.

Laurine CAULLET, Alexandra DOS SANTOS, Geoffrey KNIPPER, Margaux RUSALEN et Marie SEIGNEUR. les émulsions alimentaires et cosmétiques. Projet Professionnel, université de LORRAINE– Pont-à-Mousson, France.

Liu, Xu, & Guo, 2007. Detection, characterization and identification of phenolic acids in Danshen using high-performance liquid chromatography with diode array detection and electrospray ionization mass spectrometry Pages 170-182

Laranjinha, J., Almada, L., Madeira, V. (1994). Reactivity of dietary phenolic acids with peroxyl radicals : antioxidant activity upon low density lipoprotein peroxidation. *Biochemical Pharmacology*, **48 (3)**: 487-94.

Laouer,H.,Boulaacheb,N.,Akkal,S.,

Meierhenrich,U.J.,Baldovini,N.,Prado,S.(2009).Composition and invitro antimicrobial lactivities of the essential oil sof two populations of *Thymusnumidicus*Poiret.JournalofEssential OilResearch,**21(4)**: 374-377.

Legrand, 2013 .Characteristics of low-fat mayonnaise using different modified arrowroot starches as fat replacer., Pages 215-223

LeBail,J.C.,Champavier,Y.,Chulia,A.J.,Habrioux,G.(2000).Effectsofphytoestrogenonaromat ese,3 β andhuman 17 β -hydroxysteroid dehydrogenaseactivitiesandhuman breast cancercells.Lifescience, **66 (14)**: 1281-1291.

Li et al., 2014. Acides gras polyinsaturés oméga 3 et toxicité hépatique de l'éthanol : rôle du remodelage membranaireomega 3 polyunsaturated fatty acids and ethanol-induced liver toxicity: Role of membrane remodeling .Nutrition Clinique et Métabolisme , Pages 17-28

Lebeau,J.,Furman,C.,Bernier,J.L.,Duriez,P.,Teissier,E.,Cotelle,N.(2000).Antioxydantpropti esofdi-*tert*-buthylhydroxylatedflavonoïds.FreeRadicalBiology &Medicine,**29(9)**: 900-912.

Louis, 2002.Implication de processus Calcium-dépendants dans la régulation des complexes d'adhésion et du Cytosquelette d'actine pendant la migration de cellules d'Astrocytomes humains .par Inna Gerasymova. Thèse de doctorat en Pharmacologie moléculaire et cellulaire

Lewis, 1999 ; Singh, 2005 ; Tye, 2004. Des modes d'utilisation du plan d'affaires : apports de la théorie de l'activité Aziza Laguecir, Hervé Colas, Marie-Laure massuedans Revue de l'Entrepreneuriat2010/1 (Vol. 9), pages 50 à 81

Laurine CAULLET, Alexandra DOS SANTOS, Geoffrey KNIPPER, Margaux RUSALEN etmarie SEIGNEUR. Les émulsions alimentaires et cosmétiques. Projet Professionnel. Université de LORRAINE– Pont-à-Mousson, France.

M

Makris, D.P., Rossiter, T. (2001). Comparison of quercetin and non-orthohydroxy flavonolas antioxydant by competing in-vitro oxydation reactions. Journal of Agricultural and

Food Chemistry, **49** : 3370 -3377.

Miyashita, Uemura et Hosokawa, 2018. Effective Prevention of Oxidative Deterioration of Fish Oil: Focus on Flavor Deterioration. First published as a Review in Advance on January 12, 2018

Ma et canovas, 1995. Rheological characterization of mayonnaise. Part II: Flow and viscoelastic properties at different oil and xanthan gum concentrations, 1995, Pages 409-425

Masaki, H., Okamoto, N., Sakaki, S., Sakurai, H. (1997). Protective effects of hydroxybenzoic acids and their esters on cell damage induced by hydroxyl radicals and hydrogen peroxides. *Biological & Pharmaceutical Bulletin*, **20** (4): 304-308.

Martinez-Perez, Y., Quijano-Celis, C.E., Pino, J.A. (2007). Volatile constituents of Cuban thyme oil (*Thymus vulgaris* L.). *Journal of Essential Oil-Bearing Plants*, **10**(3):179-183.

Merghem, R., Jay, M., Viricel, M.R., Bayet, C., Voirin, B. (1995). Five 8-C-benzylated flavonoids from *Thymus hirtus* (Labiatae). *Phytochemistry*; **38**, 637.

Mun et al., 2009. Serum Bile Acids Are Higher in Humans With Prior Gastric Bypass: Potential Contribution to Improved Glucose and Lipid Metabolism.

Ma, Cai, Wang, & Soleil, 2006. Engineering Fe-N Doped Graphene to Mimic Biological Functions of NADPH Oxidase in Cells

Meshkatal Sadat, M.H., Sarabi, R.S., Amiri, H., Piraei, M. (2006). GC/MS analysis of the essential oil of *Thymus persicus* leaves. *Asian Journal of Chemistry*, **18**(3):2385-2387.

Mamur et al., 2012 ; Piper et Piper, 2017 ; Pongsavee, 2015). Assessment of sodium benzoate and potassium sorbate preservatives in some products in Kashan, Iran with estimation of human health risk. *Food and Chemical Toxicology* volume 120, October 2018, Pages 634-63

Mascrot, 2010 ; La réglementation régissant les huiles essentielles January 2010, Pages 54-56

Mkaddem, M.G., Romdhane, M., Ibrahim, H., Ennajar, M., Lebrihi, A., Mathieu, F., Bouajila, J. (2010). Essential Oil of *Thymus capitatus* Hoff. Et Link. From Matmata, Tunisia: Gas Chromatography-

Mass Spectrometry Analysis and Antimicrobial and Antioxidant Activities. *Journal of Medicinal Food*, **13**(6): 1500-1504.

Miura, K., Nakatani, N. (1989). Antioxidative activity of flavonoids from thyme (*Thymus vulgaris* L). Agricultural and Biological Chemistry, **53(11)** : 3043-3045. **In : Pereira, O.R., Cardoso, S.M. (2013).** Overview on *Mentha* and *Thymus* Polyphenols. Current Analytical Chemistry, **9** : 382-396.

Morteza-Semnani, K., Rostami, B., Akbarzadeh, M. (2006). Essential oil composition of *Thymus kotschyanus* and *Thymus pubescens* from Iran. Journal of Essential Oil Research, **18(3)**:272-274.

Miguel, M.G., Falcato-Simoes, M., Figueiredo, A.C., Goncalves Barroso, J.M., Pedro, L.G., Carvalho, L.M. (2005). Evaluation of the antioxidant activity of *Thymbra capitata*, *Thymus mastichina* and *Thymus camphoratus* essential oils. Journal of Food Lipids, **12(3)** :181-197.

N

Nardini, M., Nutella, F., Gentili, V., Di Felice, M., Scaccini, C. (1997). Effect of caffeic acid dietary supplementation on the antioxidant defense system in rat : an in vivo study. Archives of Biochemistry and Biophysics, **342 (1)**: 157-60.

Nasab, M.Z., Hejazi, S.M.H., Bihanta, M.R., Mirza, M., Naderi-Shahab, M.A. (2012). Assessment of karyotypical variation among 16 populations of *Thymus daenensis* Celak and *Thymus kotschyanus* Boiss. Species in Iran. African Journal of Biotechnology, **11(5)** : 1028-1036.

Nys et Guyot, 2011. Improving the Safety and Quality of Eggs and Egg Products. Egg Chemistry, Production and Consumption Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition 2011, Pages 83-132

Nejad-

Ebrahimi, S., Hadian, J., Mirjalili, M.H., Sonboli, A., Yousefzadi, M. (2008). Essential oil composition and antibacterial activity of *Thymus caramanicus* at different phenological stages. Food Chemistry, **110** :927-931

Nickavar, B., Mojab, F., Dolat-Abadi, R. (2005). Analysis of the essential oils of two *Thymus* species from Iran. Food Chemistry, **90** : 609-611. **In : Ghasemi-Pirbalouti, A., Rahimmalek, M., Malekpoor, F., Karimi, A. (2011).** Variation in antibacterial activity, thymol and carvacrol contents of wild populations of *Thymus daenensis* subsp. *Daenensis* Celak. Plant Omics Journal, **4(4)**: 209-214.

Naghbi, F., Mosaddegh, M., Mohammadi, M.S., Ghorbani, A. (2005). Labiateae family in folk Medicine in Iran : from Ethnobotany to Pharmacology- Iranian Journal of Pharmaceutical Research, **2** : 63-79.

O

Ozen, T., Demirtas, I., Aksit H. (2011). Determination of antioxidant activities of various extracts and essential oil compositions of *Thymus praecox* subsp. *Skorpilii* var. *Skorpilii*. Food Chemistry, **124** : 58-64.

Omidbaigi, R., Sefidkon, F., Hejazi, M. (2005). Essential oil composition of *Thymus citriodorus* L. Cultivated in Iran. Flavour and Fragrance Journal, **20(2)**: 237-238.

Oteng-Gyang, 1984. Introduction a la microbiologie alimentaire dans les pays chauds.

P

Pavel, M., Ristic, M., Stevic, T. (2010). Essential oils of *Thymus pulegioides* and *Thymus glabrescens* from Romania : chemical composition and antimicrobial activity. Journal of the Serbian Chemical Society, **75(1)**: 27-34.

Platon, 1988. Etude comparative et suivi des paramètres physicochimiques d'huiles de soja raffinées chimiquement et enzymatiquement par Cevital SPA (Société Par Action) par Nihad NIA , Université Abderrahmane Mira- Béjaà -a Algérie

Picaud 2001. Small Nodule Detection in Cirrhotic Livers: Evaluation with US, Spiral CT, and MRI and Correlation with Pathologic Examination of Explanted Liver.

Petersen, M., Simmonds, M.S.J. (2003). Molecules of Interest, Rosmarinic acid. Phytochemistry, **62** : 121-125.

Q

Quezel, P., Santa, S. (1963). Nouvelle Flore de l'Algérie et des Régions Désertiques Méridionales, Tome II. Editions du centre National de la Recherche Scientifique. 15, quai Anatole-France-Paris 7^e.

R

Rasooli, I., Owlia, P. (2005). Chemoprevention by thyme oils of *Aspergillus parasiticus* growth and aflatoxin production. *Phytochemistry*(Elsevier),**66(24)**:2851-2856.

Rahimmalek, M., Bahreininejad, B., Khorrami, M., Tabatabaei, B.E.S. (2009). Genetic Variability and Geographic Differentiation in *Thymus daenensis* subsp. *Daenensis*, an Endangered Medicinal Plant, as Revealed by Inter Simple Sequence Repeat (ISSR) Markers. *Biochemical Genetics*,**47** : 831-842. In : Nasab, M.Z., Hejazi, S.M.H., Bihamta, M.R., Mirza, M., Naderi-Shahab, M.A. (2012). Assessment of karyotypical variation among 16 populations of *Thymus daenensis* Celak and *Thymus kotschyanus* Boiss. Species in Iran. *African Journal of Biotechnology*,**11(5)**: 1028-1036.

Rodriguez, R.J., Mirande, C.L., Stevens, J.F., Deinzer, M.L., Buhler, D.R. (2001). Influence of prenylated and non-prenylated flavonoids on liver microsomal lipid peroxidation and oxidative injury in rat hepatocytes. *Food and Chemical Toxicology*,**39**:437-445.

Roussel, 2006. Effet d'une supplémentation en acide alpha-linolénique pendant la gestation et la lactation de chèvres sur la sensibilité aux agents stressants et les capacités d'apprentissage de leurs chevreaux. UMR INRA ENVA Biologie de Développement et Reproduction, 7 avenue du Général de Gaulle - 94704 Maisons-Alfort

Rasooli et al. (2002), Antibacterial properties of *Thymus pubescens* and *Thymus serpyllum* essential oils. *Fitoterapia* . Volume 73, Issue 3, June 2002, Pages 244-250

S

Sergent, Podechard, Aliche-Djoudi, Gossmann, 2014. Acides gras polyinsaturés oméga 3 et toxicité hépatique de l'éthanol : rôle du remodelage membranaire omega 3 polyunsaturated fatty acids and ethanol-induced liver toxicity: Role of membrane remodeling . *Nutrition Clinique et Métabolisme*

Sunar, S., Aksakal, O., Yildirim, N., Agar, G., Gulluce, M., Sahin, F. (2009). Genetic diversity and relationships detected by FAME and RAPD analysis among *Thymus* species growing in eastern Anatolia region of Turkey. *Romanian Biotechnological Letters*, **14(2)** :4313-4318. In: Nasab, M.Z., Hejazi, S.M.H., Bihamta, M.R., Mirza, M., Naderi-Shahab, M.A. (2012). Assessment of karyotypical variation among 16 populations of *Thymus daenensis*

Celak and *Thymus kotschyanus* Boiss. Species in Iran. African Journal of Biotechnology, **11(5)**:1028-1036.

Sarikurkcu, C., Sabih Ozer, M., Eskici, M., Tepe, B., Can, S., Mete, E. (2010). Essential oil composition and antioxidant activity of *Thymus longicaulis* C. Presl subsp. *Longicaulis* var. *Longicaulis*. Food and Chemical Toxicology, **48(7)**: 1801-1805.

Seiller et al , 2017. Field evidence of significant effects of radiation on wildlife at chronic low dose rates is weak and often misleading. A comment on “Is non-human species radiosensitivity in the lab a good indicator of that in the field Making the comparison more robust” by Beaugelin-Seiller et al , January 2017, 10589

Stadelman et Cotterill, 1995. Functional and physicochemical properties of whole egg powder: effect of spray drying conditions. *Journal of Food Science and Technology* volume 48, pages 141–149 (2011)

Snima, 2003. Caracterisation physico-chimique de l'huile d'argan preparee a partir des fruits d'*Argania spinosa* (L.) Recoltes dans la Wilaya de Motaganem.

Shen, Morcillo, Guérin , Tranbarger, Joët et Dussert. 2011. Rôle des gènes homologues à WRINKLED1 dans la régulation de la biosynthèse des acides gras dans les tissus riches du palmier à huile .

Salgueiro, L.R., Pinto, E., Goncalves, M.J., Costa, I., Palmeira, A., Cavaleiro, C., Pina-Vaz, C., Rodrigues, A.G., Martinez-de-Oliveira, J. (2006). Antifungal activity of the essential oil of *Thymus capitellatus* against *Candida*, *Aspergillus* and dermatophyte strains. Flavour and Fragrance Journal, **21(5)**: 749-753.

Shahnazi, S., Khalighi-Sigaroodi, F., Ajani, Y., Yazdani, D., Ahvazi, M., Taghiazd-Farid, (2007). Study on chemical composition and antimicrobial activity of the essential oil of *Thymus trautvetteri* Klokov & Desj. – Shost. Fasnamah-i Giyahan-i Daruyi, **6(23)**:80-88.

Sun et al, 2018 ; Worrasinchai et al, 2006. Challenges and approaches for production of a healthy and functional mayonnaise sauce

Slavkovska, V.N., Lakusic, B.S., Jancic, R.B., Mimica-Dukic, N.A., Vujcic, D.S. (2006). Chemical composition of the essential oil of *Thymus bracteosus* Vis. Ex Benth (Lamiaceae). *Journal of Essential Oil Research*, **18(3)**: 310-311.

T

Tanaka, T., Kojima, T., Kawamori, T., Yoshimi, N., Mori, H. (1993). Chemoprevention of diethylnitrosamine-induced hepatocarcinogenesis by a simple phenolic acid protocatechuic acid in rats. *Cancer Research*, **53** : 2775-2779.

Tepe et al. (2005). Antimicrobial and antioxidant activities of the essential oil and various extracts of *Salvia tomentosa* Miller (Lamiaceae). *Food Chemistry*. Volume 90, Issue 3, May 2005, Pages 333-340

Tomas-Barberan, F.A., Husain, S.Z., Gil, M.I. (1987). *Biochemical Systematics and Ecology*, **16**, 43.

Tzakou, O., Couladis, M. (2008). Essential oil of *Thymus zygioides* var. *Lycaonicus* from Greece. *Journal of Essential Oil Research*, **20(5)**: 442-443.

U

Ündeğer, Ü., Başaran, A., Degen, G.H., Başaran, N. (2009). Antioxidant activities of major thyme ingredients and lack of (oxidative) DNA damage in V79 Chinese hamster lung fibroblast cells at low levels of carvacrol and thymol. *Food and Chemical Toxicology*, **47** : 2037-2043.

Uluko et al., 2015. Effects of thermal, microwave, and ultrasound pretreatments on antioxidative capacity of enzymatic milk protein concentrate hydrolysates. *Journal of Functional Foods* volume 18, Part B, October 2015, Pages 1138-1146

V

Verma, R.S., Padalia, R.C., Chanotiya, C.S., Chauhan, A. (2010). Chemical investigation of the essential oil of *Thymus linearis* (Benth. Ex Benth) from western Himalaya, India. *Natural Product Research*, **24(20)**: 1890-1896.

Virginie et melanie. (2007). Rôle de la protéine de soja dans la régulation du cholestérol sanguin. *Diététique en action*

Vincent et al., 1966. Etude comparative de quelques amphiphile . Article Acta Cryst. (1966). , 441-44

W

WHO. (1999). WHO Monographs on Selected Medicinal Plants, **vol. 1** (Geneva). **In : El-Nekeety,A.A.,Mohamed,S.R.,Hathout,A.S.,Hassan,N.S.,Aly,S.E.,Abdel-**

Wahhab,M.A.(2011).Antioxidantpropertiesof*Thymusvulgaris*oilagainstaflatoxin-induceoxidative stress in malerats.Toxicon, **57 (Issues7-8):** 984-991.

Y

Yang, M., Hao, F., Han, J. (2004). Study on the chemical components of essential oil of*Thymus quinquecostatus* in Ningxia Guyuan by GC-MS. From Ningxia Daxue Xuebao, ZiranKexueban, **25(4):** 353-355

Yildirim, Sumnu et Sahin, 2016. Rheology, particle-size distribution, and stability of low-fat mayonnaise produced via double emulsions. *Food Science and Biotechnology*volume 25, pages 1613–1618 (2016)

Z

Zhigzhitzhapova, S.V., Rabzhaeva, A.N., Zvontsov, I.V., Radnaeva, L.D. (2008). **EditedBy:Bazarnova,N.G.,Markin,V.I.**Chemicalcompositionofessentialoilof*Thymusbaicalensis* Serg.FromTransbaikaliaregion. From KhimiyaRastitel'nogoSyr'ya,**1:73-76.**

Zeghib, A. (2013).Etude phytochimique et activités anti oxydante, anti proliférative,Antibactérienne et antivirale d'extraits et d'huiles essentielles de quatre espèces endémiques

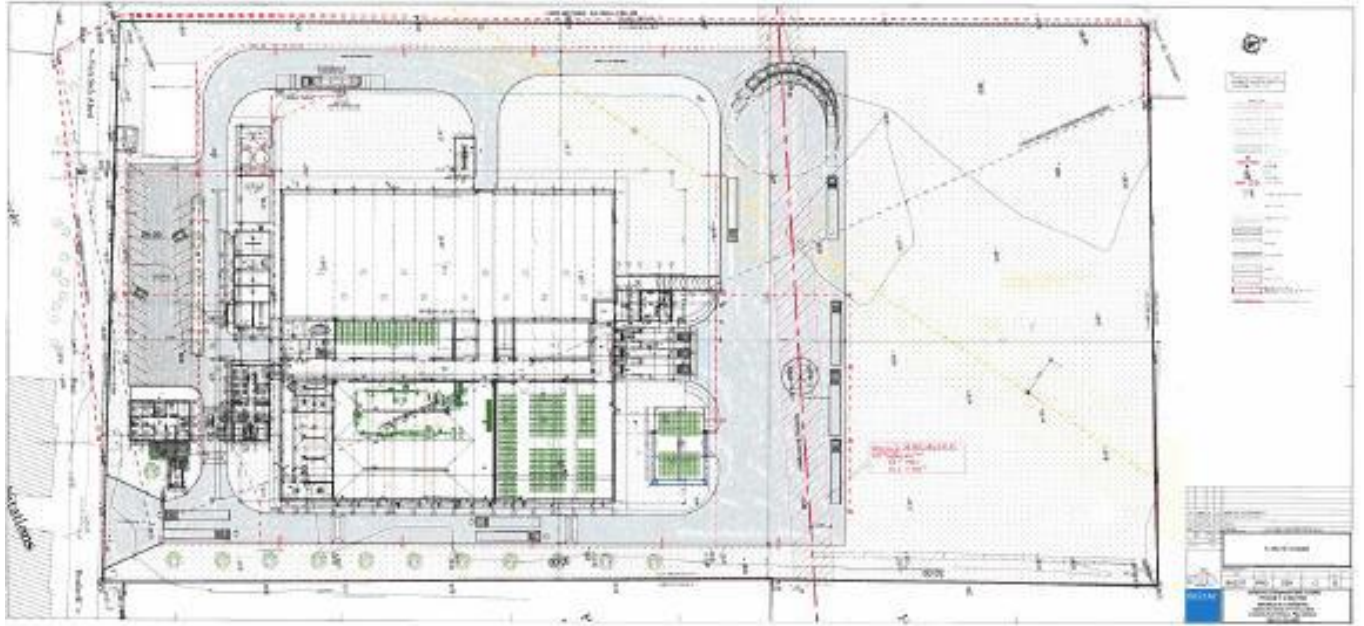
Du genre thymus. Thèse de Doctorat, Université de Constantine .Algérie.

Zeghad, N. (2009). Etude du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales d'intérêtÉconomique (*Thymus vulgaris*, *Rosmarinus officinalis*) et évaluation de leur activitéAntibactérienne. Diplôme de Magister, Université des Frères Mentouri, Constantine. Algérie.

ANNEXES

ANNEXE N °1

PLAN DE MASSE DE L'ENTREPRISE « LESIEUR »



ANNEXE N° 2
PHOTOS ORIGINALES DES ÉQUIPEMENTS UTILISÉS AU LABORATOIRE
PHYSICO-CHIQUE LESIEUR



al d'un titrateur
é

**Figure 2 : photo original d'un titrateur
de chlorures**

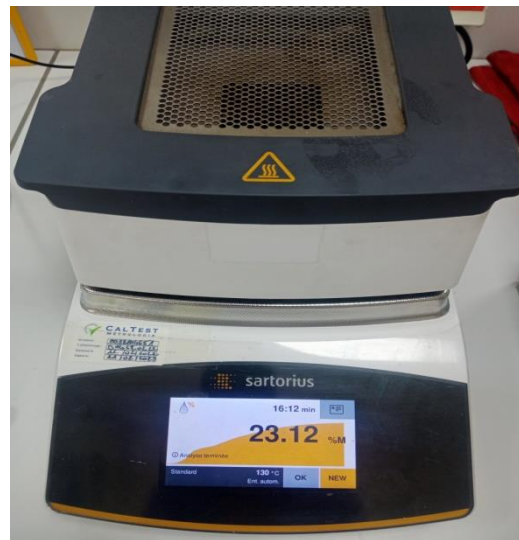


ale d'un

**Figure 4 : photo originale d'un pH
mètre**



onale d'un



**Figure 6: photo original d'un
dessiccateur**

ANNEXE N° 3

Produits chimiques et réactifs utilisés

AgNO_3 : Nitrate d'argent

KOH : Hydroxyde de potassium

HCL : Acide chlorhydrique

KNO_3 : Nitrates de potassium

KCL : Chlorure de potassium

ANNEXE N °4
PHOTOS ORIGINALES DES ÉTAPES DE PRÉPARATION ET DE FORMULATION
DE
LA MAYONNAISE AROMATISÉE



Figure 01: Photo originale de feuilles de Thymus nettoyées

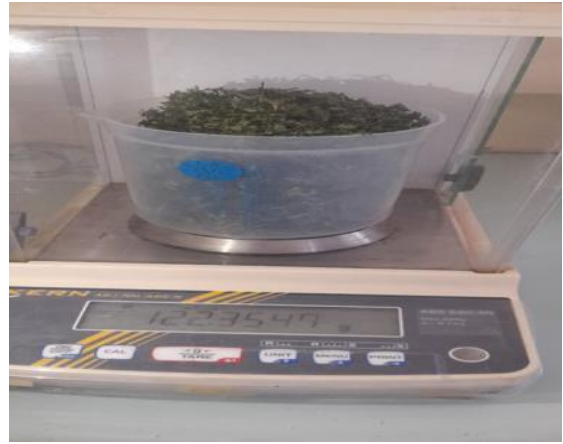


Figure 02 : Photo originale de l'étape Pesage de la matière première



Figure 03: Photo originale de l'étape Séchage étuve



Figure 04 : Photo originale de l'étape Pesage après séchage

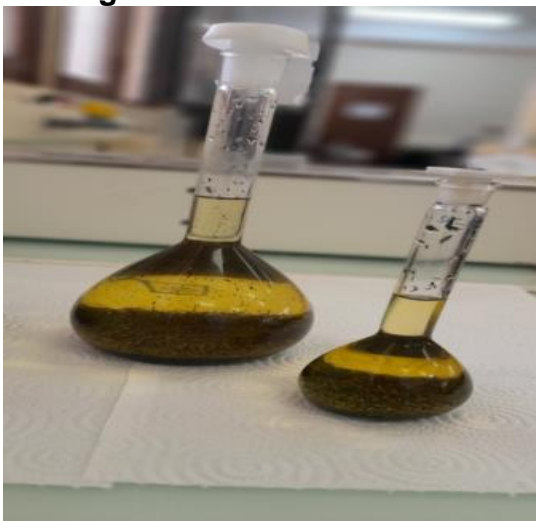


Figure 05 Photo de l'infusion de l'huile de soja aux *Thymus*



Figure 06 : Photo de l'étuvage de l'huile de soja infus

ANNEXE N°5

MODES OPÉRATOIRES DES ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

1. Mode opératoire d'acidité titrable

Peser dans le récipient de titrage une prise d'essai de 6g

Introduire 50ml d'eau distillée neutralisée dans le récipient contenant la prise d'essai, et agiter afin d'homogénéiser le mélange.

Introduire l'électrode combinée dans le mélange et la relier à l'appareil de titrage automatique

2. Mode opératoire Ph

Retirer l'électrode de la solution aqueuse, la rincer à l'eau déminéralisée.

Plonger l'électrode et la sonde de température au cœur du produit à analyser.

Effectuer un mouvement de rotation afin que l'échantillon soit bien au contact de l'électrode de pH

Vérifier que la température de l'échantillon est identique à la température ambiante (20°C)

Presser le bouton « mesure » du pH –mètre et attendre qu'un point final stable soit atteint. Lire directement le pH sur l'écran d'affichage.

Après la mesure, rincer l'électrode à l'eau déminéralisée, la conserver dans un capuchon humidificateur rempli d'électrolyte de référence KCL à 3 mol/ L.

3. Mode opératoire de viscosité

Vérifier la bonne horizontalité du viscosimètre grâce aux niveaux à bulles. Si nécessaire ajuster.

Sélectionner le mobile adapté à la mesure et le positionner par vissage en maintenant la partie supérieure relevée et bien fixe. Relever le numéro de code du mobile et entrer ce numéro sur le viscosimètre.

En coulissant l'appareil le long du système hélipath, introduire le mobile au centre du pot. Le mobile doit être plongé dans l'échantillon.

Mettre en marche le moteur

Relever la valeur, exprimée en centpoises, une fois la réponse de l'appareil stable (environ une minute).

Arrêter le moteur après la lecture.

4. Mode opératoire de chlorure

Peser, dans un récipient adapté à la titration, une prise d'essai de 3g (masse indiquée pour la mayonnaise)

Introduire 50ml d'eau distillée dans bécher contenant la prise d'essai, et agiter à l'aide de l'agitateur magnétique pour homogénéiser le mélange.

Introduire l'électrode combinée dans le mélange et la relier à l'appareil de titrage automatique

Déclencher l'agitateur pendant au moins 30 secondes puis tiré avec la solution d'AgNO₃ 0,1 en agitant constamment. Le volume à l'équivalence est atteint lorsque le point d'inflexion de la courbe est obtenu.

5. Mode opératoire de la teneur en eau

S'assurer que le cristalliseur utilisé est propre et sec. Peser à 0,001g près le cristalliseur à vide et noter sa masse m .

Peser 5g de produit et l'étaler à l'aide de la baguette en verre sur toute la surface du cristalliseur.

Relever la masse exacte m_I de l'ensemble à 0,001g près.

6. Mode opératoire de la couleur L*a*b

Remplir une boîte de pétri avec le produit à analyser.

S'assurer d'un excès de remplissage de façon à ce que la mise en place du couvercle permette un contact total avec le produit.

Placer le couvercle en le tournant afin d'éliminer les poches d'air existantes

S'assurer que le couvercle soit parfaitement transparent (absence de rayures, taches grasses, souillures)

Placer la tête de mesure à la verticale au-dessus de l'échantillon, au centre de la boîte de pétri.

Appuyer sur le bouton de mesure dès que le voyant « prêt » est allumé. La mesure est terminée et les données s'affichent

ANNEXE N°6

RÉSULTATS DU SUIVI PHYSICO-CHIMIQUES AU COURS DE L'ENTREPOSAGE

Tableau 1 : Résultats du suivi de la variation de l'acidité des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.

Tableau 2 : Résultats du suivi de la variation de pH des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C

Echantillon	acidité				
	J0	J11	J22	J33	J45
MA 1	0,64	0,64	0,66	0,67	0,69
MA2	0,65	0,67	0,71	0,76	0,72
MA3	0,64	0,64	0,64	0,66	0,67
MA4	0,65	0,64	0,65	0,66	0,67
MT1	0,57	0,63	0,6	0,55	0,46
MT2	0,55	0,66	0,64	0,59	0,55
MT3	0,54	0,53	0,53	0,53	0,52
MT4	0,53	0,53	0,52	0,52	0,51

durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.

Echantillon	pH				
	J0	J11	J22	J33	J45
MA 1	3,38	3,19	3,2	3,2	3,13
MA2	3,32	3,35	3,3	3,29	3,33
MA3	3,86	3,44	3,44	3,43	3,42
MA4	3,81	3,46	3,45	3,44	3,42
MT3	3,57	3,46	3,35	3,36	3,4
MT4	3,38	3,36	3,36	3,3	3,35
MT1	3,35	3,34	3,34	3,27	3,31
MT2	3,32	3,33	3,33	3,3	3,33

Tableau 3 : Résultats du suivi de la variation de la teneur en sel des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.

	taux de sel				
	J0	J11	J22	J33	J45
MA 1	1,18	1,17	1,18	1,2	1,19
MA2	1,14	1,09	1,1	1,09	1,15
MA3	1,1	1,13	1,17	1,17	1,17
MA4	1,16	1,18	1,18	1,19	1,19
MT1	1,25	1,2	1,2	1,2	1,22
MT2	1,3	1,25	1,22	1,22	1,25
MT3	1,55	1,62	1,6	1,58	1,56
MT4	1,56	1,52	1,55	1,58	1,55

Tableau 4 : Résultats du suivi de la variation de viscosité des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45.

	viscosité				
	j0	j11	j22	j33	j45
MA 1	460	344	335	329	252
MA2	440	422	370	354	241
MA3	370	350	350	344	344
MA4	366	342	340	340	338
MT3	451	414	401	382	360
MT4	480	472	466	420	330
MT1	672	657	640	636	596
MT2	684	656	662	702	553

Tableau 5 : Résultats du suivi de la variation de matière grasse des mayonnaises élaborées (MA1, MA2, MA3, MA4, MT1, MT2) et la mayonnaise industrielle (MT3 et MT4) au cours d'entreposage à 4, 25 °C durant J0, J11, J 22, J 33, J 45

	Matière grasse				
	j0	j11	j22	j33	j45
MA 1	77,83	76,87	76,4	76,17	76,42
MA2	77,85	76,23	76,3	77,61	76,45
MA3	73,13	72,99	72,98	72,98	72,92
MA4	73,1	72,98	72,98	72,97	72,97
MT3	73,85	72,99	73,01	73,37	73,44
MT4	73,8	73,66	73,2	73	74,12
MT1	72,85	72,67	72,8	73	72,97
MT2	72,85	72,53	72,53	72,36	72,89

**ANNEXE N°7
FICHE DE DEGUSTATION**

Age :

Sexe :

NOM DE PRODUIT :MA1 – MA2 – MT – MI

MA1 : mayonnaise aromatisé infusion 15 jours.

MA2 : mayonnaise aromatisé infusion 75 jours.

MT : mayonnaise témoin.

MI : mayonnaise industriel (Lesieur)

	MA1	MA2	MT	MI
<u>Texture /aspect</u> <ul style="list-style-type: none">○ Epaisse○ Liquide○ Homogène○ Crémeuse○ Autre (à préciser)				
<u>Couleur</u> <ul style="list-style-type: none">○ Blanche○ Verte○ Jaune○ Autre (à préciser)				
<u>Odeur/arome</u> <ul style="list-style-type: none">○ Agréable○ Rance○ Herbe○ Autre (à préciser)				

<p><u>Gout</u></p> <ul style="list-style-type: none"> <input type="radio"/> Salé <input type="radio"/> Amer <input type="radio"/> Rance <input type="radio"/> Acide <input type="radio"/> Autre (à préciser) 				
--	--	--	--	--

Degré d'appréciation

- 5. Vous plait beaucoup
- 4. vous plait assez
- 3. ne me plait, ni me déplait
- 2. vous déplait assez
- 1. vous déplait beaucoup