

Mémoire de Master

Présenté par :

- OUHAMOU Leila
- MEHDIOUI Wahiba

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Spécialité : Chimie analytique

Thème :

Enrichissement de l'huile d'olive : étude comparative.

Soutenu le : 26/10/2020.

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
M ^{me} BENKHOUDJA GRABA.Zahra	Chimie	Président
M ^{me} BOUKEHIL.Ghouzala	Chimie	Examineur
M ^{me} ISSAADI KERMOUNE.Hamida	Chimie	Encadreur

2019-2020

Remerciements

Dieu merci pour la santé, la volonté et le courage qui ont été nos accompagnés afin de réaliser ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements et notre sincère gratitude

:

- ✓ *A notre promotrice **M^{me} ISSAADI**, de nous avoir encadré, ainsi ces conseils précieux Nous vous témoignons ici toute notre reconnaissance.*
- ✓ *A **M^{me} BENKHODJA.GRABA.Z** pour avoir accepté de présider le jury.*
- ✓ *A **M^{me} BOUKEHIL.GH** d'avoir accepté d'examiner notre travail*

Un grand merci pour nos chers parents et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Liste des abréviations

Liste des abréviations

AGPI : Acides gras polyinsaturés

ALA : Acide alpha-linolénique

°C : Degré Celsius

CE : Conseil Européen

(CEE)N° 2568/91: Règlement de la commission européenne du 11 juillet 1991 relatif aux caractéristiques des huiles d'olives et des huiles de grignons d'olive

CG: Corps gras

COI: Conseil oléicole international

I_E : Indice d'ester

I_P : Indice de peroxyde

I_R : Indice de réfraction

I_A : Indice d'acide

I_S : Indice de saponification

IR : Infrarouge

J : Jour

g : Gramme

g/mol : Gramme par mol

HDL: Lipoprotéine de haute densité

KI: Iodure de potassium

KCl:chlorure de potassium

LDL: Lipoprotéine de faible densité

méq O₂/Kg: Milliéquivalent d'O₂ par kilogramme

MG: Matière grasse

mg: Milligramme

ml: Millilitre

m: Masse

Liste des abréviations

nm: Nanomètre

n^t_d : Indice de refraction à la temperature t

OOL: Dioléolinoléine

OOO: Trioléine

POL: Palmitooléolinoléine

POO: Dioléolinoléine

UV-Visible: Ultra-violet visible

V: Volume

%: Pourcentage

Liste des figures

Liste des figures

Figure 1 : L'olivier.....	03
Figure 2 : Principaux pays producteurs d'huile d'olive en 2001.....	04
Figure 3 : Répartition de la superficie d'olivier en Algérie.....	04
Figure 4 : Huile et grains de sésame.....	12
Figure 5 : Structure de quelques antioxydants identifiés dans l'huile de sésame.....	14
Figure 6 : Huile et grains de lin.....	15
Figure 7 : Variation de la densité (olive/sésame) en fonction de la concentration.....	31
Figure 8 : Variation de la densité (olive/lin) en fonction de la concentration.....	31
Figure 9 : Variation de la densité (olive/sésame) en fonction du temps.....	32
Figure 10 : Variation de la densité (olive/lin) en fonction du temps.....	32
Figure 11 : Variation de l'indice de réfraction (olive/sésame) en fonction de concentration.....	33
Figure 12 : Variation de l'indice de réfraction (olive/lin) en fonction de concentration	33
Figure 13 : Variation de l'indice de réfraction (olive/sésame) en fonction du temps.....	34
Figure 14 : Variation de l'indice de réfraction (olive/lin) en fonction du temps.....	34
Figure 15 : Variation de l'indice d'acide (olive/sésame) en fonction de la concentration.....	35
Figure 16 : Variation de l'indice d'acide (olive/lin) en fonction de la concentration.....	35
Figure 17 : Variation de l'indice d'acide (olive/sésame) en fonction du temps.....	36
Figure 18 : Variation de l'indice d'acide (olive/lin) en fonction du temps.....	36
Figure 19 : Variation de l'indice de peroxyde (olive/sésame) en fonction de la concentration.....	37
Figure 20 : Variation de l'indice de peroxyde (olive/lin) en fonction de la concentration.....	37
Figure 21 : Variation de l'indice de peroxyde (olive/sésame) en fonction du temps.....	38
Figure 22 : Variation de l'indice de peroxyde (olive/lin) en fonction du temps.....	38
Figure 23 : Variation de l'indice d'iode (olive/sésame) en fonction de la concentration.....	39
Figure 24 : Variation de l'indice d'iode (olive/lin) en fonction de la concentration.....	39
Figure 25 : Variation de l'indice d'iode (olive/sésame) en fonction du temps.....	40
Figure 26 : Variation de l'indice d'iode (olive/lin) en fonction du temps.....	40

Liste des figures

Figure 27 : Variation de l'indice de saponification (olive/sésame) en fonction de la concentration.	41
Figure 28 : Variation de l'indice de saponification (olive/lin) en fonction de la concentration.....	41
Figure 29 : Variation de l'indice de saponification (olive/sésame) en fonction du temps.....	42
Figure 30 : Variation de l'indice de saponification (olive/lin) en fonction du temps.....	42
Figure 31 : Variation de l'Absorbance (olive/sésame) en fonction de concentration à 232nm.....	43
Figure 32 : Variation de l'Absorbance (olive/lin) en fonction de concentration à 232nm.....	43
Figure 33 : Variation de l'Absorbance (olive/sésame) en fonction de Concentration à 270 nm.....	43
Figure 34 : Variation de l'Absorbance (olive/lin) en fonction de Concentration à 270 nm.....	43
Figure 35 : Spectre IR obtenu pour (olive/sésame) en fonction du temps.....	44
Figure 36 : Spectre IR obtenu pour (olive/lin) en fonction du temps.....	44

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau 1 : Catégories de l'huile d'olive.....	05
Tableau 2 : Composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse.....	06
Tableau 3 : Composition d'huile d'olive en stérols (% des stérols totaux).....	09
Tableau 4 : Caractéristiques physico-chimique de l'huile d'olive vierge (CE, 2002).....	09
Tableau 5 : Composition de l'insaponifiable de l'huile de sésame.....	13
Tableau 6 : Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de sésame.....	14
Tableau 7 : Composition en acides gras de l'huile de lin.....	17
Tableau 8 : Caractéristique physico chimique de l'huile de lin.....	17
Tableau 9 : Les différentes concentrations de l'huile d'olive et l'huile desésame, et le temps de stockage.....	19
Tableau 10 : Produits chimiques utilisés.....	20

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Sommaire

Introduction Générale.....01

CHAPITRE I : GENERALITES SUR L’HUILE D’OLIVE

I.1.Introduction.....03

I.2.Définition.....03

I.3.Production de l’huile d’olive.....04

I.4.Catégorie de l’huile d’olive.....05

I.5.Composition chimique de l’huile d’olive.....05

I.6.Les caractéristiques physico-chimique de l’huile d’olive.....09

I.7. l’activité antioxydante de l’huile d’olive.....09

I.8. Les effets bénéfiques de l’huile d’olive sur la santé.....10

I.9. Procédure d’enrichissement de l’huile d’olive.....11

CHAPITRE II : GENERALITES SUR L’HUILE DE SESAME ET L’HUILE DE LIN

II.1. L’huile de sésame.....12

II.2.Composition chimique de l’huile de sésame.....13

II.3.Caractérisation physico-chimique de l’huile de sésame.....13

II.4. Rôle des antioxydants de l’huile de sésame.....14

II.5. Définition de lin.....15

II.6.Compositions chimique de l’huile de lin.....16

II.7. Caractéristiques physico-chimique de l’huile de lin.....17

II.8.Utilisation et bienfaits de l’huile de lin.....18

CHAPITRE III : MATERIELS ET METHODES

III.1.Matériel utilisés.....19

III.1.1. Matériel végétal.....	19
III.1.2. Produits chimiques utilisés.....	20
III.2. Analyses physico-chimiques.....	21
III.2.1. Analyses physiques	21
III.2.2. Analyses chimiques.....	23
III.3. Analyses spectroscopiques.....	28
III.3.1. Spectrophotométrie UV-Visible.....	28
III.3.2. Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier.....	29
CHAPITRE IV : RESULTATS ET ETUDES COMPARATIVES	
IV.1. Analyses physico-chimiques.....	31
IV.1.1. Analyses physiques.....	31
-Densité	31
- Indice de réfraction.....	32
VI.1.2. Analyses chimiques.....	34
- Indice d'acide.....	34
- Indice de peroxyde.....	36
- Indice d'iode.....	38
- Indice de saponification.....	41
VI.2 Les analyses spectroscopiques.....	42
VI.2.1. Spectrophotométrie UV-Visible.....	42
VI.2.2. Spectroscopie Infrarouge.....	44
CONCLUSION.....	45

INTRODUCTION

Introduction

L'huile d'olive est utilisée depuis des milliers d'années dans les pays entourant la mer méditerranée. C'est une huile végétale du fruit de l'olivier obtenu uniquement par des méthodes physiques qui conserve ses propriétés nutritionnelles et organoleptiques. Elle est la principale source de matières grasses [1]. C'est une huile très présente dans l'alimentation des pays méditerranéens et préconisée par de nombreux diététiciens, elle a acquis une place essentielle dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. Elle est la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable [2]. Si l'huile d'olive est un produit intéressant d'un point de vue nutritionnel c'est tout d'abord pour sa composition en acides gras. En effet elle est largement insaturée et contient une petite partie d'acides gras essentiels. Outre cette composition particulière en acides gras, l'huile d'olive est surtout intéressante pour ses composés minoritaires tels que les polyphénols. L'intérêt nutritionnel de ces composés phénoliques réside dans leur forte capacité antioxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardiovasculaires [3]. La qualité de l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs tels que la maturation, la méthode d'extraction, le type de sol, les conditions climatiques, les variétés et les conditions de stockage. L'évaluation de la qualité de l'huile d'olive est liée à une série importante de paramètres physico-chimiques [4]. L'absence d'étape de raffinage permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants car ils ne vont pas être éliminés lors de ce procédé [3].

L'oxydation provoque une accumulation progressive des molécules sans odeur, telles que les hydroperoxydes et produits secondaires. Les hydroperoxydes sont les principaux produits d'autoxydation. Leur décomposition conduit à la formation d'une large gamme de composés carbonylés, d'hydrocarbures, furanes et autres produits, donnant lieu à une odeur de rance et à de mauvais goûts [5].

Le sésame constitue une importante source d'huile. L'huile de sésame est généralement considérée comme une huile de haute gamme de grande qualité, elle est l'une des huiles alimentaires les plus stables en dépit de son haut degré d'insaturation. La présence de certains lignanes (la sésamine et la sésamoline), qui sont des antioxydants naturels est à l'origine à la fois de stabilité remarquable de l'huile ainsi que des effets physiologiques bénéfiques du sésame [6].

L'huile de lin est riche en acides gras insaturé. C'est une huile instable, elle s'oxyde et se polymérise rapidement au contact de l'air. Cette propriété se trouve dans son indice d'iode, il est de l'ordre de 190 unités, soit parmi les plus élevés de toutes les huiles. De ce fait l'huile de lin est dite siccatrice et a une grande variété d'application dans l'industrie [7].

La stabilité à l'oxydation des huiles alimentaires peut être améliorée en addition d'antioxydants et modification de la composition en acides gras. L'incorporation d'antioxydants est efficace et utile pour retarder l'oxydation des lipides. Cependant les antioxydants synthétiques qui sont couramment utilisés dans l'industrie alimentaire tels que l'hydroxytoluène butylé (BHT), hydroxyanisole butylé (BHA), hydroquinone tertiaire butylique (TBHQ) et le gallate de propyle peuvent avoir des effets toxiques. Toutefois, des études récentes ont révélé la toxicité de ces additifs, les risques qu'ils présentent sur la santé et leur effet cancérigène. Compte tenu de ces effets, un grand intérêt est accordé pour les antioxydants naturels qui sont supposés être plus sains [5,8].

Les propriétés oxydatives des huiles alimentaires peuvent être modifiées par hydrogénation, interestérification, modification génétique et enrichissement par différentes huiles [9]. C'est dans ce cadre que s'inscrit notre travail dont l'objectif est l'étude comparative de l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de sésame et l'huile de lin.

Ainsi, notre étude se présente sous forme de quatre chapitres :

- Le premier chapitre de ce manuscrit consiste en une synthèse bibliographique sur l'huile d'olive.
- Le second présente des généralités sur l'huile de sésame et huile de lin.
- Le troisième illustre les techniques utilisées pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles étudiées.
- Le quatrième et dernier chapitre présente les résultats et leur discussions.

Et enfin, nous terminerons cette étude par une conclusion.

CHAPITRE I

GENERALITES SUR L'HUILE D'OLIVE

I.1.Introduction

L'huile d'olive, un élément très présent et important dans l'alimentation des pays méditerranéens. C'est un produit essentiel d'un point de vue nutritionnel et diététique, ainsi que dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques, elle a été associée à une meilleure résistance à certaines maladies : cardio-vasculaires et dégénératives [10]. L'Algérie fait partie des pays méditerranéens dont le climat adéquat à la culture de l'olivier. Elle se positionne après l'Espagne, l'Italie, la Grèce et la Tunisie qui sont par ordre d'importance, les plus gros producteurs au monde d'huile d'olive [11].



Figure1 : L'olivier [12]

I.2.Définition :

L'huile d'olive est la principale source de matière grasse. C'est une huile vierge extraite du fruit de l'olivier (*Olea europaea*) uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques [13], consommable sous sa forme brute sans traitement préalable.

I.3. Production de l'huile d'olive :

La production de l'huile d'olive ne peut se faire que par des procédés mécaniques à froid entre 27° et 35°C [14], elle a toujours été concentrée dans les pays méditerranéens, elles représentent plus de 90% de production mondiale (2953500 tonnes (COI, 2017) [15].

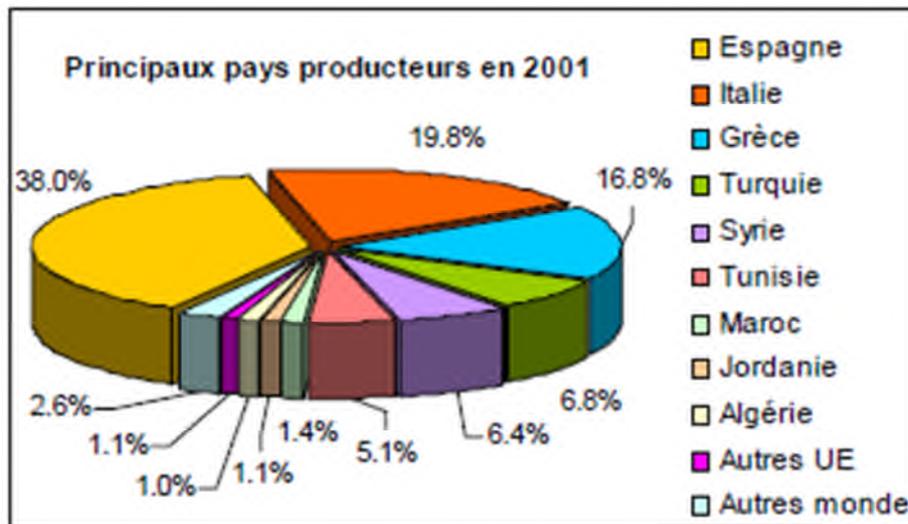


Figure 2 : Principaux pays producteurs d'huile d'olive en 2001

Un peu plus de 16 millions en productions de l'huile d'olive, au niveau national [15]. La filière oléicole est en grande partie à caractère familiale et localisée en zone de montagne (Kabylie) où l'autoconsommation est privilégiée [16].

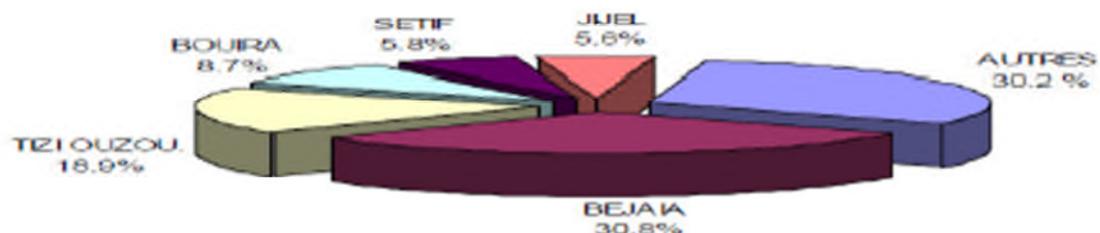


Figure 3 : Répartition de la superficie d'olivier en Algérie. [15]

I.4. Catégorie de l'huile d'olive :

L'huile d'olive est le seul produit alimentaire pour lequel les caractéristiques organoleptiques déterminent sa classification [17].

I.4.1. Huiles d'olive vierges :

Sont des huiles obtenues du fruit de l'olivier seulement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, qui n'a subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Elles sont classées et dénommées comme suit :

Tableau 1: Catégories de l'huile d'olive

catégories	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive
Acidité libre % m/m exprimée en acide oléique	≤ 0,8	≤ 2,0	> 2,0	≤ 0,3	≤ 1,5

I.5. Composition chimique de l'huile d'olive :

La variété, les conditions environnementales et de stockage, les techniques d'extraction ainsi la région de la province ce sont des paramètres qui peuvent déterminer la composition d'une huile d'olive [18,3]. Les composés sont souvent classés en deux catégories :

- ❖ La fraction saponifiable (triglycérides, acides gras,) (de 96 à 98 % de l'huile).
- ❖ La fraction insaponifiable (de 2 à 4% de l'huile).

I.5.1. La fraction saponifiable :

I.5.1.1. Les acides :

Ce sont des substances organiques contenant une chaîne carbonée d'une longueur variable et qui se termine par un groupement carboxyle (R-COOH) [19]. Les acides gras les plus signalés dans l'huile d'olive sont :

- Acide oléique (55%-83%)
- Acide palmitique (7,5%-20%)
- Acide linoléique (2,5%-21%)

Tableau 2 : Composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse [20].

Acides gras	Formule brute	Norme COI (2019)
Aide myristique	C14:0	≤0,03
Acide palmitique	C16:0	7,5-20
Acide heptadécanoïque	C17:0	≤0,3
Acide palmitoléique	C16:1(ω-7)	0,3-3,5
Acide heptadécénoïque	C17:1	≤0,3
Acide stéarique	C18:0	0,5-5
Acide oléique	C18:1(ω-9)	55-83
Acide linoléique	C18:2(ω-6)	2,5-21
Acide linoléénique	C18 :3(ω-3)	≤1
Acide arachidonique	C20 :0	≤0,6
Acide gadoléique	C20 :1(ω-9)	≤0,5
Acide béhénique	C22 :0	≤0,2
Acide linocérique	C24 :0	≤0,2

I.5.1.2. Triglycérides :

Les triglycérides sont les composants dominant de l'huile d'olive, ce sont des esters dérivés du glycérol, ils possèdent 3 fonctions hydroxyles [19]. Ils proviennent de l'estérification des trois fonctions alcools du glycérol par des acides gras pour donner une molécule de triglycéride et trois molécules d'eau (schéma 1).

Les triglycérides qui se trouvent dans des proportions significatives dans l'huile d'olive sont : OOO (40-59%), POO (12-20%), OOL (12,5-20%), POL (5,5-7%) et SOO (3-7%) [21].

Où :

- O** : Acide oléique **L** : Acide linoléique
P : Acide palmitique **S** : Acide stéarique

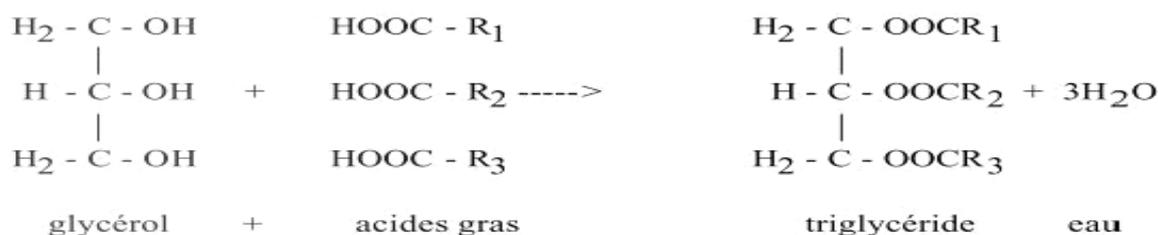


Schéma 1 : Synthèse de triglycéride [19]

Où R1, R2 et R3 sont des acides gras.

I.5.2. Fraction insaponifiable :

Elle est dénommée également composant mineur, elle représente l'ensemble des constituants qui ne réagissent pas avec un hydroxyde alcalin pour donner un savon. Cette fraction représente 2 à 4% de l'huile [22], qu'on peut distinguer :

a-Tocophérols :

Les tocophérols, sont des composants importants dans l'huile d'olive. Ils ont l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et contiennent une forte activité antioxydant en raison de leurs contribution à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle.

α -tocophérol est en relation avec la qualité de l'huile, il représente 95% de la totalité des tocophérols, le mélange de 5% restant est constitué de β et γ -tocophérol [23].

b- Les hydrocarbures :

Ce sont quantitativement les principaux composants de la fraction insaponifiable [17]. Deux hydrocarbures sont présents dans l'huile d'olive en quantités considérables, squalène qui est le composant majeur constitue 30 à 50 % de cette fraction et le β -carotène. La présence de squalène dans l'huile d'olive contribue probablement de manière significative aux effets de ce dernier sur la santé et de son action chimio-préventive contre certains cancers [24].

c- Les Pigments :

La coloration (vert et jaune) de l'huile d'olive est due essentiellement à la présence de pigments colorants, chlorophylles et caroténoïdes [25].

- **Les chlorophylles :**

Ce sont les pigments les plus abondants dans la nature. Chimiquement, ils représentent un groupe de tetrapyroles à magnésium responsables de la nuance verdâtre de l'huile d'olive [26].

En présence de la lumière, les chlorophylles oxydent l'huile d'olive. En outre, elle possède une activité anti-oxydante à l'obscurité, c'est l'une des raisons pour lesquelles, il est conseillé de conserver l'huile d'olive à l'abri de la lumière [27].

- **Les caroténoïdes :**

Ce sont également des pigments naturels à structure d'hydrocarbure. Les principaux caroténoïdes présents dans l'huile d'olive sont les β -carotènes (provitamine A) [17,28].

d- Les phénols :

Ce sont des composés qui font parties à des antioxydants naturels les plus importants de l'huile d'olive, sa richesse en composés phénoliques contribuent à la stabilité de l'huile et augmente sa résistance à l'auto-oxydation, en particulier l'hydroxytyrosol et l'oleuropéine possédant des propriétés anti oxydantes [29, 30].

e- Les stérols :

Les stérols occupent environ 15% de la fraction insaponifiable [31]. Le composé le plus abondant est le β -sitostérol suivi du campestérol et le delta-5 avénastérol. Les teneurs en stérols en l'huile d'olive varient suivant la diversité des olives et leur degré de maturité [32]. Ce composé est connu pour s'opposer à l'absorption intestinale du cholestérol alimentaire [33].

Tableau 3 : Composition d'huile d'olive en stérols (% des stérols totaux) [34].

Stérols	% des stérols totaux
β-Sitostérol	75-90
Δ-5 avénastérol	3-14
Campestérol	2-4
Stigmastérol	1-2
Cholestérol	<0.3

I.6. Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive :

La qualité de l'huile d'olive est caractérisée comme étant la combinaison des attributs ou des caractéristiques d'un produit qui ont une signification en déterminant le degré d'acceptabilité par l'utilisateur.

D'après le Conseil Oléicole International (COI, 1992) et le règlement de la commission Européenne (CE2568/91, 1991), la qualité d'huile d'olive basée sur les paramètres qui incluent le pourcentage d'acide gras libre, la teneur en indice de peroxyde, le coefficient de l'extinction spécifique K232 et K270, ainsi que les caractéristiques sensoriels [35].

Tableau 4 : Caractéristiques physico-chimique de l'huile d'olive vierge (CE, 2002).

Caractéristiques physico-chimiques	
Densité relative	0,910 - 0,916 (20°C/eau à 20°C)
Indice de réfraction	1,4677 - 1,4705 (nD 20°C)
Indice de saponification	184 - 196 (mg KOH/kg d'huile)
Indice d'iode	75 - 94 g d'iode /100g d'huile
Indice de peroxyde	20 méq O ₂ /kg d'huile
Acidité libre %	≤ 2%
Absorbance ultraviolet à 270nm	≤ 0,25
Absorbance ultraviolet à 232	≤ 2,60
Insaponifiable	15 g/kg

I.7. l'activité antioxydante de l'huile d'olive :

Les antioxydants sont des composés puissants qui peuvent neutraliser les radicaux libres impliqués dans la dégradation cellulaire, ce qui aide ainsi à garder une vie active et saine. Quelques antioxydants sont fabriqués par le corps humain, d'autres telles les vitamines et polyphénols, doivent être apportés par notre alimentation [36].

L'huile d'olive est une source très importante d'antioxydants naturels, parmi lesquels on compte essentiellement les polyphénols avec 30% de part dans la stabilité oxydative de l'huile, cette contribution la plus importante comparativement aux autres fractions, la composition en acide gras et en caroténoïde qui participent à environ 27% et 6% respectivement [37].

I.8. Les effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé :

L'huile d'olive est l'une des bases de la gastronomie méditerranéenne, des études récentes ont confirmé les bienfaits de l'huile d'olive pour la santé humaine. Sa richesse en acides gras insaturés, principalement l'acide oléique, en antioxydants (polyphénols), en vitamine E et autres constituants, réduit le risque des maladies cardiovasculaires, le taux du mauvais cholestérol (LDL) dans le sang de 13% tandis qu'elle augmente le taux des HDL (bon cholestérol) et protège contre la formation de cellules cancérogènes. Cette action est due à la haute teneur en acide gras mono-insaturés [33,38].

Grâce à ses propriétés digestives, L'huile d'olive est utilisée dans le traitement des troubles gastriques, biliaires et constipation [39]. De plus, la présence de la vitamine E dans l'huile augmente l'espérance de vie et joue un rôle biologique positif qui permet le déplacement des radicaux libres, des molécules impliquées dans certaines maladies chroniques, dans le processus de vieillissement et contre la perte de mémoire liée à l'âge [40].

Des recherches en épidémiologies ont également montré que l'huile d'olive exerce un effet protecteur face à certaines tumeurs malignes (sein, prostate, endomètre, tractus digestif.....).

Tous les effets bénéfiques de la consommation d'huile d'olive ne sont pas dus à l'acide oléique, d'autres composants secondaires ont des effets bénéfiques sur la santé humaine selon Leon Carralafuente (2003) :

- **Les composés aromatiques** donnent à l'huile d'olive des effets antimicrobiens.
- **Les hydrates de carbones** (les squalènes), jouent un rôle protecteur dans le développement des tumeurs.
- **Les tocophérols** (la vitamine E), sont des antioxydants qui jouent un rôle important dans la réduction du risque cardiovasculaire.

- **Les phénols** ont un effet inhibiteur sur une enzyme impliquée dans le développement du cancer ; également considérés comme des anti-inflammatoires [41].

I.9. Procédure d'enrichissement de l'huile d'olive :

L'enrichissement de l'huile d'olive est assuré par différents procédés [42]:

a. Enrichissement par infusion :

Une méthode de macération consiste à dissoudre des matériaux naturels contenant des antioxydants et des composés aromatiques tels que les herbes, les épices et les fruits, dans la phase huileuse, requérant une durée de temps prolongée et une température ambiante.

b. Enrichissement par des extraits végétaux :

Implique l'extraction des composés cibles à partir de leurs matières premières comme la margine, les épices et les herbes puis les incorporer pour être dissous dans l'huile d'olive.

c. Enrichissement par Co-traitement :

Une méthode moins utilisée consiste à l'addition d'herbes ou d'autres matières végétales à la pâte des olives broyées avant l'étape de malaxation ou pendant le broyage lors de l'extraction de l'huile d'olive.

d. Enrichissement par ultrasons :

Les ultrasons ont été appliqués pour améliorer l'extraction des produits naturels à partir du matériel végétal, principalement à travers le phénomène de la cavitation. L'effet mécanique des ultrasons est censé accélérer la libération des composants bioactifs dus à la perturbation de la paroi cellulaire.

e. Enrichissement par microonde :

Une méthode qui accélère le processus de transfert des composés bioactifs par les énergies auxiliaires de microonde dans l'huile d'olive, permet d'augmenter le rendement, diminue la quantité de solvant nécessaire et réduit le temps de traitement.

CHAPITRE II

***GENERALITES SUR L'HUILE
DE SESAME ET L'HUILE DE LIN***

II.1. L'huile de sésame :

Huile extraite de grains de sésame (grains noirs, bruns ou blanchâtres selon les espèces), elles sont issues d'une plante oléagineuse originaire de l'Inde et de l'Afrique de l'est. C'est une huile considérée comme une des huiles végétales les plus précieuses et ses grains contiennent plus d'huile que les principaux oléagineux, elle se caractérise par sa stabilité élevée à l'oxydation due à la présence de substances antioxydantes telles que la sésamine et la sésamoline.

Huile de sésame est utilisée dans la prévention des maladies cardiovasculaires car elle protège le foie, réduit le cholestérol, joue le rôle d'antidépresseur aussi est utilisée dans l'alimentation (friture et assaisonnement) [9].



Figure 4 : huile et grains de sésame [43].

II.2.Composition chimique de l'huile de sésame :

II.2.1.Composition en acides gras :

L'huile de sésame est caractérisée par un équilibre en acide oléique-linoléique. Elle contient moins de 20 % d'acide gras saturé, d'autre part elle est riche en acide gras polyinsaturés. Consiste principalement quatre acides gras, acide palmitique (7,9-12%), acide stéarique (4,8-6,1%), acide oléique et linoléique plus de 80% de la totalité en acide gras de cette l'huile [44]-[45].

II.2.2.Composition de l'insaponifiable :

Tableau 5 : Composition de l'insaponifiable de l'huile de sésame [46].

Insaponifiable : 1,0% à 1,5%
Teneur en stérol : (en mg /1001g de corps gras) 593-636
Composition des stérols : (en % des stérols totaux)
Cholestérol <0,3
Brassicastérol <0,1
Campestérol 18-19
Stigmastérol 6-7
Fucostérol <0,5
Teneur en tocophérols : (en mg/100g de CG) 20-50
Composition des tocophérols : (en % des tocophérols totaux)
Alpha tocophérol 4
Beta tocophérol 2
Gamma tocophérol 83
Delta tocophérol 11

II.3.Caractérisation physico-chimique de l'huile de sésame :

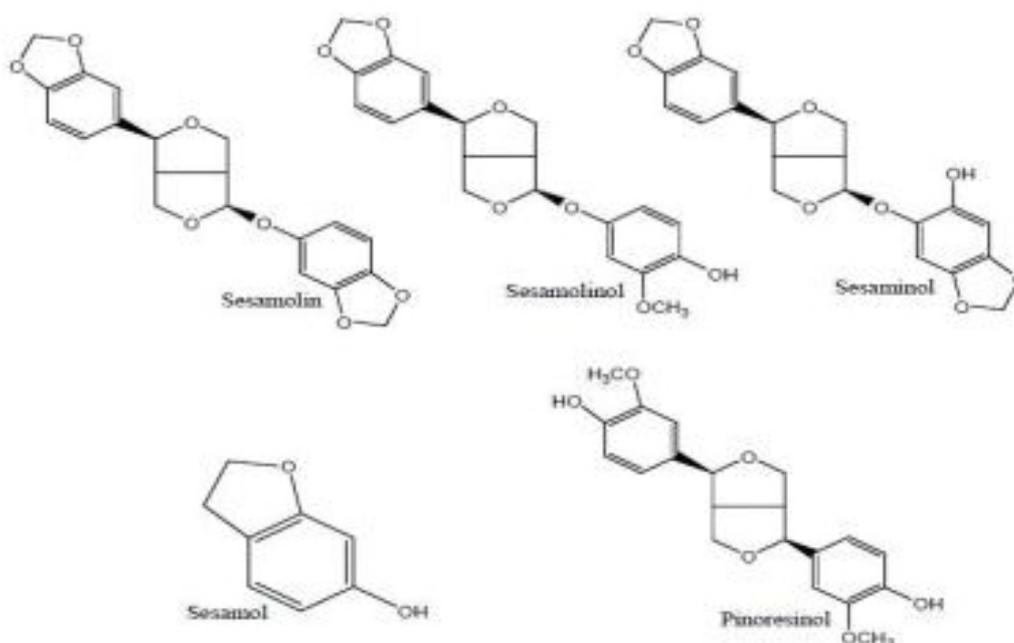
Le tableau au-dessous montre les principaux indices chimiques et constantes physiques de l'huile. Certaines valeurs correspondent aux spécifications de la norme Codex (densité, indice de réfraction, indices d'iode et de saponification).

Tableau 6: Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de sésame [9].

Caractéristiques	Valeurs
Densité « D20 »	0,915-0,923
Viscosité « V20 »	(c.p) 64-67
indice de réfraction à 20°C	1,474-1,477
Point de solidification (°C)	-3 à -6
Indice d'iode « Ii » (g d'iode/100g de CG)	104-120
Indice de saponification « Is » (mg KOH/g CG)	187-195

II.4. Rôle des antioxydants de l'huile de sésame :

Les études ont mené à l'identification de plusieurs métabolites actifs comme les tocophérols, les composés phénoliques, autres composés tels que le thiazole, les pyrroles, les cétones, les aldéhydes les acides phénoliques, les phytostérols (beta-sitostérol, le stigmasterol, le Campesterol, le sigmasterol-3-O-β-D-glucoside), le verbascoside, la rhamnetine, le Kaempférol-3-O-β-D-glucuronide et l'acide férulique. La sésamine et la sésamoline ont des propriétés pharmacologiques très importantes : activité antioxydante, antibactérienne et antiproliférative, hypocholesterimiant, effet anti-hypertensive et neuroprotecteur. On a démontré que la consommation de quantités modérées d'huile de sésame augmente significativement le taux de γ-tocophérol sanguin, ce dernier est reconnu pour être efficace contre la prolifération de cellules cancéreuses dans la prostate et le sein.

**Figure 5 :** Structure de quelques antioxydants identifiés dans l'huile de sésame

Le sésamole qui est un dérivé phénolique avec un groupement méthylènedioxyde, est reconnu d'être un antioxydant puissant. Il est très efficace dans le traitement des blessures et plaies chez des rats albinos [9].

II.5. Définition de lin :



Figure 6 : Huile et grains de lin [47].

L'huile de lin ou «huile de graines de lin» *Linum usitatissimum* oil est une huile de couleur jaune d'or, une odeur discrète rappelant l'odeur des céréales et un goût amer, tirée des graines mûres du lin cultivé, Il y a deux types d'huile de lin disponibles ; traditionnelle et biologique. Elles diffèrent de la manière dont les graines se cultivent et dont l'huile est extraite. L'huile de lin provient du pressage de l'huile de la graine, par des méthodes mécaniques ou par l'extraction avec des solvants biologiques. L'huile de lin fournit plus d'ALA sur une base du poids en comparaison avec les graines entières ou moulues [48].

Elle représente la plus riche source végétale d'acide alpha linoléique (AAL ; C18:3 n-3), le précurseur des AGPI n-3. En effet, plusieurs études ont souligné l'effet

bénéfique de l'huile de lin qui contient peu d'acides gras saturés(9%), une quantité modérée d'acides gras mono insaturés(18%) et une teneur élevée d'acides gras polyinsaturés(73%) répartie en acide linoléique n-6(près de 14,3%) et en acide alpha linoléique n-3(près de 58,7%) [8]. Les recommandations actuelles de consommation sont de 2 g/j pour l'homme adulte et de 1.6 g/j pour une femme adulte [48].

II.6.Compositions chimique de l'huile de lin :

L'huile de lin est connue pour sa richesse en acides gras polyinsaturés. Ils représentent environ 70 % du poids total de la graine. La composition complète de l'huile de lin est : omégas 3, omégas 6, omégas 9, vitamine A, vitamine K, vitamine B, vitamines E, stigmastérol, campestérol, bêta-sitostérol, squalène et flavonoïde [49].

L'huile de lin est composée majoritairement de 5 types d'acides gras (Tableau 10), l'acide palmitique (4 à 6 %), l'acide stéarique (2 à 3 %), l'acide oléique (10 à 22 %), l'acide linoléique (12 à 18 %) et l'acide linoléique (ALA) (50 à 62 %). Il est composé aussi de stérols, hydrocarbures et tocophérols. Sa composition chimique peut varier selon les lieux de culture et les variétés.

Elle contient de 40 à 60 mg/100g de tocophérols, la forme gamma tocophérol a un potentiel protecteur antioxydant élevé (96-99%), les formes alpha et delta tocophérols présente en très faibles quantités [50].

Tableau 7 : Composition en acides gras de l'huile de lin [51].

Nom de l'acide gras	Nomenclature biologique	Répartition %	Saturés et insaturés %
Acide palmitique	C16:0	4-6	5-15% d'acides gras saturés
Acide stéarique	C18:0	2-6	
Acide oléique	C18:1	10-22	75-95% d'acides gras insaturés
Acide linoléique	C18:2	12-18	
Acide alpha linoléique	C18:3	50-62	

II.7. Caractéristiques physico-chimique de l'huile de lin :

Le tableau au-dessous montre les principaux indices chimique et constantes physique de notre l'huile, elle est très sensible à l'oxydation et les hautes températures.

Tableau 8 : Caractéristique physico chimique de l'huile de lin [52].

Caractéristiques	Valeurs
Indice de comédogénicité	4
Indice de saponification moyen (mg KOH/g)	190
Densité à 20°C(V20)	0,910 à 0,940
Indice de peroxyde (meqO ₂ /kg)	15
Indice d'acide (mg KOH/g)	4
Indice d'iode (g/100g CG)	186 à 194

II.8.Utilisation et bienfaits de l'huile de lin :

L'huile de lin est utilisée pour peindre et vernir, saturer la matière des ardoises, mettre au point le savon noir et pour protéger les pièces de monnaie de même que l'acier rouillé. Elle est imprégnée et protège le bois à l'intérieur comme à l'extérieur : protection contre l'humidité, les champignons et les insectes et contre la poussière par son caractère antistatique [51].

Issue de sa graine, source riche en protéines végétales et en acides gras essentiels particulièrement les oméga-3, l'huile végétale de Lin donne son nom à l'acide gras essentiel de la famille des oméga-3 : l'acide linoléique. Pour favoriser un bon équilibre nutritionnel, l'ANSES (Agence Nationale de Sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'Environnement et du travail) a établi des repères de consommations alimentaires. A savoir aussi que plusieurs études prouvent le rôle préventif des oméga-3 dans l'apparition de maladies cardiovasculaires, cholestérol, diabète, obésité ou autre syndrome métabolique directement relié à leurs propriétés anti-inflammatoire. En plus de sa richesse en acides gras essentiels, l'huile de Lin contient de la vitamine E et des flavonoïdes, des antioxydants naturels permettant de lutter contre les radicaux libres. Cette propriété antioxydante confère un rôle protecteur vis-à-vis des membranes cellulaires, des parois des vaisseaux sanguins [52].

CHAPITRE III

MATERIELS ET METHODE

Notre étude a pour objectif de comparer les caractères physico- chimiques de l'huile d'olive enrichie par l'huile de sésame et l'huile de lin à différentes concentrations (indiquées dans le tableau 9) et stocké pendant 30 jours, afin de voir l'effet de la concentration et du temps sur les propriétés des mélanges.

Tableau 9 : Les différentes concentrations de l'huile d'olive et l'huile de sésame étudiées, et le temps de stockage.

Huile d'olive (%)	Huile de sésame (%)	Temps de stockage (J)
100	0	0
100	0	30
90	10	0
90	10	30
80	20	0
80	20	30

III.1. Matériels utilisés :

III.1.1. Matériel végétal :

L'huile d'olive utilisée dans cette étude provient de la région d'Akbou, elle est extraite par des systèmes de presse et de centrifugation, et dont les olives n'ont subi aucun traitement autre que les opérations de lavage, broyage, décantation, centrifugation et la filtration. L'huile de sésame et l'huile de lin utilisées pour l'enrichissement sont achetées du commerce local.

III.1.2. Produits chimiques utilisés :

Nous donnons dans le tableau 10 quelques caractéristiques des produits chimiques utilisés.

Tableau 10 : Produits chimiques utilisés.

Produit chimique	Formule chimique	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)	Marque
Hydroxyde de potassium	KOH	56.11	-	BIOCHEM
Acide chlorhydrique	HCl	36.46	36.5-38	FLUKA
Ethanol	C ₂ H ₅ OH	46.07	89.8	SIGMA-ALDRICH
Phénolphtaléine	C ₂₀ H ₁₄ O ₄	318.32	-	BIOCHEM
Chloroforme	CHCl ₃	119.38	99-99.4	Riedel-de haen
Acide acétique	C ₂ H ₄ O ₂	60.05	99-100	SIGMA-ALDRICH
Iodure de potassium	KI	166.00	99-100.5	SIGMA-ALDRICH
Amidon	(C ₆ H ₁₀ O ₅) _n	Si n=1 M=162	-	BIOCHEM
Thiosulfate de sodium	Na ₂ S ₂ O ₃	248.17	100	VWR CHEMICALS
Hexane	C ₆ H ₁₄	86.18	-	BIOCHEM
Réactif de Wijs	ICI	162.35	-	BIOCHEM
Cyclohexane	C ₆ H ₁₂	84.16	99.8	SIGMA-ALDRICH

III.2. Analyses physico-chimiques

III.2.1. Analyses physiques

III.2.1.1. Densité :

❖ Définition :

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température [53].

❖ Principe :

A l'aide d'une balance analytique, on effectue des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à la température de 20°C.

❖ Mode opératoire :

- Peser le pycnomètre propre et sec vide (**m₀**).
- Déterminer la masse du pycnomètre rempli d'eau distillée (**m₁**).
- Vider et sécher le pycnomètre.
- Déterminer la masse du pycnomètre contenant l'huile (**m₂**).

❖ Méthode de calcul

La densité relative est donnée par la formule (1) [54].

$$d = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)} \quad (1)$$

Où :

m₀ : Masse (g) de pycnomètre vide.

m₁ : Masse (g) de pycnomètre rempli d'eau.

m₂ : Masse (g) de pycnomètre rempli d'huile.

III.2.1.2- Indice de réfraction :

❖ Définition :

L'indice de réfraction est le rapport entre le sinus des angles d'incidence et de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile maintenue à une température constante [51].

❖ Principe

Cet indice est mesuré à l'aide de réfractomètre. Il est lié à la température. Il est mesuré à 20°C pour les huiles [55].

❖ Mode opératoire

- Nettoyer la lame du réfractomètre avec du papier Joseph.
- Etalonner l'appareil avec l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1.33 à 20°C.
- Déposer quelques gouttes d'huile sur la lame à l'aide d'une pipette Pasteur.
- Régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié et effectuer la lecture des résultats en tenant compte de la température.

❖ Méthode de calcul

L'indice de réfraction est calculé selon la formule (2) [54].

$$n_d^{20} = n_d^t + 0.00035 (t-20) \quad (2)$$

Où:

n_d^{20} : Indice de réfraction à la température 20°C.

n_d^t : Valeur de lecture à la température t à laquelle a été effectuée la détermination.

t : Température à laquelle a été effectuée la lecture.

III.2.2. Analyses chimique :

III.2.2.1.L'indice d'acide :

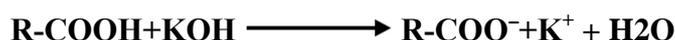
❖ Définition :

L'indice d'acide d'un corps gras est la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) exprimée en milligramme nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras. C'est un dosage qui nous permet de connaître le degré d'altération de l'huile et d'estimer le taux d'acides gras libres dans l'huile.

❖ Principe :

Il consiste à neutraliser les acides libres de la matière grasse par une solution alcoolique KOH titré dans l'éthanol en présence de phénolphtaléine (indicateur coloré).

Cette neutralisation se traduit par la réaction chimique suivante :



❖ Mode opératoire :

-Peser dans un erlenmeyer 1 g d'huile.

-Ajouter 75 ml d'éthanol et quelques gouttes d'indicateur coloré (phénolphtaléine)

-Titrer en agitant avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0.5 N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.

❖ Méthode de calcul :

L'indice d'acide est calculé selon la formule [54].

$$I_A = (56.1 \times V \times N) / P \text{ (mg de KOH /1g d'huile)} \quad (3)$$

Où :

56.1 : Masse molaire, exprimée en g/mole, d'hydroxyde de potassium.

V : Volume en ml d'hydroxyde de potassium (0.1N) nécessaire au titrage.

N : Normalité de la solution de potassium (0.5N).

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

III.2.2.2. Indice de saponification :

❖ Définition :

L'indice de saponification correspond aux nombres de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse [51].

❖ Principe

Il s'agit de traiter l'ester par de la potasse suffisamment concentrée et chaude, ce qui régénère suivant une réaction totale d'alcool et le sel de potassium de l'acide puis on donne naissance à l'ester.

❖ Mode opératoire :

-Peser 1 gramme d'huile dans un ballon puis ajouter 25 ml de KOH à 0.5N ainsi quelques grains de pierre ponce. Le tout est mis dans un chauffe ballon muni d'un réfrigérant.

-Maintenir l'ébullition pendant 45 à 60 minutes. Après refroidissement, ajouter 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine.

-Titrer par une solution d'acide chlorhydrique (HCl à 0.5N) jusqu'à la disparition de la couleur rose et la réapparition de la couleur initiale du mélange. Noter le volume de HCl utilisé.

-Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoires.

III.2.2.3. Indice de peroxyde :

❖ Définition :

L'indice de peroxyde est le nombre de microgrammes d'oxygène actif pour un gramme de matière grasse [56]. Il permet d'apprécier le degré d'oxydation d'une huile et suivre l'état de sa conservation ou état d'avancement de l'oxydation [57].

❖ Principe :

Le principe consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré (**règlement (CEE) N° 2568/91**).

❖ Mode opératoire :

-Dans un erlenmeyer, peser 1 gramme d'huile.

-Ajouter 10 ml du chloroforme, dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant.

-Ajouter 15 ml d'acide acétique puis 1 ml de solution d'iodure de potassium (KI). Boucher rapidement l'erlenmeyer, l'agiter pendant 1 min et le laisser pendant 5 min à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15 et 25°C.

-Ajouter 75 ml d'eau distillée.

-Titrer l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium à 0.01N en agitant vigoureusement en présence d'amidon (1g/100ml) comme indicateur coloré.

-Effectuer simultanément un essai à blanc.

❖ Méthode de calcul :

L'indice de peroxyde est calculé à l'aide de la formule:

$$IP = [(V-V_0) \times N \times 1000] / P \text{ (m\acute{e}q d'O}_2 \text{ / 1 kg MG)}$$

Où :

V₀ : Volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour l'essai de blanc.

V : Volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour la détermination.

N : Normalité de thiosulfate de sodium (éq g / l).

P : Masse de prise d'essai

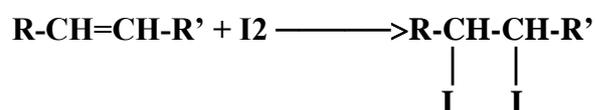
III.2.2.4. Indice d'iode :

❖ Définition :

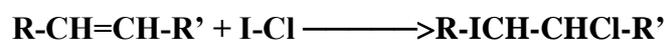
C'est le nombre de grammes d'iode fixé sur les doubles liaisons de 100 grammes de matières grasses. Il exprime le degré d'insaturation d'un corps gras et par suite sa prédisposition à l'oxydation [57]. Il est déterminé à l'aide du réactif de Wijs.

❖ Principe :

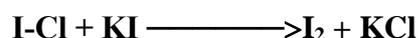
Les composés présentant une ou plusieurs doubles liaisons sont susceptibles d'entrer en jeu dans une réaction d'addition avec le di iode selon l'équation :



Comme le di iode se fixe trop lentement sur les doubles liaisons, on emploie du monochlorure d'iode ICl en solution dans de l'acide acétique (réactif de Wijs).



Après réaction complète, on ajoute un excès d'une solution d'iodure de potassium KI. L'excès de réactif de Wijs transforme les ions iodure I^- en di iode I_2 selon la réaction:



Le di iode est dosé avec une solution titrée en ion thiosulfate $S_2O_3^{2-}$. La réaction entre l'iode en excès et le thiosulfate de sodium est donnée ci-dessous :



Pour mieux repérer l'équivalence, on verse quelques gouttes d'empois d'amidon qui colorent la solution en bleu foncé (présence de di iode). En fin de réaction, les déchets de réactifs de Wijs sont détruits par ajout d'eau selon la réaction :



❖ Mode opératoire :

- Dans un erlenmeyer de 500 ml, on place 1g d'huile.
- Ajouter ensuite 25 ml de cyclohexane et 10 ml de réactif de WIJS.
- Agiter l'erlenmeyer après l'avoir bien bouché, l'envelopper avec du papier noir et laisser à l'abri de la lumière pendant 1 heure.
- Additionner ensuite 20 ml de solution saturée d'iodure de potassium KI et 150 ml d'eau distillée.
- Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0.1N jusqu'à ce que la couleur jaune de l'iode ait presque disparu.
- Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon (1g/100ml).
- Poursuivre le titrage jusqu'à la disparition de la couleur bleue violette.
- Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions.

❖ Méthode de calcul :

L'indice d'iode est donné par la formule établie ci-dessous [54] :

$$II = [(V_0 - V) \cdot 126.9 \cdot N] / P \quad (I_2 / 100 \text{ g d'huile})$$

V_0 : Volume (en ml) de $Na_2S_2O_3$ (0,1 N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume (en ml) de Na₂S₂O₃ (0,1 N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

P : Prise d'essai (g) de l'échantillon.

N : Normalité de la solution de Na₂S₂O₃ (0,1 N).

126.9 : La masse molaire de l'iode (g/mol)

III.3. Les analyses spectroscopiques :

III.3.1. Spectrophotométrie UV-Visible :

❖ Définition :

Cette technique analytique fondée sur l'étude du changement de l'intensité de la lumière traversant une solution colorée, dans un domaine d'application comprise entre 200 et 800 nm. L'examen spectrophotométrique dans l'UV peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse et sur son état de conservation [9].

❖ Principe :

Le spectrophotomètre est un appareil qui mesure l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée, il fait passer un rayon d'une longueur d'onde choisie à travers une cuve contenant la solution à étudier. Les molécules de la solution absorbent plus ou moins le rayon lumineux, on définit alors l'absorbance pour cette longueur d'onde [9, 58].

❖ Mode opératoire :

Dans une fiole de 25 ml, nous avons mis 0.25g d'huile et complété par de l'hexane jusqu'au trait de jauge. Les absorbances de la solution utilisée ont été mesurées à l'aide d'un spectrophotomètre à des longueurs d'onde de 232 et 270 nm.

III.3.2.Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier :

❖ Définition :

La spectroscopie infrarouge, une méthode d'analyse permet de déterminer les groupements fonctionnels. Dans cette méthode, une molécule est composée d'atomes reliés entre eux par des liaisons covalentes qui sont comparées à un ressort, lorsqu'un faisceau de lumière atteint une molécule, celle-ci absorbe cette radiation, ce qui cause la variation de cet assemblage, entraînant ainsi la modification des distances interatomiques et des angles normaux des liaisons.

Le but de cette méthode est l'identification d'un produit inconnu, le suivi d'une purification ou de l'évolution d'une réaction [9].

❖ Principe :

Le faisceau infrarouge est dirigé vers un cristal transparent en IR et avec un indice de réfraction élevé (diamant, Ge,...). Le faisceau IR est réfléchi à l'interface échantillon cristal puis dirigé vers le détecteur. Afin que le détecteur reçoive un signal, il faut que l'échantillon soit en contact intime avec le cristal. A chaque réflexion, le faisceau pénètre de quelques micromètres dans l'échantillon, ce qui provoque des absorptions partielles : c'est la réflexion totale atténuée. Les ondes évanescentes se désintègrent rapidement lorsqu'elles se déplacent à travers l'échantillon.

Cette technique présente beaucoup d'avantages : Préparation minimale de l'échantillon, nettoyage simple et rapide de l'accessoire [9].

❖ Mode opératoire

Dans cette étude nous avons utilisé un spectrophotomètre IR-ATR. Pour cette analyse, nous avons d'abord nettoyé la zone du dépôt avec de l'acétone, puis avons déposé notre échantillon sur le cristal et enregistré le spectre ainsi obtenu.

Notre étude consiste à faire l'analyse comparative de l'enrichissement de l'huile d'olive avec l'huile de sésame et l'huile de lin.

CHAPITRE VI

RESULTATS ET ETUDE COMPARATIVE

IV.1. Analyses physico-chimiques

IV.1.1. Analyses physiques

❖ Densité

La densité est l'un des critères de pureté d'une huile. Elle varie en fonction de la composition chimique des huiles et de la température de stockage. Dans notre étude, nous avons déterminé ce paramètre à une température ambiante. Les résultats obtenus pour l'huile d'olive ainsi que pour l'huile enrichie à Jo sont rapportés dans les figures.

1. Effet de la concentration

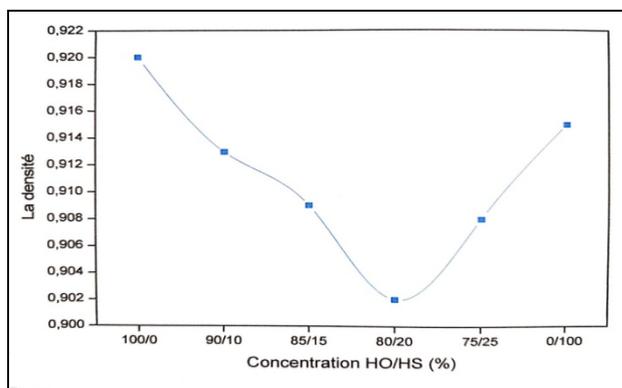


Figure 7 : variation de la densité (olive/sésame) en fonction de la concentration

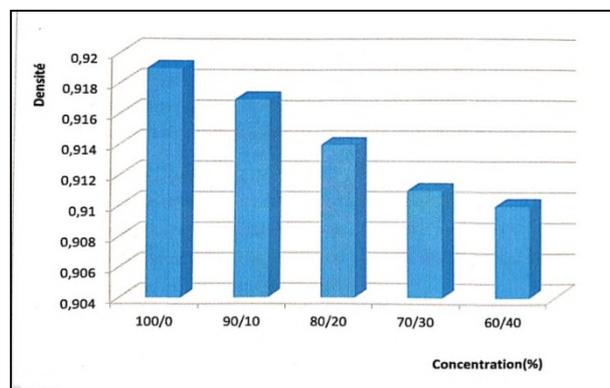


Figure 8 : Variation de la densité (olive/lin) en fonction de la concentration

Les figures 7 et 8 nous illustrent la variation de la densité en fonction de la concentration. La figure 7 (olive/sésame), montre une diminution de densité pour atteindre un minimum ($d=0.902$) au pourcentage (80/20), suivie d'une légère augmentation. Par contre, la figure 8(olive/lin), affiche une diminution de densité pour tous les échantillons étudiés. Cela nous permet de dire que l'incorporation de l'huile de sésame et l'huile de lin dans l'huile d'olive affecte la densité de ce dernier.

2. Effet du temps :

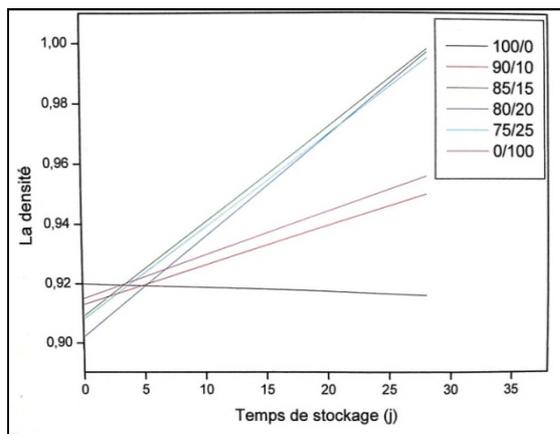


Figure 9 : Variation de la densité (olive/sésame) en fonction du temps.

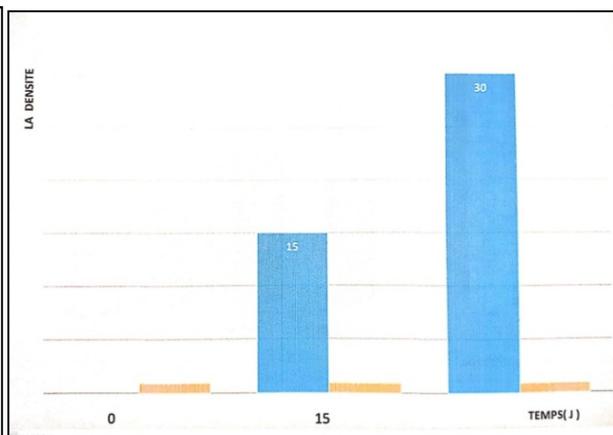


Figure 10 : Variation de la densité (olive/lin) en fonction du temps.

Les figures 9 et 10 représentent la variation de la densité de nos mélanges sous l'effet du temps de stockage. Sur la figure 9 (olive/sésame), la densité des échantillons (90/10 ; 85/15 ; 80/20 ; 75/25) a augmenté et cela est probablement dû à la diminution de poids des acides gras. Pour l'huile d'olive pure, on observe une légère diminution. Par contre, on remarque une stabilité des valeurs de la densité des solutions avec le temps (30 jours) pour les mélanges olive/sésame.

Alors, on peut dire que l'huile de sésame a un effet sur la densité de l'huile d'olive avec le temps.

❖ Indice de réfraction

Ce paramètre est principalement utilisé pour identifier une huile et pour vérifier sa pureté, il est proportionnel au poids moléculaire des acides gras ainsi que leur degré d'insaturation [59]. Les valeurs des indices de réfraction de l'huile d'olive ainsi que l'huile enrichie sont représentées dans les figures suivantes :

1. Effet de la concentration :

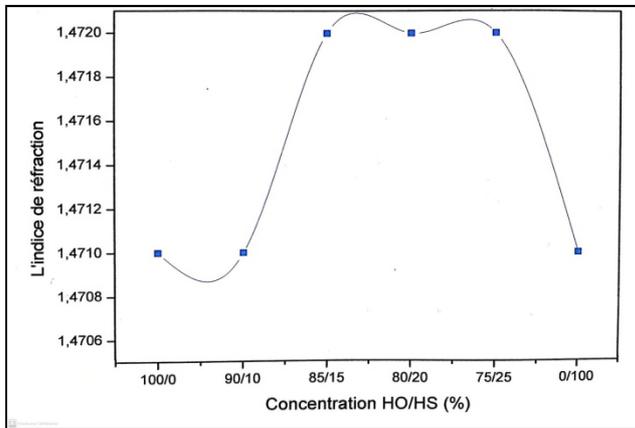


Figure 11 : Variation de l'I_R (olive/sésame) en fonction de concentration.

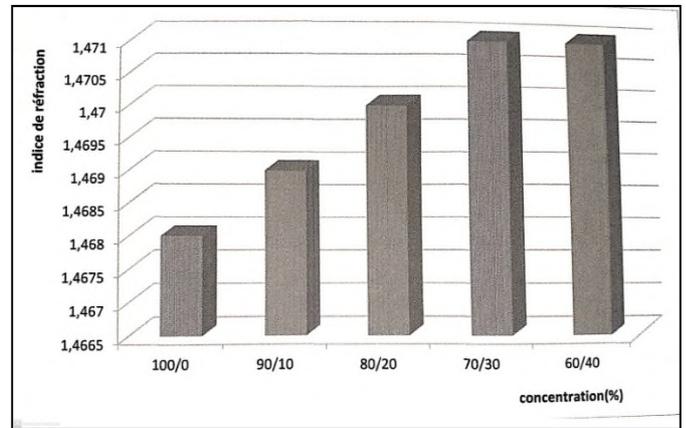


Figure 12 : Variation de l'I_R (olive/lin) en fonction de la concentration.

Les figures 11 et 12 montrent l'effet de la variation de l'indice de réfraction de nos échantillons en fonction de la concentration. La figure 11 nous informe que l'I_R de l'huile de sésame et I_R de l'huile d'olive ont une valeur similaire de 1,4710. D'après l'allure de la courbe, on remarque une stabilité de l'indice pour l'échantillon (90/10) suivie d'une légère augmentation pour les échantillons (85/10 ; 80/20 ; 75/25) et ceci est du à la similitude des I_R des deux huiles. De même, la figure 12 affiche une augmentation de la valeur de l'I_R suivie d'une stabilité de cette dernière (70/30 ; 60/40).

2. Effet du temps :

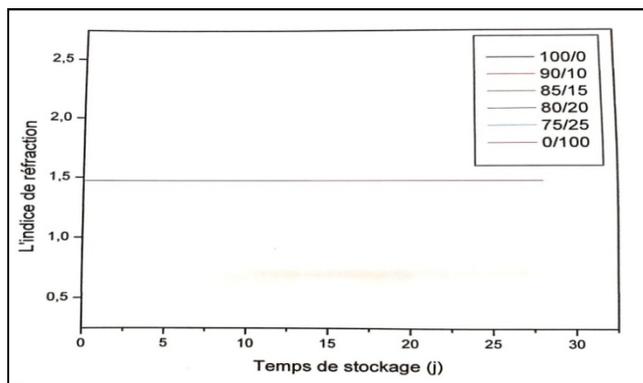


Figure 13 : Variation de l'IR (olive/sésame) en fonction du temps.

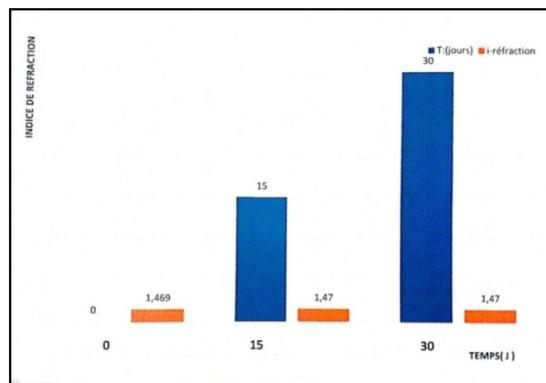


Figure 14 : Variation de l'IR (olive/lin) en fonction du temps.

Les figures 13 et 14 montrent la variation de l'IR des échantillons (olive/sésame) et (olive/lin) en fonction du temps. Sur les deux figures, on constate la stabilité de l'IR en fonction du temps (30jours).

VI.1.2. Analyses chimiques

❖ Indice d'acide

Il permet de juger l'état d'atteinte de l'huile suite à l'altération du fruit, au stockage prolongé des olives ou suite à la non- maîtrise des techniques de production de l'huile.

1. Effet de la concentration

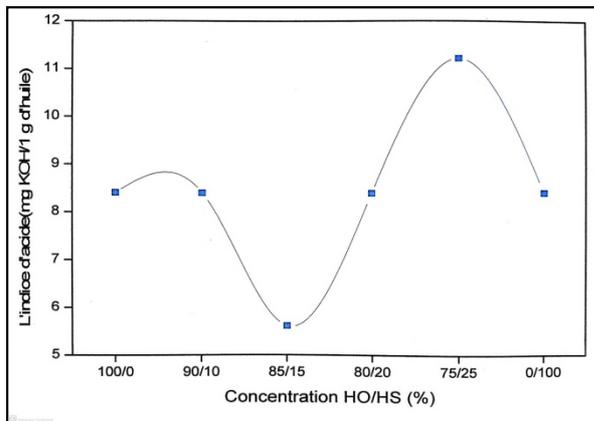


Figure 15 : Variation de l' I_A (olive/sésame) en fonction de la concentration.

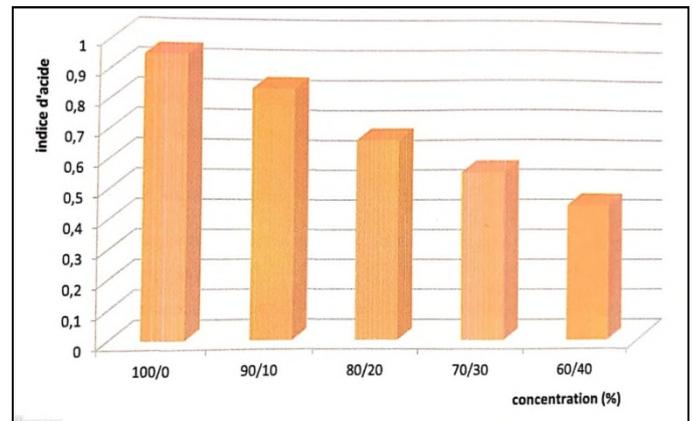


Figure 16 : Variation de l' I_A (olive/lin) en fonction de la concentration.

Les figures 15 et 16 représentent la variation de l'indice d'acide de nos échantillons en fonction de la concentration. La figure 15(olive/sésame), montre que la valeur de l'indice d'acide de l'huile d'olive et l'huile de sésame est de 8.41. On remarque que pour les mélanges (90/10 ; 80/20) la valeur de l'indice d'acide reste constante (8.41), par contre une diminution de la valeur du mélange (85/15) et une augmentation de cette dernière pour le mélange (75/25) sont constatées. La diminution au pourcentage (80/20) indique une réduction en acides gras, ce qui prouve que la présence de l'huile de sésame à ce pourcentage est bénéfique pour la stabilité de l'huile d'olive. Sur la figure 16(olive/lin), on observe une diminution de la valeur de l'indice d'acide avec l'ajout de l'huile de lin, donc ce dernier a une influence sur la stabilité de l'huile d'olive.

2. Effet du temps

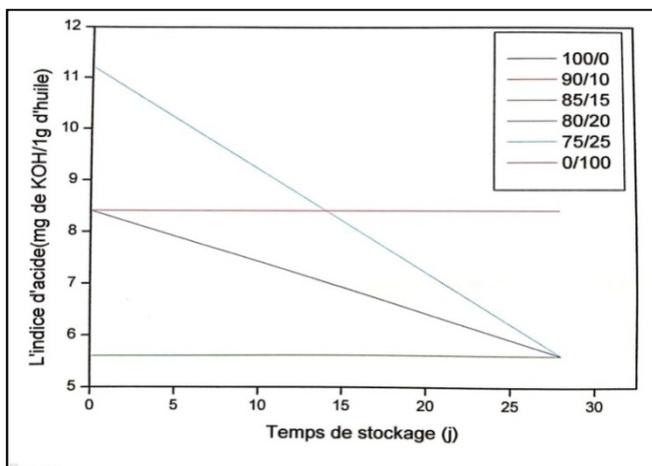


Figure 17 : Variation de l' I_A (olive/sésame) en fonction du temps.

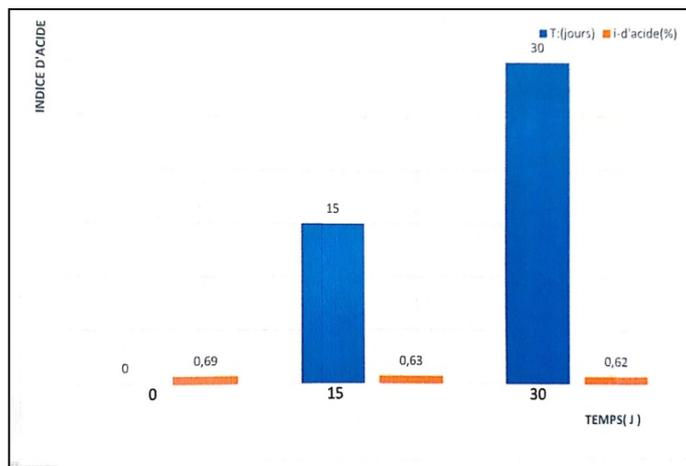


Figure 18 : Variation de l' I_A (olive/lin) en fonction du temps.

Les figures 17 et 18 représentent la variation de l'indice d'acide des échantillons d'huiles (olive/sésame) et (olive/lin) sous l'effet du temps de stockage. D'après la figure 17(olive/sésame), on remarque une certaine stabilité de l'indice d'acide pour les échantillons : 100/0 ; 90/10 ; 85/15 ; 0/100, concernant les échantillons : 80/20 ; 75/25 on observe une diminution de l'indice d'acide au fil du temps de stockage, ce qui est dû à la diminution de la libération des acides gras. La figure 18(olive/lin), on constate une stabilité de variation de l'indice d'acide en fonction du temps (30jours).

On remarque que l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de sésame effectué à ces pourcentages : 80/20 et 75/25 et l'ajout de l'huile de lin ont influencé positivement l'acidité de l'huile d'olive au fil du temps.

❖ Indice de peroxyde

Cet indice est un bon indicateur de l'état de conservation d'un corps gras. Il mesure les hydro peroxydes totaux qui sont les premiers produits d'oxydation [51].

1. Effet de la concentration :

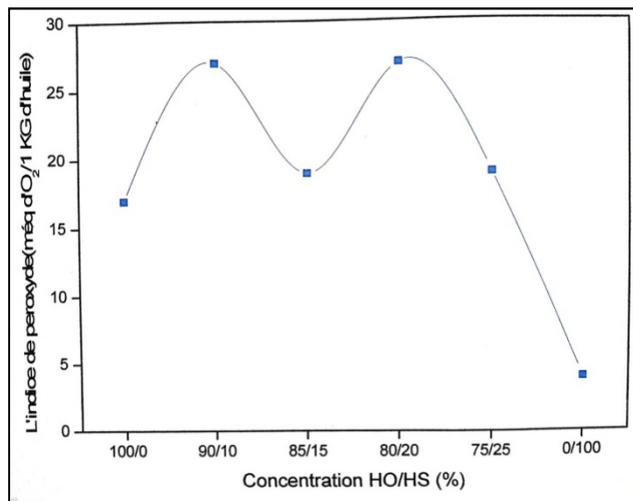


Figure 19 : Variation de l'Ip (olive/sésame) en fonction de la concentration.

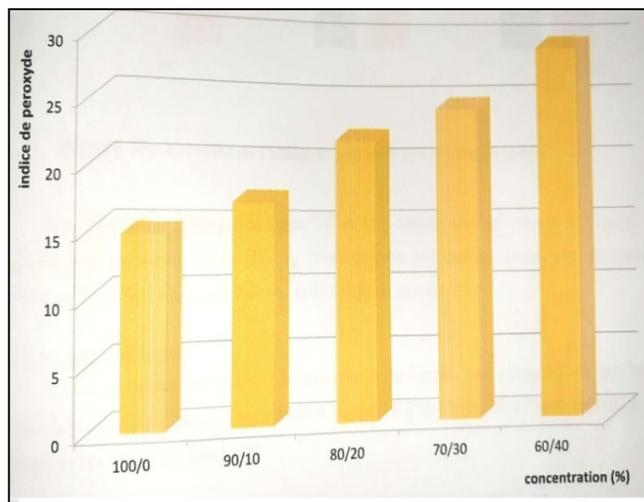


Figure 20 : Variation de l'Ip (olive/lin) en fonction de la concentration.

Les figures 19 et 20 représentent la variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles (olive /sésame, olive/lin) en fonction de la concentration. D'après la figure 19 la valeur de l'indice de peroxyde mesurée dans notre expérience pour l'huile d'olive est de 17 méq de O₂/ 1 Kg de l'huile (valeur s'intègre dans l'intervalle établi par la norme **COI** (≤ 20 méq d'O₂/1 Kg d'huile)) et pour celui de l'huile de sésame est de 4 méq d'O₂/1 Kg d'huile (valeur corresponde à la norme donnée par **Codex,2005** (10 méq d'O₂/1 Kg d'huile au max)). La courbe montre une variabilité des valeurs de l'indice de peroxyde, une augmentation de cette dernière pour les pourcentages 90/10 et 80/20 puis une diminution pour le pourcentage 85/15. Cela, nous permet de dire que notre huile modifiée est stable. Par contre, la figure 20 montre que les valeurs de l'indice de peroxyde sont en augmentation de 15 à 20, on peut dire que ces huiles sont oxydées.

2. Effet du temps :

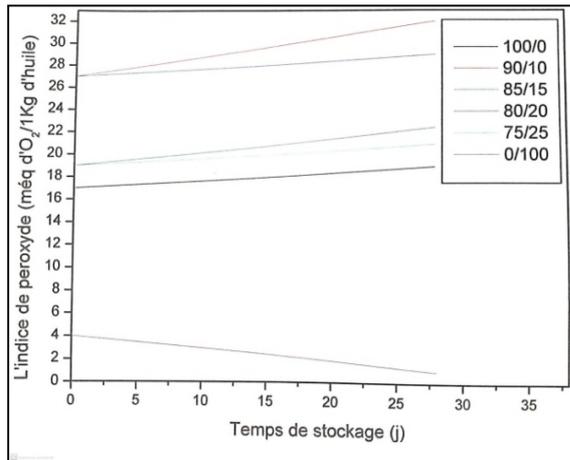


Figure 21 : Variation de l'Ip (olive/sésame) en fonction du temps.

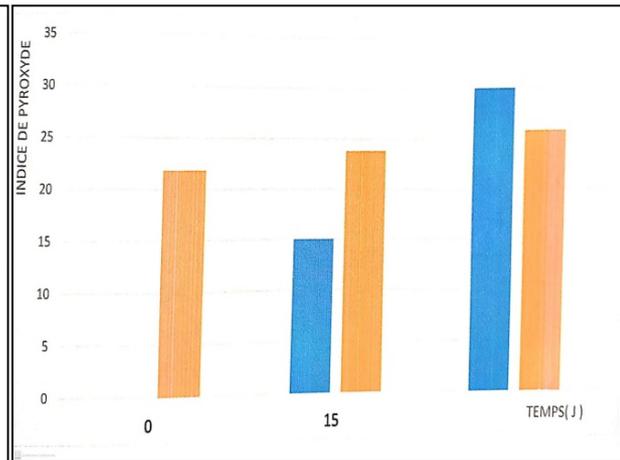


Figure 22 : Variation de l'Ip (olive/lin) en fonction du temps.

Les figures 21 et 22 représentent la variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles (olive/sésame) et (olive/lin) sous l'effet du temps de stockage. La figure 21 montre l'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive avec le temps de stockage. On remarque une augmentation après 30j. Ça peut se traduire par la libération des hydro peroxydes qui sont les premiers produits d'oxydation. Ce qui nous permet de dire l'enrichissement effectué avec ces pourcentages n'est pas bénéfique pour l'oxydation de l'huile d'olive. De même, sur la figure 22(olive/lin), une légère augmentation de l'indice de peroxyde au fil du temps est constatée.

❖ Indice d'iode

L'indice d'iode, renseigne sur le degré d'insaturation de l'acide gras contenu dans une huile donnée, il est en rapport direct avec le degré d'oxydation d'une huile. Plus l'huile est insaturée, plus son indice est élevé [56].

1. Effet de la concentration

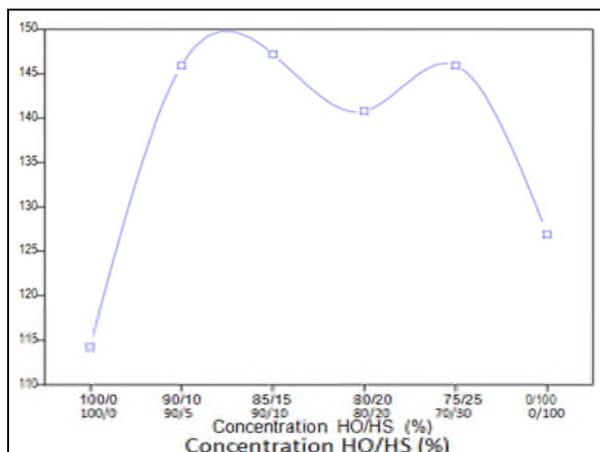


Figure 23 : Variation de l'I_i (olive/sésame) en fonction de la concentration.

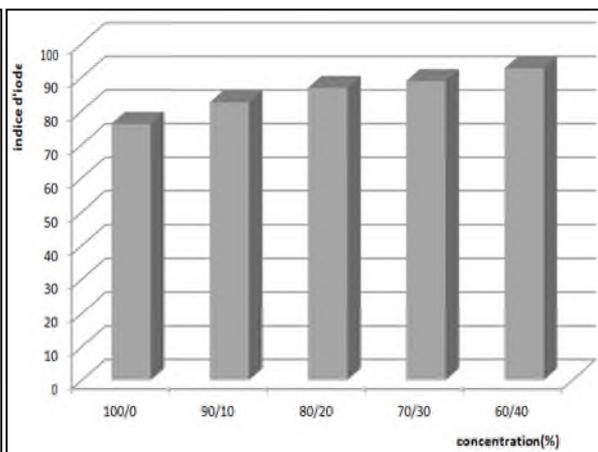


Figure 24 : Variation de l'I_i (olive/lin) en fonction de la concentration.

Les figures 23 et 24 représentent la variation de l'indice d'iode des échantillons d'huiles (olive/sésame) et (olive/lin) en fonction de la concentration. L'indice d'iode mesuré pour l'huile d'olive (figure 23) dans notre expérience est de 114.2 (I₂ / 100 g d'huile). Cette valeur est supérieure à celle établie par la norme **COI** (74-94), Cela veut dire que notre huile étudiée est insaturée. Pour l'huile de sésame son d'indice d'iode est égale à 126.9 (I₂/100g d'huile), ce dernier est élevé comparant à la norme fixée par COI (104-120 I₂/100g d'huile). Donc l'huile de sésame est insaturée, il suggère qu'il contient des niveaux élevés d'acide oléique et d'acide linoléique [9].

La courbe présente une évolution remarquable d'indice d'iode au pourcentage 100/0 jusqu'à 90/10 puis une légère diminution jusqu'au pourcentage 80/20, par la suite, la courbe reprend une légère évolution au pourcentage 70/30. Par contre la figure 24, L'analyse des histogrammes montre une légère augmentation d'indice d'iode ce qui signifie que le mélange (olive/lin) est riche en acides gras polyinsaturé.

2. Effet du temps

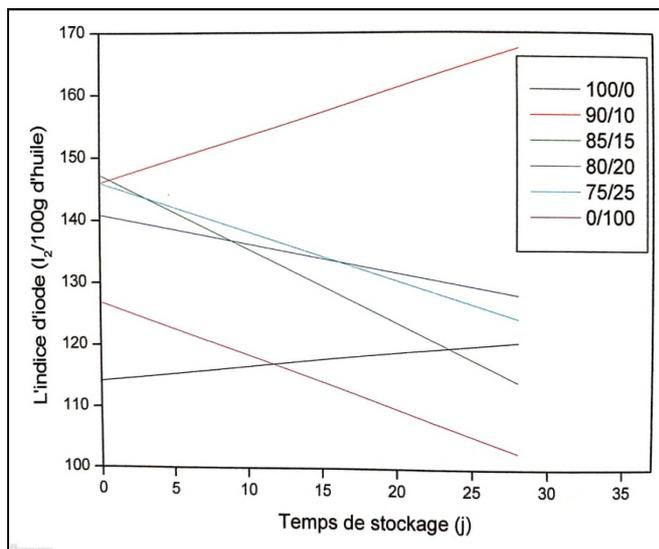


Figure 25 : Variation de l'I₁ (olive/sésame) en fonction du Temps de stockage.

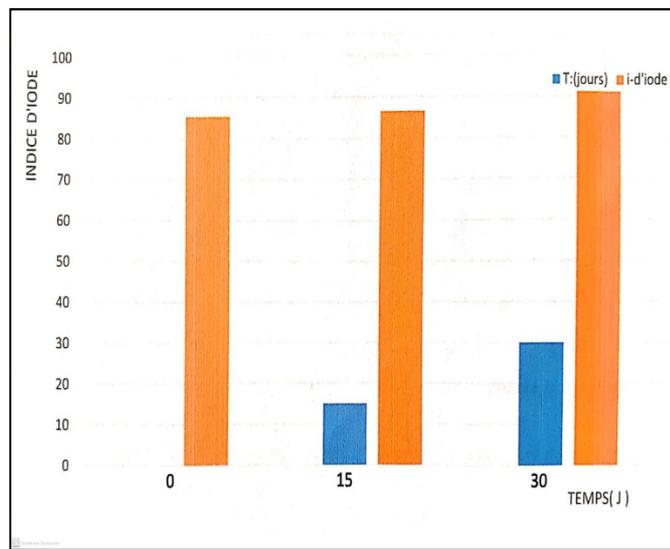


Figure 26 : Variation de l'I₁ (olive/lin) en Fonction du temps de stockage.

Les figures 25 et 26 représentent la variation de l'indice d'iode des échantillons d'huiles (olive/sésame) et (olive/lin) en fonction du temps de stockage. L'indice d'iode de l'huile d'olive obtenu après 30j dans la figure 25 est élevé par rapport à celui obtenu à 0j, ce qui veut dire que le nombre d'insaturation a augmenté et cette huile est oxydée. On remarque que pour l'enrichissement (olive/sésame) au pourcentage 90/10, l'indice d'iode a augmenté avec le temps ce qui n'est pas bénéfique, par contre l'enrichissement aux pourcentages 85/15 ; 80/20 ; 70/30 ; ont fait diminuer l'indice d'iode ce qui est bénéfique pour la stabilité à l'oxydation de l'huile d'olive.

L'analyse des histogrammes de la figure 26 (olive/lin) montre une légère augmentation d'indice d'iode au fil du temps.

❖ **Indice de saponification**

La connaissance de l'indice de saponification nous renseigne sur la longueur de la chaîne carbonée constituant l'huile.

1. Effet de la concentration :

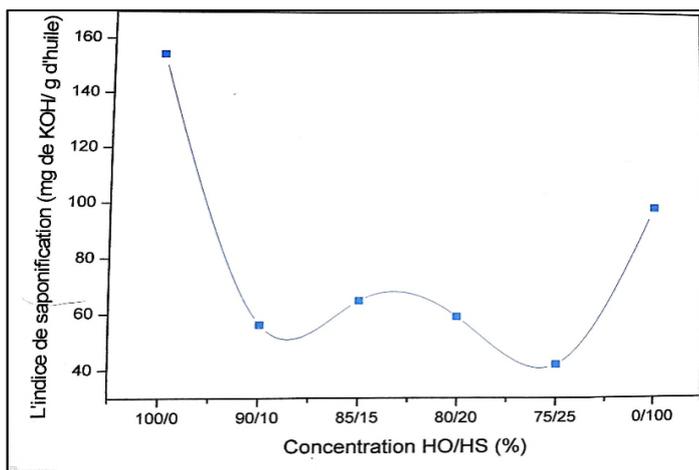


Figure 27 : Variation de l'Is (olive/sésame) en fonction de la concentration.

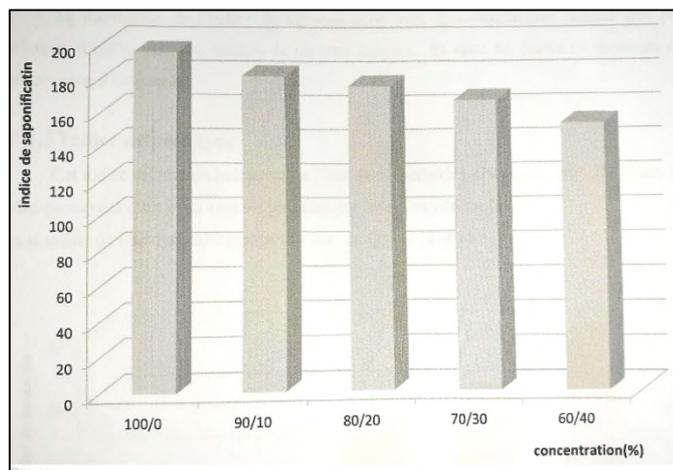


Figure 28 : Variation de l'Is (olive/lin) en fonction de la concentration.

Les figures 27 et 28 représentent la variation de l'indice de saponification de nos échantillons en fonction de la concentration. la figure 27 (olive/sésame), nous informe que la valeur de l'indice de saponification de l'huile d'olive dans notre étude est de 154,3 (mg de KOH/1h de l'huile), (inférieur à la valeur établie par la norme COI) et pour la valeur de Is de l'huile de sésame est de 98,19 (la norme Codex, 2001 : 186- 195 mg de KOH/g d'huile). La figure montre une diminution importante pour l'échantillon (90/10) suivie d'une petite augmentation pour l'échantillon (85/15), pour remarquer une autre diminution à (80/20) et atteindre son minimum à (75/25) et reprendre son augmentation jusqu'à (98,19). Par contre, on remarque dans la figure 28 une diminution continue de l'Is pour les échantillons étudiés.

2. Effet du temps

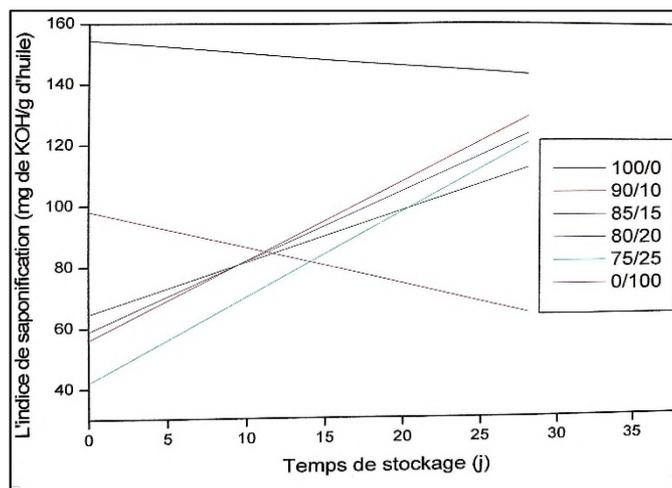


Figure 29 : Variation de l'Is (olive/sésame) en fonction du temps.

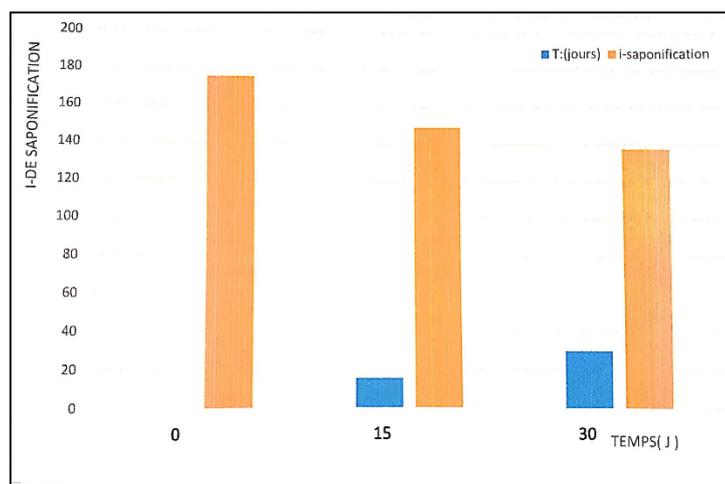


Figure 30 : Variation de l'Is (olive/lin) en fonction du temps.

Les figures 29 et 30 représentent la variation de l'indice de saponification de nos échantillons en fonction du temps de stockage. On observe sur la figure 29 (olive/sésame) l'augmentation de l'I_s pour l'huile enrichie et la diminution de ce dernier pour l'huile d'olive et l'huile de sésame au cours du temps, néanmoins, sur la figure 30 (olive/lin), on remarque la diminution de l'I_s en fonction du temps.

VI.2 Les analyses spectroscopiques

VI.2.1. Spectrophotométrie UV-Visible

L'extinction spécifique à 232 nm et à 270 nm d'une huile reflète son état d'oxydation, plus les valeurs de ces deux extinctions sont fortes, plus l'huile est peroxydée, et plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires en particulier des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270 nm. En effet, la présence des produits d'oxydation dans les huiles, traduit sa faible aptitude à la conservation.

Effet de la concentration

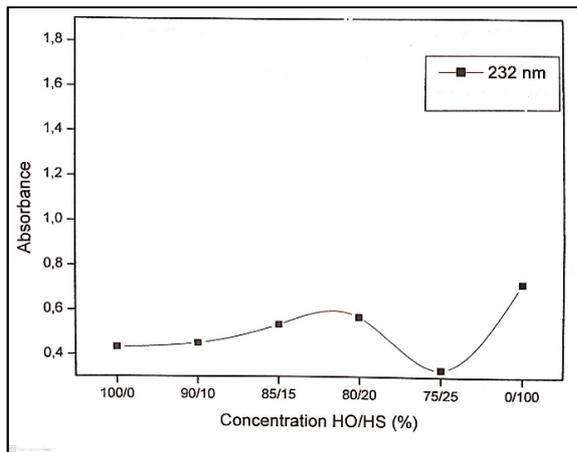


Figure 31 : Variation de l’Absorbance (olive/sésame) en fonction de C à 232nm.

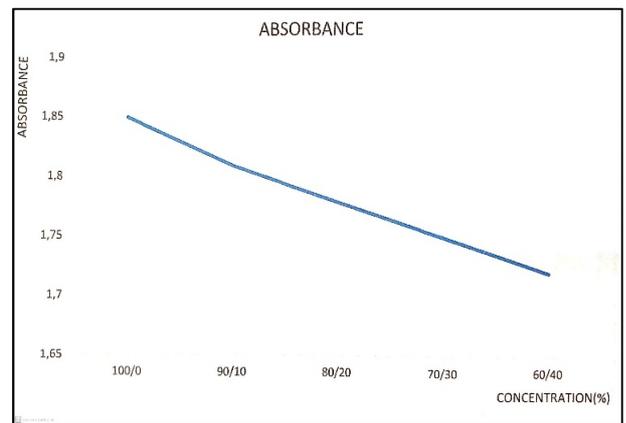


Figure 32 : Variation de l’Absorbance (olive/lin) en fonction de C à 232nm.

Les figures 31 et 32 représentent la variation de l’Absorbance de nos échantillons d’huiles sous l’effet de la concentration à 232nm. La figure 31(olive/sésame) montre une légère augmentation de l’Absorbance à 232nm jusqu’à (80/20) suivie d’une diminution pour atteindre son minimum à (75/25) et une augmentation à nouveau à (0/100). Néanmoins, dans l’autre figure 32(olive/lin), on observe une légère diminution de l’absorbance sous l’effet de la concentration (dû à l’oxydation de la matière grasse).

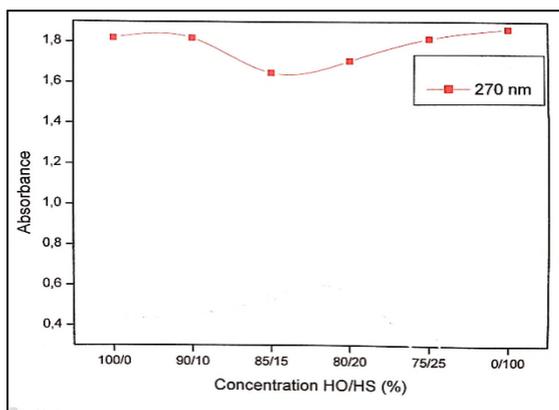


Figure 33 : Variation de l’Absorbance (olive/sésame) en fonction de C à 270 nm.

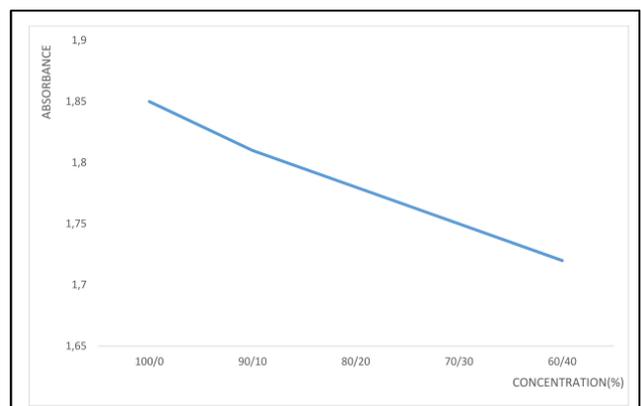


Figure 34 : Variation de l’Absorbance (olive/lin) en fonction de C à 270 nm.

Les figures 33 et 34 représentent la variation de l’Absorbance des échantillons des huiles en fonction de la concentration à 270 nm. Sur la courbe (figure 33) (olive/sésame), on remarque une légère diminution des valeurs de l’absorbance pour augmenter à nouveau. En revanche, la figure 34(olive/lin) montre une diminution continue de cette valeur.

VI.2.2. Spectroscopie Infrarouge

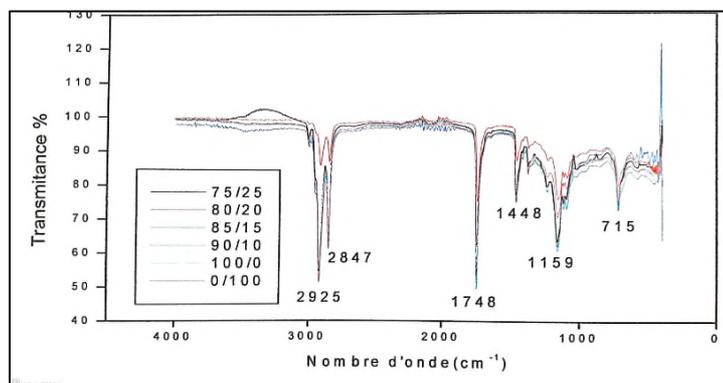


Figure 35 : Spectre IR obtenu pour (olive/sésame) en de temps.

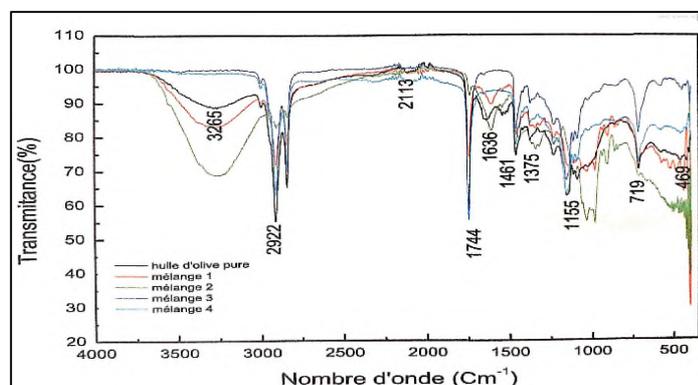


Figure 36 : Spectre IR obtenu pour fonction (olive/lin) en fonction de temps.

On observe dans la figure 35 l'apparition d'une bande intense à 2925 cm^{-1} (C-H d'un alcane, O-H d'un acide lié ou bien R-CHO d'un aldéhyde) et une bande moyenne à 2847 cm^{-1} (C-H, O-H, R-CHO), une autre intense à 1748 cm^{-1} (C=O d'une cétone ou ester), on observe aussi une bande faible à 1448 cm^{-1} (CH_2 d'un alcane, C=C aromatique), une bande d'intensité moyenne à 1159 cm^{-1} (C-O ester, $(\text{CH}_3)_2$) et finalement l'apparition d'une bande faible à 715 cm^{-1} et toutes ces bandes sont moins intense pour l'échantillon (80/20). Mais, dans la figure 36 on observe l'apparition d'une large bande à 3265 cm^{-1} (OH d'un alcool ou phénol) et une bande intense à 2922 cm^{-1} (C-H, COH), une autre faible à 2113 cm^{-1} (acétyle) et une intense à 1744 cm^{-1} (cétone), on remarque aussi 3 bandes de faible intensité à 1636 cm^{-1} (C=O ester et acide saturé), 1461 cm^{-1} (OH d'un acide), 1375 cm^{-1} (CH_3). Une bande large à 1155 cm^{-1} (C-O d'un alcool primaire) suivie de 2 bandes faibles à 719 cm^{-1} (formation d'une chaîne carbonique $(\text{CH}_2)_{n>4}$) et à 469 cm^{-1} (formation d'un alcane conjugué R-CH=CH-R'), et ces bandes sont moins intense pour les mélanges d'huiles (olive/lin).

CONCLUSION

Conclusion

Dans le but d'améliorer la stabilité oxydative de l'huile d'olive, notre travail est consacré à l'étude comparative de l'enrichissement de l'huile d'olive avec l'huile de sésame et l'huile de lin à différentes conditions (concentration et temps de stockage).

On a utilisé un ensemble de technique d'analyses physico-chimiques et spectrales (indice d'acide, indice d'iode, indice de saponification, la densité, indice de peroxyde, indice de réfraction, UV-Visible et Infrarouge) pour la caractérisation des mélanges.

Les résultats de l'étude comparative obtenus nous ont permis de conclure que :

- L'ajout de l'huile de lin et l'huile de sésame à différentes concentrations et temps de stockage a un effet sur : la densité, l'indice de saponification, mais pas sur l'indice de peroxyde.
- L'indice d'acide pour l'huile d'olive enrichie par le sésame est stable au pourcentage (85/15), pour l'huile d'olive amélioré par l'huile de lin est stable.
- Pour l'indice d'iode, le pourcentage (80/20) est bénéfique pour la stabilité oxydative de l'huile d'olive. Pour l'huile de lin une oxydation a eu lieu.
- L'indice de peroxyde pour l'huile d'olive enrichie par le sésame est bénéfique au pourcentage (85/15) pour la stabilité oxydative, et pour l'huile de lin, elle est oxydée.
- L'absorbance dans UV-Visible montre la présence d'une oxydation de la matière grasse.

Après l'analyse des résultats obtenus, on arrive à dire que l'huile de sésame est favorable pour améliorer la stabilité oxydative de l'huile d'olive.

- [1].D, Boskou. Olive oil: minor constituents and health. Edited by dimitrion boskou crc press: taylor and francis group.boca.raton London new York, 2008
- [2].D, Boscou. Olive Oil Composition. In Olive Oil : Chemistry and Technology. AOACS Press, USA, (1996)
- [3]. S, Veillet. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse en Sciences de l'Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse.2010
- [4].I, Gharbi.M, Issaoui; S,Mehri; I,Cheraief; S,Sifi; M, Hammami; Agronomic and technological factors affecting tunisian olive oil quality. Agricultural Sciences, 2015
- [5]. H. Kavuncuoglu; T D.Capari ; S.Karamani ; H.Yalcini. Oxidative stability of extra virgin olive oil blended with sesame seed oil during storage: an optimization study based on combined design methodology. Food Measure, 2017
- [6]. T. Rachid. Extraction et caractérisation de l'huile de grains de sésame de diverse origine, étude de l'influence du solvant, de la méthode d'extraction et de la torréfaction sur la composition de l'huile. Thèse, 2013
- [7]. G.Cecile. Extraction aqueuse et athermique de l'huile de lin assistée par décharges électriques de haute tension. Thèse, Université de technologie Compiègne, 2005.
- [8]. ANDJOUH.M. Etude des caractéristiques physico-chimiques d'une huile modifiée, Mémoire master, Université de Bejaia, 2019.
- [9]. B. Dallila ; B. Sonia, Enrichissement de l'huile d'olive par un corps gras, Mémoire master. Université de Bejaïa, 2019.
- [10]. K. Ghedira. L'olivier phytothérapie, 2008.
- [11]. E Tsagarikie; N. Harris; Lazarides;B. Knostantions. Olive mill waste water tretment.springerlink, 2007.
- [12]. <https://laterreestunjardin.com/wp-content/uploads/2019/08/Olivier-25.jpg>
- [13]. N. Benyahia; K. Zein. Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. Contribution spéciale de Sustainable Business Associates (Suisse) à l'atelier «Pollution and Development issues in the Mediterranean Basin» du 28 janvier 2003 dans le cadre de la 2ème Conférence Internationale Swiss Environmental Solutions for Emerging Countries (SESEC II) du 28-29 janvier 2003 à Lausanne, Suisse.

- [14]. S. Angles. « Les Appellations d'Origine Protégée (AOP) d'huile d'olive de l'Union européenne », Méditerranée, 2007.
- [15]. Z. Bakir. Valorisation des phytostérols extraits de l'huile d'olive vierge dans une formulation alimentaire diététique.
- [16]. A. Hamiroune ; M. Fekrache, Caractérisation physico-chimique de l'huile d'olive variété Chemlal des différentes wilayas de l'Algérie.
- [17]. S. Henry. L'huile d'olive : son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique. Sciences pharmaceutiques, 2003.
- [18]. A. Cichelli; G. Pertesana. High-performance liquid chromatographic analysis of chlorophylls, pheophytins and carotenoids in virgin olive oil: chemometrics approach to variety classification. Journal of chromatography, 2004.
- [19]. A.hmad ; S. Clyde.1992. Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie que sont-elles? Comment fonctionnent-elles, 1992.
- [20]. Conseil Oléicole International. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de Grignons d'olive. COI/T.15/NC N° 3/Rév. 14. Novembre 2019.
- [21]. R. Selaimia. Etude de l'huile d'olive d'Algérie. Université de 8 Mai 1945 Guelma, 2018.
- [22]. S.Addou. Etude des paramètres physico-chimiques et organoleptiques de l'huile d'olives de la variété Siguoise dans la région de Tlemcen, 2017.
- [23].D. Boskou. Phenolic Compounds in Olives and Olive Oil in Olive oil: minor constituents and Health. CRC Press, 2009.
- [24]. N. Benyahia ; K. Zein. Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées, 2003.
- [25].D. Boskou. Olive Oil: Chemistry and Technology, 2015.
- [26]. B. Baccouri; W. Zarrouk; O, Baccouri; M. Guerfel; I.Nouairi;D. Krichene; D.Daoud; M. Zarrouk. Composition, quality and oxidative stability of virgin olive oils from some selected wild olives (*Olea europaea* L. subsp. *Oleaster*). Grasas y Aceites, 2008.
- [27]. C. Lazzerini; V. Domenici. Pigments in Extra-Virgin Olive Oils Produced in Tuscany (Italy) in Different Years. Foods, 2017.

[28]. S. Azadmard-Damirchi. Olive Oil. Phytosterols, Tracing of Adulteration with Hazelnut Oil and Chemical Interesterification, 2007.

[29]. N. Talhaoui ; AM. Gómez-Caravaca ; L. León ; R. De la Rosa ; A. Fernández-Gutiérrez ; A. Segura-Carretero. From olive fruits to olive oil: Phenolic compound transfer in six different olive cultivars grown under the same agronomical conditions. International journal of molecular sciences, 2016.

[30].J. Faghim; F. Guasmi; Ben Mohamed; M. Ben Ali; S. Triki, T. Guasmi ; A. Zamouri, T., Lahzein, M. Nagaz, K. Comparaison de la composition physicochimique d'huile d'olive chez la variété chemlai sous l'effet d'irrigation. Institut des régions arides de Médenine, Tunisie, Faculté des sciences de Gabès, Tunisie 2016.

[31]. A.Soulhi. Contribution du laboratoire officiel d'analyses et de recherches chimiques de CASABLANCA a la promotion de la qualité de l'huile d'olive au MAROC.

[32].A.Iddir. Etude comparative du comportement des huiles d'olive durant leur stockage. Influence du climat, l'altitude et la date de récolte. Thèse, Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem ,2020.

[33]. C.Montpellier. Thèse, l'huile d'olive : intérêts alimentaire et cosmétique, Université d'Aix-Marseille – Faculté de Pharmacie – 27 bd Jean Moulin – CS 30064 - 13385 Marseille cedex 05 – France, 2019.

[34].A. Hammar ; S.Tahenni. Effet des matériaux d'emballage et des conditions de stockage sur la Qualité de l'huile d'olive conservée, Master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2018.

[35]. D.Lebdri ; S. Berkani. Contributions à l'évaluation de la qualité de l'huile d'olive produit au niveau de trois régions de la willaya de Tizi- Ouzou (Ouaguenoun, Makouda, Iboudraren) de campagne oléicole, Master, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2015.

[36]. N.Chekroun .Détermination de la capacité antioxydante des huiles végétales : Huile Afia, Master université Abou Beker Belkaid,Tlemcen Algérie,2013.

[37]. M. Abdelaziz ; N. Abdellah ; M. Housseynes; K.Nedjari ; A. Benhadh ;A. Saadi. Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle, journal, 2014.

[38]. X. Pelletier ; S. Belbraouet ; D. Mirabel. A diet moderately enriched in phytosterols lowers plasma cholesterol concentrations in normocholesterolemic humans, 1995.

[39]. A.Berbert; CR; Kondo; CL. Almendra; T.Matsuo; I.Dichi. Supplementation of fish oil and olive oil in patients with rheumatoid arthritis, 2005.

[40]. M.Rosa ; E.Lamuella-Raventos ;E. Gimeno ; F. Montse ; AI.Castellote; M.Covas ;MC. De la torre-Boronat;MC. Lopez-Sabater. Interaction of Olive Oil Phenol Antioxidant Components with Low-density Lipoprotein ,2004.

[41]. E.Leon Carralafuente .Les bienfaits del'huile d'olive. Diabète et société, 2003.

[42]. D Adjaoute, S. Yahiaoui. Cinétique d'enrichissement de l'huile d'olive par la tomate lors de la conservation,Master , Université de bouira,2018.

[43]. <https://www.toutvert.fr/huile-de-sesame/>

[44]. T. Rachid, Extraction et caractérisation de l'huile de grains de sésame de diverse origine, étude de l'influence du solvant, de la méthode d'extraction et de la torréfaction sur la composition de l'huile, Thèse, 2005.

[45]. A. Ashri ; R J.Singh. Sesame (sesamum indicum L). Edition: RAM J. SINGH.2007

[46]. M.AKARALESKIND. Des corps gras. Edition Lavoisier, 1992.

[47]. <http://www.selection.ca/cuisine/nutrition/graines-de-lin-bienfaits-vertus/>

[48].K.Hadjazi. Mémoire ; Etude de quelque paramètres du stress oxydatif chez les rats consommant le régime cafeteria enrichi en huile de lin, université de Tlemcen, 2011.

- [49]. <https://doctonat.com/huile-de-lin-bienfaits-dangers/>
- [50]. BS. Tzang; SF. Yang; Fu SG; Yang HC; HL .Sun; YC .Chen. Effects of dietary flaxseed oil on cholesterol metabolism of hamsters. Food Chemistry, 2009.
- [51] A.Mesaoudi. Contribution à l'étude de la qualité de l'huile de lin (*Linum usitatissimum*) par des méthodes physico-chimiques. Mémoire Université de Tlemcen, 2017.
- [52]. <https://www.compagnie-des-sens.fr>
- [53]. PH .Lion. Travaux pratiques de chimie organique. Edition Dunod, Paris. 1955.
- [54] : J .Wolff. Manuel d'analyse des corps gras. Edition Azoulay, Paris. 1968.
- [55].M. Ollé. Analyse des corps gras. Basesdocumentaires: techniques d'analyses,Ed. Techniques de l'ingénieur, 2002.
- [56].M.Njussa. Etude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises. Mémoire de fin d' étude en vue de l' obtention du D.I.P.E.S.II, 1999.
- [57]. J. H. Djom. Suivi de la palmisterie du processus de fabrication de l'huile de palme et contrôle de qualité des produits finis. Mémoire de fin d'étude ENSIAAAC Université de N'Gaoundéré, 1993.
- [58]. S Kichewassay. L'étude des champs électromagnétiques singuliers dans des espaces et dans le tenseurs .Journal Math Physique, 1968.
- [59]. A.Benaissa. Etude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique et d'un tensioactif ; thèse doctorat. Université Mentouri constantine 2011.

Résumé

Le travail présenté dans ce mémoire est basé sur l'étude comparative des analyses physico-chimiques de l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de sésame et l'huile de lin à différentes concentrations (100/0 ; 90/10 ; 80/20 ; 75/25 ; 70/30 ; 60/40 ; 0/100) et stockés pendant 30 jours à températures ambiante. Dans le but d'évaluer la stabilité oxydative de l'huile d'olive, les analyses physico-chimiques et spectrales (densité, indice d'iode, indice d'acide, indice de réfraction, indice de saponification, indice de peroxyde, UV-Visible et infrarouge) ont été utilisés. Après l'étude, il a été observé que l'huile de sésame diminue encore mieux l'oxydation de l'huile d'olive enrichie pendant le stockage. L'analyse par spectrophotométrie UV-Visible à 232 nm montre une oxydation primaire lente et des produits secondaires d'oxydation à 270 nm.

Mots clés : huile d'olive, huile de sésame, huile de lin, stabilité oxydative.

Abstract

The work present in this memory is based on the comparative study of the physicochemical analysis of the enrichment of olive oil by sesame oil and lin oil at different concentrations (100/0 ; 90/10 ; 80/20 ; 75/25 ; 70/30 ; 60/40 ; 0/100) and stoked for 30 days at room temperature. In order to evaluate the oxidative stability of olive oil, physicochemical and spectral analyses (density, iodine number, acid number, refractive index, saponification number, peroxide index, UV-Visible and infrared) have been used. After the study, it has observed that sesame oil decrease even better the oxidation of enriched oil during storage. Analyses by UV-Visible spectrophotometry at 232 nm show a slow primary oxidation and secondary oxidation products at 270 nm.

Key words: olive oil, sesame oil, lin oil, oxidative stability.