

Mémoire de Master

Présenté par :

ANDJOUH Moussa

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

Spécialité : Chimie Analytique.

Thème :

Etude des caractéristiques physico-chimiques
d'une huile modifiée

Soutenu le : 04/07/2019.

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom		Département d'affiliation	Qualité
M.BENKHODJA	Zahra	Chimie	Présidente
M.BOUKEHIL	Ghouzala	Chimie	Examinatrice
M.ISSAADI	Hamida	Chimie	Encadreur

2018-2019

REMERCIEMENTS

Nous nous adressons en premier lieu notre reconnaissance à notre DIEU tout puissant, de nous donner la santé et la volonté d'entamer et terminer ce mémoire.

Nous tenons par le présent travail à témoigner notre reconnaissance et gratitude envers notre encadreur, en l'occurrence **MADAME ISSAADI.H**, et **MADAME BOUKEHIL.GH** enseignantes dans département de chimie à la Faculté de sciences exact (Université de Bejaia), ainsi a la présidente de juré Madame **BENKHODJA. Z** pour leurs aides et disponibilités, en particulier pour les précieux conseils prodigués durant l'élaboration de notre modeste mémoire de fin d'études.

Nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont contribués de près ou de loin à l'élaboration de ce modeste travail.

Dédicaces

*En premier lieu je remercie Allah le tout puissant de m'avoir
Donné la volonté, la santé et le courage pour réaliser ce travail.*

Je dédie ce travail :

Â mes chers parents

Mon père

*Signe de fierté et d'honneur, ce travail est le vôtre, Inchallah tu
trouveras ici toute mon affection et ma profonde gratitude pour
toutes ces années de sacrifice pour moi.*

Ma mère

*Nul mot ne parviendra jamais à exprimer l'amour que je te porte.
Ton amour, ta patience, ton encouragement et tes prières ont été
pour moi le gage de la réussite. J'espère que ce travail soit à tes yeux
le fruit de tes efforts et n témoignage de ma profonde affection.*

Â mes oncles, mes tantes, mes cousins et cousines.

*Â mes chères amis (es) et particulièrement, Hani, Fateh, Lmokhtar,
Khaled, Amine, Moh, Sonia*

Lynda mes frères : Abdelwahab, Faouzi, Soeurs, Salwa, Rbiha et

Noria

A vous tous merci.

Moussa ANDJOUH

Liste des abréviations

A.F.I.D.O.L: Association Française Interprofessionnelle de l'Olive

ANOVA: Analysis Of Variance.

BHA : butylhydroxyanisole.

UV : Ultra-Violet.

C : Concentration.

% : Pourcentage.

FAO: Food and Agricultural Organization.

FeCl₃ : Chlorure ferrique.

HE : Huile Enrichie.

T : Température.

V : Volume de la solution.

AGL : Acides gras libres .

AGLC : Acide Gras à Longue Chaîne.

AGMI : Acides Gras Mon-Insaturés .

AGPI : Acides Gras polyinsaturés .

AGS : Acides Gras Saturés .

ALA : Acide alpha-linolénique.

IR : Infra-rouge.

KOH : Hydroxyde de potassium.

HCL : Chlorure d'hydrogène.

D : Densité.

IA : Indice d'acide.

IP : Indice de peroxyde.

IS : Indice de saponification.

Ii : Indice d'iode.

IE : Indice d'ester.

Liste des figures

Figure1:Principaux pays producteurs d'huile d'olive pour la campagne 2016/2017(A.F.I.D.O.L, 2016).....	2
Figure 02 : représentation mondiale (A) et européenne (B) d'huile de lin en 2010 (FAOSTAT,2012).	11
<i>Figure 04 : Gamme de couleurs des graines de lin (Dybing et Lay, 1981)</i>	<i>17</i>
<i>Figure 5 : Représentations schématiques de la graine (A), section longitudinale de la graine (B, C), et assises cellulaires (en coupe transversale D, en coupe longitudinale E)</i>	<i>18</i>
Figure 6 : la variation de la densité en fonction de la concentration.....	33
Figure 8 : la variation de l'indice de réfraction en fonction de concentration(%).	34
Figure 9 : la variation de l'indice de réfraction en fonction de temps.....	34
Figure 10 : la variation de l'indice d'acide en fonction de concentration.....	35
Figure 11 : la variation de l'indice d'acide en fonction du temps.....	36
Figure 12 : variation de l'indice de saponification avec la concentration.....	37
Figure 13 : variation de l'indice de saponification en fonction de temps.	38
Figure 14 : la variation de l'indice de peroxyde en fonction de la concentration.	39
Figure 15 : la variation de l'indice de peroxyde sous l'effet de temps.	39
Figure 16 : la variation de l'indice d'iode en fonction de la concentration.	40
Figure 17 : la variation de l'indice d'iode avec le temps.	41
Figure 18 : la variation de l'indice d'ester avec la concentration.....	41
Figure 19 : la variation de l'indice d'ester en fonction de temps.....	42
Figure 20 : évaluation de l'absorbance sous l'effet de concentration.	44
Figure 21 : variation de l'absorbance sous l'effet de concentration.	45
Figure 22 : les spectres des mélanges de l'huile d'olive de l'enrichit par l'huile de lin.	46

Liste des tableaux

Tableau 01 : Critères de qualité des différentes catégories d'huile d'olive selon les normes du codex Alimentarius [24].	4
Tableau 0 2 : Répartition (%) des acides gras en positions interne (sn-2) et externes (sn-1 & -3) des triglycérides de l'huile de lin. (4 échantillons d'origines différentes, approvisionnements Europe – résultats ITERG).	13
Tableau 03 : les données techniques sur l'huile de lin.	14
Tableau 04 : représentation les valeurs typiques de l'huile de lin.	15
Tableau 5: l'enrichissement de l'huile d'olive	20
Tableau 6 : présentation de l'absorbance en fonction de concentration des mélanges (k=232nm) :	43
Tableau 7 : présentation les résultats de l'absorbance en fonction de concentration des mélanges (k=270nm) comme suivant :	44
IV.4 Spectroscopie infrarouge.	45
Tableau 8 : position et identification de bandes caractéristiques observées par IR sur les mélanges d'huile.	46

Table de matière

Introduction	1
Chapitre I	Généralité sur l'huile d'olive
I. généralités sur l'olivier	2
I.1 définition de l'huile d'olive	2
I.2 classification de l'huile d'olive	3
I.3 production de l'huile d'olive.....	3
I.4 composition de l'huile d'olive	4
I.4.1 la fraction saponifiable.....	4
I.4.1.1 les glycérides.....	4
I.4.1.2 les acides gras	4
I.4.2 fraction insaponifiable	5
I.4.2.1 tocophérols	5
I.4.2.2 composition phénoliques	5
I.4.2.3 les pigments	6
I.5 caractéristique physico-chimique de l'huile d'olive	6
I.6 Intérêt diététique et nutritionnel de l'huile d'olive	7
I.7 enrichissement de l'huile d'olive	8
I.7.1 enrichissement endogène	9
I.7.2 enrichissement exogène	10
Chapitre II	Généralité sur l'huile et graine de lin
II. définition le lin.....	11
II.1 contexte socio-économique de lin.....	11
II.2 définition de l'huile de lin.....	12
II.3 composition chimique de l'huile de lin.....	12
II.3.1 acides gras et triglycérides.....	13
II.3.2 Tocophérols, stérols	14
II.4 caractéristiques physico-chimique de l'huile de lin.....	15
II.5 la plante de lin.....	16
II.6 les grains de lin	17
II.6.1 structure et composition biochimique.....	17
II.6.2 Morphologie et microstructure des graines de lin.....	18
II.7 Effets bénéfique de l'huile de lin sur la santé	18
II.8 enrichissement d'huile d'olive.....	19

Table de matière

Chapitre III	Matériels et méthodes
III. Méthodes et matérielle	20
III.1.2 Indice de saponification.....	22
III.1.3 Indice de peroxyde	23
III.1.4 Indice d'iode.....	25
III.2 Caractère physique	26
III.2.1 densité relative.....	27
III.2.2 Indice de réfraction.....	27
III.3 absorbance dans l'ultra- violet	28
III.4 spectroscopie d'infra-rouge.....	29
Chapitre IV	Résultats et discussion
IV. introduction	30
IV.1 Analyses physico-chimiques.....	31
IV.1.1 La densité	32
IV.1.2 Indice de réfraction	33
IV.1.3 Indice d'acide	35
IV.1.4 Indice de saponification	37
IV.1.5 Indice de peroxyde	39
IV.1.6 Indice d'iode	40
IV.1.7 Indice d'ester.....	43
IV.3 Spectroscopie uv-visible	45
IV.4 Spectroscopie infrarouge.....	47
Conclusion	48

Introduction

Introduction

Les huiles végétales constituent une denrée irremplaçable dont la consommation augmente pour cause de croissance démographique mondiale. Cette demande accrue d'huiles végétales, pour des applications tant industrielles qu'alimentaires, met en lumière un besoin d'optimisation des procédés actuels de production. Comme pour tous procédés industriels ayant à faire face à cette problématique, leur amélioration est orientée vers une augmentation du rendement d'extraction, de la qualité des produits obtenus ainsi que vers la diminution des coûts de production.

L'huile d'olive est considérée comme une source importante de lipides spécialement dans la région méditerranéenne, sa richesse en acides gras insaturés la rend susceptible à l'oxydation durant le stockage (**Lesage-Meessen, 2001**). elle a une grande résistance à l'oxydation, cela est dû à sa composition : présence des phénols. L'oxydation des huiles modifie leurs propriétés organoleptiques (couleur, odeur et goût), leur durée de conservation et leur qualité nutritionnelle (**Iqbal et Bhauger, 2007**). Cependant, pour améliorer la résistance à l'oxydation et les problèmes liés à la stabilité oxydative de l'huile, différentes méthodes sont utilisées. Parmi elles l'incorporation d'antioxydants naturels. Des antioxydants synthétiques tels que le butylhydroxytoluène (BHT), le butylhydroxyanisole (BHA) et l' α -tocophérol synthétique sont utilisés comme additifs alimentaires. Toutefois, des études récentes ont révélé la toxicité de ces additifs, les risques qu'ils présentent sur la santé et leur effet cancérigène (**Prior, 2004**). Compte tenu de ces effets, un grand intérêt est accordé pour les antioxydants naturels qui sont supposés être plus sains (**Yanisheliev et Marinova, 2001**).

Les composés phénoliques sont les antioxydants naturels les plus importants qui se trouvent dans les différentes parties des plantes (fruit, feuilles, pelures, graines...). Ils possèdent une structure chimique ayant une capacité de piéger les radicaux libres, réagir comme donneurs d'électrons ou de protons et chélater des ions métalliques (**Rice-Evans et al., 1997**).

C'est dans ce sens que s'inscrit notre étude dont l'objectif est le suivi de l'effet d'un corps gras sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive. Cette étude est constituée de trois parties :

Partie I : synthèse bibliographique sur l'huile d'olive et l'huile de lin.

Partie II : partie expérimentale porte sur Les méthodes d'analyses classiques utilisées dans ce travail, la préparation des échantillons et l'instrumentation utilisés sont décrites.

Partie III: résultats et discussions.

Une conclusion

Chapitre I

Généralités sur l'huile d'olive

I. généralités sur l'olivier

Olea europaea est une variété domestiquée de l'oléastre, plante endémique de la zone méditerranéenne connue depuis 50 000 ans, arrivée d'Asie en passant par la Grèce antique et le moyen-orient (Syrie, Ougarit, Palestine) (Fouin et Sarfati, 2002), son origine semble être le croissant fertile (Chevalier, 1948). Sa culture a connu une expansion à travers la méditerranée depuis 1200 à 500 ans avant JC au gré des civilisations et des conquêtes. Aujourd'hui, l'olivier est massivement cultivé sur tout le pourtour méditerranéen ainsi qu'en Amérique du Nord [1].

L'olivier est un arbre de la famille des oléacées. Il possède un tronc court, Gros et tordu et parfois tortueux, et une tête large pourvue de branches hautes de 4 ou 5 mètres.

Ses feuilles sont opposées, persistantes et coriaces entières et d'une forme elliptique très étroites et pointues. Elles sont vertes et brillantes par la gerbe, blanches âtres par l'envers. Les fleurs sont blanches et très petites et elles se présentent comme des grappes axillaires.

Son fruit, l'olive, est une drupe de forme ovoïde de 2 à 4 cm de longueur, selon les variétés, de couleur verte jaunâtre, qui devient violet à la maturité. Sa saveur est amère [2].

I.1 Définition de l'huile d'olive

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature [3].

I.2 Classification de l'huile d'olive

La mesure de l'acidité, de l'indice de peroxyde, de l'absorbance dans l'UV de l'huile, ainsi que les caractéristiques organoleptiques caractérisent la catégorie d'appartenance de l'huile d'olive [4]. Les différentes catégories d'huile d'olive ainsi que les limites des critères de qualité établies par le [3].

I.3 Production de l'huile d'olive

La production de l'huile d'olive se concentre principalement dans les pays du pourtour méditerranéen. Pour la campagne 2016/ 2017, la production mondiale est estimée à 2 538 000 tonnes[5]. L'Algérie est considérée comme un producteur de l'huile d'olive au niveau mondial. Elle est Classée en 9^{ème} position avec une production de 74000 tonnes soit 2,73% de la production mondiale (A.F.I.D.O.L, 2016).

Les principaux pays producteurs de l'huile d'olive sont représentés dans la **figure 1** :

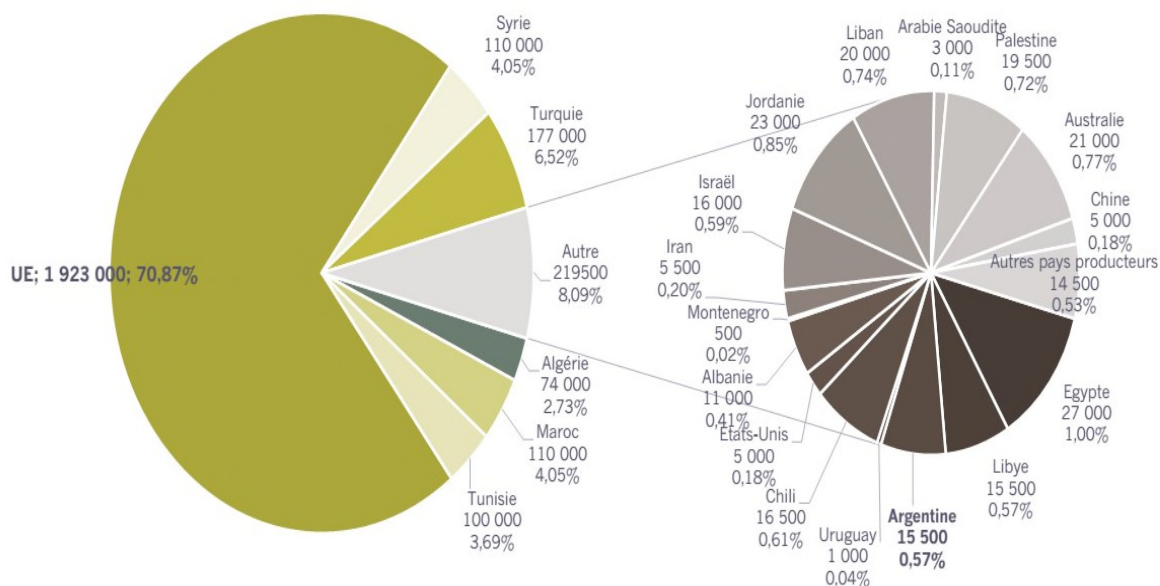


Figure 1: Principaux pays producteurs d'huile d'olive pour la campagne 2016/2017 (A.F.I.D.O.L, 2016).

Pour la campagne 2016/2017, la willaya de Bejaia est classée première en matière de production de l'huile d'olive en Algérie, sa production est estimée à 181 363 hl avec un rendement de de 18,3L/quintal [6].

La composition chimique de l'huile d'olive dépend largement de la variété du fruit, des conditions agronomiques, du degré de maturité des olives, des procédés d'extraction et des conditions de stockage [7].

I.4 composition de l'huile d'olive

Les constituants de l'huile d'olive sont souvent classés en deux catégories : la fraction saponifiable constituée d'acides gras et de leurs dérivés, et la fraction insaponifiable qui comprend les stérols, les alcools aliphatiques, les pigments, les hydrocarbures, les composés aromatiques, les tocophérols et les composés phénoliques [8].

I.4.1 la fraction saponifiable

I.4.1.1 les glycérides

L'huile d'olive est constituée de 98 à 99% de triglycérides, de 2 à 3% de diglycérides et de 0,1 à 0,25% de monoglycérides (Velasco et Dobarganes, 2002). Les huiles d'olive sont

constituées d'une vingtaine de triglycérides dont cinq sont majoritaires, qui sont représentés dans le **tableau 1**.

I.4.1.2 acides gras

Le principal acide gras de l'huile est l'acide oléique (55 à 83 %), les deux autres acides importants sont l'acide palmitique (7,5 à 20 %) et l'acide linoléique (3,5 à 21 %). Cependant, l'huile d'olive est pauvre en acides gras saturés comparativement à certaines graisses alimentaires [9].

I.4.2 Fraction insaponifiable

I.4.2.1 Tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet, ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine liposoluble (vitamine E), également ils présentent une forte activité antioxydante en raison de leur contribution à la stabilité oxydative et à la qualité nutritionnelle [10].

L'alpha-tocophérol représente 90% de la totalité des tocophérols, mais on trouve également beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces [11].

I.4.2.2 Composition phénoliques

L'huile d'olive renferme plus de 30 composés phénoliques [12]. L'hydroxytyrosol et l'oleuropéine sont les principaux composés phénoliques exerçant une activité antioxydante [13], tandis que les acides phénoliques, les alcools phénoliques, les hydroxy-isochromans et les flavonoides constituent la fraction mineure des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge [14]. Ces composés phénoliques confèrent d'une part une grande stabilité oxydative à l'huile durant le stockage [15], et d'autre part, contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles [16].

I.4.2.3 les pigments

- **Chlorophylles**

Les chlorophylles sont présentes dans l'huile d'olive fraîche avec un taux de 1 à 20 mg/Kg, dont 40 à 80% sont des phéophytines [17]. Ce sont les chlorophylles et les phéophytines qui sont essentiellement responsables de la couleur caractéristique de l'huile d'olive [18].

- Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des composés liposolubles associés à la fraction lipidique de l'huile d'olive, son taux est très variable, allant de 1,15 à 6.22 mg/kg [19].

Le pigment caroténoïde le plus retrouvé dans l'huile d'olive est le β -carotène (Provitamine A) [20], qui présente une action vitaminique et antioxydante [21].

I.5 caractéristique physico-chimique de l'huile d'olive

Le Conseil Oléicole International (COI, 1990) et le règlement de la Commission Européenne (CE 2568/91, 1991) ont défini 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. Par ailleurs, plusieurs auteurs ont proposé d'inclure les phénols comme un bon indicateur de qualité d'huile d'olive [22].

Les normes du Codex Alimentarius (1993) ont établi des critères complémentaires de qualité des différentes catégories d'huile d'olive. Elles incluent des limites suggérées pour les substances volatiles, les impuretés insolubles, les insaponifiables, les oligo-métaux, la densité et l'indice de réfraction. Quant au règlement de la CE, il est plus spécifique au sujet de l'évaluation sensorielle [23]. (Tableau 01).

Tableau 1 : Critères de qualité des différentes catégories d'huile d'olive selon les normes du codex Alimentarius [24].

Types De L'huile d'olive	Acidité %	Indice de Peroxyde méquiv.O2/Kg max	Matières volatiles (% m/m) max	Impuretés insolubles (% m/m) max	Absorbance Uv K270 (K1%1cm)	Fer (mg/kg)	cuivre (mg/kg)
Extra vierge	≤ 0.8	≤ 20	0.2 %	0.1%	≤ 0.25	5	0.4
Vierge	≤ 2	≤ 20	0.2%	0.1%	≤ 0.25	5	0.4
Vierge Courante	≤ 3.3	≤ 20	0.2%	0.1%	≤ 0.3	5	0.4
Raffinée	≤ 0.3	≤ 5	0.1%	0.05%	≤ 1.10	5	0.4
Huile de grignon d'olive	≤ 1.5	≤ 15	0.1%	0.05%	≤ 1.70	5	0.4

I.6 Intérêt diététique et nutritionnel de l'huile d'olive

L'huile d'olive a un impact sur le plan nutritionnel par sa composition en un acide gras mono-insaturé (l'acide oléique) et de composants mineurs qui sont à des teneurs plus élevées dans une huile vierge. La forte teneur de l'huile d'olive en acide oléique constitue un réel atout d'un point de vue intérêt nutritionnel. Les auteurs [25]. Ont montré qu'un régime riche en acides gras mono-insaturés, réduisait le cholestérol total et le cholestérol des lipoprotéines de basse densité, sans affecter le cholestérol des lipoprotéines de haute densité (HDL).

L'utilisation de l'huile d'olive en médecine date depuis l'ancien temps, Les acides gras mono-insaturés ont une influence sur le métabolisme des lipoprotéines de haute densité qui ont un effet protecteur contre l'athérosclérose. En effet, ces lipoprotéines sont impliquées dans la captation du cholestérol cellulaire.

Les propriétés digestives de l'huile d'olive ont conduit à son utilisation dans le traitement des troubles gastriques, biliaires, et de la constipation. La motricité gastrique est stimulée par les acides gras mono-insaturés comparativement aux acides gras saturés : En fait, les principaux effets digestifs de l'huile d'olive portent sur le fonctionnement biliaire : stimulation de la sécrétion hépatique de la bile par le foie (cholérétique) et des propriétés cholagogue (stimule la vésicule biliaire à se contracter et à se déverser dans le duodénum. [26].

De par sa teneur élevée en acide oléique, l'huile d'olive semble être selon (Charbonier et Richard, 1996), la mieux tolérée par l'estomac, elle diminue la pression du sphincter inférieur de l'œsophage et s'élimine le plus rapidement de l'estomac, c'est donc la matière grasse qui entraîne le moins de phénomènes de reflux gastro-œsophagien et de stase gastrique. Ces auteurs ont montré que l'absorption de l'huile d'olive abaisse considérablement l'acidité gastrique, c'est également un laxatif doux, et présente donc des effets bénéfiques sur les gastrites hyper chlorhydrique et les ulcères gastroduodénaux.

Des études épidémiologiques [27], ont montré que l'alimentation méditerranéenne traditionnelle, dans laquelle l'huile d'olive a une place importante, jouait un rôle majeur dans la prévention des facteurs de risques des maladies cardiovasculaires, telles que dyslipidémies, hypertension et diabète.

L'huile d'olive joue aussi un grand rôle dans la prévention et le ralentissement de l'apparition du diabète sucré. La consommation d'huile d'olive prévient la résistance à l'insuline et ses éventuelles conséquences négatives [28].

On a mis en évidence la présence dans l'huile d'olive vierge d'agents naturels qui auraient un rôle anti-inflammatoire sur l'organisme [29].

Différentes études épidémiologiques ont également permis de démontrer que l'huile d'olive a un effet protecteur contre certains types de tumeurs malignes (sein, prostate, endomètre, tractus digestif, etc.) [30].

La consommation d'huile d'olive protège les individus contre la détérioration des fonctions cognitives provoquée par le vieillissement et contre la perte de mémoire liée à l'âge [31]. Par ailleurs, l'huile d'olive joue un rôle important dans l'augmentation de l'espérance de vie à cause de sa richesse en vitamine E qui joue un rôle biologique positif.

L'huile d'olive est aussi très conseillée pour la friture à cause de sa composition en acides gras mono insaturés qui la rendent plus résistante à la chaleur. C'est pourquoi elle peut être réutilisée pour la friture sans subir d'hydrogénation ou d'isomérisation, processus qui annulent les effets positifs sur le métabolisme des lipides. C'est l'huile la plus légère et la plus savoureuse pour la friture des aliments [32].

Certains chercheurs ont montrés que l'huile d'olive a aussi des bienfaits sur la tension artérielle et indiquent que l'emploi de l'huile d'olive permet de réduire les doses quotidiennes d'antihypertenseurs, probablement en raison des niveaux supérieurs d'oxyde nitrique favorisés par les polyphénols de l'huile d'olive [33].

I.7 Enrichissement de l'huile d'olive

Plusieurs études ont été faites dans le but de l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive, qui basées sur l'optimisation du processus de l'extraction de l'huile d'olive ou sur l'enrichissement post – production (Dairi, 2014).

I.7.1 Enrichissement endogène

Plusieurs études ont été faites dans le but de l'amélioration de la qualité de l'huile d'olive, qui basé sur l'optimisation du processus de l'extraction de l'huile d'olive ou sur l'enrichissement post – production (Dairi, 2014). L'huile d'olive vierge est exclusivement extraite de l'olive aux moyens de techniques mécaniques comprenant des étapes de broyage et de malaxage et

d'extractions. Chacune de ces opérations technologiques outre les caractéristiques des olives, affecte la qualité du produit [34]. En effet, plusieurs études sont portées sur le développement de nouvelles technologies et stratégies pour améliorer la qualité nutritionnelle et organoleptique. Irrigation avec de l'eau saline [35], amélioration des étapes de malaxage qui est basé sur la température et le temps [34], l'extraction assisté par ultrasons qui consiste à traiter la pâte d'olive avant l'étape de malaxage [36].

I.7.2 enrichissement exogène

Il existe trois étapes alternatives pour l'enrichissement de l'huile avec des composés extraits à partir de plantes :

- **Extraction liquide-liquide** : Dans laquelle l'huile est mise en contact avec un extrait alcoolique des composés phénoliques, ces derniers sont transférés dans la phase huileuse en fonction de leur facteur de distribution, la phase alcoolique est enlevée par centrifugation [37].
- **Extraction solide liquide** : Dans laquelle l'extrait phénolique sec est purifié, la pâte obtenue est partiellement dissoute dans l'huile en fonction de la solubilité des composés de la pâte dans la phase huileuse [37].
- **Combinaison des deux procédés** : dans laquelle l'extrait alcoolique et l'huile sont mis en contact et les deux phases sont mises dans un rotavapeur pour enlever l'éthanol. Ces dernières peuvent être améliorées par l'utilisation des méthodes technologiques comme ultrasons pour faciliter la procédure et une meilleure dissolution de l'extrait de plante [37].

Chapitre II

Généralités sur l'huile de lin

II.1 définition le lin

La culture du lin est l'une des plus anciennes cultures utilitaires, les premières traces de son utilisation datant de 8000 avant JC en Turquie (Van Zeiste, 1972). Sa dénomination *Linum usitatissimum*, traduit du latin « lin le plus utile », fait référence à ses multiples utilisations. Actuellement, le lin est utilisé dans les domaines de l'industrie textile (fibre), alimentaire (graine et huile) et chimique (huile) [38].

La particularité de la graine de lin réside dans sa teneur en huile (de 35 à 45%) et dans le profil en acide gras de son huile, à dominance d'acide alpha-linolénique (C18:3, 50 à 60%). La triple insaturation de cet acide gras confère à l'huile une grande réactivité vis-à-vis de l'oxygène et donc une forte siccativité. Cette propriété est intéressante pour des applications oléochimiques [39]. Cependant dans le cadre d'une utilisation alimentaire, cette réactivité chimique induit une dégradation organoleptique rapide de l'huile.

II.2 contexte socio-économique de lin

Le lin est une culture mineure au niveau mondial en terme de surface d'oléagineux cultivés (moins de 1% des surfaces). La production mondiale de graines de lin en 2010 s'élève à 2 millions de tonnes, le Canada étant le principal producteur de graines (22% de la production mondiale). Une partie des graines produites au Canada sont exportées vers l'Union Européenne. Avec une production de 4 à 5% du tonnage mondial (80 000 à 100 000 t/an), l'Union Européenne ne peut répondre qu'à 20% de ses besoins en graines et se trouve donc fortement dépendante des importations [40].

La figure 2 : représente les tonnages mondiaux et européens d'huile de lin en 2010 (FAOSTAT, 2012). La majorité des graines importées en Europe (76% des importations) en Europe sont utilisées en trituration, traitement qui a lieu principalement en Belgique et en Allemagne (78% des huiles produites en Europe ; figure 2 ; [40]). Les graines de lin sont aussi utilisées en alimentation humaine et animale (respectivement 5% et 19%). En France, de 75 à 95% des graines de lin produites sur le territoire sont utilisées en alimentation animale. Cette tendance est expliquée par une demande nutritionnelle croissante en faveur d'aliments (œufs, viande, lait) enrichis en oméga-3. En France, la filière Bleu Blanc-Cœur, se base sur cette tendance pour adapter les pratiques agricoles via l'alimentation du bétail (p. ex. en graines de lin). On peut également noter que le principal tritrateur français de lin, l'huilerie COACHE

(80), se fournit en graines exclusivement issues de l'importation pour des raisons de compétitivité économique [41].

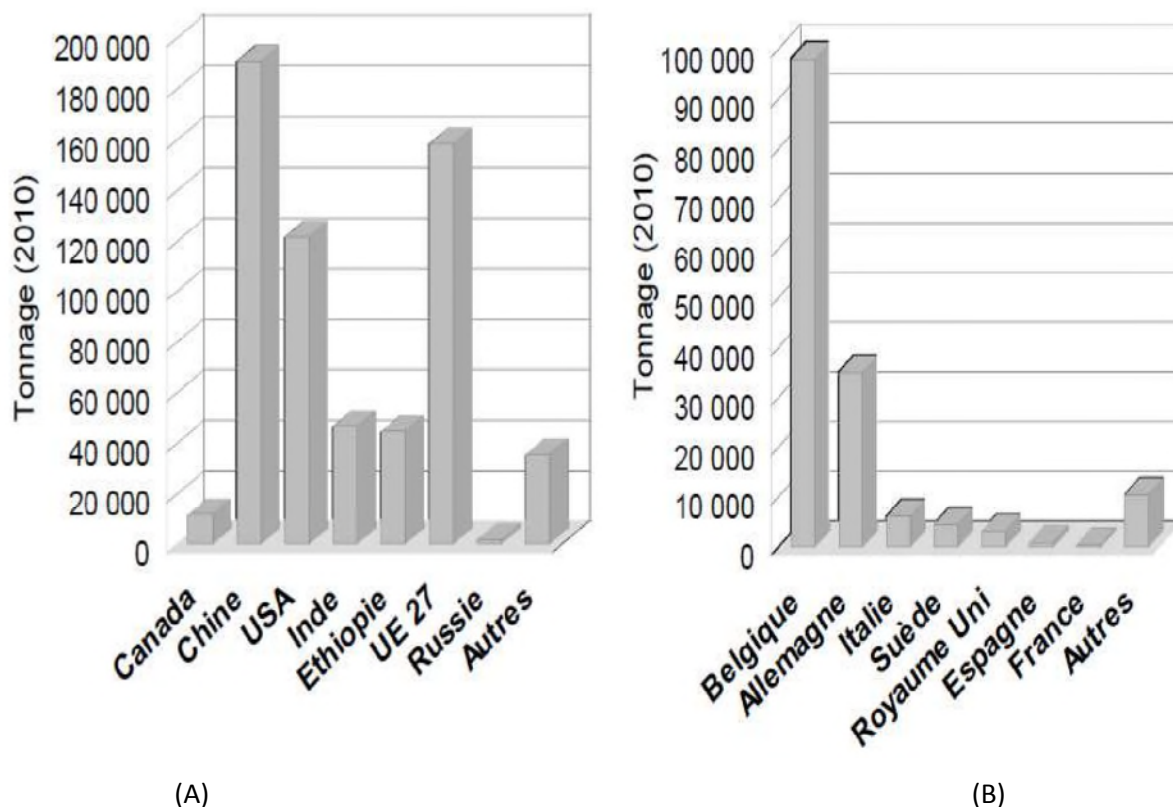


Figure 2 : représentation mondiale (A) et européenne (B) d'huile de lin en 2010 (FAOSTAT,2012).

II.3 Propagation de l'huile de lin

L'huile de lin est une huile végétale extraite des graines d'une plante herbacée annuelle membre du genre *Linum* dans la famille des *Linaceae* « *Linum usitatissimum* ». Elle est une des plus hautement insaturés de toutes les huiles. 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%) [42].

L'huile de lin a des antécédents de consommation alimentaire en Europe et en Asie pour ses bienfaits potentiels pour la santé, qui incluent des effets anticancéreux, une activité antivirale et bactéricide, anti-inflammatoire et la réduction des risques athérogènes [43].

Troina et al. 2012). De plus, elle présente un grand intérêt en tant qu'agent potentiel antiinflammatoire en raison de la capacité de l'ALA d'être converti en EPA chez les humains et les animaux [44].

Il a été démontré, selon les études portées par [45], qu'une supplémentation de cette graine à un régime alimentaire améliore le profil lipidique en diminuant la synthèse hépatique de LDL et en augmentant celle de HDL avec, pour résultat une meilleure épuration du cholestérol excédentaire. Selon ces auteurs l'huile de lin réduit les facteurs de risque liés aux maladies cardiovasculaires.

En outre, l'huile de lin a démontré des effets bénéfiques remarquables dans la lutte contre le stress oxydatif et les troubles métaboliques chez les rats diabétiques [46] ;

Jangale et al. 2016). En effet, il a été également démontré que l'huile de lin améliore le statut oxydant/ antioxydant sérique et tissulaire chez les rats obèses au cours du vieillissement [47].

II.4 Composition chimique de l'huile de lin

II.4.1 Acides gras et triglycérides

La composition en acides gras est présentée dans le tableau 2 telle qu'on la trouve dans la littérature rassemblant des origines différentes (Europe, Canada), ce qui a pour effet d'élargir les fourchettes de valeurs. Le tableau 2 présente des résultats correspondant à des approvisionnements plus resserrés conduisant à une moindre variabilité des compositions. La provenance a un impact significatif sur la teneur en acide alphalinoléique.

Étant donné la proportion importante d'acide alphalinoléique de l'huile de lin, la composition de ses triglycérides montre une quantité prépondérante de trilinolénine (LnLnLn : 24 %).

En termes de structure des triglycérides, le tableau 3 indique la répartition des acides gras de l'huile de lin entre les positions interne (sn-2) et externes (sn-1 & 3) de ses composés ,
Donc on aura composition en triglycérides de l'huile de lin. (a) 6 échantillons d'origines différentes, approvisionnements Europe – Résultats ITERG. (b) Résultat littérature : Gunstone FD, Padley FB, 1965, JAOCS 42:957. Légende : P, palmitique; St, stéarique; O, oléique ; L, linoléique ; Ln, α -linoléique.

Tableau 2 : Répartition (%) des acides gras en positions interne (sn-2) et externes (sn-1 & -3) des triglycérides de l'huile de lin. (4 échantillons d'origines différentes, approvisionnements Europe – résultats ITERG).

Acides gras	Formule simplifiée	Répartition (%) en positions	
		interne (sn-2)	externes (sn-1 & -3)
palmitique	C16:0	1,0	99,0
stéarique	C18:0	1,0	99,0
oléique	C18:1	37,0–42,0	58,0–63,0
linoléique	C18:2	47,0	53,0
α linoléique	C18:3	31,0–34,0	66,0–68,0

Triglycérides : en toute cohérence, cette répartition se fait pour un tiers en position interne et pour deux tiers en positions externes.

II.4.2 Tocophérols, stérols

Les données sont réunies dans le tableau3 [48] ; d'autres auteurs ont repris ou publié des résultats similaires, compris dans les fourchettes indiquées [49].

L'huile de lin contient de 40 à 60 mg/100 g de tocophérols, quantité similaire à celle de l'huile de noix mais inférieure à celles des huiles de colza et de soja; la forme gammatocophérol, au potentiel protecteur antioxydant élevé, est pratiquement la seule forme présente (96–98%); les formes alpha et delta-tocophérols étant de ce fait présentes en très faibles quantités.

Le teneur et composition en stérols de l'huile de lin sont comparables à celles de la plupart des huiles végétales avec le beta-sitostérol majoritaire.

II.5 Caractéristiques physico-chimique de l'huile de lin

Extraite des graines du *linum usitatissimum* (Linacées), l'huile de lin est la plus utilisée des huiles siccatives. Selon les régions et les conditions de culture, les graines ont des caractéristiques différentes. Les modes de ramassage, de nettoyage, de trituration influent beaucoup aussi sur le produit obtenu. Les principales régions de culture du lin sont l'Europe (Allemagne, bassin du Danube, Belgique), dont

l'huile est jaune paille foncé, de forte densité ; l'Argentine, dont l'huile est jaune paille et légère ; la Russie, dont l'huile est foncée, brun vert, avec un fort indice d'iode, et qui épaisse rapidement au chauffage.

L'Amérique du Nord, dont l'huile est couleur paille et de densité élevée, l'Inde dont l'huile est couleur paille ou paille claire.

Les données sont regroupées sur le tableau 03 , et 04 comme suivant :

Tableau 3 : les données techniques sur l'huile de lin.

	unité	valeur	Méthode analytique
Couleur Gardner		MAX 4	Dosage
Couleur iode		MAX 4	Dosage
acidité	Mg KOH /g	MAX 1	Dosage
Indice de réfraction	N 20 D	1,4785- 1,4825	Mesure par réfractomètre

Tableau 4 : représentation les valeurs typiques de l'huile de lin.

	Unité	Valeur	Méthode analytique
Indice de saponification	Mg KOH /g	188—195	Dosage
Indice d'iode (wijs)	12g/100g	Min 175	Dosage
Viscosité à 20° C	Dp a s	0.45—0.50	Dosage
Densité à 20 C°		0.926—0.933	Dosage
cendres	%	Max 0.02	Dosage
Matériaux volatiles	%	Max 0.10	Dosage
Insaponificabilité	%	Max 1.50	Dosage

II.6 la plante

Selon la classification botanique de Linné, le lin (*Linum usitatissimum* L.), espèce annuelle herbacée, appartient au sous-embranchement des Angiospermes, et fait partie de l'ordre des Linales, de la famille des Linaceae.

Les utilisations du lin ont conduit à la sélection de deux familles de lin : le lin fibre et le lin oléagineux. La principale différence phénotypique entre les deux familles réside dans le port de la plante. Contrairement au lin fibre, le lin oléagineux présente un taux de ramifications des tiges plus important, ce qui conduit à une production plus élevée de graines. L'étude menée

dans le cadre de ce mémoire concernant l'extraction d'huile de variétés commerciales de lin oléagineux, seules les caractéristiques de celles-ci seront détaillées par la suite.

Les variétés commerciales de lin oléagineux sont différenciées en variétés de printemps et d'hiver, pour une production végétale adaptée aux conditions climatiques (29 variétés de lin de printemps contre 9 variétés de lin d'hiver sont inscrites au catalogue français de 2012 ; [50]. Les lignées d'hiver sont issues du croisement de lignées de printemps puis sélectionnées pour leur tolérance aux basses températures. Le lin d'hiver est semé en septembre et le lin de printemps en mars. Le lin d'hiver, présente un rendement en graine plus stable, car la variété est plus tolérante au froid et moins sensible aux stress environnementaux. Les variétés hivernales représentent actuellement 80% de la sole française [40].

L'évolution du plant de lin du bouton de fleur jusqu'à la capsule mature est présentée figure 12 (photos 2 à 5). La période végétative, permettant la croissance des tiges et des feuilles (photo 1), s'étend de 45 à 60 jours. Durant les 15 à 25 jours suivants, les boutons floraux apparaissent à l'extrémité des tiges (photos 2 et 3). Les fleurs évoluent en capsules durant la maturation (photo 4), qui se déroule sur les 30 à 40 jours suivants. Au terme de la maturation, la plante est sèche et jaunie, les capsules contenant les graines sont récoltées. Chaque capsule compte 5 loges, contenant au maximum 10 graines.



Figure 3 : Culture du lin en champs (photo 1) et évolution du plant de lin en serre, du bouton de fleur à la capsule mature (photos 2 à 5) (photos UTC).

La culture du lin de printemps nécessite un climat tempéré et humide, ce qui explique la localisation des trois principaux bassins de culture en France ; dans les régions Centre,

OuestAtlantique et Picardie (respectivement 35%, 35% et 12% des surfaces de production en 2009 ; [40]).

II.7 Les grains de lin

II.7.1 Structure et composition biochimique

La graine de lin est l'organe de reproduction de la plante. La conservation des graines à l'état de dormance est permise par la teneur réduite des graines en eau (inférieure à 10%). C'est une graine ex albuminée, c'est-à-dire que ses réserves (lipides et protéines) sont situées dans l'amande (formée par deux cotylédons enveloppant l'embryon).

II.7.2 Morphologie et microstructure des graines de lin

La graine de lin a une forme ovale, aplatie et lisse. La graine présente un bec plus ou moins recourbé à son extrémité (A, figure 4). Le tégument de la graine prend des couleurs variant du jaune au marron (figure 4). Les dimensions des graines commerciales sont variables : de 3,0 à 6,4 mm de longueur, 1,8 à 3,4 mm de largeur et 0,6 à 1,5 mm d'épaisseur en moyenne [51]. Le poids de mille grains varie entre 5 et 10 g (Labalette *et al.* 2011). La variabilité de ce poids est relative à la date et à la densité de semis, et rend compte de la bonne formation et alimentation des graines [52].



Figure 4 : Gamme de couleurs des graines de lin (Dybing et Lay, 1981)

- La graine de lin possède une microstructure caractéristique (C, D et E, **figure 5**), chaque tissu ayant une fonction physiologique propre. L'amande est protégée contre les pathogènes et les contraintes mécaniques par le tégument. Celle-ci est composée du spermodermes et de l'épiderme. Différentes assises cellulaires composent le tégument

(en partant de l'intérieur vers l'extérieur, (Kadivar, 2001) (D et E, figure 1) une couche de pigments, contenant les tanins responsables de la couleur de la graine (du jaune au marron) (endosperme).

- Deux assises cellulaires de fibres (longitudinales et transverses) (spermoderme),
- Une couche de cellules rondes (spermoderme),
- Une assise mucilagineuse, contenant le mucilage est située sur la couche la plus externe de la graine de lin (épiderme).

L'amande de la graine est composée de l'embryon, de deux cotylédons plats et de l'endosperme (B et C, figure 5). Dans l'amande sont contenues les macromolécules de réserves (de 10 à 30% de protéines, de 35 à 45% de lipides et 28% de glucides ; [49]. Au cours de la germination, ces composés seront dégradés pour permettre la croissance de l'embryon et le développement de la future plante.

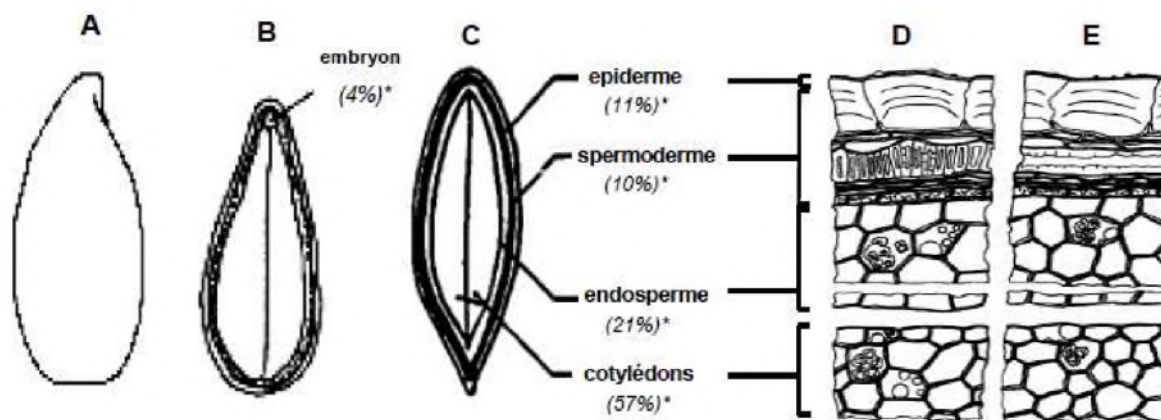


Figure 5 : Représentations schématiques de la graine (A), section longitudinale de la graine (B, C), et assises cellulaires (en coupe transversale D, en coupe longitudinale E)

Adapté de [44], avec * = pourcentages massiques des fractions [53].

Dans le paragraphe suivant sera détaillée la localisation tissulaire des composés de réserves ainsi que leur composition biochimique. Une importance particulière sera attachée aux lipides, considérés dans ce mémoire comme les principaux composés d'intérêt.

II.8 Effets bénéfique de l'huile de lin sur la santé

Les graisses alimentaires constituent des macronutriments essentiels chez tous les mammifères, car elles participent à un certain nombre de fonctions biologiques dans le maintien de l'homéostasie. Parmi ceux-ci, les acides gras sont l'un des nombreux représentants ayant des activités biologiques importantes dans tous les types de cellules et tissus. Les acides gras sont habituellement appelés aussi courts (moins de six), moyenne (entre six et 12), soit à chaîne longue (plus de 12) en fonction du nombre d'atomes de carbone présents dans leurs compositions. Ces composés sont également classés en fonction du nombre de doubles liaisons présentes dans les chaînes hydrocarbonées comme saturé ou insaturé. Les acides gras saturés (par exemple, 16: 0, 18: 0) ne disposent pas de doubles liaisons dans leur structure chimique et de ce fait, sont constitués par une chaîne linéaire de groupes méthylènes [44].

D'autre part, les acides gras insaturés contiennent une ou plusieurs doubles liaisons dans leur structure et sont en outre classés comme «mono insaturés» (contenant une double liaison) ou «polyinsaturés» (AGPI, contenant plus d'une double liaison). Les oméga-3 (AGPI n-3) et les oméga-6 (AGPI n-6) sont des acides gras polyinsaturés à longue chaîne avec la première des doubles liaisons en configuration cis située à la troisième et sixième atome de carbone, respectivement, à partir du groupe méthyle terminal, elles sont communément désignées comme 18: 3n-3, 18: 2 n-6, etc. [54].

II.9 Enrichissement d'huile d'olive

L'huile d'olive est considérée la meilleur de toutes les huiles comestibles par rapport à ses caractéristiques et sa composition chimique, mais ne renferment que de faibles teneurs en antioxydants[55].de ce fait,elle est instable et sujette à une oxydation rapide durant le stockage ou lors des préparation culinaires[56].en effet, sa faible résistance à la détérioration oxydative est due à l'élimination d'une grande quantité de composées phénolique(98 /°) durant le processus d'extraction[57].cette résistance à l'oxydation peut être améliorée par ajout des antioxydants synthétiques, tels que le BHA et le BHT,ayant été employés comme additifs alimentaires [58].cependant ces composés ont révélé des effets néfastes sur la santé humaine(cancer)[59],d'où la nécessité de rechercher des molécules naturelles. L'une des approches les plus appropriées est l'enrichissement de l'huile d'olive avec l'huile de lin.

L'enrichissement de l'huile d'olive est réalisé selon les mélanges qui indiquer sur le tableau suivant:

Tableau 5 : l'enrichissement de l'huile d'olive

Solution	Quantité de mélange utilisé (ml)
1	100 (huile d'olive pur)
2	90(huile d'olive) 10(huile de lin)
3	80(huile de d'olive) 20(huile de lin)
4	70(huile d'olive) 30(huile de lin)
5	60(huile d'olive) 40(huile de lin)

Chapitre III

Méthodes et matériels

Les manipulations qui ont été réalisés au sein de notre laboratoire présentent l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de lin, et la détermination des caractéristiques physico-chimiques et spectrales de ces mélanges.

III. Caractérisation physico-chimiques

III.1. Caractéristiques chimiques

III.1.1 Indice d'acide

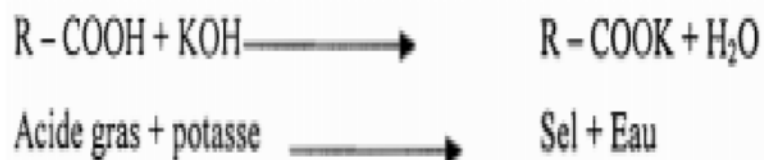
▪ Définition

L'indice d'acide d'une huile végétale est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres (AGL) contenus dans 1 g de corps gras. Il mesure la quantité d'AGL présents dans un corps gras.

▪ Principe

Il s'agit de dissoudre la matière grasse dans de l'éthanol chaud neutralisé, puis titrer les (AGL) présents au moyen d'une solution titrée de KOH en présence de phénolphtaléine comme indicateur.

L'équation de la réaction est la suivante:



▪ Mode opératoire

- On pèse 1g de corps gras (mélange d'huile) et on l'introduit dans un erlenmeyer .
- On Ajoute 25 ml d'éthanol à 95% et 5 gouttes de phénolphtaléine (PP) à 0,2%.

- On neutralise en ajoutant grâce avec une solution éthanolique de KOH (0,1mole /l) jusqu'à obtention d'une couleur rose persistante.

▪ Méthode de calcul

L'indice d'acide est calculé par la formule suivante (Wolff, 1968)

$$I_a = \frac{V \times 56,1 \times N}{p} \quad (\text{en mg de KOH / g d'huile})$$

56,1 g = Masse moléculaire relative de KOH

V : Volume de KOH (0,1mole /l) en ml

N : Normalité de la solution de KOH (0,1mole /l)

P : Poids de la prise d'essai en g

III.1.2 Indice de saponification

▪ Définition

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les acides gras combinés (esters) présents dans un gramme de corps gras.

▪ Principe

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

▪ Mode opératoire

- On pèse 1g de corps gras dans un ballon puis on ajoute 25ml de potasse alcoolique de concentration 0,5 mol /l.
- On place le ballon dans un bain marie bouillant pendant 45 à 60 minutes.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine à 2%.
- On dose l'excès de potasse par d'acide chlorhydrique de concentration 0,5 mol /L tout en agitant constamment jusqu'au virage à l'incolore de la phénolphtaléine.
- On effectue dans les mêmes conditions un essai à blanc.

▪ Méthode de calcul

L'indice de saponification est calculé la formule suivante [60].

$$IS = \frac{V_0 - V}{P} \times N \times 56,11$$

V_0 : Volume en ml de HCL utilisé pour l'essai à blanc.

V : Volume en ml de HCL utilisé pour l'échantillon à analyser.

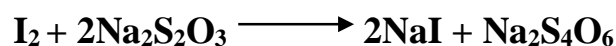
P : prise d'essai en grammes.

III.2.3. Indice de peroxyde**▪ Définition**

L'indice de peroxyde mesure le degré de rancidité des matières grasses due à l'exposition à l'air, ce qui entraîne la formation de peroxydes à partir des acides gras non saturés.

▪ Principe

Il correspond à la quantité d'oxygène actif du peroxyde contenu dans une certaine masse de produit capable d'être libéré dans les conditions de l'expérience. Il est exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par Kg de matière grasse pouvant oxyder l'iodure de potassium en présence d'acide acétique et de chloroforme. L'iode libéré est titré en retour par une solution de thiosulfate de sodium, suivant la réaction :



▪ Mode opératoire

- Peser dans un erlenmeyer de 250 ml, 1 g de matière grasse.
- Ajouter 10 ml chloroforme et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique puis 1 ml d'une solution d'iodure de potassium(KI).
- Boucher l'erlenmeyer, bien mélanger et placer dans l'obscurité pendant 5 mn exactement à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25 °C.
- Ajouter 75 ml d'eau distillée et bien agiter.
- Titrer l'iode libéré par le thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

▪ Méthode de calcul

$$IP = \frac{(V - V_0) \times C}{P} \times 100$$

V_0 : est le volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour l'essai à blanc

V : est le volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour la détermination

C : est la concentration exacte, en mole par litre, de la solution titrée de thiosulfate de sodium utilisée.

III.2.4. Indice d'iode

▪ Définition

L'indice d'iode, appelé aussi indice de Hubl, est la masse en gramme d'iode fixé sur les doubles liaisons présentes dans 100 g de corps gras [61]. La méthode

Wijs est certainement la plus utilisée du fait que le réactif, prêt à l'emploi, est disponible dans le commerce).

▪ Principe

Il s'agit d'ajouter, à une prise d'essai, une solution de mono-chlorure d'iode dans un mélange formé d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un temps donné.

▪ Mode opératoire

- Peser la prise d'essai, à 2g près et l'introduire dans un flacon de 250ml. □
Ajouter 15ml du tétrachlorure de carbone et 25ml du réactif de Wijs.
- Après avoir bouché et agité, envelopper avec du papier noir et laisser reposer pendant une heure.
- Ajouter 20 ml d'iodure de potassium à 10% préparé instantanément et 150 ml d'eau distillée.
- Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,1N jusqu'à ce que la couleur jaune due à d'iode ait presque disparu.
- Ajouter quelque gouttes d'empois d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'à la disparition de la couleur bleu violette, la solution devient alors transparente.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc.

▪ Méthode de calcul

L'indice d'iode est donné par la formule établie ci-dessous [60].

$$I_i = \frac{V_0 - V}{P} \times 126,9 \times N$$

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

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

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

N :
Normalité de la solution de thiosulfate de sodium à (0,1N).

III.2. Caractéristiques physiques

III.2.1. Densité relative

▪ 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 [62].

▪ 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

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre au moyen d'éthanol puis d'acétone et le sécher en faisant passer un courant d'air sec, si nécessaire.
- Déterminer la masse m_1 du pycnomètre rempli d'eau distillée.
- Nettoyer et sécher le pycnomètre.
- Peser 2g d'huile et laisser 30min dans un bain marie à 20°C.
- Déterminer la masse m_1 de pycnomètre contenant d'huile d'olive.

▪ Méthode de calcul

La densité relative est donnée par la formule si –dissous [60].

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

m_0 : Masse (g) de pycnomètre vide.

m_1 : Masse (g) de pycnomètre rempli d'eau.

m_2
: Masse (g) de pycnomètre rempli d'huile d'olive.

III.2.2. Indice de réfraction

▪ Définition

L'indice de réfraction d'une huile est le rapport du sinus de l'angle d'incidence et du sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile à température constante [62]. Cet indice croit avec le degré d'insaturation des acides gras contenus dans les matières grasses [63].

▪ Principe

A l'aide d'un réfractomètre, on mesure directement l'angle de réfraction que l'on observe à la limite de réfraction totale, l'huile étant maintenue dans des conditions d'isotropisme et de transparence.

▪ Mode opératoire

- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant de papier de josph.
- Etalonner l'appareil avec de l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égale à 1,33.
 - Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant de papier de josph.

- Déposer quelque goutte de l'huile d'olive dans la lame de réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié. Effectuer la lecture en tenant compte de la température.

III.3.Méthodes spectrales

III.3.1.Spectroscopie UV-visible

▪ Principe

Cette analyse consiste à déterminer les coefficients d'extinction K_{232} et K_{270} calculés à partir de l'absorption à 232 et 270 nm qui correspondent au maximum d'absorbance des hydroperoxydes et des produits secondaires d'oxydation respectivement [65].

▪ Mode opératoire

Le coefficient d'extinction spécifique est déterminé selon la méthode officielle décrite par le COI (1996). Après avoir filtré les échantillons d'huiles via le sulfate de sodium anhydre, une solution à 1% d'huile dans le cyclohexane a été préparée. La lecture s'est faite dans des cuves en quartz de parcours optique de 1 centimètre aux longueurs d'onde de 232 et 270 nm. En employant comme blanc le solvant employé.

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

$$\mathcal{E} = A_{\lambda} / C * l$$

\mathcal{E} : extinction spécifique à la longueur d'onde λ .

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

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

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

III.3.2.Spectroscopie Infra-rouge

❖ Définition

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse précisée, et couramment utilisée par les chimistes, elle 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 [66].

❖ Principe de l'ATR

Dans la méthode ATR, 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, large gamme d'échantillons mesurables (sans préparation préalable) [67].

❖ 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.

Conclusion

IV. introduction

L'huile d'olive a tendance à subir une oxydation entraînant le développement de modifications désagréables (odeur, gout, dégradation). La prévention de cette oxydation dépend essentiellement de la présence d'inhibiteurs. C'est dans ce contexte que nous avons utilisé l'huile de lin pour faire des mises en évidence du pouvoir anti oxydant de ce dernier sur l'huile d'olive à différentes concentrations et durées de stockage.

IV.1 Analyses physico-chimiques

IV.1.1 La densité

La densité est une caractéristique physique qui nous permet de vérifier la qualité d'une huile (pureté). Les résultats de mesure de la densité de chaque échantillon d'huile d'olive et de mélange en fonction de la concentration et en fonction du temps sont représentés respectivement sur les figures 6 et 7.

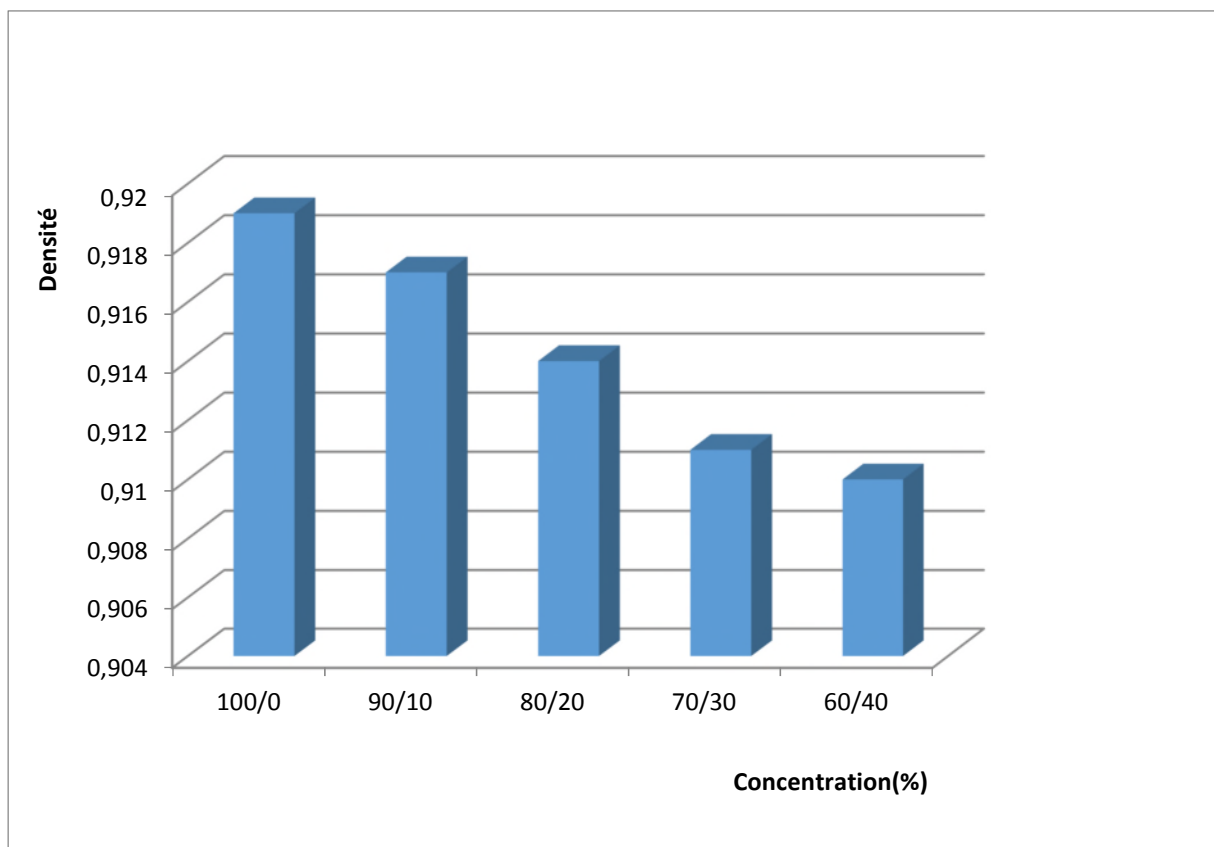


Figure 6 : Variation de la densité en fonction de la concentration.

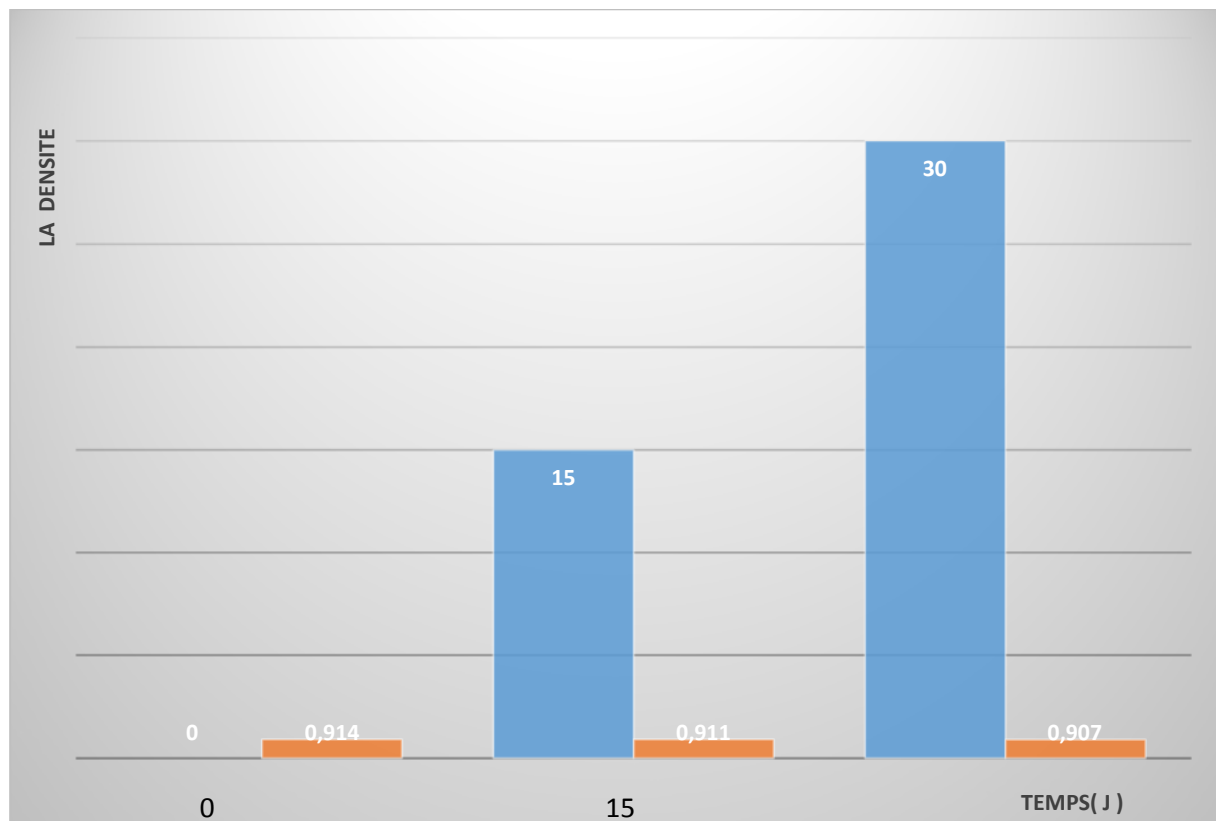


Figure 7 : Variation de la densité sous l'effet de temps.

D'après les histogrammes sur la figure 6, on remarque que les valeurs de la densité diminuent avec l'augmentation de la concentration en huile de lin ce qui confirme que ce dernier affecte les propriétés de l'huile d'olive. Par contre, sur la figure 7, on constate une augmentation des valeurs de densités des solutions avec le temps.

IV.1.2 Indice de réfraction

L'indice de réfraction est aussi considéré comme critère de pureté d'une huile. Il varie avec la longueur d'onde de la lumière incidente ainsi qu'avec la température. Il est proportionnel aux poids moléculaire des acides gras ainsi que leur degré d'insaturation, ce qui donne une bonne appréciation sur la possibilité d'oxydation.

C'est ainsi que les résultats d'analyse de l'indice de réfraction sont regroupés sur les figures suivantes :

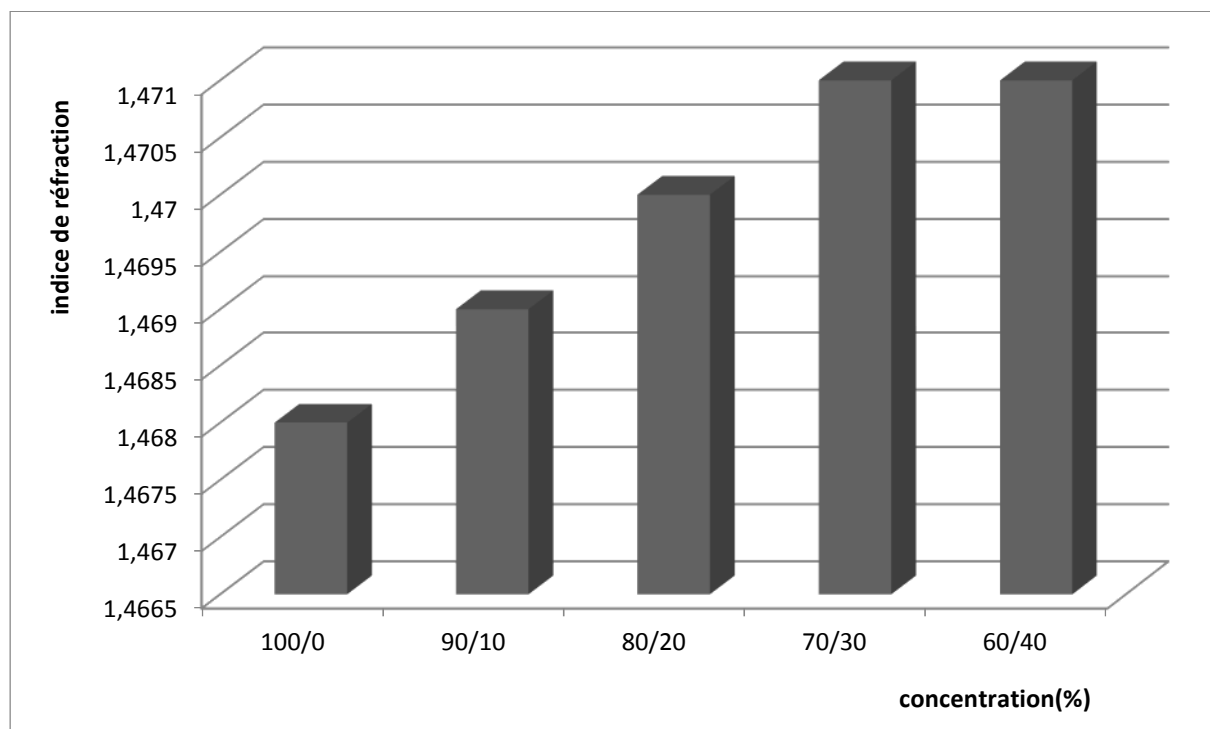


Figure 8 : Variation de l'indice de réfraction en fonction de concentration(%).

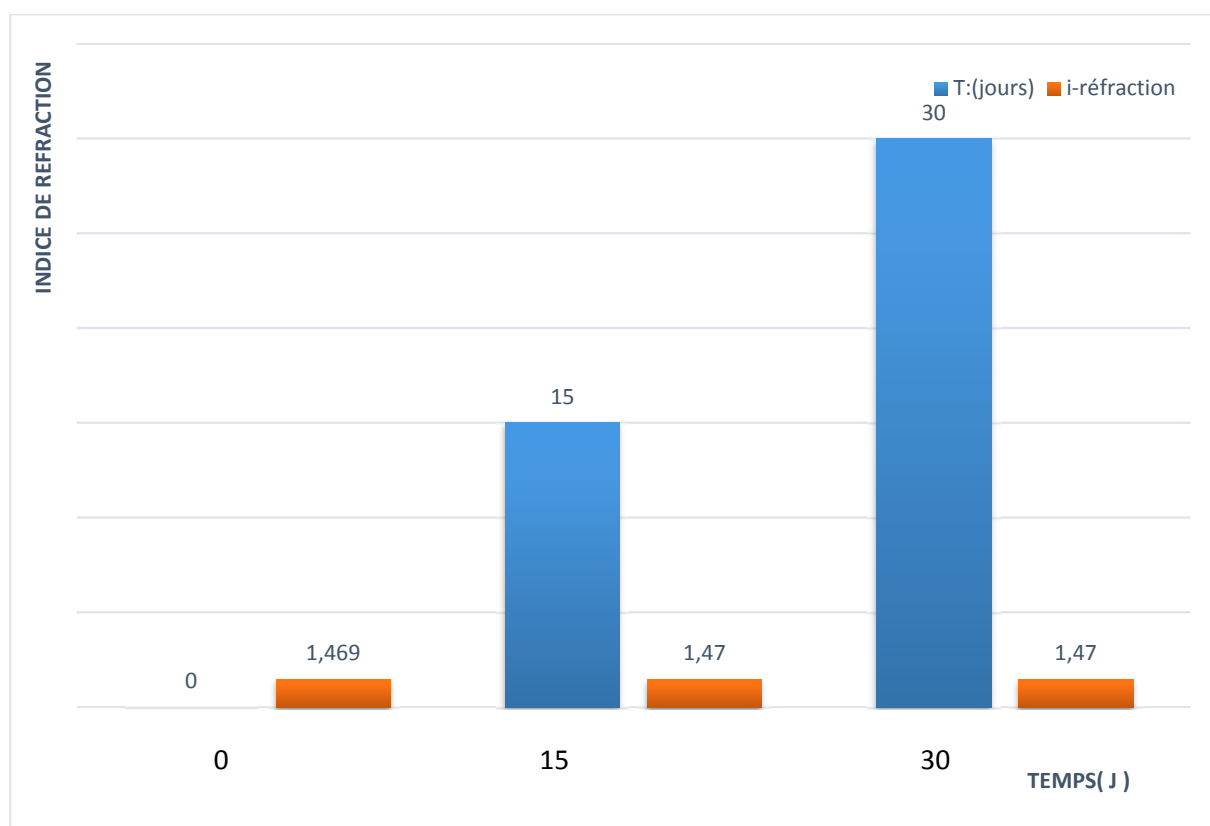


Figure 9 : Variation de l'indice de réfraction en fonction de temps.

D'après Les résultats enregistrés sur la courbe de la figure 8, les indices de réfraction des différentes concentrations sont proches des valeurs fixées par la norme C.A qui varient entre 1.467et1.470. Concernant la variation de cet indice en fonction du temps, on constate une croissance de ce dernier. Il a été reporté qu'il a une grande relation entre la détérioration de l'huile et l'indice de réfraction.

IV.1.3 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.

L'indice d'acide est la masse de potasse en (%) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres dans le corps gras. Il indique le degré d'altération des esters (essentiellement des triglycérides) présents dans le corps gras [68].

Les résultats d'analyse de l'indice d'acide sont présentés sur les figures 10 et 11.

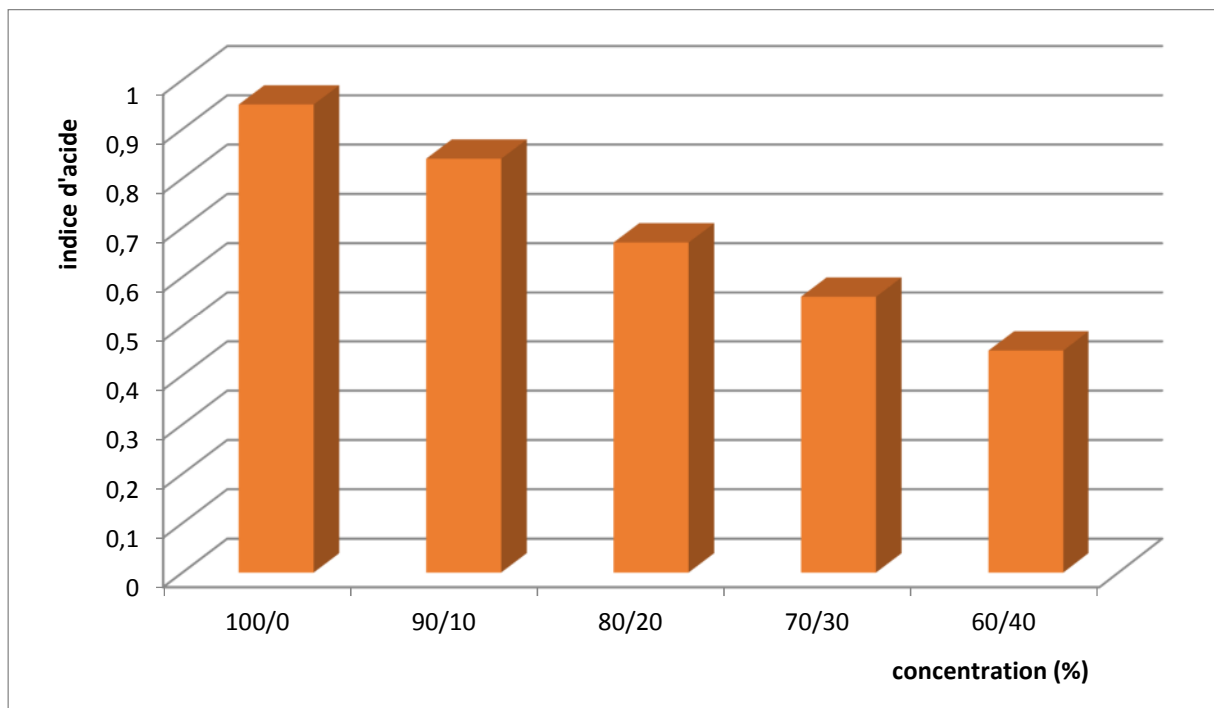


Figure 10 : Variation de l'indice d'acide en fonction de concentration.

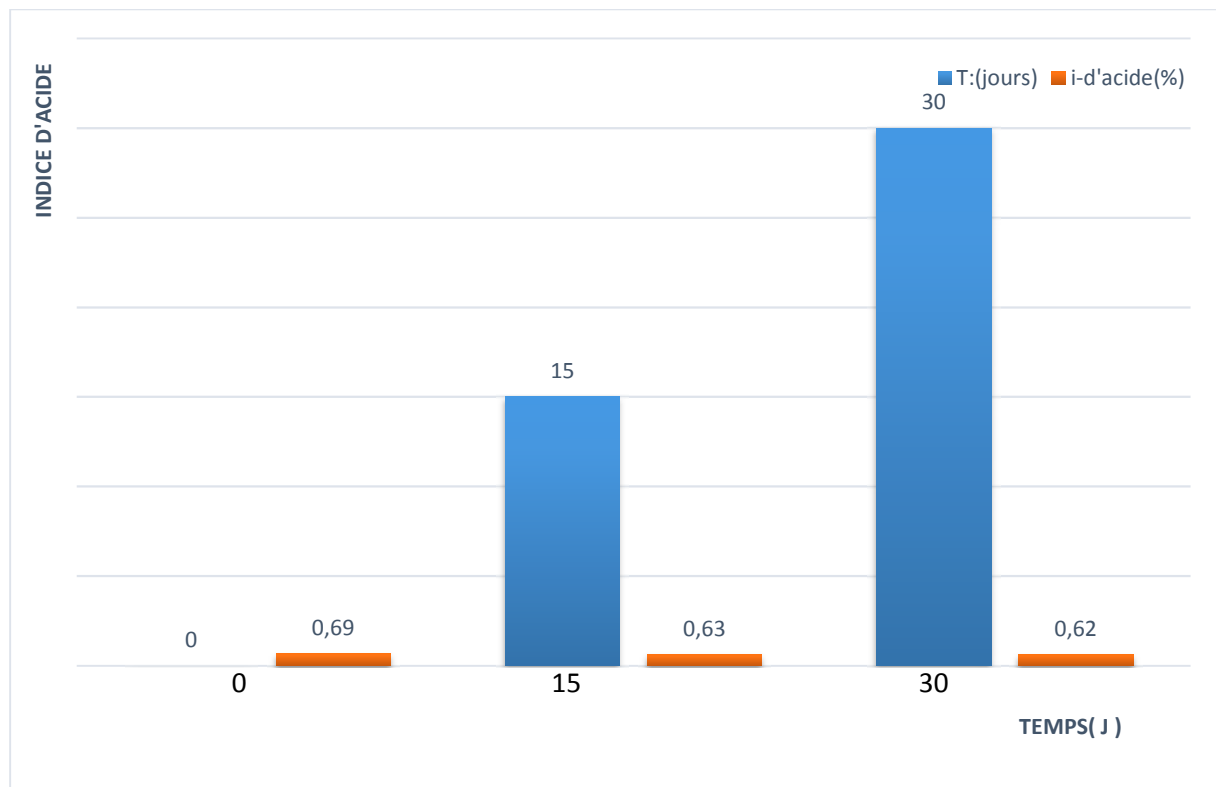


Figure 11 : Variation de l'indice d'acide en fonction du temps.

Sur la figure10, on remarque une diminution de l'indice d'acide en fonction de l'ajout de huile de lin à l'huile d'olive, donc l'huile de lin exerce une influence marquée sur la stabilité de l'huile d'olive et par conséquent ces huiles conservent toute leur valeur nutritionnelle.

IV.1.4 Indice de saponification

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

L'indice de saponification est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est courte [62].

Les résultats d'analyse de l'indice de saponification sont présentés sur les figures 12.13 :

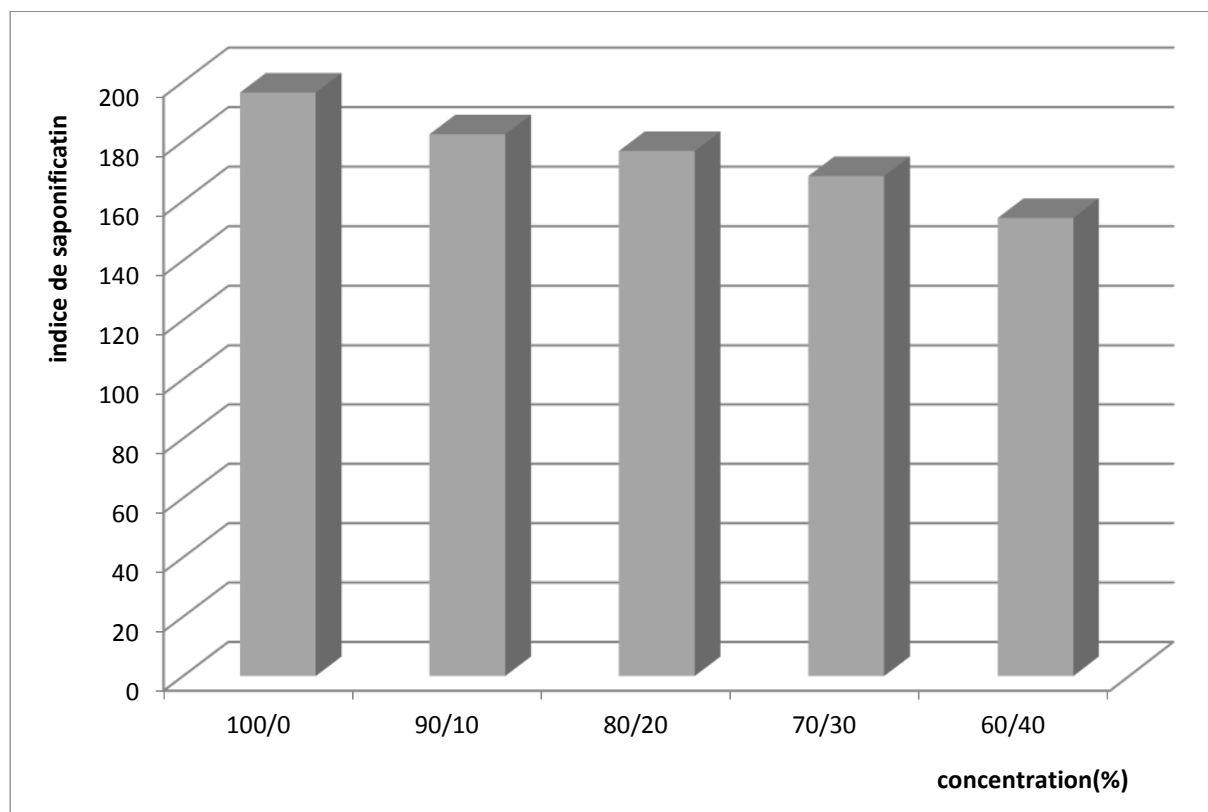


Figure 12 : Variation de l'indice de saponification avec la concentration.

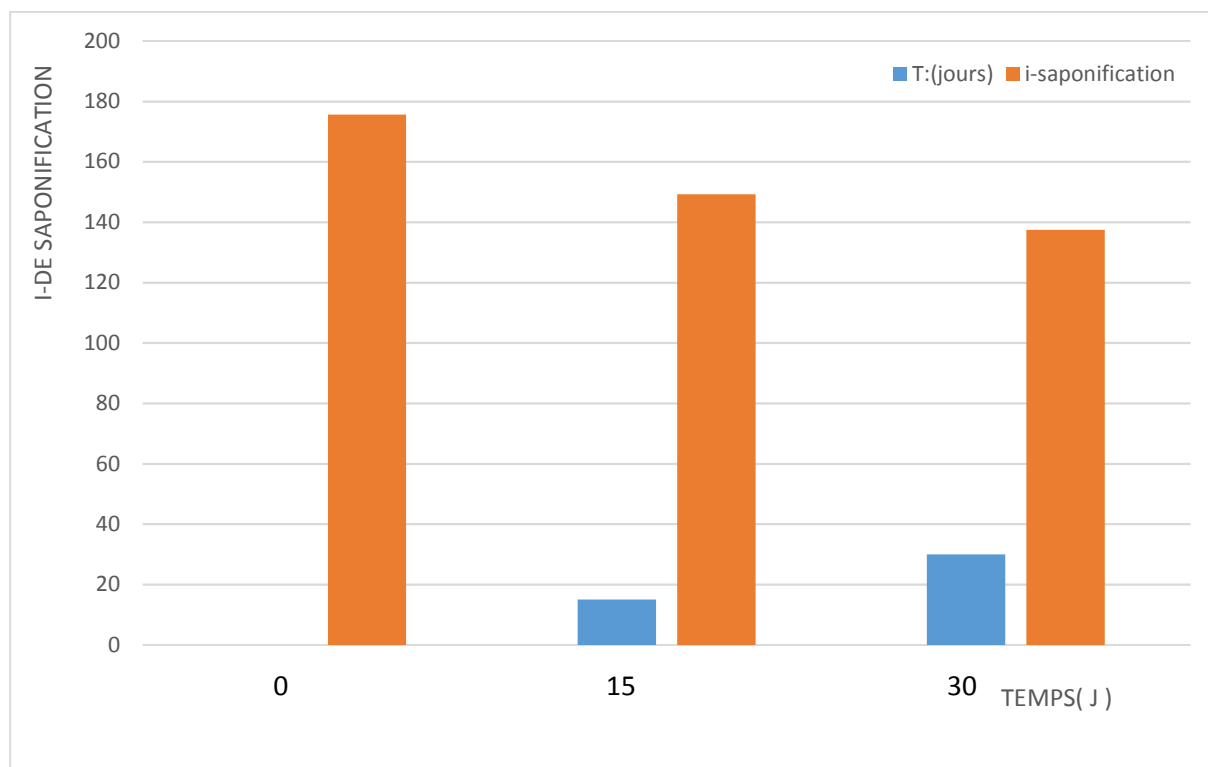


Figure 13 : Variation de l'indice de saponification en fonction de temps.

La diminution de l'indice de saponification avec la concentration indique que ces mélanges d'huiles ont des chaînes de carbone longues. Et donc lui donne un caractère de conservation à long terme

IV.1.5 Indice de peroxyde

Cet indice est un bon indicateur de l'état de conservation d'un corps gras. Il mesure les hydro-péroxydes totaux qui sont les premiers produits d'oxydation [69].

Les résultats de l'analyse sont représentés sur les figures 14 et 15.

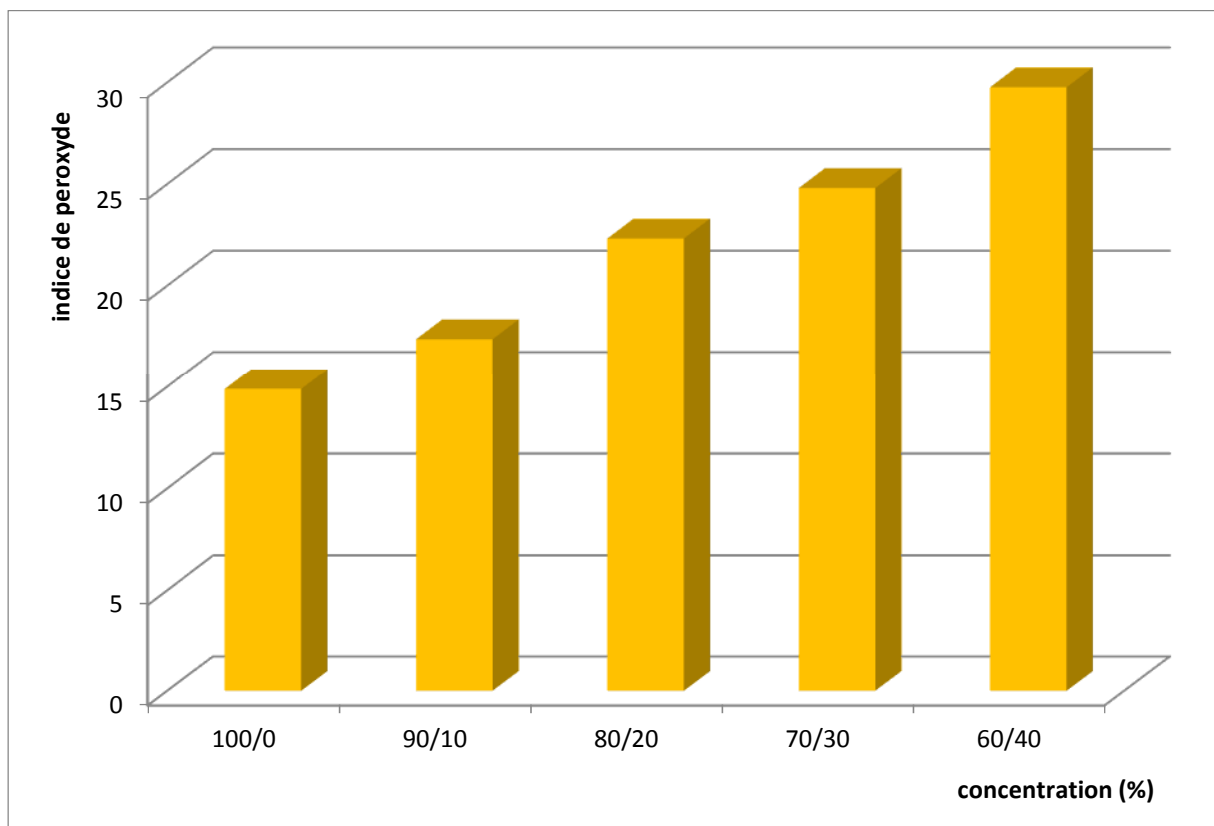


Figure 14 : Variation de l'indice de peroxyde en fonction de la concentration.

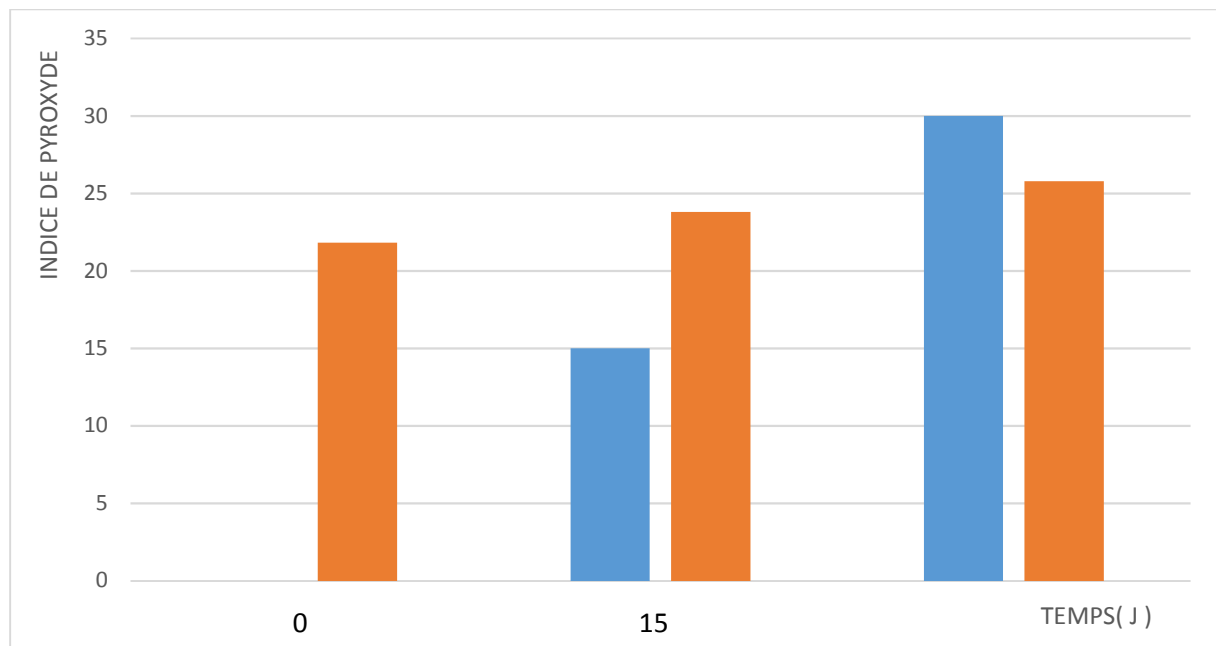


Figure 15 : Variation de l'indice de peroxyde sous l'effet de temps.

Les résultats dégagés par la figure 14 et 15 montrent que les valeurs de l'indice de peroxyde sont en augmentation [15-20]. Alors on peut dire que ces huiles sont totalement oxydées sous l'effet de la concentration et de temps de stockage

IV.1.6 Indice d'iode

Il nous renseigne sur le degré d'insaturation de l'acide gras contenu dans une huile donné, il est en rapport direct avec le degré d'oxydation d'une huile. Plus l'huile est insaturée, plus son indice d'iode est élevé [60].

Les résultats de l'analyse de l'indice d'iode sont représentés sur les figures 16 et 17.

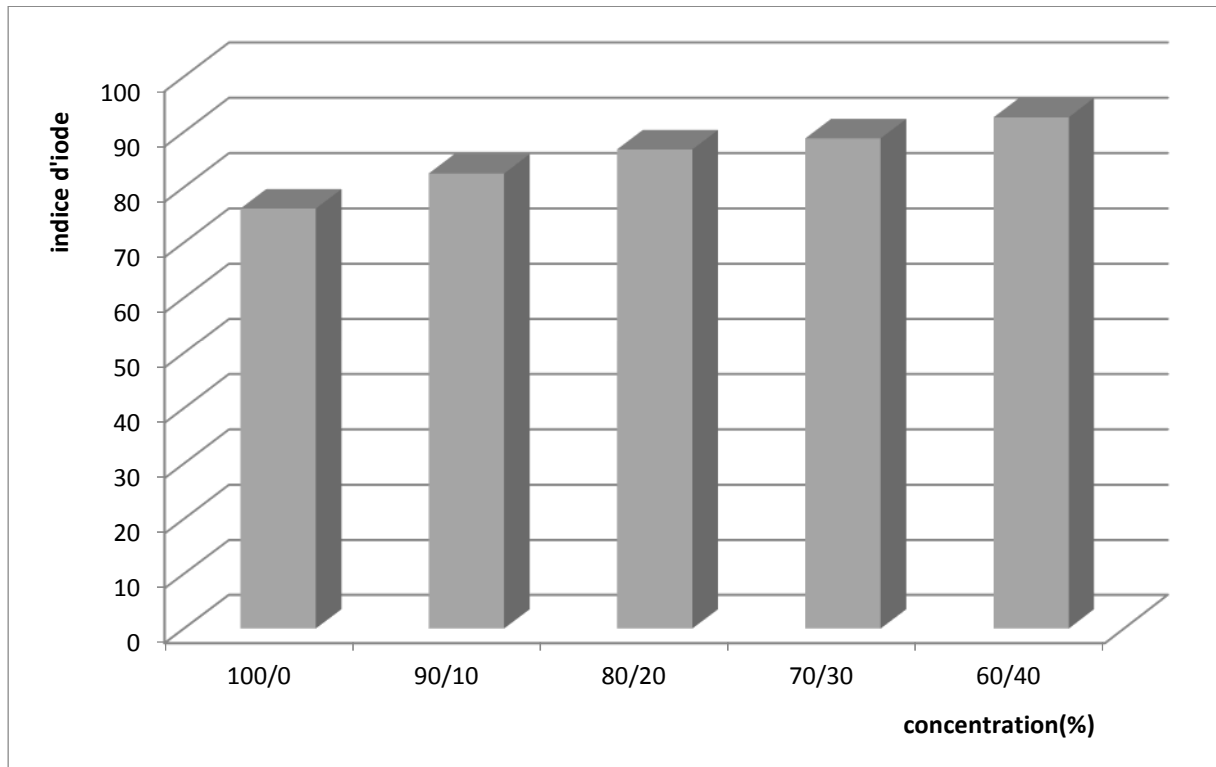


Figure 16 : Variation de l'indice d'iode en fonction de la concentration.

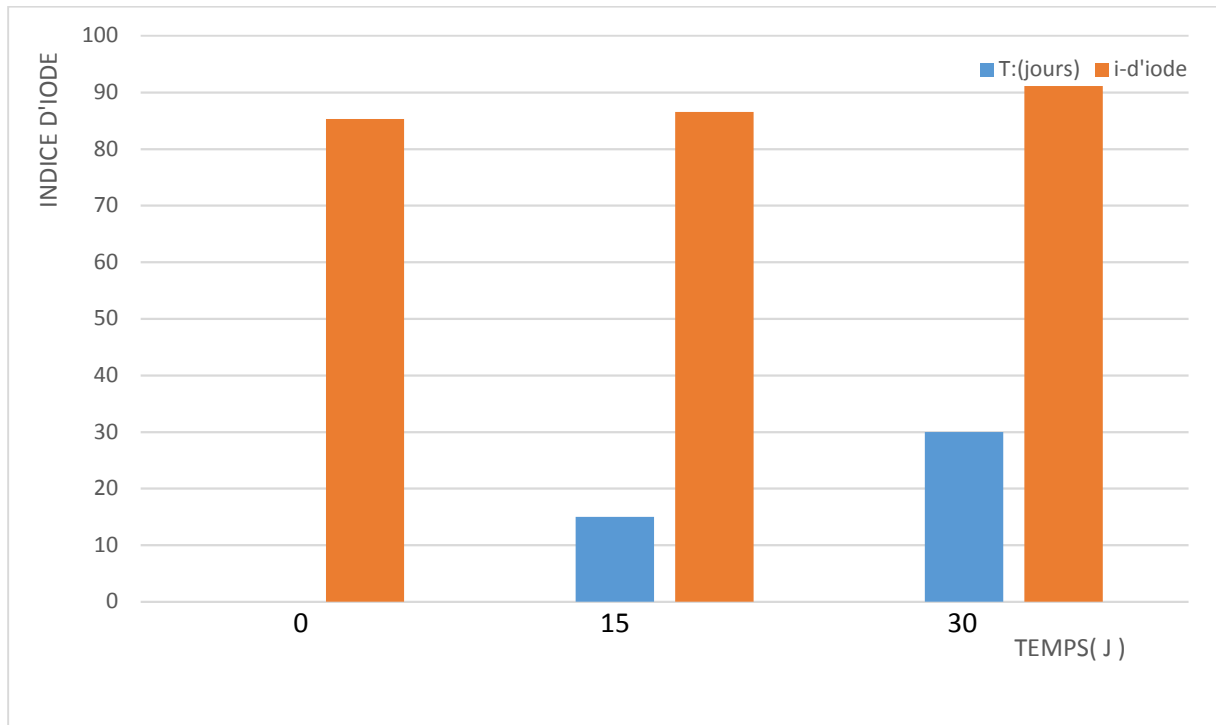


Figure 17 : Variation de l'indice d'iode avec le temps.

L'analyse des histogrammes de la figure 16 dégage une légère augmentation d'indice d'iode ce qui signifie que le mélange huile d'olive /huile de lin est riche en acides gras polyinsaturés.

IV.1.7 Indice d'ester

L'indice d'ester est l'un des paramètres chimiques qui permettent d'évaluer la qualité d'une huile essentielle, il est calculé comme suivant :

Indice d'ester = indice de saponification – indice d'acide.

Les résultats obtenus sont représentés sur les figures 18 et 19.

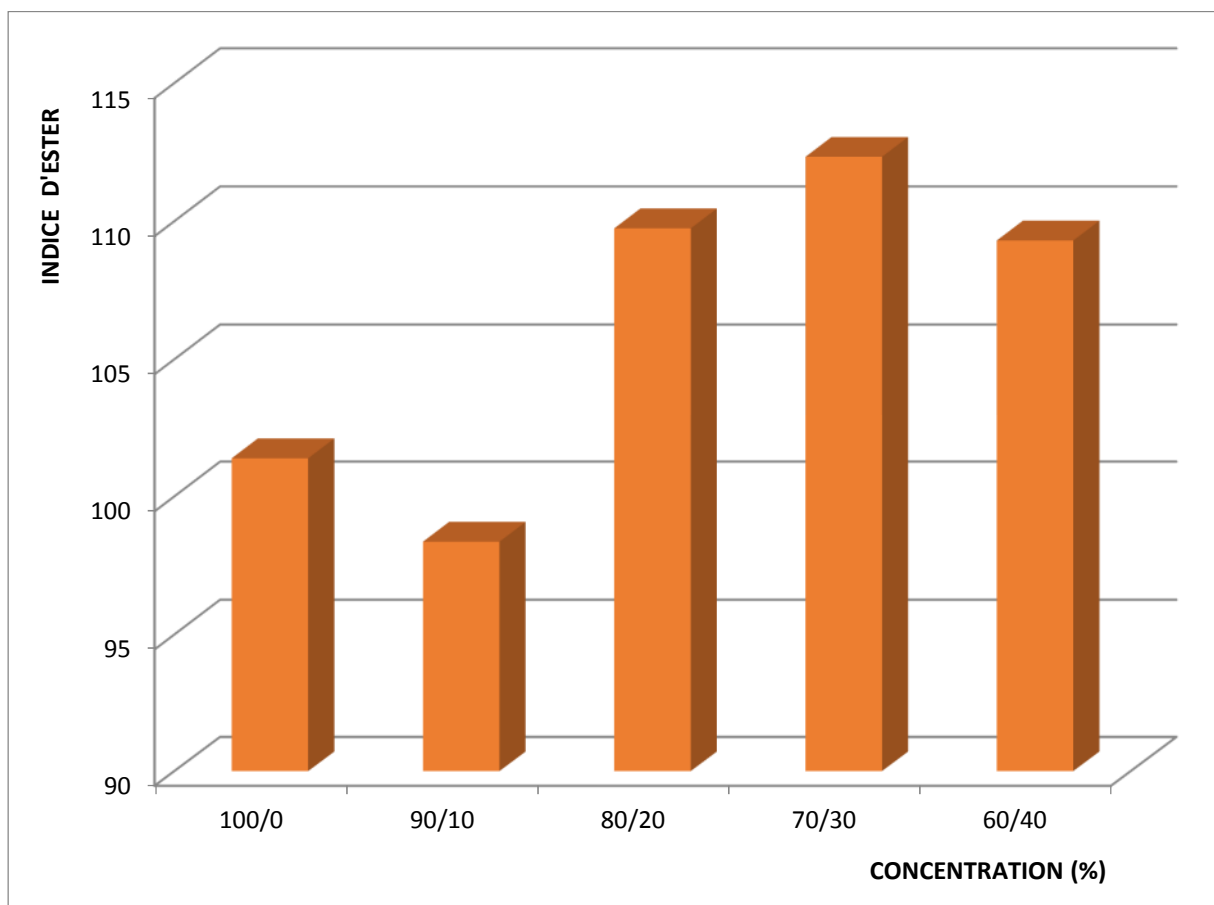


Figure 18 : Variation de l'indice d'ester avec la concentration.

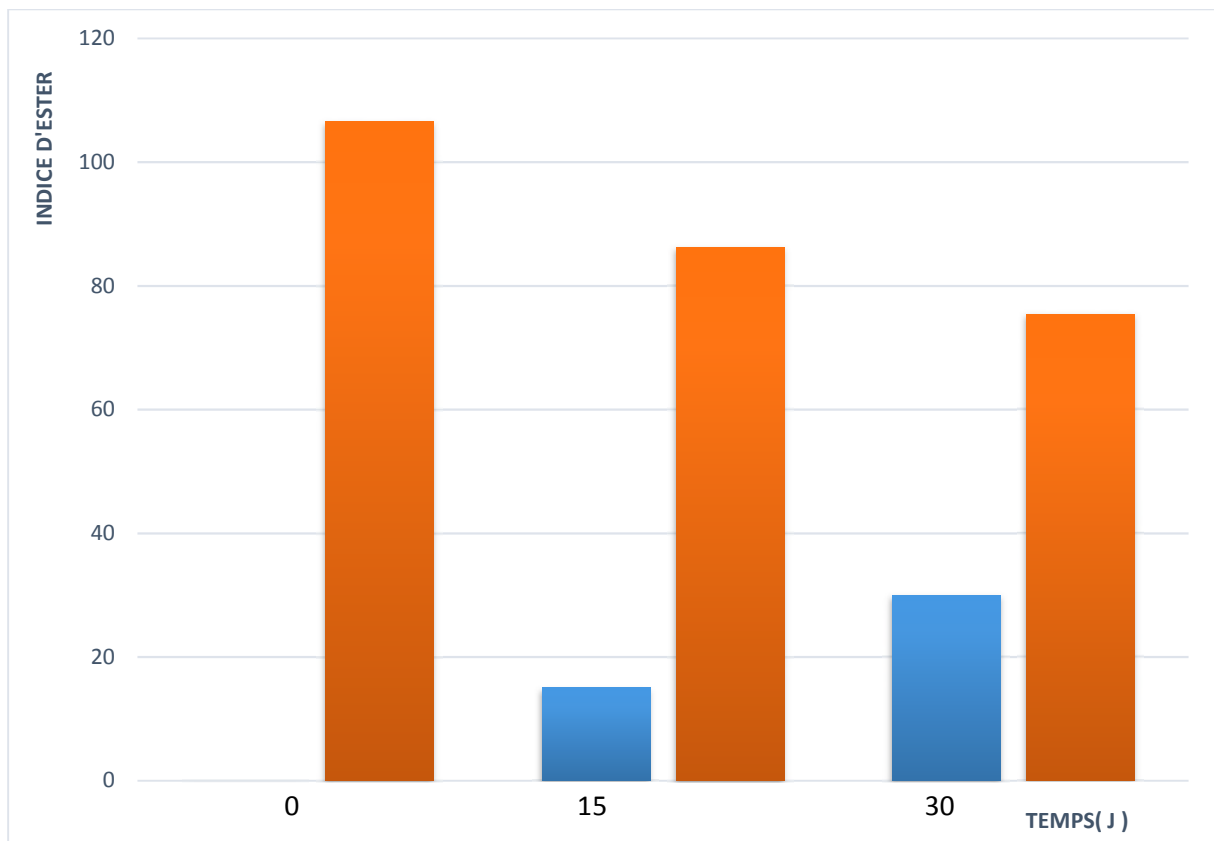


Figure 19 : Variation de l'indice d'ester en fonction de temps.

D'après les résultats de la figure 18, on n'observe que les valeurs obtenues de l'indice d'ester oscille, on constate une baisse de cet indice pour les concentrations 90/10 et 60/40 tandis qu'une élévation est observée pour les concentrations 80/20 et 70/30. Sur la courbe de la figure 19, une augmentation de cet indice est aussi observée avec la durée de stockage. Les huiles de bonne qualité, renferment une très grande quantité d'ester.

IV.3 Spectroscopie uv-visible

Avons utilisé l'équation ci-dessous, pour la détermination de ce paramètre :

$$K_{\lambda} = \frac{E_{\lambda}}{S \times C_{\text{Nous}}}$$

$E_{\lambda} = 1.85$ pour $\lambda=232\text{nm}$ et 0.75 pour $\lambda=270\text{nm}$;

$S = 1\text{cm}^2$;

C = 0,5 N.

Les valeurs de K_{232} et K_{270} sont respectivement égales à 1,85 et 0,75 :

Le rapporte $k_{232}/k_{270} = 2.46$.

Les réactions d'isomérisation aboutissent à la formation de diènes et de triènes conjugués qui absorbent la lumière dans le domaine UV entre 232 et 270 nm. En effet, les diènes conjugués et les produits primaires d'oxydation des acides gras se forment par réarrangement des doubles liaisons du radical alkyle des acides gras polyinsaturés, qui lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée tel que l'hydro-peroxyde, absorbent la lumière au voisinage de 232 nm. Les triènes conjugués (dans le cas de la présence d'acides gras à trois doubles liaisons) et les produits secondaires d'oxydation tels que les aldéhydes et cétones - insaturés, absorbent la lumière vers 270 nm. La détermination des absorbances au voisinage de 232 nm et au voisinage de 270 nm permet de détecter et d'évaluer les quantités de Produits d'oxydation : plus l'extinction à $\lambda=232$ nm est forte, plus elle est peroxydée. De même plus l'extinction à $\lambda=270$ nm est forte, plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires et traduit une faible aptitude à la conservation, rapport $R = \frac{K_{232}}{K_{270}}$ ce rapport indique que notre huile est de qualité. « Le rapport K_{232}/K_{270} doit être inférieur à 2 » [80].

Les résultats obtenus qui concerne l'absorbance sont représentés sur le tableau 6 : (**k=232nm**) et le tableau 7 : pour (**k=270nm**) comme suivant :

Tableau 6 : Présentation de l'absorbance en fonction de concentration des mélanges (**k=232nm**) :

Concentration des mélanges	100 /0	90/10	80/20	70/30	60/40
Absorbance	1,85	1,81	1,78	1,75	1,72

Nous avons obtenus l'absorbance comme indiquer sur la figure 20 : suivante :

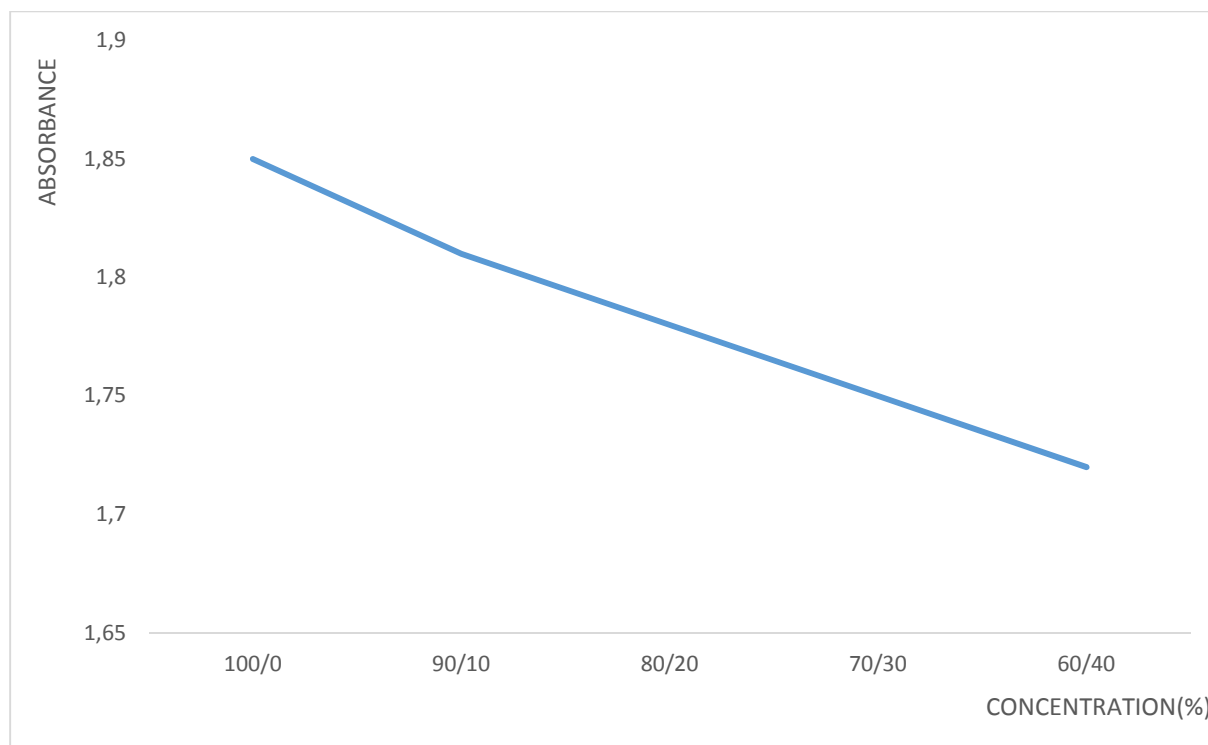


Figure 20 : Evaluation de l'absorbance sous l'effet de concentration.

Tableau 7 : Présentation les résultats de l'absorbance en fonction de concentration des mélanges ($k=270\text{nm}$) comme suivant :

Concentration des mélanges	100/0	90/10	80/20	70/30	60/40
Absorbance	0,75	0,72	0,70	0,68	0,66

Les résultats de tableau précédent sont représentés sur la figure 21 : suivante :

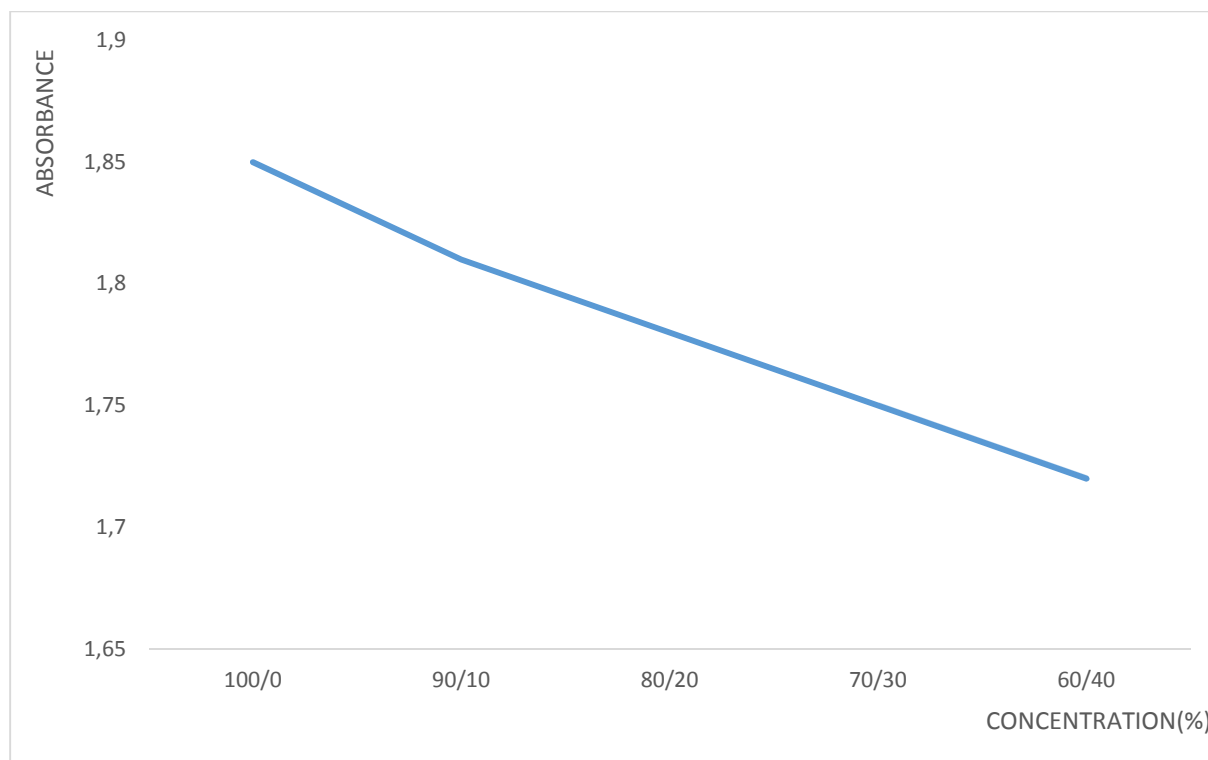


Figure 21 : Variation de l'absorbance sous l'effet de concentration.

D'après les résultats précédents on observe une légère diminution de l'absorbance sous l'effet de concentration cette variation due à l'oxydation de la matière grasse, mais on constate que l'huile utilisée est plus stable.

IV.4 Spectroscopie infrarouge

Pour identifier les groupements dans les différents mélanges étudiés, nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre ATR. Les résultats obtenus sont rassemblés dans les figures 22, 23 et sur les tableaux 8 et 9 suivants :

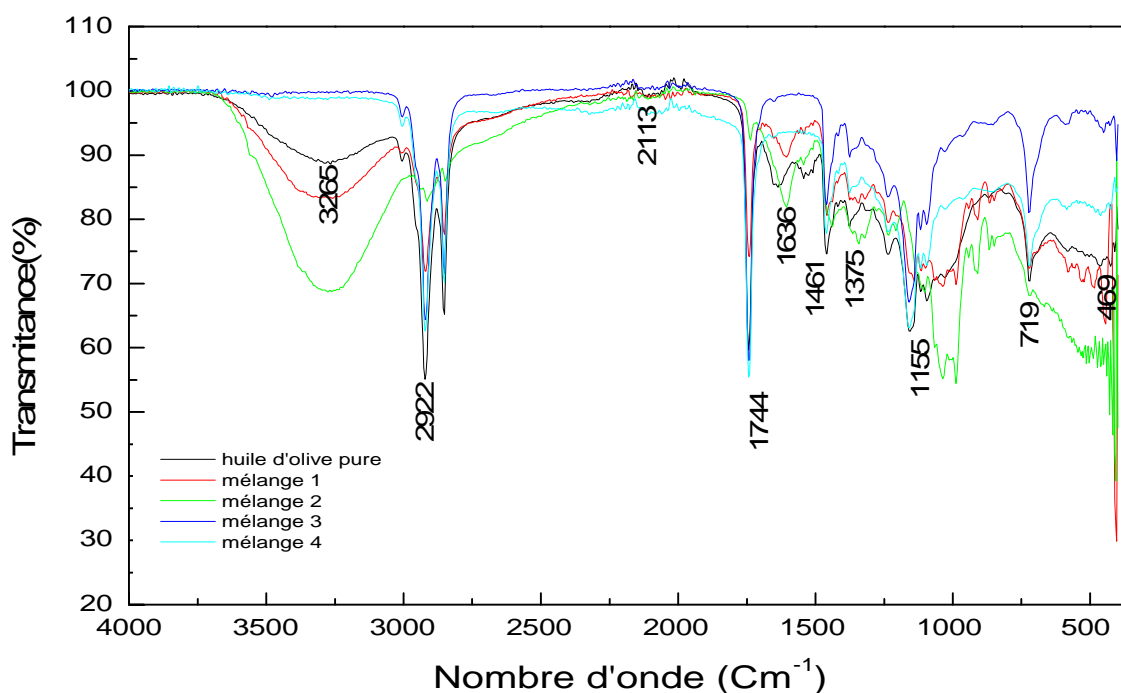


Figure 22 : les spectres des mélanges de l'huile d'olive de l'enrichit par l'huile de lin.

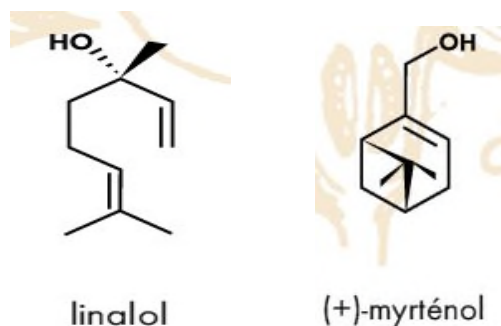
Tableau 8 : Position et identification de bandes caractéristiques observées par IR sur les mélanges d'huile.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèces identifiés	Intensité
3265	Fonction (—OH) de l'alcool ou phénol dimère	Large bande
2922	Liaison (C—H) de l'alcane, et liaison (—COH) de l'aldéhyde	Bande intense
2113	Liaison (—C≡C—) de l'acétyle	Bande faible

1744	Liaison (C=O) de la cétone	bande intense
1636	Liaison (C=O) de l'ester et de l'acide saturé	Bande faible
1461	Liaison (—OH) de l'acide	Bande faible
1375	Liaison (—CH ₃) de l'alcane	Bande faible
1155	Liaison (C—O) de l'alcool primaire	bande large
719	Formation d'une chaîne carbonique (CH ₂) n≥4	Bande faible
469	Formation d'un alcane (R—CH=CH—R') conjugué	Bande faible

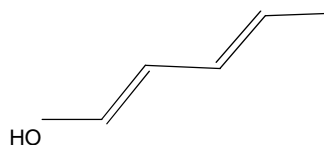
D'après l'identification les spectres précédents on observe que :

- Il n'y a pas de différences entre les spectres des huiles de l'enrichissement et ceux de la macération aussi, les groupements fonctionnels sont presque les mêmes, sauf l'intensité des pics qui change, la différence dans le pourcentage de transmittance, peut être expliquée par la différence de concentration entre les huiles, il est manifeste dans notre cas que l'huile. Dans la plupart de nos spectres, nous remarquons la présence d'une bande large et intense vers 3500 cm⁻¹, qui correspond à la fonction alcool ou phénol. Dans notre cas nous pouvons proposer deux composés qui correspondent à ces spectres :



Le pic à 2922 cm⁻¹ correspond à (=CH) de valence caractéristique d'un alcène comme suivant :

OH



1,3-di-ène buta1,4- di-ol

Le pic à 1636cm^{-1} correspond à un groupement carbonyle « aldéhyde, cétone, éther »

La différence observée entre deux séries du mélange d'huile dans les spectres IR est la formation d'une bande large qui se situe entre 2960 et 3100 (cm)^{-1} de la longueur d'onde. Cette dernière qui disparaît dans le spectre du premier mélange (100g huile d'olive + 50g de grain de lin), mais pour les autres spectres cette bande est totalement claire qui rassemble la fonction alcool ($-\text{OH}$).

Conclusion

Conclusion générale

Pour faire face à un besoin croissant en huile végétale, les procédés industriels permettant leur obtention sont soumis à une amélioration constante de leurs performances. L'optimisation de ces procédés prend alors en compte les critères suivants ; l'augmentation du rendement et de la qualité des huiles ainsi que la réduction des coûts de production. De plus, dans un contexte de développement durable, la réduction ou la suppression des solvants organiques est devenue une nécessité. En outre, une adaptation des procédés est nécessaire pour la production d'huiles thermosensibles ou contenant des composés d'intérêts thermosensibles.

Notre travail est consacré à une étude qualitative des mélanges d'échantillons d'huiles d'olive et l'huile de lin dans le but de s'assurer de leur pureté, de l'incidence de certains paramètres et de leurs conformités aux normes internationales pour pouvoir ainsi aller vers la commercialisation et par conséquent atteindre l'exploitation.

Cette étude nous a permis de déterminer les principales caractéristiques chimiques et physiques ainsi que l'analyse spectrale et d'en faire une comparaison afin de déterminer la qualité de chaque huile étudiée.

Les résultats obtenus nous permettent de dire que :

- Les huiles d'olive étudiées ne sont pas très acides et sont aptes à la consommation.
- Les indices de saponification nous informent qu'elles sont conformes aux normes.
- Les indices de peroxyde sont en accord avec ceux cités dans les normes ; ce qui permet de les qualifier comme bonnes.
- Les indices d'iode de l'ensemble des échantillons sont dans les normes ; ces huiles sont donc stables et par conséquent difficilement altérables.
- La densité relative de nos échantillons sont toutes dans les normes , donc l'huile étudiée est pur et de bonne qualité.
- Les indices de réfraction sont en accord avec les normes établies par C.A. alors ils sont totalement purs.
- L'absorbance dans uv-visible des mélanges d'huile est un peu dépasser les normes.
- Dans les spectres infra-rouge on a remarqué oxydation de la matière grasse.
- L'augmentation de l'indice d'ester indique que notre l'huile est de bonne qualité.

Une bonne qualité de huile d'olive dépend de plusieurs facteurs : de la variété de l'olive, de la collecte, de son acheminement vers l'huilerie, du procédé de fabrication utilisé ainsi que de la conservation et du conditionnement.

Afin d'atteindre les exigences organoleptiques et gustatives exigées les perceptives recommandées sont :

- Le conditionnement des huiles d'olive dans des bouteilles opaques et hermétiques pour la commercialisation.
- Le renforcement des services de contrôle, d'analyse et d'évaluation qualitative des produits oléicoles.
- Le développement de laboratoire sensoriel, ainsi que la formation d'un panel de dégustateurs pour l'évaluation qualitative et organoleptique des huiles.
- La qualité de l'huile d'olive, sa valeur biologique, ses vertus sanitaires et nutritionnelles font d'elle une denrée très appréciée par le consommateur. Pour cela, le service qualité devrait obliger le vendeur des huiles d'olive à garantir leur pureté et d'améliorer le conditionnement de son produit.
- Enfin nous pouvons conclure que l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de lin est donne des résultats positifs, qui indique que notre huile étudiée est pur et de bonne qualité.

Référence bibliographique

- [1] L'huile d'olive, de la gastronomie à la santé .*Editions Artulen*, 224p.
- [2] **Christopoulou E., Lazarki M. et Alexiou F.** 1995. La qualité de l'huile d'olive vierge grecque: critères chimiques et organoleptiques. *Olivae*, 56:54-59.
- [3] **C.O.I.** 2015. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Madrid. Espagne. Conseil Oléicole International/T.15/NC n°3/rév.8
- [4] **Newsletter-Marché oléicole N° 119-Septembre 2017.** Evolution de la campagne huile d'olive 2016/17 et estimation de la campagne huile d'olive et olive de table 2017/18
- [5] **Chambre agricole de la wilaya de Bejaia 2017.** Statistique de la production de l'huile d'olive de la wilaya de Bejaia.
- [6] **Dugo G., Lo Turco V., Pollicino D., Movrojeni E. et Pipitone F.** 2004. Caractérisation d'huiles d'olive vierges siciliennes. Variation quantitative des huiles des fruits des cultivars « techniques et de l'époque de récolte des olives» *Olivae*, 101: 44-52.
- [7] **Inglese P.** 1994. L'influence de la variété sur les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive. *Olivae*, 54 : 42-44.
- [8] **Karleskind A.** 1992. Généralités. In :Manuel des corps gras.Ed:Lavoisier, Tec.et Doc, paris, p.1-46
- [9] **Owen R.W., Haubner R., WurteleG., Hull W.E., Spiegelhader. et Bartsch H.** 2004. Olives and olive oil in cancer prevention. *European Journal of Cancer Prevention*, 13(4): 319-326.
- [10] **Psomiadou E, Tsimidou M. et Boskou D.** 2000. α -tocopherol content of Greek virgin olive oils. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48 (5):1770-1775.
- [11] **Visioli F. et Galli C.** 1994. Oleuropein protects low density lipoprotein from oxidation. *Life Sciences*, 55(24): 1965-1971.
- [13] **Tuck K.L. et Hayball P.J.** 2002. Major phenolic compounds in olive oil: metabolism and health effects. *Journal of Nutritional Biochemistry*, 13:636-644.
- [14] **Brenes M., Garcia A., Garcia P., Rios J.J. et Garrido A.** 1999. Phenolic Compounds in Spanish Olive Oils. *Journal of Agricultural Food Chemistry*, 47: 3535-3539.
- [15] **Bendini A., Cerretani L., Carrasco-Pancorbo A., Gomez-Caravaca A.M., Segura Carretero A., Fernandez-Gutiérrez A. et Lercker G.** 2007. Phenolic Molecules in Virgin Olive Oils: a Survey of Their Sensory Properties, Health Effects, Antioxidant Activity and Analytical Methods. An Overview of the Last Decade, *Molecules*, 12: 1679-1719.
- [16] **Haddam M., Chimi H. et Amine A.** 2014. Formulation d'une huile d'olive de bonne qualité. *OCL*, 21(5): 507.
- [17] **Gandul_Rojas B. et Minguez_Mosquera M.I.** 1996. Chlorophyll and carotenoid composition in virgin olive oils from various Spanish olive varieties. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 72(1): 31-39.

- [18] Manai-Djebali H., Krichène D., Ouni Y., Gallardo L., Sánchez J., Osorio E. et Zarrouk M. 2012.** Chemical profiles of five minor olive oil varieties grown in central Tunisia. *Journal of Food Composition and Analysis*, 27(2): 109-119.
- [19] Kataja-Tuomola M., Sundell J.R., Männistö S., Virtanen M.J., Kontto J., Albanes D. et Virtamo J. 2008.** Effect of α -tocopherol and β -carotene supplementation on the incidence of type 2 diabetes. *Diabetologia*, 51(1) : 47-53.
- [20] Nieves Criado M., Paz Romero M., Casanovas M. et Motilva M. J. 2008.** Pigment profile and Color of monovarietal virgin olive oils from Arbequina cultivar obtained during two consecutive crop seasons. *Food Chemistry*, 110: 873–880.
- [21] C.E.E. 2568/91.** Communauté Economique Européenne. Règlement (CEE) N°2568/91 de la commission du 11 juillet 1991. Relatif aux caractéristiques des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive ainsi qu'aux méthodes d'analyse y afférentes : 27630.
- [22] BLEKAS G., PSOMIADOU E., TSIMIDOU M., BOSKOU D. (2002).** The importance of total polar phenols to monitor the stability of greek virgin olive oil. *European Journal of lipid Science and technology*. 104 (6) : 340-346.
- [23] BENABID H., (2009).** CARACTERISATION DE L'HUILE D'OLIVE ALGERIENNE Apports des méthodes chimiométriques.(INSTITUT DE LA NUTRITION, DE L'ALIMENTATION ET DES TECHNOLOGIES AGRO-ALIMENTAIRES, INATAA).
- [24] CODEX ALIMENTARIUS. (1981).** Norme codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée. Codex STAN 33-1981 (Rév. 1989,2003, 2015).
- [25] KEYS A., MENOTTI A., KARYONEM M.J., BLACKBURN H., BUZINA R., DIODORDEVIC B.S., DONTAS A.S., FIDANZA F., KeysEYS M.H., KROMHOUT D., NEDUKOVIC S., PUNSAR S., SECCARECCIA F., TOSHIMA H. (1986).** The diet and 15 year death rate in seven countries study. *Am. J. Epidemiol.* 124, 903-915
- [26] JACOTOT B. (1997).** Intérêt nutritionnel de la consommation de l'huile d'olive. *OCL* 4(5), 373-374.
- [27]** Study on the effects of trans fatty acids from ruminants on blood lipids and other risk factors for cardiovascular disease. *American Journal of Clinical Nutrition*. 87 (3) pp 593-599.
- [28] BERRA G., De GASPERI R. (1980).** Qualità nutrizionale dell'olio di oliva. In: III Congresso internazionale sul valore biologico dell'olio d'oliva - la Conea, Creta (Grecia), 8-12 settembre, p. 427.
- [29] BEUCHAMP G., KEST R., MOREL D., LIN J., PIKA J., HAN Q., SMITH A.B., BRESLIN P.A.S., (2005).** Ibuprofen like activity in extra-virgin olive oil. *Revue Nature* 437, 45-46.

- [30] TRICHOPOULOU A., LAGIOU P., KUPER H., TRICHOPOULOS D., (2000).** Cancer and Mediterranean dietary traditions. Department of Hygiene and Epidemiology, University of Athens Medical School, Greece. *Cancer Epidemiol Biomarkers, Sep; 9(9):869-873.*
- [31] ROSA M., LAMUELA-RAVENTOS E., GIMENO E., MONTSE F., CASTELLOTE A.I., COVAS M., DE LA TORRE-BORONAT M.C., LOPEZ-SABATER M.C., (2004).** Interaction of Olive Oil Phenol Antioxidant Components with Low-density Lipoprotein. *Biol Res 37: 247-252.*
- [32] TERDAZI W., Ait YACINE Z., OUSSMA A., (2010).** Etude comparative de la stabilité de l'huile d'olive de la Picholine marocaine et de l'Arbéquine. *Olivae, 113 : 22- 26.*
- [33] PERONA J.S., CANIZARES J., MONTEROU E., SANCHEZ- DOMINUEZ J.M., CATALA A., RUIZ-GUTIEREZ V., (2004).** Virgin olive oil reduces blood pressure in hypertensive elderly subjects. *Clinical Nutrition, 2, 191- 200.*
- [34] Clodoveo M.L. 2012.** Malaxation: Influence on virgin olive oil quality. Past, present and future – An overview. *Trends in Food Science & Technology, 25: 13-23.*
- [37] Sanchez V., Priego-Capote F., Jimenez-Ot C. et Luque de Castro M.D. 2011.** Quality and stability of edible oils enriched with hydrophilic antioxidants from the olive tree: the role of enrichment extracts and lipid composition. *Journal of Agriculture and Food Chemistry: 59, 11432-11441*
- [38] Vaisey-Genser, M. A., Morris, D. (2003)** Introduction History of the cultivation and uses of flaxseed. *dans: Flax, The genus Linum.* Eds Muir, A. D., Wescott, N. D., CRC Press, 34, pp 1-22
- [39] Knörr, W., Daute, P., Grützmacher, R., Höfer, R. (1995)** Development of new fields of application for linseed oil. *Lipid / Fett, 97, pp 165-169*
- [40] Labalette, F., Landé, N., Wagner, D., Roux-Duparque, M., SAILLET, E., ONIDOL (2011)** La filière lin oléagineux française : panorama et perspectives. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides, 8, pp 113-122*
- [41] CETIOM (2011)** Plaquette technique : l'avenir du lin oléagineux en France (Centre Technique Interprofessionnel des Oléagineux et du Chanvre). pp 6
- [42] Tzang BS, Yang SF, Fu SG, Yang HC, Sun HL, Chen YC (2009).** Effects of dietary flaxseed oil on cholesterol metabolism of hamsters. *Food Chemistry. 114: 1450-1455.*
- [43] Morris DH (2007).** Flax Primer, A Health and Nutrition Primer. Flax Council of Canada. 9-19.
- [44] Lorente-Cebrián S, Costa AG, Navas-Carretero S, Zabala M, Martínez JA, MorenoAliaga MJ (2013).** Role of omega-3 fatty acids in obesity, metabolic syndrome, and cardiovascular diseases: a review of the evidence. *J Physiol Biochem. 69(3):633-51.*
- [45] Cassani RS, Fassini PG, Silvah JH, Lima CM, Marchini JS (2015).** Impact of weight loss diet associated with flaxseed on inflammatory markers in men with cardiovascular risk factors: a clinical study. *Nutr J. 10;14:5.*

- [46] Badawy EA, Rasheed WI, Elias TR, Hussein J, Harvi M, Morsy S, Mahmoud Yel-L (2015). Flaxseed oil reduces oxidative stress and enhances brain monoamines release in streptozotocin-induced diabetic rats. *Hum Exp Toxicol.* 34(11):1133-8.
- [47] Ayad A, Merzouk H, Baba Hamed Y, Merzouk SA, Gresti J, Narce M (2013a). Beneficial effects of dietary olive and linseed oils on serum and tissue lipids and redox status in the aging obese rat. *J. Nat. Prod. Plant Resour*; 3(2):61-71.
- [48] Firestone D. 1999. Physical and chemical characteristics of oils, fats and waxes. AOCS Press: Champaign Il.
- [49] Daun, J., Barthet, V., Chornick, T., Duguid, S. (2003) Structure, composition, and variety development of flaxseed. *dans: Flaxseed in Human Nutrition, Second Edition*. Eds Thompson, L. U. and Cunnane, S. C., AOCS Press, Champaign, Illinois, USA, pp 1-40
- [50] GEVES (2012) Centre d'Etudes et de Contrôle des Variétés et des Semences. site consulté le 13 mars 2012, <http://cat.geves.info/page/ListeNationale>
- [51] Freeman, T. P. (1995) Structure of flaxseed. *dans: Flaxseed in human nutrition*. Eds Cunnane, S. C., Thompson, L. U., AOCS Press, Champaign, Illinois, USA, pp 11–21
- [52] FAO (2012) Guide pratique - Stockage et conservation des grains à la ferme. site consulté le 13 mars 2012, www.fao.org/Wairdocs/X5163F/X5163f02.htm
- [53] Dybing, C. D., Lay, C. (1981) Flax *Linum usitatissimum*. *dans: CRC handbook of biosolar resources*. Eds McClure, T. A., Lipinsky, E.S., CRC Press, Inc., Boca Raton, USA, Il. Resource materials, pp 71-85
- [53] Oomah, B. D. (2003) Processing of flaxseed fiber, oil, protein, and lignan. *dans: Flaxseed in Human Nutrition, Second Edition*. Eds Thompson, L. U., Cunnane S. C., AOCS Press, Champaign, Illinois, USA, 20, pp 363-387
- [54] Ratnayake WM, Galli C (2009) Fat and fatty acid terminology, methods of analysis and fat digestion and metabolism: a background review paper. *Ann Nutr Metab* 55:8–43.
- [55] Garcia A. Ruiz-Mandez V. Romero C et Brenes M.(2006). Effect of refining of the phenolic composition of crude olive oils. *JAOCS*.83 :159-164
- [56] Ricardo M. Casal S.Hugo L, Bento A. Pereira J.A. 2012 . Can tea extracts protect extra virgin olive oil from oxidation during microwave heating. *Food Research International*.48,148-154
- [57] Knupp G. Rucker G. Ramos-Cormenzana A. Garrido Hoyos S. Neugebauer M. Ossenkop T. (1996). problems of identifying phenolic compounds during the microbial degradation of olive mill wast water . *International Biodeterioration and Biodegradation*.38.277-282.
- [58] Hamdi M. Garcia J.L et Ellouz R. (1992). Integrated biological process for olive mill wastewaters treatment. *Bioprocess.Eng*.8,79.10.
- [59] Salta F.N. Mylona A. Chiou A. Boskou G and Andrikopoulos N.K. 2007. Oxidative.
- [60] Wolff J. P., 1968. Manuel d'analyses des corps gras. Ed. Aznulay, Paris.

- [61] Salgarolo, 2003.** Pratique des manipulations de chimie-à l'usage des biologistes techniques et documentation-Lavoisier : P229-237.
- [62] Lion Ph., 1955.** Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.
- [63] Ollé M., 2002.** Analyse des corps gras. Bases document : technique d'analyse ; référence P3325 ; Ed. Techniques de l'ingénieur. [Http://www.techniques-ingenieur.fr](http://www.techniques-ingenieur.fr).
- [64] Adrian et al, 1998.** Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Techniques et documentation- Lavoisier : P47-53.
- [65] Alais C., Linden G. et Miclo L. 1999.** Lipides. In : Biochimie alimentaire. Ed Dunod, 51-71.
- [66] Nicholson R. Vermerris w.(2006).**Phénolic compound biochemistry. Edition :Springer.New York.01-48.
- [67] Ames B.N.Shigenaga M.K. Hagent.M.(1993).**oxydants,antioyidant,and the degenerative diseases of aging Review ;product Natural Acadimic Science of USA.90,7915-7922.
- [68] Boublenza I, 2009.** Contribution à l'étude de l'analyse de l'huile de citrulluscolocyn this (coloquinte) et de son pouvoir antimicrobien. Mémoire de magister de biologie ; Université abou-bekrbelkaid, Tlemcen.P. 2-3
- [69] mémoire de MOUSSENI ILYES contribution à l'étude physico-chimiques des échantillons d'huile d'olive et leur mélange,2016.**

Résumé

Le travail présente dans se mémoire est basé sur les analyses physico-chimiques d'un mélange de l'huile d'olive avec l'huile de lin à différentes concentration (100/0 ; 90/10 ; 80/20 ; 70/30 ; 60/40) et stockée pendant 30 jours a température ambiante. Dans le but d'évaluer la stabilité oxydative de l'huile d'olive, des analyses physico-chimiques et spectrales comme (la densité, indice de réfraction, indice d'acide, indice de saponification, indice de peroxyde, indice d'iode, indice d'ester, uv-visible et infrarouge), on été réalisés. Il a été observé que la présence de l'huile de lin dans les échantillons a diminué l'oxydation de l'huile d'olive enrichie pendant le stockage. L'analyse par spectrophotométrie uv-visible à 232nm montre une oxydation primaire lent et des produits secondaires d'oxydation à 270nm.

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

Abstract

The work present in his memory is based on the physicochemical analysis the mélange of olive oil and lin oil at different concentration (100/0 ; 90/10 ; 80/20 ; 70/30 ; 60/40) and stoked for 30 days. Qt room temperature .in order to evaluate the oxydative stability of olive oil, physico-chimical and spectral analyzes (density, refractive index, acide number, saponification number, peroxide indix, iodine number, ester number, uv-visible and infrared).hav been made. It has observed that the presence of lin oil in the simple decreased the oxidation of enriched olive oil during storage. Analysis by uv visible spectrophotometry at 232nm show a slow primary oxidation and secondary oxidation products at 270nm.

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