



Mémoire de Master



Présenté par :

- M^{me} Bouguermouh Djohra
- M^{elle} Sadoun Sonia



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

Spécialité : Chimie Analytique

Thème :

Enrichissement de l'huile d'olive par un corps gras

Soutenu le :

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
		Président
M ^f . Boukerroui Abdelhamid	Chimie	Examineur
M ^{me} Brahmi Daouia	Chimie	Examineur
M ^{elle} Boukehil Ghouzala	Chimie	Encadrante

2020-2021

REMERCIEMENTS

Au terme de ce travail, nous tenons à exprimer nos remerciements les plus sincères, tout d'abord au «Bon Dieu» pour la patience et la santé qu'il nous a offerte tout au long de nos études.

Nous tenons à exprimer nos profondes gratitude à notre Encadreure M^{lle} Boukehil, pour avoir accepté de diriger ce travail. Nous lui témoignons toute notre reconnaissance pour ses conseils, ses orientations et sa patience ainsi que M^{me} Isaadi.

Nous offrons notre gratitude à toutes les personnes, enseignants et techniciennes pour leurs disponibilités, leurs aides, et d'avoir mis tous les moyens et documentations nécessaire, à notre disposition.

Dédicaces

Je tiens sincèrement à dédier ce modeste travail à mes très chers parents source de ma force et détermination, pour leur soutien et patience durant mon parcours scolaire.

À tous mes frères et sœurs, et plus particulièrement ma sœur Kamilia pour son encouragement et son aide.

À Adam et Akşel mes deux enfants, et à tous mes amies et proches, À tous ceux qui m'ont aidé dans ce travail de près ou de loin.

Djohra

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

*À ceux qui m'ont donné la vie symbole de fierté et
patience.*

*À ceux qui m'ont offert le bonheur, mes très Chers
parents.*

À mes sœurs : Mahdjouba, Laila, Nedjema, Nabila.

À mon frère Walid.

À mes cousins, mes cousines, mes oncles, mes tantes.

À tous mes amis sans exception.

*À tous ceux que j'aime et ceux qui m'aime pour ce
que je suis.*

Sonia

Liste des abréviations

A : Absorbance
ATR : Attenuated Total Refractance (La réfraction totale atténuée)
CG : Corps gras
C° : Degré Celsius
COI : Conseil oléicole internationale
CA : Codex Alimentarius
cm : Centimètre
d : Densité
IE : Indice d'ester
IP : Indice de peroxyde
IR : Infrarouge
I_A : Indice d'acide
I_S : Indice de saponification
j : Jour
g : Gramme
g/mol : Gramme par mol
KI : Iodure de potassium
HO : Huile d'olive
HS : Huile de sésame
MégO₂/Kg : Milliéquivalent d'O₂ par Kilogramme
MG : Matière grasse
mg : Milligramme
m : Masse
ml : Millilitre
nm : Nanomètre
N : Normalité
n^T_a : Indice de réfraction à la température T
OOL : Dioléolinoléine
OOO : Trioléine
POL : Palmitooléolinoléine
POO : Dioléolinoléine
UV-Visible : Ultra-violet visible
V : Volume
% : Pourcentage

Liste des tableaux

Tableau 1 : Composition en triglycérides de l'huile d'olive.....	5
Tableau 2 : Composition en acide gras par chromatographie en phase gazeuse.....	6
Tableau 3 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive	9
Tableau 4 : Composition chimique globale des grains de sésames.	12
Tableau 5 : Composition en acides aminés et acides gras des grains de sésame	13
Tableau 6 : Compositions de l'insaponifiable de l'huile de sésame	14
Tableau 7 : Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de sésame.	15
Tableau 8 : Différentes compositions des HO et HS et leur temps de stockage	17
Tableau 9 : Produits chimiques utilisés.....	18
Tableau 10 : Position et identification de bandes observées par IR de HO pure à 0 j.	39
Tableau 11 : position et identification de bandes observées par IR pour HO à 20 j.	40
Tableau 12 : Positions et identifications de bandes observées par IR de HS à 0 j.....	41
Tableau 13 : Positions et identifications de bandes observées par IR de HS à 20 j.....	42
Tableau 14 : Position et identification de bandes observées par IR HO/HS (%).	43

Liste des figures

Figure 1 : L'olivier dans la région de la Kabylie (Algérie).....	3
Figure 2 : Structure des tocophérols.....	7
Figure 3 : Structures des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive	8
Figure 4 : Plante de sésame et ses graines.....	11
Figure 5 : structure de quelques antioxydants identifiés dans l'huile de sésame	16
Figure 6 : Réfractomètre.....	20
Figure 7 : Densité des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS	26
Figure 8 : Indice de réfraction d'huiles en fonction de la concentration HO/HS.....	27
Figure 9 : Indice des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS.....	28
Figure 10 : Indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction de la concentration	29
Figure 11 : Indice des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS.....	30
Figure 12 : Densité des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.	31
Figure 13 : Réfraction des échantillons d'huiles en fonctions du temps de stockage.....	32
Figure 14 : L'acidité des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.....	33
Figure 15 : Indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage ..	34
Figure 16 : Indice d'iode des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.....	35
Figure 17 : Absorbance des HO/HS en fonction de la concentration à 232 nm 270 nm	36
Figure 18 : Absorbance des HO/HS en fonction du temps de stockage à 232 nm.....	37
Figure 19 : Absorbance des HO/HS en fonction du temps de stockage à 270 nm.....	38
Figure 20 : spectre IR d'huile d'olive pure à 0 j.	39
Figure 21 : Spectre IR d'huile d'olive à 20 j.	40
Figure 22 : SpectreIR d'huile de sésame à 0 j.	41
Figure 23 : Spectre IR d'huile de sésame à 20 j.	42
Figure 24 : Spectre IR obtenus pour les pourcentages HO/HS.	43

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction 1

Chapitre I : Généralités sur l'huile d'olive

I.1. Introduction..... 3

I.2. Définition 3

I.3. Production de l'huile d'olive 4

I.4. Classification de l'huile d'olive 4

I.4.1. Huile d'olive vierge 4

I.4.2. Huile d'olive raffinée 5

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

I.5.1. Fraction saponifiable..... 5

I.5.2. Fraction insaponifiable..... 6

I.5.2.1. Tocophérols 6

I.5.2.2. Hydrocarbures 7

I.5.2.3. Stérols..... 7

I.5.2.4. Composés phénoliques..... 8

I.5.2.5. Pigments 8

I.6. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive 9

I.7. Huile d'olive et la santé humaine..... 9

I.8. Procédures d'enrichissement d'huile d'olive 10

I.8.1. Infusion 10

I.8.2. Extraction et enrichissement 10

I.8.3. Co-traitement 10

I.8.4. Enrichissement assistée par ultrason 10

Chapitre II : Généralités sur l'huile de sésame

II.1. Graines de sésame 11

II.1.1. Origine et botanique 12

II.1.2. Composition chimique des graines de sésames 12

II.1.3. Utilisation et intérêt nutritionnel..... 13

II.2. Huile de sésame 13

II.2.1. Composition chimique de l'huile de sésame 14

II.2.1.1. Acides gras 14

II.2.1.2. Fraction insaponifiable	14
II.2.2. Caractérisation physico-chimique de l'huile de sésame	15
II.2.3. Rôle des antioxydants de l'huile de sésame	15

Chapitre III : Matériels et méthodes

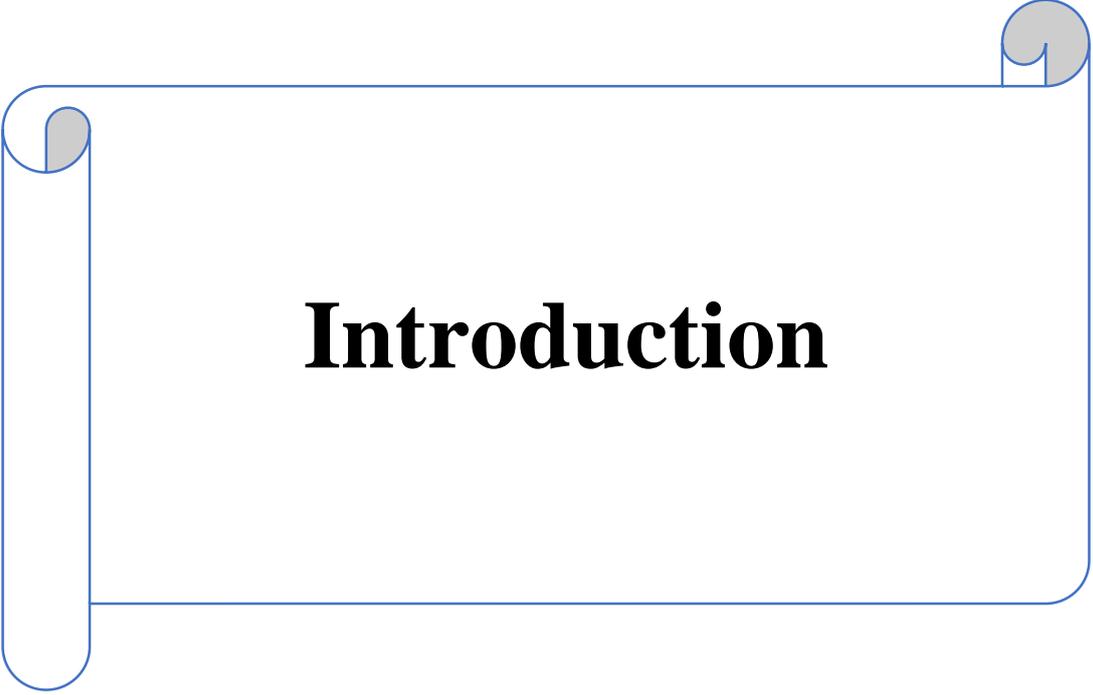
III.1. Réactifs chimiques et huiles utilisées	17
III.1.1. Huiles	17
III.1.1.1 Huile d'olive.....	17
III.1.1.2. Huile de graines de sésame.....	17
III.1.2. Produits chimiques utilisés.....	17
III.2. Analyses physico-chimiques	18
III.2.1. Analyses physiques	18
III.2.2. Analyses chimiques.....	20
III.2.2.1. Indice d'acide	20
III.2.2.2. Indice de peroxyde	21
III.2.2.3. Indice d'iode.....	22
III.3. Analyses spectroscopiques	24
III.3.1. Spectrophotométrie UV-Visible.....	24
III.3.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformation de Fourier	24

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Analyses physico-chimiques	26
IV.1.1. Effet de la concentration (%)	26
IV.1.1.1. Analyses physiques.....	26
IV.1.1.2. Analyses chimiques	28
IV.1.2. Effet du temps de stockage	31
IV.1.2.1. Analyses physiques.....	31
IV.1.2.2. Analyses chimiques	33
IV.3. Analyses spectroscopiques.....	35
IV.3.1. Spectrophotométrie UV-Visible	35
IV.3.1.1. Effet de la concentration (%).....	36
IV.3.1.2. Effet du temps de stockage sur l'analyse spectrale	37
IV.3.2 Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier	39
Conclusion.....	45

Références Bibliographiques

Résumé



Introduction

Depuis plus de 5000 ans l'olivier est cultivé sur les rives méditerranéennes orientales afin de presser les olives pour en extraire l'huile. L'expansion de l'olivier vers l'ouest (Maghreb et Europe sud) arrive avec l'implantation des civilisations grecque et romaine. Actuellement on trouve l'olivier également en Afrique du sud, en Australie et en Amérique. En Afrique du nord, sa culture existait avant l'arrivée des romains. L'olivier est également cultivé de nos jours en Algérie, en Australie, au Japon, en Chine et en Argentine (C.O.I, 2010) [1].

L'huile d'olive est la principale source de matières grasses du régime méditerranéen qui est bien connue pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Si l'huile d'olive est un produit intéressant du point de vue nutritionnel, c'est tout d'abord, par sa composition en acide gras. De plus, l'huile d'olive contient des polyphénols en faible quantité, dont l'intérêt réside dans leur forte capacité anti-oxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardio-vasculaires [2].

Ces composés phénoliques sont des antioxydants naturels très 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 de chélater des ions métalliques [3].

Les antioxydants naturels issus des sous-produits agroalimentaires ont aussi un rôle dans l'amélioration de la stabilité oxydative d'un aliment par la prévention de la peroxydation des lipides [3].

L'huile de sésame est considérée comme une des huiles végétales les plus précieuses. Elle se caractérise par sa stabilité élevée à l'oxydation due à la présence de substances antioxydantes endogènes (non retrouvées dans d'autres huiles comestibles), telles que la sésamine, le sésamole et la sésamoïde, un fait qui contribue à sa réputation comme une huile de haute qualité [4].

Elle est utilisée dans la prévention des maladies cardiovasculaires car elle protège le foie, réduit le cholestérol et joue le rôle d'antidépresseur, Aussi dans l'alimentation humaine pour la friture et l'assaisonnement et également sous forme hydrogénée dans les margarines [5].

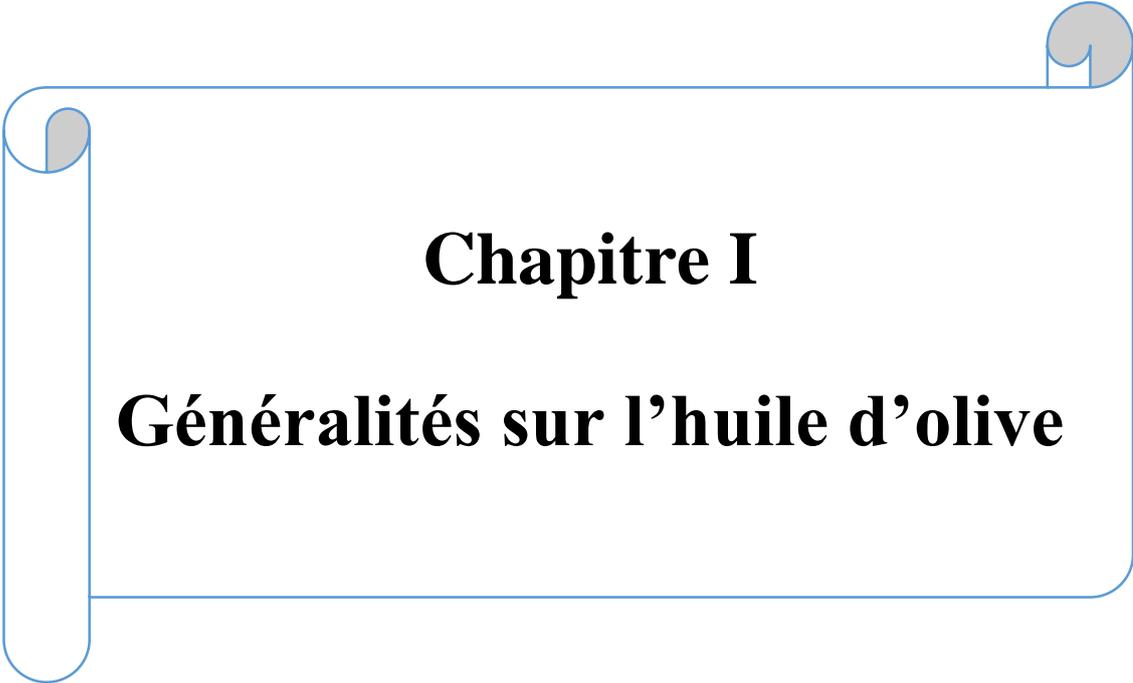
L'huile d'olive est considérée comme une source importante de lipides spécialement dans la région méditerranéenne, sa richesse en acides gras insaturés la rend susceptible à l'oxydation durant le stockage [6].

L'oxydation des huiles modifie leurs propriétés organoleptiques (couleur, odeur et goût), leur durée de conservation et leur qualité nutritionnelle [7]. Notre travail est porté sur l'enrichissement d'une huile d'olive par une huile de sésame dans le but d'une part, de valoriser l'huile de sésame, et d'autre part, de prolonger la durée de conservation d'huile d'olive en réduisant l'oxydation des lipides.

Pour cela notre étude est divisée principalement en deux parties :

- ✓ La première partie est consacrée à une synthèse bibliographique qui donne une approche et des généralités sur l'huile d'olive et l'huile de sésame.
- ✓ Dans la deuxième partie sont cités les modes opératoires réalisés pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles étudiées et la discussion des résultats obtenus.

Enfin, nous terminerons cette étude par une conclusion et quelques perspectives.

A decorative graphic of a scroll with a blue outline and grey circular accents at the corners, containing the chapter title.

Chapitre I

Généralités sur l'huile d'olive

I.1. Introduction

L'huile d'olive est un élément clé du régime alimentaire méditerranéen. Elle a acquis une place essentielle dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable. La production d'olive et sa transformation en huile ont un impact socio-économique en Algérie, classée parmi les pays producteurs après l'Union Européenne. Il est donc impératif pour notre pays, du point de vue économique, de garantir des conditions optimales pour obtenir une huile de haute qualité [8].

I.2. Définition

L'huile d'olive est le produit méditerranéen par excellence. Elle est la principale source de matière grasse qui est bien connue pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Elle ne peut être obtenue qu'à partir du fruit de l'olivier (*Olea europaea*) (figure 1) et uniquement par utilisation de procédés physiques. L'absence d'étape de raffinage permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants, car ils ne peuvent être éliminés lors de ces procédés [9].



Figure 1 : L'olivier dans la région de la Kabylie (Algérie) [10].

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

La production d'huile d'olive mondiale devrait régresser pour la troisième année consécutive et serait estimée à 3,03 Mt pour la campagne 2020/21 [11]. Elle apparaît en net recul, à près de 3% par rapport aux estimations relatives à la campagne 2019/20 (3,12 Mt). Parallèlement, l'UE (fournisseur des deux tiers de la production mondiale), prévoit une production à son plus haut niveau depuis cinq ans, principalement attribuée aux rendements espagnols. Les prévisions de production de la Turquie et de la Tunisie ont été abaissées (- 35 % pour cette dernière), tandis que les volumes annoncés pour le Maroc, le Portugal, l'Italie et la Grèce devraient être comparables à ceux de la campagne 2018/19. Ces mesures d'impacts économiques sont liées à la pandémie de COVID 19 [11].

Dans le monde, 3 050 390 tonnes d'huile d'olive sont produites par an. Comme suite par tonne : Espagne 1 738 600, Italie 294 914, Grèce 208 900, Tunisie 179 700, Maroc 137 400, Syrie 100 638, Turquie 73 915, Portugal 66 532, Algérie 52 400, Argentine 28 100, Territoires Palestiniens 24 759, Jordanie 23 022, Égypte 20 300, Liban 19 200, Israël 15 800, Chili 15 600, Libye 15 000, États-Unis d'Amérique 10 700, Australie 5 928, France 4 900, Iran 2 770, Chypre 2 650, Pérou 1 976, Salvador 1 650, Macédoine (pays) 1 530, Azerbaïdjan 1 018, Albanie 800, Afghanistan 580, Slovaquie 400, Croatie 274, Mexique 250, Monténégro 180 et Malte 4 [12].

I.4. Classification de l'huile d'olive

I.4.1. Huile d'olive vierge

L'huile d'olive vierge est l'huile obtenue du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, particulièrement thermiques, qui n'entraînent pas l'altération de l'huile et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.

Selon le conseil oléicole international, cette famille des huiles vierges comporte plusieurs types, à savoir l'huile d'olive vierge extra (l'acidité libre ≤ 0.8 g d'acide oléique pour 100g d'huile), l'huile d'olive vierge (l'acidité libre ≤ 2 g d'acide oléique pour 100g d'huile), l'huile d'olive vierge courante (l'acidité libre ≤ 3.3 g d'acide oléique pour 100g d'huile) et l'huile d'olive vierge lampante, non propre à la consommation en l'état et dont l'acidité libre est supérieure à 3.3g d'acide oléique pour 100g d'huile. Cette dernière est désignée pour le

raffinage, en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques [13].

I.4.2. Huile d'olive raffinée

C'est l'huile d'olive obtenue à partir des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage, qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycérique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0.3g pour 100g d'huile [13].

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

I.5.1. Fraction saponifiable

Elle est constituée généralement de 98 à 99% de triglycérides, de 1 à 2% d'acides gras libres ainsi que des composés mineurs de nature glicéridiques, tels que les cires, les mono et diglycérides et les phospholipides [14].

I.5.1.1. Triglycérides

Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. Les glycérides constituent le principal composant d'huile d'olive, dont le triglycéride majoritaire d'huile d'olive est la trioléine (OOO) [15].

Tableau 1 : Composition en triglycérides de l'huile d'olive [16].

Nature	Glycérides (%)	
OOO	40 – 59	O : Acide oléique
POO	12 – 20	P : Acide palmitique
OOL	12.5 – 20	L : Acide linoléique
POL	5.5 – 7	S : Acide stéarique
SOO	3 – 7	

I.5.1.2. Acides gras

Les acides gras présents dans l'huile d'olive sont : les acides palmitique, palmitoléique, stéarique, oléique, linoléique, linoléique et myristique. Les heptadécanoïques et ecosanoïques se trouvent en quantités infimes [17].

Tableau 2 : Composition en acide gras par chromatographie en phase gazeuse [18].

Acides gras	Symboles	Normes-en % (codex alimentaire)
Acide myristique	C14 :0	≤ 0,03
Acide palmitique	C16 :0	7,5 – 20
Acide heptadécanoïque	C17 :0	≤ 0,3
Acide palmitoléique	C16 :1 n-7	0,3 -3,5
Acide heptadécénoïque	C17 :1	≤ 0,3
Acide stéarique	C18 :0	0,5 – 5
Acide oléique	C18 :1 n-9	55 – 83
Acide linoléique	C18 :2 n-6	2,5 – 21
Acide α-linoléique	C18 :3 n-3	≤ 1
Acide arachidonique	C20 :0	≤ 0,6
Acide gadoléique	C20 :1 n-9	≤ 0,4
Acide béhénique	C22 :0	≤ 0,2
Acide lignocérique	C24 :0	≤ 0,2

Cx : yn-z ou x est le nombre de carbones, y le nombre de double liaison, z la position de la double liaison en partant du méthyle terminal.

I.5.2. Fraction insaponifiable

Les composants mineurs représentent environ 2% du poids total de l'huile d'olive. En effet, plus de 230 composés chimiques, tels que les alcools aliphatiques et triterpéniques, les stérols, les hydrocarbures, les composés volatils et les polyphénols sont identifiés. Néanmoins, c'est la présence de composés phénoliques et d'autres antioxydants particuliers qui confèrent à l'huile d'olive une haute stabilité contre l'oxydation avec une couleur et une saveur unique la distinguant des autres huiles. Les principaux antioxydants de l'huile d'olive sont les tocophénols, les carotènes et les composés phénoliques, y compris, les phénols lipophiles et hydrophiles [19].

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

I.5.2.1. Tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet, ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et ils ont également une forte activité

antioxydante. Ils se présentent sous différentes formes (α , β , γ et δ) (figure2) qui se distinguent entre elles par le nombre et la position des groupements méthyles fixés sur le noyau [20].

La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable puisqu'elle a été rapportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile. L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces [9].

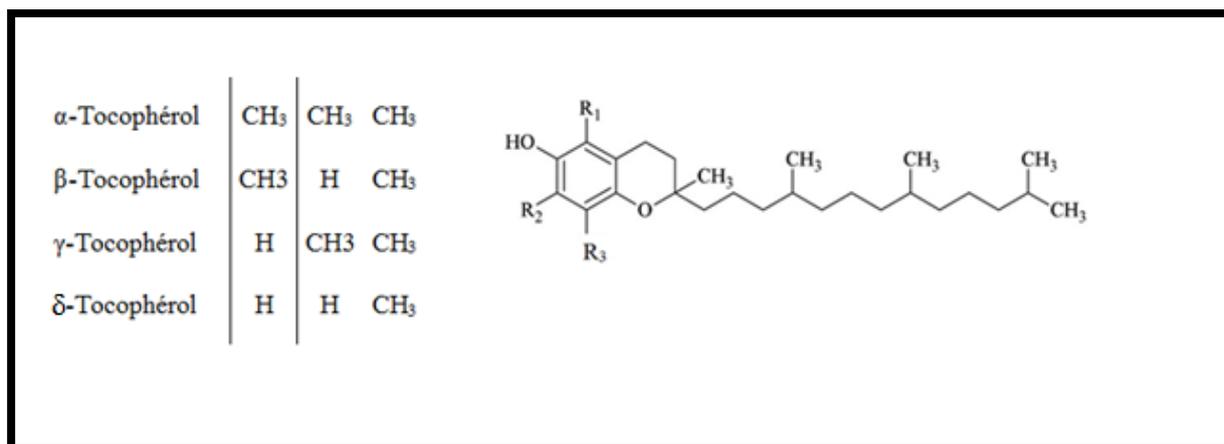


Figure 2 : Structure des tocophérols [17].

I.5.2.2. Hydrocarbures

Deux hydrocarbures sont présents en quantités importante dans l'huile d'olive, le scalène et le bêta-carotène. Le scalène (2,6,10,15,19,23 hexaméthyl-2-,6,10,14,18,22 tétracosahexane) est le métabolite précédant la formation du noyau des stérols. Sa présence est considérée comme partiellement responsable des effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé de son action chimio-préventive contre certains cancers [22,23].

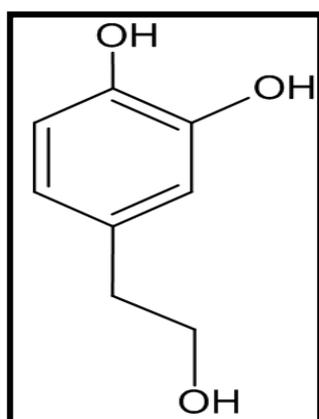
I.5.2.3. Stérols

Ce sont des hydrocarbures cycliques à quatre cycles (tétra cycliques) comportant le plus souvent 27-28 ou 29 atomes de carbone avec au moins une fonction alcool et plusieurs doubles liaisons. Dans l'huile d'olive, le principal stérol est le bêta-sitostérol, représentant jusqu'à 90-95% du total des stérols, et qui a une action anti carcinogène [24].

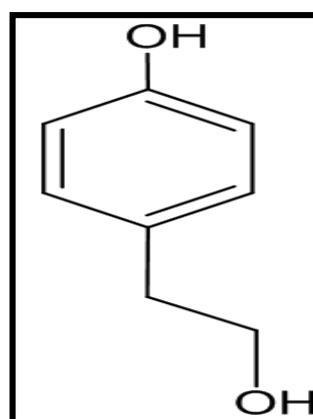
I.5.2.4. Composés phénoliques

La fraction phénolique de l'huile d'olive est constituée d'un mélange hétérogène de composés. Chacun affecte les propriétés chimiques et a une influence particulière sur la qualité, la saveur, la couleur et le goût de l'huile [25].

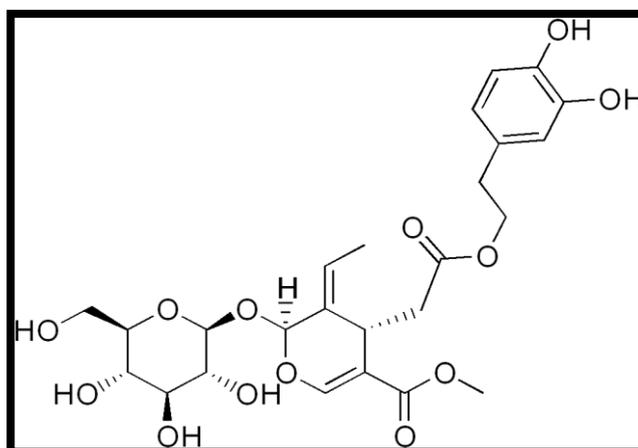
La classe des phénols regroupe toute une gamme de substances diverses, dont des composés phénoliques simple comme l'acide vanillique, l'acide caféique, le tyrosol et l'hydroxytyrosol. Par ailleurs, l'huile d'olive contient des sécoiridoïdes comme l'oleuropéine et le ligstroside, ou des molécules plus complexes comme des lignanes et des flavonoïdes comme l'apigénine ou la lutéoléine [26].



Hydroxytyrosol



Tyrosol



Oleuropéine

Figure 3 : Structures des principaux composés phénoliques de l'huile d'olive [9, 21].

I.5.2.5. Pigments

La couleur vert-jaunâtre à l'or de l'huile d'olive est due essentiellement à la présence des chlorophylles, les caroténoïdes et la phéophytine dans le fruit [28].

a) Chlorophylles

Les chlorophylles sont des substances colorantes de l'huile d'olive, elles jouent un rôle important dans l'activité oxydante du produit, due à leur nature anti-oxydante dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière. Une faible teneur en chlorophylle permet de diminuer les risques d'oxydation et leur présence dans l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité du fruit du processus d'extraction et des conditions de stockage [29].

b) Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des tétraterpènes qui possèdent une activité antioxydante [30, 31]. Ils sont connus comme inhibiteurs de la photo-oxydation en désactivant l'oxygène singulet induit par les pigments chlorophyllines [32, 33].

I.6. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive est définie comme étant l'ensemble de la caractéristique chimique et physique, permettant de la classer en différentes catégories conformément aux définitions de la norme commerciale adoptée par le conseil oléicole international (tableau 3) [34].

Tableau 3 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive [34].

Caractéristiques physico-chimiques	Valeurs
Densité relative	0,910 – 0,916
Indice de réfractons	1,467 – 1,4705
Indice de saponification	184 – 196 (mg KOH/g d'huile)
Indice d'iode	75 – 94 (Wijs)
Acidité libre	0,3 - 1% (g d'acide oléique libre/100g d'huile)
Indice de peroxyde	<20 - <15 (Milliéquivalents d'oxygène actif/kg d'huile)
Absorbance dans l'ultraviolet	2,50-2,60 (à 232nm)

I.7. Huile d'olive et la santé humaine

Depuis plus de trente ans, de nombreuses études ont montré que les bienfaits du régime méditerranéen ont été consacrés au rôle de l'acide oléique et l'apport d'huile dans la prévention des maladies. Néanmoins, 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, notamment les tocophérols, comme la vitamine E, des antioxydants qui jouent un rôle important

dans la réduction du développement du cancer, et sont également des anti-inflammatoires, ainsi que les composés aromatiques, qui confèrent à l'huile d'olive des effets antimicrobiens, antioxydants... [35].

I.8. Procédures d'enrichissement d'huile d'olive

Il existe différentes procédures d'enrichissement d'huile d'olive, à savoir : les infusions, enrichissement par extraction, co-traitement et enrichissement assisté par ultrason.

I.8.1. Infusion

Également connue sous le nom de macération et d'extraction solide-liquide, et consiste à faire dissoudre la matière végétale solide dans la phase huileuse. Ce type d'enrichissement requiert beaucoup de temps pour permettre l'extraction des composés d'intérêt, à la fois saveurs et/ ou bioactifs dans la phase huileuse dépendamment de la solubilité de chaque composé [36].

I.8.2. Extraction et enrichissement

Le protocole d'enrichissement des huiles comestibles par extraction implique deux étapes principales : l'extraction des composés cibles à partir de la matière première, par exemple les herbes ou les feuilles d'olivier. Ensuite, l'enrichissement de l'huile avec l'extrait obtenu [37].

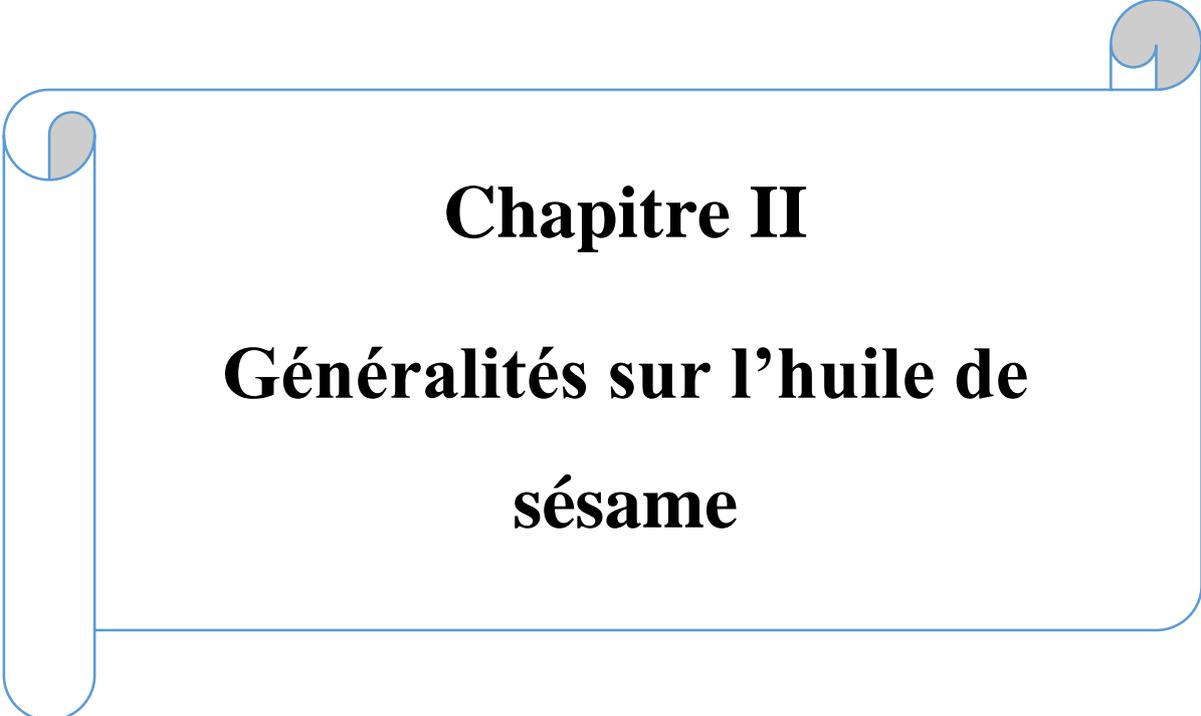
Ce type de procédure nécessite la dissolution de l'extrait dans un solvant généralement l'éthanol avant son incorporation dans l'huile.

I.8.3. Co-traitement

Consiste à l'addition d'herbe ou d'autre matière végétale à la pâte d'olive avant l'étape de malaxage et cela peut être favorisé par l'utilisation des ultrasons avant le malaxage de la pâte d'olive [38].

I.8.4. Enrichissement assistée par ultrason

L'application de micro-ondes et plus fréquemment des ultrasons aide à la diffusion des composés fonctionnels dans l'huile d'olive en raison de l'effet mécanique de la cavitation, accélère l'extraction de composés aromatiques ou bioactifs dans l'huile d'olive. Le temps de traitement est donc réduit avec un rendement meilleur [39, 40]. Ces dernières années différentes études utilisent l'huile d'olive comme un solvant d'extraction des substances d'intérêt à partir de différentes matrices végétales et cette extraction est favorisée et accélérée par l'application des ultrasons [41-43].

A decorative graphic of a scroll with a blue outline and grey shading at the corners, containing the chapter title.

Chapitre II

Généralités sur l'huile de sésame

II.1. Graines de sésame

Le sésame (*Sesamum indicum* L.) est une plante de la famille des Pédaliacées, aussi appelé la récolte orpheline (figure 4). C'est un produit agricole largement cultivé pour ses graines. Cependant la demande mondiale pour ses graines augmente de façon intéressante de nos jours, à cause de sa bonne qualité d'huile (50%), protéine (25%), et sa teneur en antioxydants [37].

Les graines de sésame sont de petites graines blanchâtres, brunes ou bien noires selon les espèces. Elles sont issues d'une plante oléagineuse originaire de l'Inde et de l'Afrique de l'est et sont consommées depuis la nuit des temps en Asie, en Afrique et au Moyen-Orient. Les graines de sésame et leur huile sont issues de nombreuses traditions culinaires. Elles sont disponibles en tout temps dans les supermarchés et les épicerie spécialisées [37].



Figure 4 : Plante de sésame et ses graines [43, 44].

II.1.1. Origine et botanique

Le sésame serait originaire d'Afrique, d'où il aurait gagné l'Inde, via la Perse. Il aurait été introduit en Amérique par les esclaves noirs. Les données archéologiques confirment que la culture de sésame en Égypte remonte entre 1300 à 1500 avant notre ère et après dans la vallée de l'Inde depuis 3600 ans avant JC. Le sésame est une des plus vieilles récoltes de l'huile et cultivé largement en Asie et en Afrique [45].

II.1.2. Composition chimique des graines de sésames

Les graines de sésames sont réputées pour leurs valeurs nutritionnelles très élevées. Elles contiennent des protéines riches en acides aminés soufrés (méthionine), des acides gras essentiels, des hydrates de carbones, des vitamines et des sels minéraux (tableau 4) [46].

Tableau 4 : Composition chimique globale des grains de sésames [47].

Constituants	Composition (%)
Humidité	6-7
Protéines	20-28
Huile	48-55
Sucres	14-16
Fibres	6-8
Minéraux	5-7

Tableau 5 : Composition en acides aminés et acides gras des grains de sésame [48].

Acides	Composition chimique globale des grains de sésame (%)
Acides aminés	
Thréonine	3.1 - 3.7
Valine	3.9 - 4.6
Cystéine + méthionine	2.8 - 4.8
Isoleucine	4.0 - 4.2
Phénylalanine + tyrosine	6.4 - 9.6
Histidine	2.7
Tryptophan	1.3 - 1.5
Lysine	2.6 - 2.7
Argenine	12.0
Acides gras (%)	
Acide palmitique (16 : 0)	11.7
Acide stéarique (18 : 0)	05.2
Acide oléique (18 : 1)	41.4
Acide linoléique (18 : 2)	39.4
Acide linoléique (18 : 0)	00.4
Acide arachidique (18 : 0)	00.4
Acide behénique (18 : 0)	00.6

II.1.3. Utilisation et intérêt nutritionnel

Étant l'une des plus anciennes cultures oléagineuses dans le monde, le sésame fait aujourd'hui l'objet de diverses utilisations. Il est utilisé en alimentation, dans la pharmacologie et dans l'industrie avec des produits comme les parfums, les produits cosmétiques pour les cheveux et la peau, les huiles capillaires et les savons. En alimentation l'huile est utilisée dans la cuisine, les grains sous formes de petits pains, croustilles de cracker de gâteaux, de soupe, d'épices, dans la confiture et dans la production de pétrole. Elle entre également dans la production de la pâte sucrée (Tahini) [49].

II.2. Huile de sésame

L'huile de sésame est considérée comme une des huiles végétales les plus précieuses. Elle se caractérise par sa stabilité élevée à l'oxydation, due à la présence de substances antioxydants endogènes (non retrouvées dans d'autres huiles comestibles), telles que la sésamine, le sésamole et la sésamoïde, un fait qui peut contribuer à sa réputation comme une huile de haute qualité. Elle est utilisée dans la prévention des maladies cardiovasculaires car elle protège le foie, réduit le cholestérol et joue le rôle d'antidépresseur [47].

Par ailleurs, l'huile est utilisée dans l'alimentation humaine pour la friture et l'assaisonnement et également sous forme hydrogénée dans les margarines [50].

II.2.1. Composition chimique de l'huile de sésame

II.2.1.1. Acides gras

L'huile de sésame est riche en acide gras polyinsaturés, nutriments ferreux, magnésium, manganèse, cuivre et calcium et contient des vitamines B1 et E. De plus, elle contient principalement quatre acides gras, palmitique (C16 :0), stéarique (C18 :1) et oléique (C18 :2). Cependant que les autres acides paraissent dans les mêmes petites quantités [51].

II.2.1.2. Fraction insaponifiable

La teneur de la fraction insaponifiable est assez élevée de 1 à 1,5%. La fraction insaponifiable contient une classe de produits spécifiques au sésame : la sésamine ($\approx 360\text{mg}/100\text{g}$ de CG) et la sésamoline ($\approx 270\text{mg}/100\text{g}$ de CG) qui conduit à la formation de sésamol et de sesamonil, au cours du raffinage ou de l'hydrogénation.

Le sésamol disparaît sensiblement au cours de la désodorisation, par contre le sésaminol étant moins affecté par cette étape du raffinage [52].

Tableau 6 : Compositions de l'insaponifiable de l'huile de sésame [53].

Insaponifiable : 1.0% à 1.5%
Teneur en stérol : (en mg/100g de CG) 593-636
Composition des stérols (en % des stérols totaux) :
Cholestérol <0.5
Brassicastérol <0.1
Compestérol 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
Sésamoline (mg/100g d'huile) 20-480
Sésamine (mg/100g d'huile) 70-610

II.2.2. Caractérisation physico-chimique de l'huile de sésame

Le tableau (6) rassemble les principaux indices chimiques et constantes physiques de l'huile de sésame. Certaines valeurs correspondent aux spécifications de la norme Codex (densité, indice de réfraction, indice d'iode et de saponifications) [53].

Tableau 7: Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de sésame [53].

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) (gd'iode/100g de CG)	104- 120
Indice de saponification (Is) (mg KOH/CG)	187-195

II.2.3. Rôle des antioxydants de l'huile de sésame

Plusieurs études antérieures sont menées à l'identification de divers métabolites actifs comme les tocophérols et autres composés tels que le thiazole, les pyrroles, les cétones, les aldéhydes, les acides phénoliques, les phytostérols (beta-sitostérol, le stigmastérol, le campestérol, le sigmasterol-3-O-B-D-glucoside), le verbascoside, la rhamnetine, le Kaempférol-3-O-B-D-glucuronide et l'acide férulique [54].

La sésamine et la sésamoline (figure 5) ont des propriétés pharmacologiques très importantes : activités antioxydante, antibactérienne, antiproliférative, hypocholesterimiant, effet anti-hypertensive et neuroprotecteur. De plus, il a démontré que la consommation de quantités modérées d'huile de sésame augmente significativement le taux d'Y-tocophérol sanguin, ce dernier est reconnu pour être efficace contre la prolifération de cellules cancéreuses dans la prostate et sein [55]. Le sésamole (dérivé phénolique avec un groupement méthylénoxyde), de sa part, est reconnu très efficace pour le traitement des blessures et plaies chez des rats albinos [55].

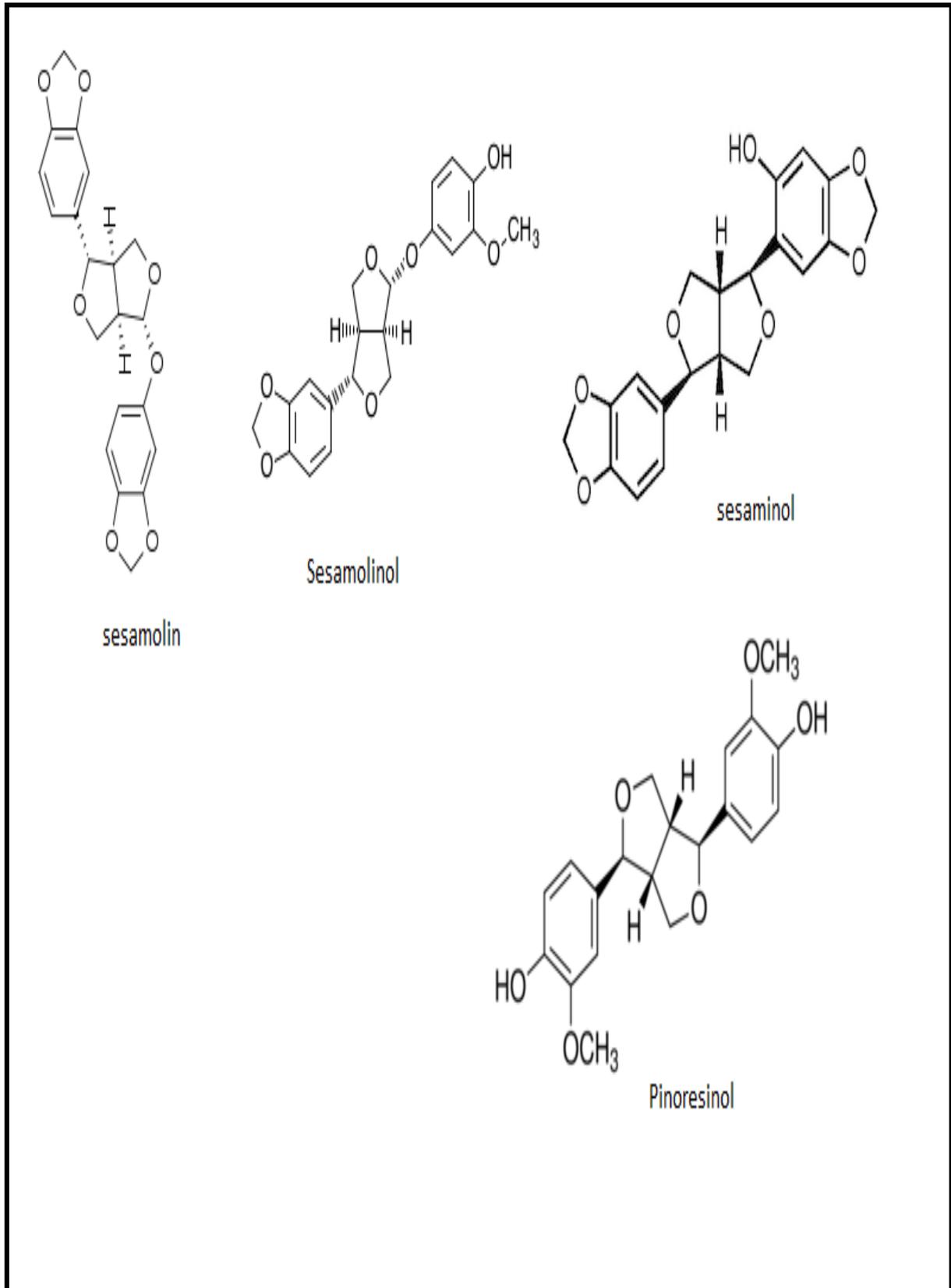
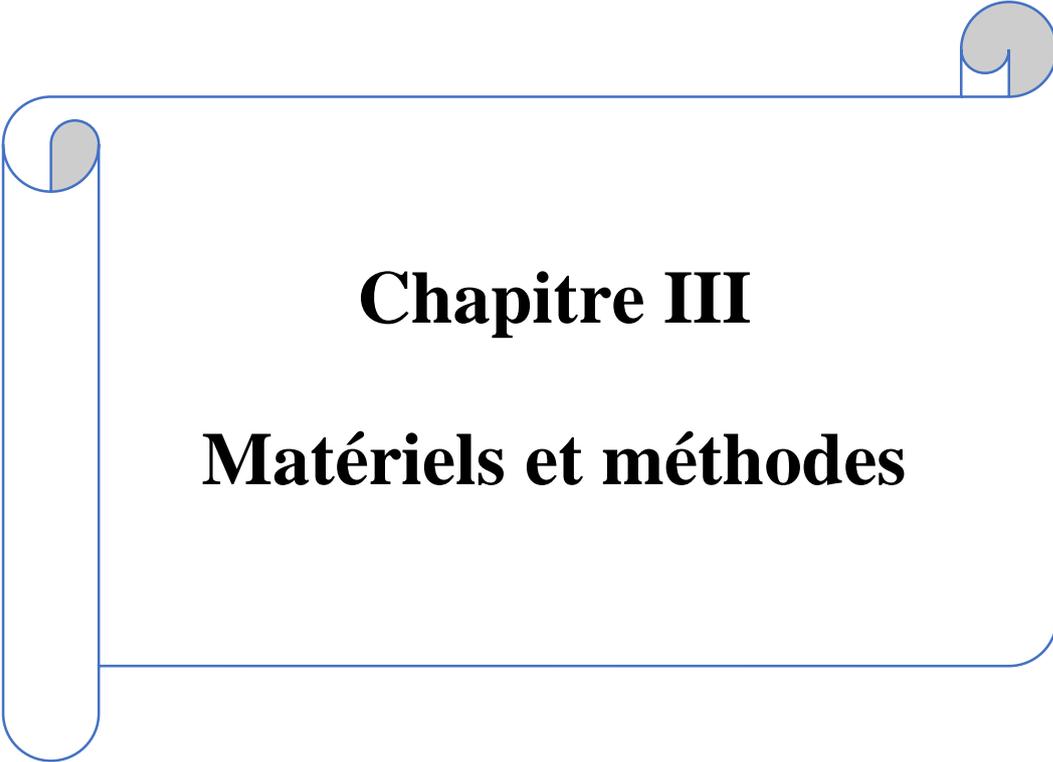


Figure 5 : structure de quelques antioxydants identifiés dans l'huile de sésame [55].



Chapitre III

Matériels et méthodes

Dans cette étude l'objectif est de déterminer les caractères physico-chimiques d'une huile d'olive enrichie par une huile de sésame, à différentes concentrations (les compositions sont indiquées dans le tableau 8). Ces échantillons d'huile ont été étudiés pendant une durée de vingt jours pour voir l'effet de la concentration et du temps.

Tableau 8 : Différentes compositions des huiles d'olive et de sésame et leur temps de stockage

Huile d'olive %	Huile de sésame %	Temps de stockage (j)
100	0	0
100	0	20
90	10	0
90	10	20
80	20	0
80	20	20
70	30	0
70	30	20
60	40	0
60	40	20
0	100	0
0	100	20

III.1. Réactifs chimiques et huiles utilisées

III.1.1. Huiles

III.1.1.1 Huile d'olive

L'huile d'olive utilisée dans cette étude provient de la région de Ouzellaguen, elle est extraite par des systèmes de pressage et de centrifugation, dont les olives ont été cueillies manuellement et n'ayant subi aucun traitement autre que les opérations de lavage, de broyage, de centrifugation et de filtration.

III.1.1.2. Huile de graines de sésame

L'huile de sésame utilisée pour l'enrichissement, par contre, a été achetée chez un herboriste dans la région de Bejaia ville. Il s'agit d'un produit importé de l'Égypte.

III.1.2. Produits chimiques utilisés

Les produits chimiques utilisés sont nommés et classés dans le tableau 9 avec quelques caractéristiques.

Tableau 9 : 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
Éthanol	C ₂ H ₆ O	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 : 162.00	/	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	ICl	162.35	/	BIOCHEM
Cyclohexane	C ₆ H ₁₂	84.16	99.8	SIGMA-ALDRICH

III.2. Analyses physico-chimiques

III.2.1. Analyses physiques

➤ 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 [4].

❖ Principe

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

❖ Mode opératoire

- Faire peser le pycnomètre propre vide et sec, (m_0)
- Peser le même pycnomètre remplie d'eau distillée, (m_1)
- Vider le pycnomètre et le faire sécher
- Peser le pycnomètre remplie d'huile (m_2).

❖ Méthode de calcul

La densité est calculée comme suit :

$$d = (m_2 - m_0) / (m_1 - m_0) \quad (1)$$

Tels que :

m_0 = masse du pycnomètre vide

m_1 = masse du pycnomètre remplie d'eau distillée

m_2 = masse du pycnomètre remplie d'huile

➤ 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 [4].

Cet indice varie en fonction des insaturations. Il croit avec le degré d'insaturation des acides gras contenus dans les matières grasses [8]. Cependant, il autorise le suivi des opérations d'hydrogénation et de fractionnement des corps gras [9].

❖ Principe

À 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 à l'aide d'un réfractomètre.

❖ Mode opératoire

- Nettoyer la lame du réfractomètre avec du papier Joseph
- Étalonner l'appareil avec de l'eau distillée, dont l'indice de réfraction est égal à 1.33 à 20°C

- Déposer quelques gouttes d'huile sur la lame à l'aide d'une pipete Pasteur
- Régler le cercle de la 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 comme suit [10] :

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

Tels que :

N_d^{20} : indice de réfraction à la température 20°C

n_d^T : valeur de lecture à la température à laquelle a été effectuée la détermination

T : température à laquelle a été effectuée la lecture

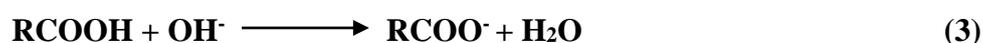


Figure 6 : Réfractomètre [10].

III.2.2. Analyses chimiques

III.2.2.1. Indice d'acide

C'est la masse en milligramme de KOH nécessaire pour la neutralisation des acides gras libres contenu dans 1g d'huile. La teneur en acide libre des corps gras augmente avec le temps, l'indice d'acide permet donc d'avoir une évaluation de l'état de détérioration d'une huile.



❖ **Principe**

Il s'agit de dissoudre la matière grasse dans de l'éthanol chaud neutralisé, puis titrer les acides gras libres (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 dans un erlenmeyer 1g d'huile
- On ajoute 75ml d'éthanol et quelques gouttes d'indicateur coloré (phénolphthaléine)
- On fait titrer tout en agitant avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1mole/l, jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante
- Lire la valeur du volume de la solution éthanolique de KOH ajouté.

❖ **Méthode de calcul**

L'indice d'acide est calculé par la formule suivante [10] :

$$I_A = \frac{V \times 56.1 \times N}{p} \left(\text{enmg} \frac{\text{deKOH}}{\text{g}} \text{d'huile} \right) \quad (5)$$

Tels que :

56.1g = Masse moléculaire relative de KOH

V : volume en ml d'hydroxyde de potassium à 0,1N nécessaire pour la neutralisation

N : normalité de la solution de potassium à N=0,1

P : masse en gramme de la prise d'essai

III.2.2.2. Indice de peroxyde❖ **Définition :**

L'indice de peroxyde (IP) est la masse en microgramme d'oxygène actif par un gramme de matière grasse. Il permet d'apprécier le degré d'oxydation d'un corps gras. Il permet ainsi de suivre son état de conservation ou état d'avancement de l'oxydation.

❖ Principe

Le principe repose sur le traitement de l'huile en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium et de titrer l'iodure libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

❖ Mode opératoire

- Dans un erlenmeyer, peser un gramme d'huile.
- Ajouter 10ml de chloroforme, dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant bien la solution.
- Ajouter 15 ml d'acide acétique, puis 1 ml de la solution d'iodure de potassium (KI). Boucher rapidement l'erlenmeyer, l'agiter pendant une minute et le laisser pendant 5mn à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15 à 25 °C.
- Ajouter 75 ml d'eau distillée.
- Titrer l'iodure libéré avec une solution de thiosulfate de sodium à 0.01N, en agitant vigoureusement en présence d'amidon (1g/100ml) comme indicateur coloré.
- Prendre le soin de faire un essai à blanc.

❖ Méthode de calcul

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

$$IP = [(V - V_0) * N * 1000] / P \text{ (méga d'O}_2\text{/1kg MG)} \quad (6)$$

Tels que :

V_0 : Volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour l'essai à blanc

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

N : Normalité de thiosulfate de sodium (ég g/l)

P : Masse de prise d'essai

III.2.2.3. Indice d'iode**❖ Définition**

Ce paramètre permet la mesure du degré d'insaturation d'une matière grasse en déterminant le nombre d'iode en gramme qui se fixe sur les doubles liaisons présentes dans 100g de lipides. Il est déterminé à l'aide du réactif de Wijs et titration avec une solution de thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur coloré [54].

❖ 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 de réaction, réduire l'excès de mono-chlorure d'iode par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau, puis titrer avec du thiosulfate de potassium.

❖ Mode opératoire

- Dans un erlenmeyer de 500ml, on place 1g d'huile.
- Ajouter ensuite 15ml de cyclohexane et 25ml du 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 1heure.
- Additionner ensuite 20ml de solution saturée d'iodure de potassium KI et 150ml 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 (7) établie ci-dessous [10] :

$$I_I = [(V_0 - V) * 126.9 * N] / P \quad (I_2/100g \text{ d'huile}) \quad (7)$$

Tels que :

V_0 = Volume en ml de $Na_2S_2O_3$ à 0.1N nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V = Volume en ml de $Na_2S_2O_3$ à 0.1N nécessaire pour titrer l'échantillon.

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

N = Normalité de la solution de $Na_2S_2O_3$ (0.1N).

126.9 = la masse molaire de l'iode (g/mol).

III.3. Analyses spectroscopiques

III.3.1. Spectrophotométrie UV-Visible

❖ Définition

La spectrophotométrie UV-Visible est une technique analytique fondée sur l'étude du changement de l'intensité de la lumière traversant une solution colorée ou non colorée, dans un domaine d'application compris entre 200 et 800 nm.

L'examen spectrophotométrique dans l'UV peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse et son état de conservation. Les absorbances aux longueurs d'onde prévues dans la méthode sont dues à la présence de systèmes diéniques et triénique conjugués [56].

❖ Principe

Le spectrophotomètre est un appareil permettant de mesurer l'absorbance d'une solution, pour différentes longueurs d'ondes. Pour cela, il fait passer un rayon d'une longueur d'onde choisie à travers une cuve de quartz 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 [57].

❖ Mode opératoire

Dans une fiole de 25ml, 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'ondes de 232 nm et 270 nm.

III.3.2. Spectroscopie Infrarouge à Transformation de Fourier

❖ Définition

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse 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, 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 [57].

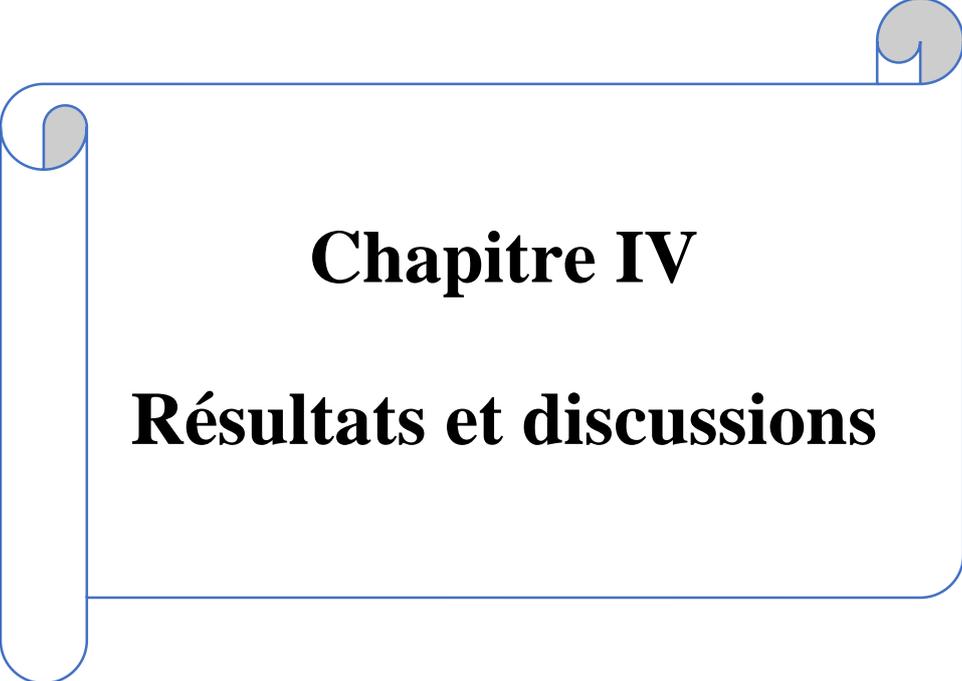
❖ Principe

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. À 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 [58].

❖ 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.



Chapitre IV
Résultats et discussions

Dans notre étude, nous avons effectué l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de sésame, et analysée en utilisant des techniques physico-chimiques et spectrales.

IV.1. Analyses physico-chimiques

IV.1.1. Effet de la concentration (%)

IV.1.1.1. 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 l'huile enrichie à 0 jour sont rapportés dans la figure 7.

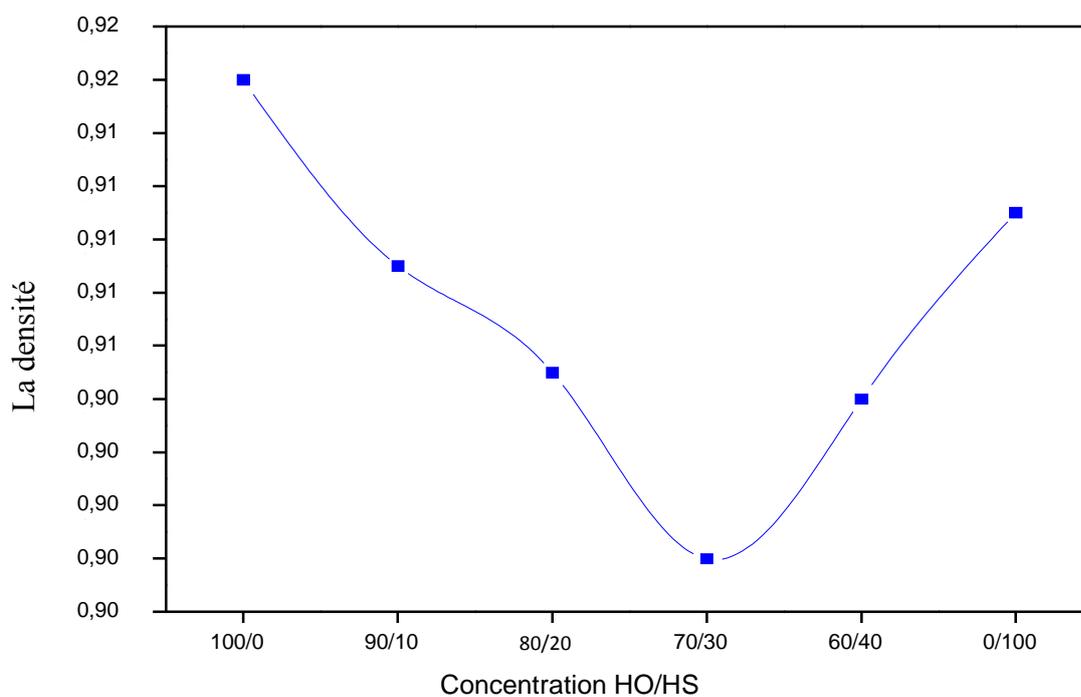


Figure 7 : Variation de la densité des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS

D'après la courbe, la densité de l'huile d'olive utilisée dans notre étude est de 0.920. Cette valeur est comparable à celle fixée par la norme **COI** qui est de 0.910-0.916.

Concernant l'huile de sésame ajoutée, sa densité est de 0.915, cette valeur est conforme aux normes données par **COI**, qui est de 0.915-0.923, donc on peut dire que cette huile est pure.

La variation de la densité de l'huile d'olive enrichie avec l'huile de sésame n'est pas significative et rentre dans l'intervalle des normes données par le **COI**, vu que les deux huiles sont proches en termes de densité et les mélanges préparés aux différents pourcentages n'ont pas affecté ce paramètre.

➤ **Indice de réfraction**

Ce paramètre est principalement utilisé pour identifier une huile et pour vérifier sa pureté, il est proportionnel aux poids moléculaires des acides gras ainsi que leurs degrés d'insaturation [56]. Les valeurs des indices de réfractons de l'huile d'olive ainsi l'huile enrichie sont représentées dans la figure 8.

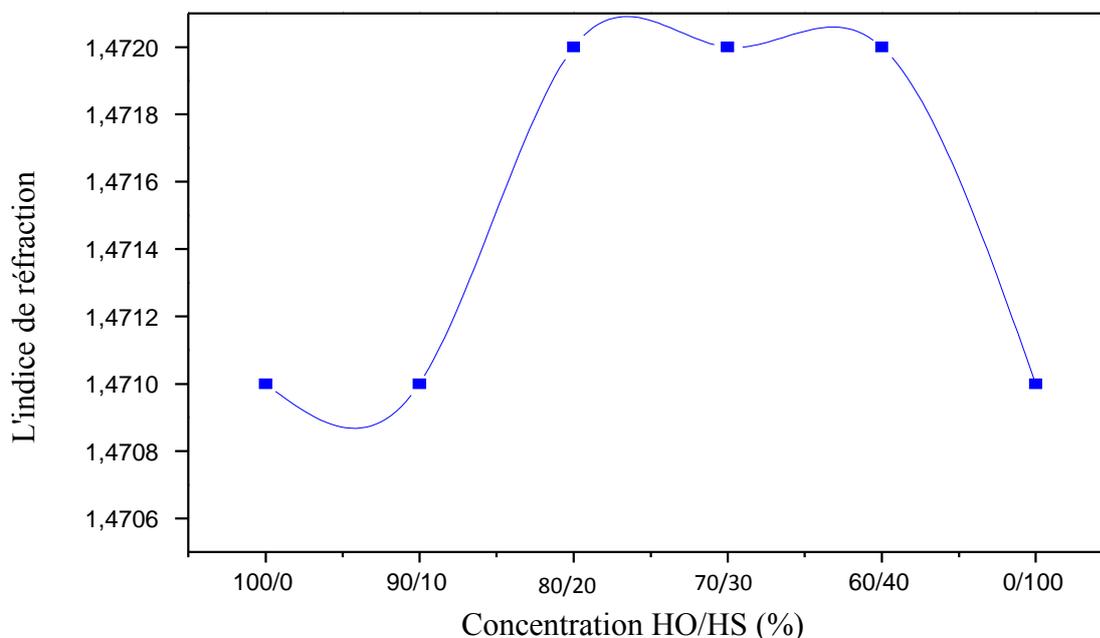


Figure 8 : Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS

L'indice de réfraction de l'huile d'olive utilisée dans notre étude est de 1.4710, cette valeur est dans l'intervalle établie par la norme **CA** qui est de [1.4667-1.4705].

La norme de l'indice de réfraction de l'huile de sésame, selon **Codex, 1983**, est compris entre 1.474 et 1.477 et la valeur mesurée pour l'huile utilisée dans cette étude est de 1.4710. Cette valeur se trouve proche de la norme.

D'après l'allure de la courbe, on remarque une légère augmentation de la valeur de l'indice de réfraction des mélanges aux différents pourcentages par rapport à celles de l'huile d'olive et l'huile de sésame à l'état pure, qui sont comparable aux normes et ceci est dû à la similarité des indices de réfractons de ces deux huiles.

IV.1.1.2. Analyses chimiques

➤ Indice d'acide

L'acidité libre est un facteur qui renseigne sur l'altération de l'huile par hydrolyse, c'est un facteur de qualité très important et un critère de classification des huiles d'olive. Il mesure la quantité d'acides gras libres résultant des réactions hydrolytique des triglycérides.

Les résultats de l'analyse de l'indice d'acide des échantillons sont illustrés sur la figure 9.

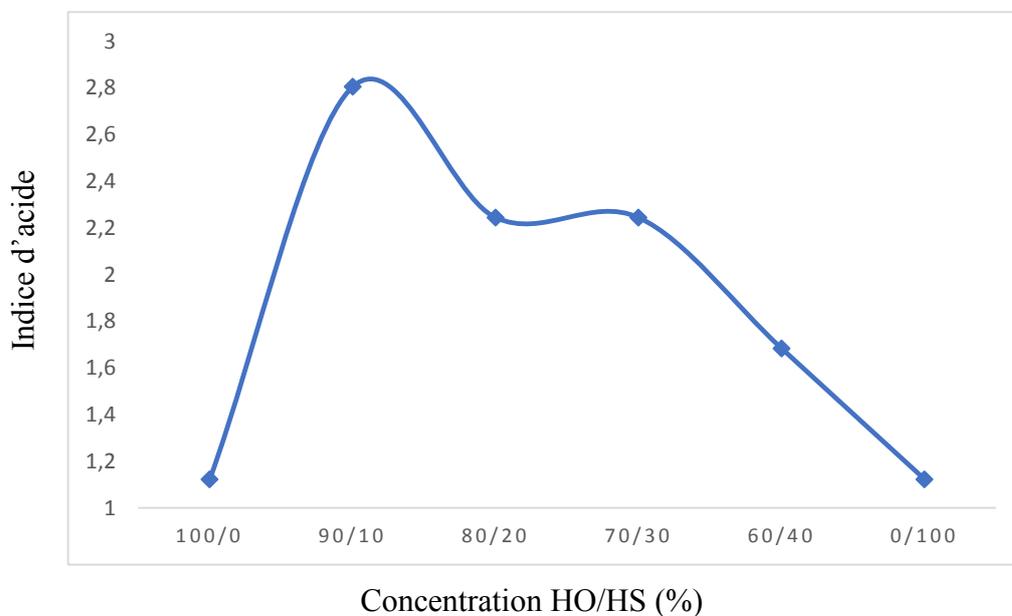


Figure 9 : Variation de l'indice des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS.

Les valeurs de l'indice d'acide trouvées pour l'huile d'olive et l'huile de sésame étudiées, ainsi que les mélanges varient entre 1.12 et 2.82mg de KOH/1g d'huile, qui rentrent dans l'intervalle fixée par **COI**.

Ces valeurs indiquent que l'extraction de l'huile d'olive a été réalisée directement après la récolte et la présence de l'huile de sésame à ce pourcentage est bénéfique pour la stabilité de l'huile d'olive.

➤ Indice de peroxyde

Cet indice est un bon indicateur de l'état de conservation d'un corps gras. Il est lié à la récolte, à la conservation et au mode d'extraction. Il reflète le degré d'oxydation des huiles, accéléré par la présence d'oxygène, la température et certains catalyseurs (enzyme, trace de métaux Cu, Fe...). Ces facteurs agissent sur les doubles liaisons des acides gras insaturés pour former des peroxydes et des hydro peroxydes [57].

L'analyse de l'indice de peroxyde des échantillons a révélé les résultats illustrés dans la figure 10.

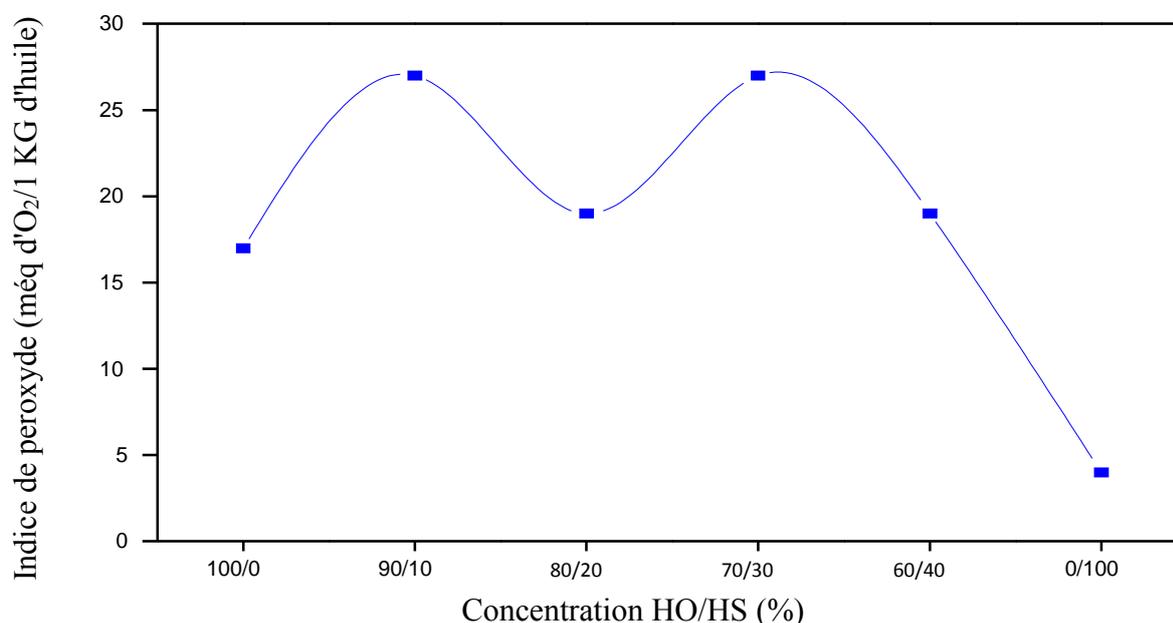


Figure 10 : Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS.

L'indice de peroxyde mesuré pour l'huile d'olive pure est de 17 méq d'O₂/1 kg d'huile, cette valeur s'intègre dans l'intervalle établi par la norme **COI** (≤ 20 méq d'O₂/1 kg d'huile). Donc, l'échantillon analysé est conforme à la norme ce qui permet aussi de classer cette huile dans la catégorie vierge (IP = 20 meq O₂/kg).

L'huile de sésame de sa part présente un taux très faible, qui est de 4 méq d'O₂/1 kg d'huile, ce résultat est inférieur à la norme donnée par **Codex, 2005** (10 méq d'O₂/1 kg d'huile au max). Cette valeur est relativement faible et indique une faible oxydation de l'huile, cela pourrait être dû aux conditions de transformation (récolte, transport et stockage) et à la présence de substances antioxydantes naturelles.

Tandis que les échantillons d'huiles enrichis préparés avec les différents pourcentages d'addition de l'huile de sésame ont présenté des indices de peroxydes qui reste supérieur à la norme et dont la source en grande partie est ceux présents de l'huile d'olive initialement utilisée.

Cette concentration se trouve bénéfique et nous permet de dire que notre huile modifiée est stable.

➤ Indice d'iode

Il nous renseigne sur le degré d'insaturation des acides gras contenus 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 d'iode est élevé [46]. Les valeurs obtenues pour l'indice d'iode pour les échantillons analysés sont illustrées sur la figure 11.

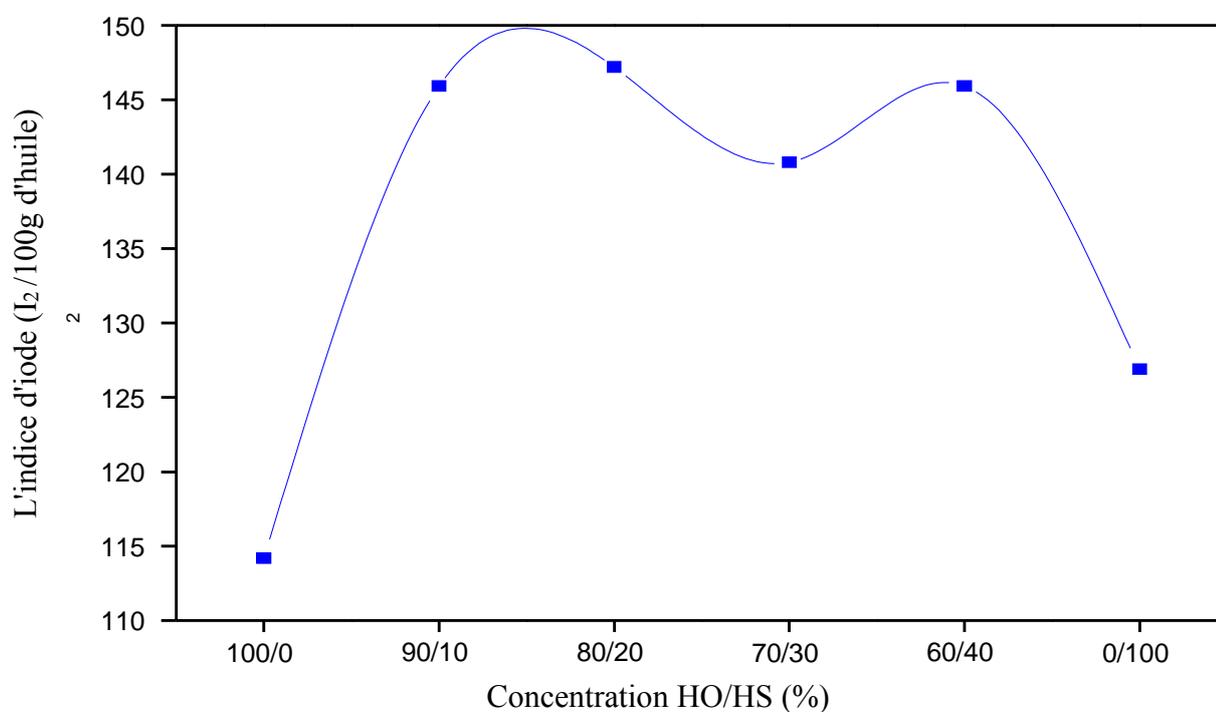


Figure 11 : Variation de l'indice des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS.

L'indice d'iode retrouvé pour l'huile d'olive pure dans notre expérience est de 114.2 (I₂/100 g d'huile). Cette valeur est proche à celle établie par la norme **COI** (74-94). On peut dire que notre huile étudiée présente des acides gras insaturés dans sa composition chimique. Pour l'huile de sésame on a obtenu une valeur d'indice d'iode qui est égale à 126.9 (I₂/100g d'huile), cette dernière est élevée par rapport à la norme fixée par **COI** (104-120 I₂/100g

d'huile). Donc l'huile de sésame contient des niveaux élevés d'acides oléiques et d'acide linoléique [58].

On voit bien que notre courbe présente une évolution importante d'indice d'iode au pourcentage 100/0 jusqu'à 90/10 puis une légère diminution pour le reste.

D'après cette interprétation, on peut déduire que l'incorporation de l'huile de sésame à ces quantités 10 ; 20 ; 30 ; 40 a influencé sur le degré d'insaturation des acides gras contenus dans l'huile d'olive. Donc cette dernière est susceptible de se dégrader.

IV.1.2. Effet du temps de stockage

IV.1.2.1. Analyses physiques

➤ Densité

Sur la figure 12 sont représentées les courbes de la densité des échantillons d'huile d'olive enrichie en fonction du temps de stockage. On remarque que la densité des échantillons d'huile a légèrement augmenté pour les pourcentages 90/10 ; 80/20 ; 70/30 ; 60/40 ; 0/100 de [0.913-0.950], [0.909-0.998], [0.902-0.997], [0.908-0.995], [0.918-0.958] respectivement, cela peut être expliqué par la diminution du poids des acides gras.

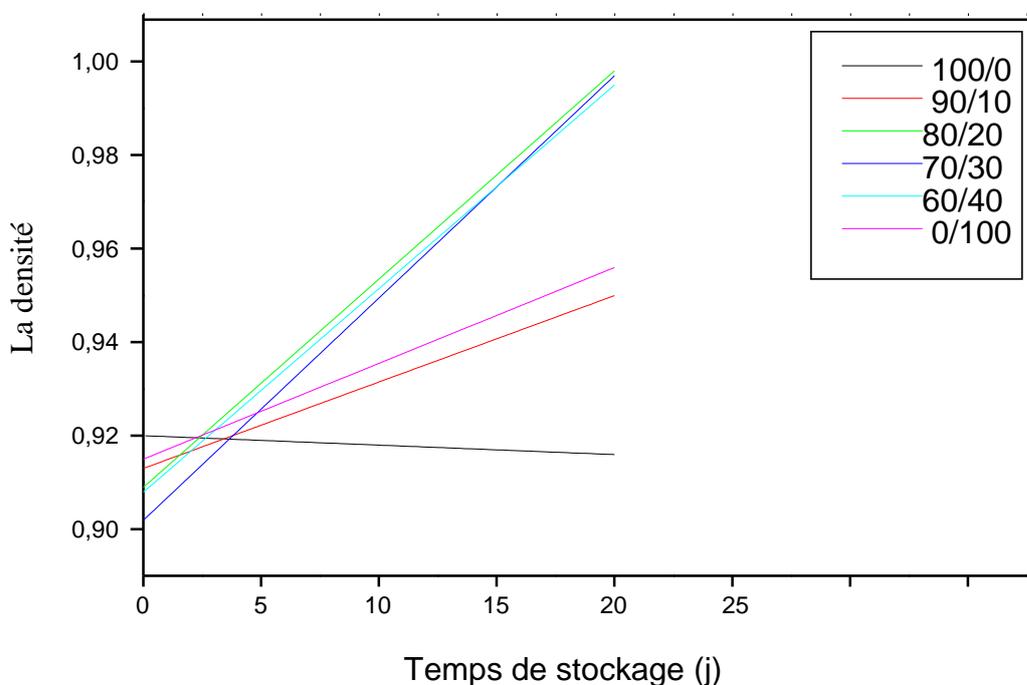


Figure 12 : Variation de la densité des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.

Par contre pour l'huile d'olive pure, dont la densité reste stable [0.920-0.916].

Donc, on peut dire que l'huile de sésame a un effet sur la densité de l'huile d'olive après un certain temps de stockage.

➤ **Indice de réfraction**

Sur la figure 13 sont représentées les courbes de l'indice de réfraction des échantillons d'huile d'olive enrichie en fonction du temps de stockage est visiblement stable de 0 j à 20 j.

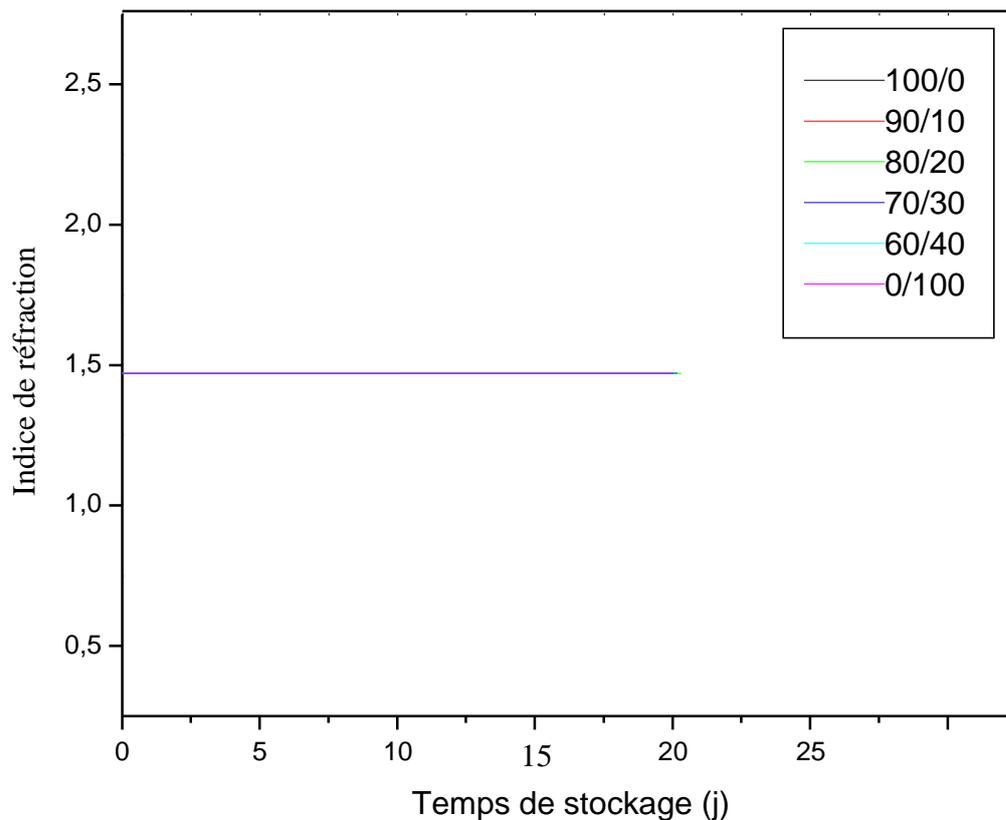


Figure 13 : Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonctions du temps de stockage

IV.1.2.2. Analyses chimiques

➤ Indice d'acide

Sur la figure 14 sont représentées les courbes de l'indice d'acide, on remarque que les indices d'acide pour les échantillons 100/0 ; 90/10 ; 80/20 ; 0/100 sont stables de 0 j à 20 j.

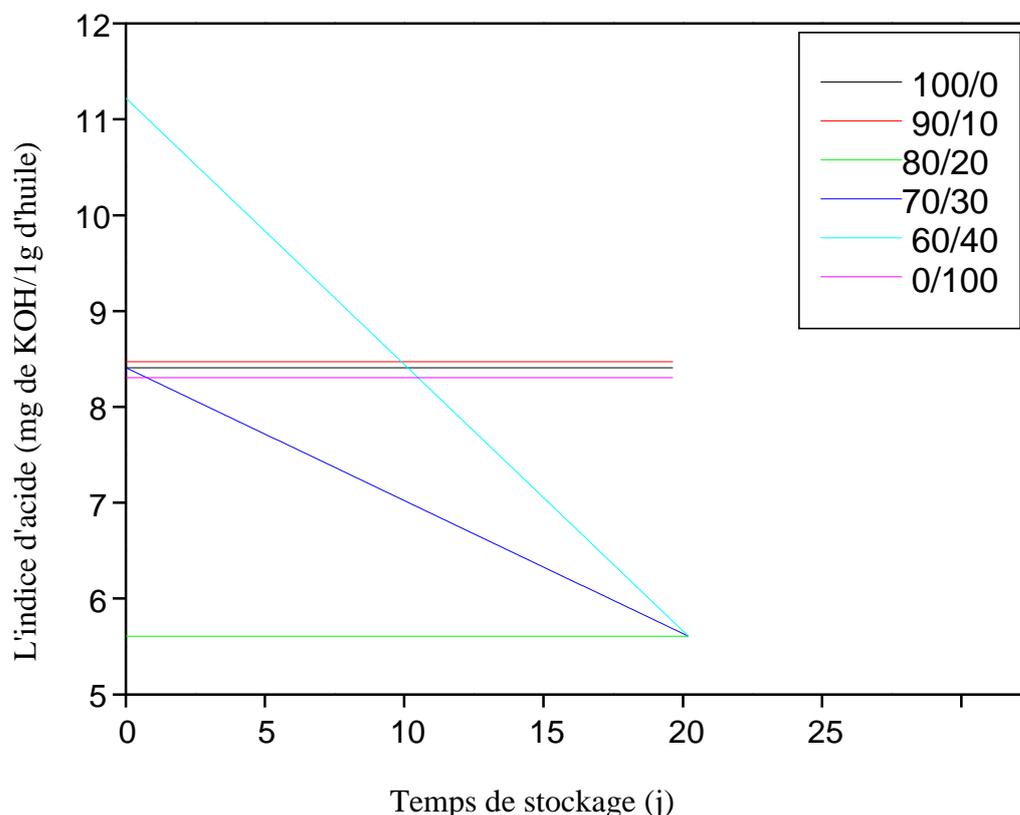


Figure 14 : Variation de l'indice d'acide des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.

Concernant les échantillons ayant les pourcentages suivants 70/30 et 60/40, on observe une diminution de l'indice d'acide de 0 j à 20 j, ce qui est dû à la diminution de la libération des acides gras ou à l'effet antioxydant des graines de sésames.

On constate que l'enrichissement de l'huile d'olive pure par l'huile de sésame effectué a influencé positivement sur l'acidité de l'huile d'olive après 20 j de stockage.

➤ **Indice de peroxyde**

Sur la figure 15 sont représentées les courbes de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive pure qui a enregistré une évolution après 20 j de stockage, ce qui peut se traduire par la libération des hydro-péroxydes qui sont les premiers produits d'oxydation.

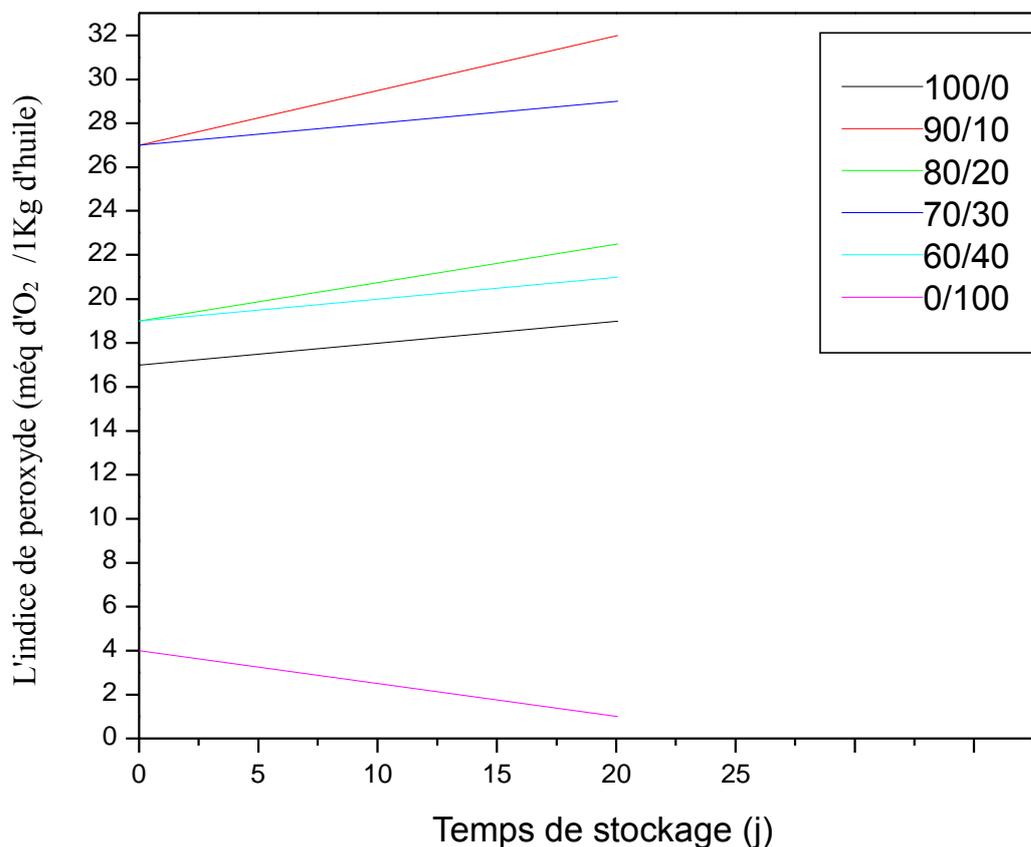


Figure 15 : Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.

L'indice de peroxyde de l'huile enrichie a augmenté après 20 j de stockage, ce qui nous permet de dire que l'enrichissement n'est pas bénéfique pour la prévention de l'oxydation de l'huile d'olive.

➤ Indice d'iode

Sur la figure 16 sont représentées les courbes de l'indice d'iode de l'huile d'olive pure obtenu après 20 j est légèrement élevé par rapport à celui obtenu à 0 j, ce qui veut dire que le nombre d'insaturation a augmenté et a été oxydé.

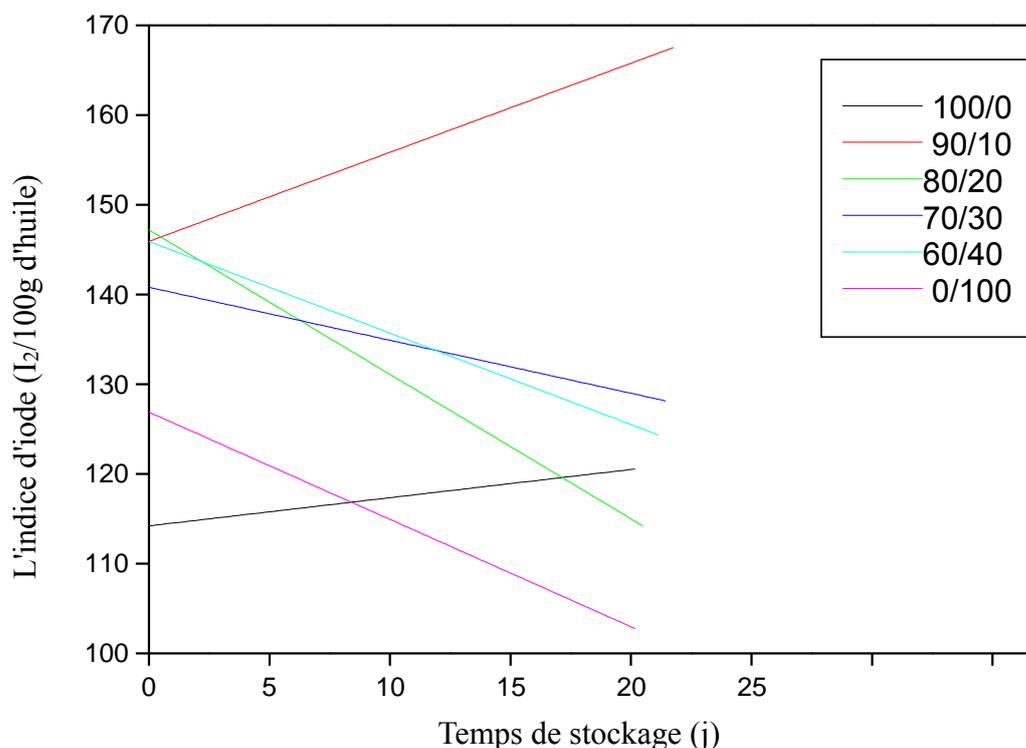


Figure 16 : Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.

L'enrichissement de cette huile d'olive par l'huile de sésame avec les pourcentages 80/20 ; 70/30 ; 60/40 ont montré une diminution de l'indice d'iode, ce qui est bénéfique pour la stabilité de l'huile d'olive. Tandis que l'ajout de 10% d'huile de sésame n'a démontré aucun effet bénéfique.

IV.3. Analyses spectroscopiques

IV.3.1. Spectrophotométrie UV-Visible

Les extinctions à 232 nm et 270 nm nous renseignent sur l'état d'oxydation de l'huile [59]. Plus la valeur d'extinction à 232 nm est forte plus l'huile est peroxydée et plus celle à 270 nm est forte, plus elle est riche en produits secondaires d'oxydation. En effet, les hydro peroxydes sont les composés qui apparaissent dans les premiers stades de l'oxydation, ils

absorbent à 232 nm, alors que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées et dicétones absorbent au voisinage de 270 nm [60].

IV.3.1.1. Effet de la concentration (%)

Les résultats obtenus pour l'absorbance des échantillons d'huile sont représentés sur la figure 17.

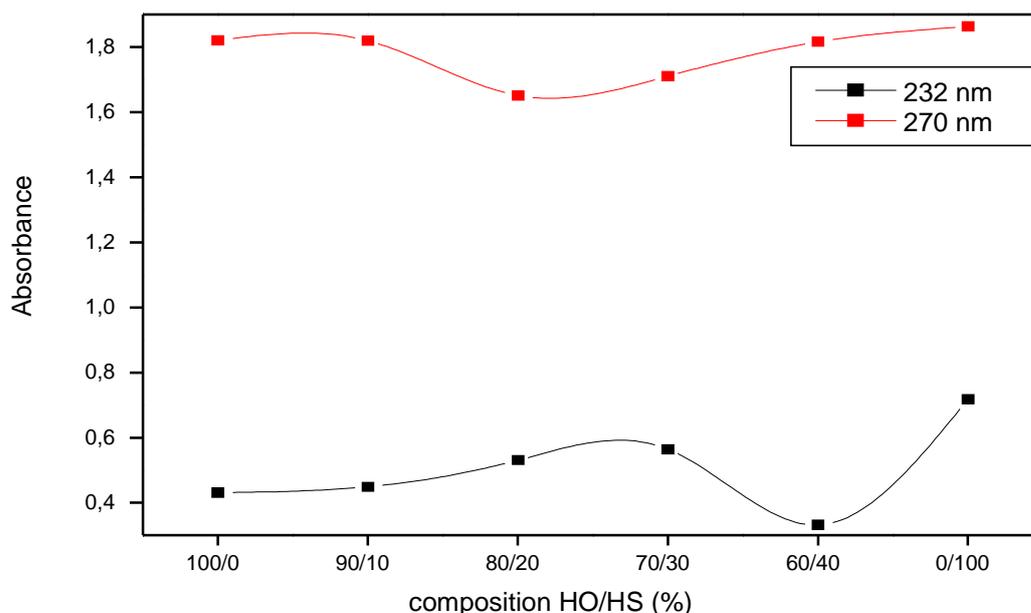


Figure 17 : Variation de l'absorbance des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS à 232 nm 270 nm.

La valeur d'absorbance enregistrée pour l'huile d'olive pure est de 0.432 à 232 nm. Cette valeur est conforme à la norme COI (≤ 2.24). Par contre à 270 nm la valeur trouvée est de 1.821 qui est supérieure à la norme COI (≤ 0.30).

La courbe sur la figure 17 nous montre qu'il y a une évolution d'absorbance à 232 nm pour les pourcentages 90/10 ; 80/20 ; 70/30. Ceci peut être expliqué par une initiation à la dégradation de ces mélanges. Par contre à 270 nm, les valeurs d'absorbances diminuent ce qui veut dire que la dégradation est lente. Donc on peut dire que cet enrichissement est bénéfique pour l'huile d'olive et que l'huile de sésame a joué son rôle antioxydant.

IV.3.1.2. Effet du temps de stockage sur l'analyse spectrale

Les absorbances des échantillons d'huile à 232 nm et 270 nm en fonction du temps de stockage sont représentées dans la figure 18.

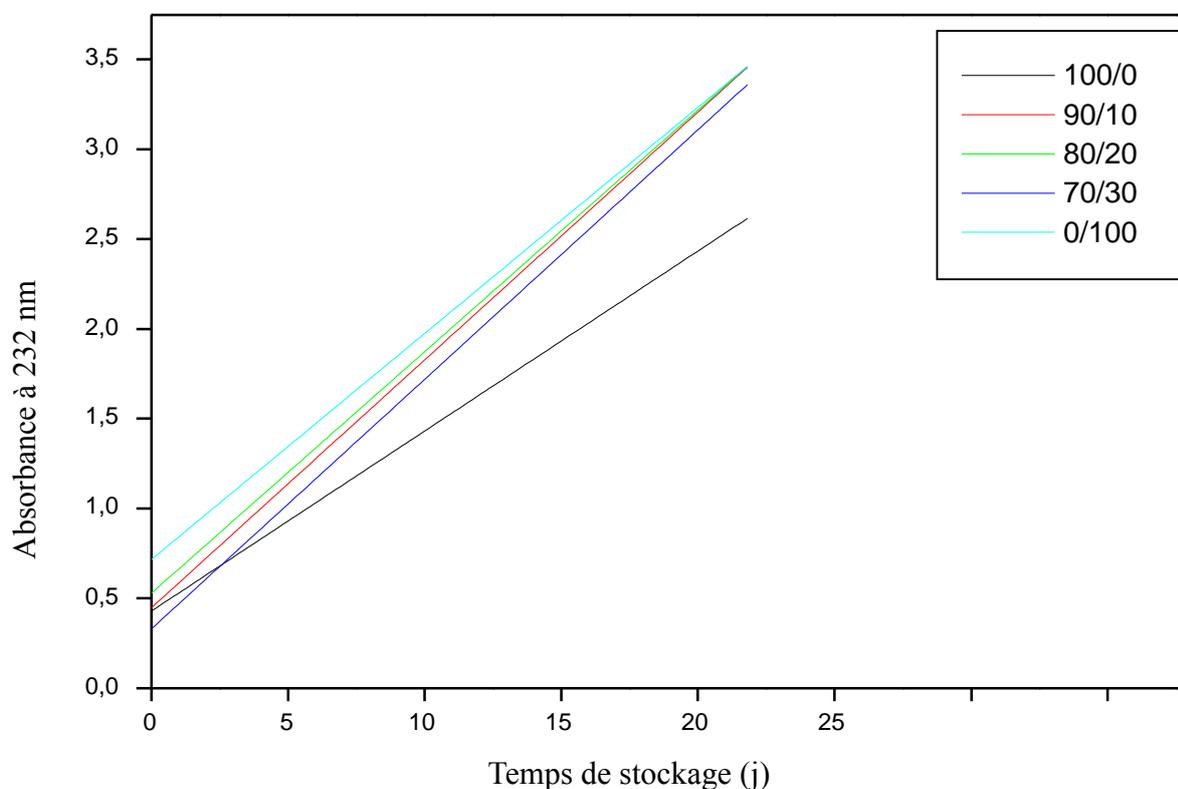


Figure 18 : Variation de l'absorbance des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage à 232 nm.

Au cours du stockage des échantillons d'huile, on a constaté que les valeurs d'absorbances à 232 nm augmentent pour tous les pourcentages entre 0 j et 20 j, ceci est probablement dû à l'oxydation des acides gras qui conduit à la formation des hydroperoxydes (les produits de l'oxydation primaire).

D'après la figure 19 ci-dessous, on constate que les valeurs d'absorbances enregistrées présentent une diminution entre 0 j et 20 j pour tous les échantillons préparés.

Ce qui signifie l'absence de formation de produits secondaires d'oxydation (dicétones et cétones insaturés), donc on peut dire que cet enrichissement procure une meilleure stabilité et une résistance à l'oxydation de l'huile d'olive.

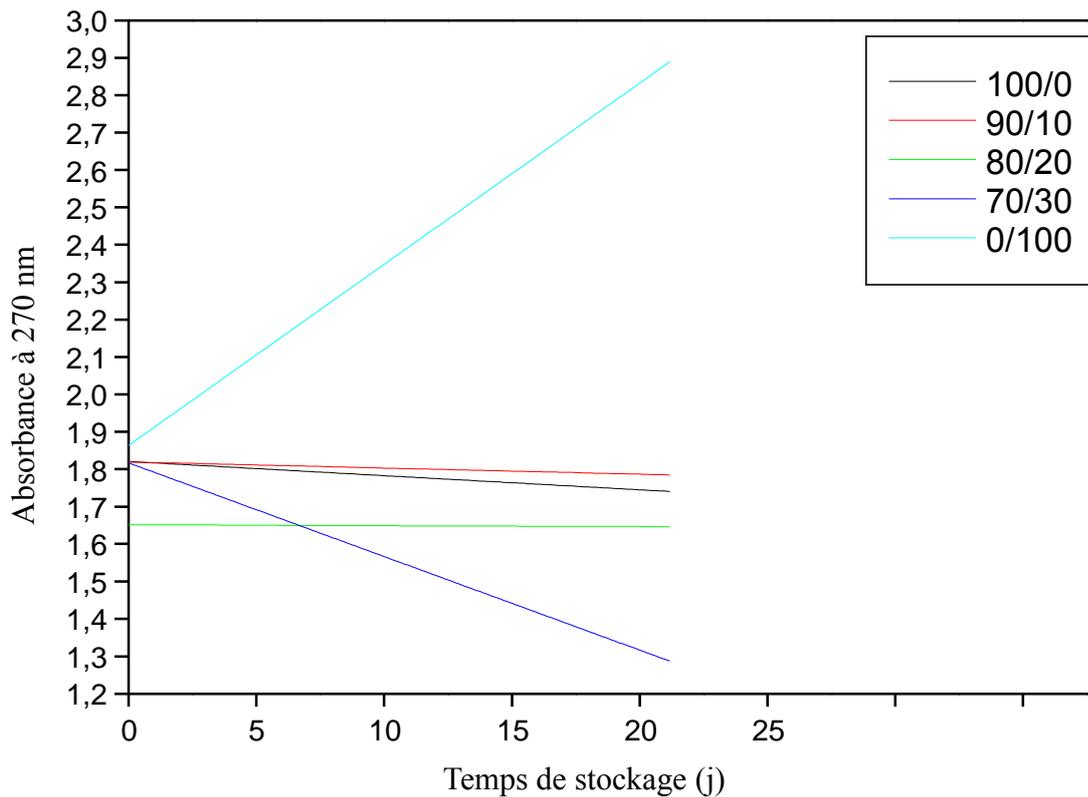


Figure 19 : Variation de l'absorbance des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage à 270 nm.

IV.3.2 Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier

Nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre ATR, les résultats obtenus sont rassemblés dans les figures 20,21,22,23,24 et les tableaux 10,11,12,13 et 14, respectivement.

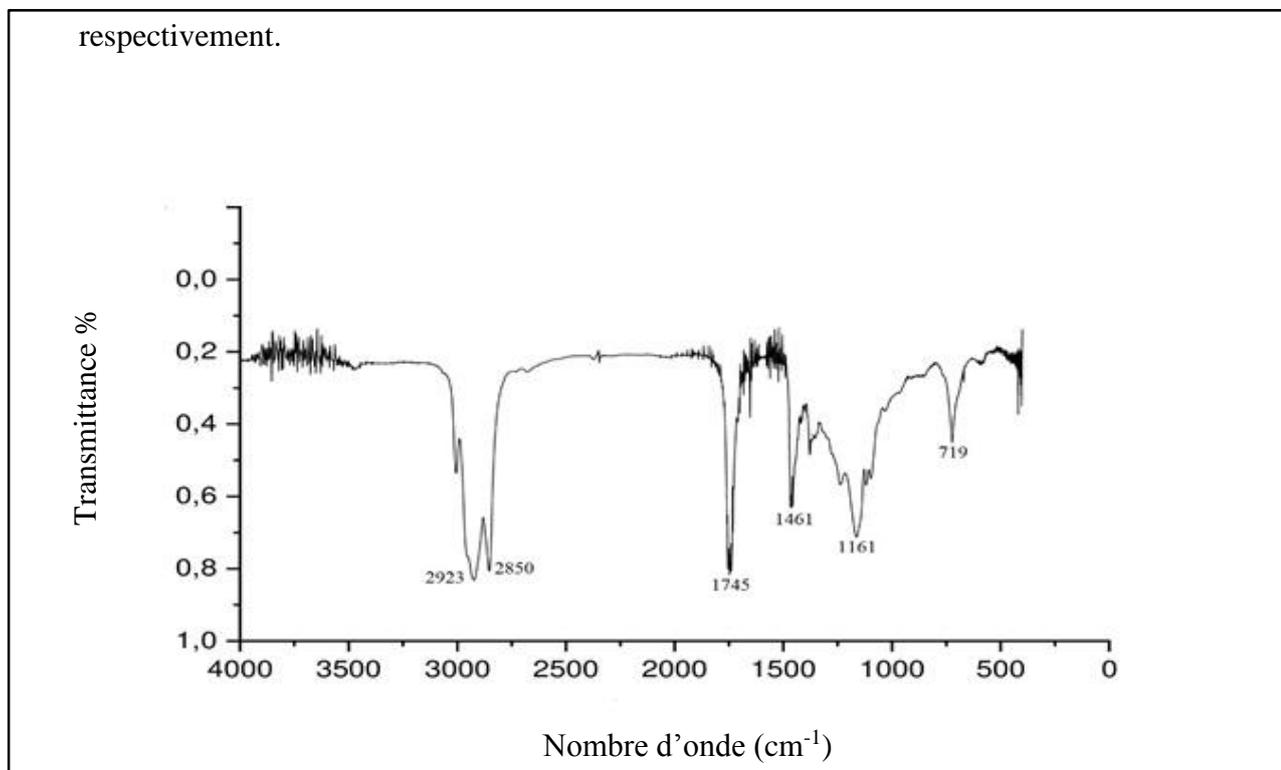


Figure 20: spectre IR d'huile d'olive pure à 0 j.

Les valeurs des pics obtenus pour l'huile d'olive pure à 0 j sont rassemblées dans le tableau 10.

Tableau 10 : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR de l'huile d'olive pure à 0 j.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifiée	Intensité
2923	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie	Intense
2850	Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	
1745	Liaison (C=cétone)	Intense
1461	Liaison CH ₂ alcane	Faible
1161	Liaison (C-O) alcool secondaire	Moyenne
719	4H adjacents	Faible

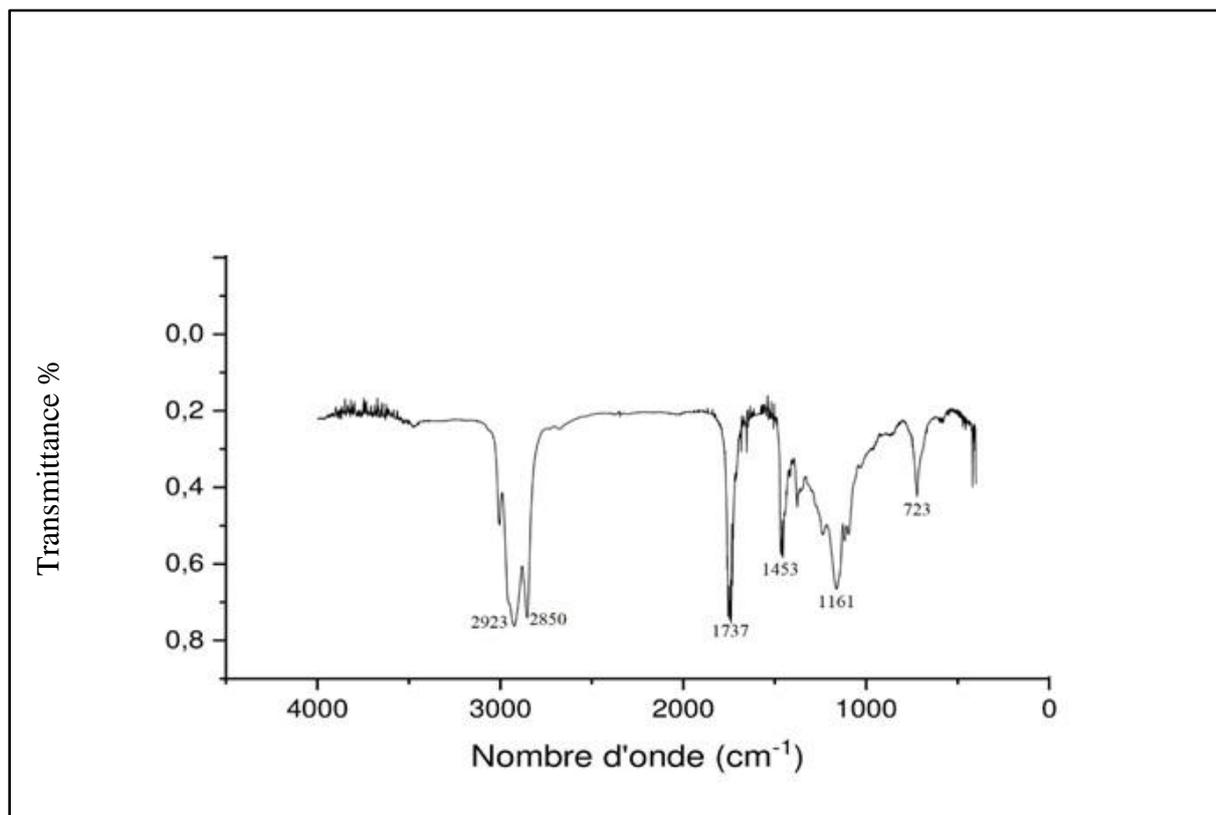


Figure 21 : Spectre IR d'huile d'olive à 20 j.

Tableau 11 : position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour l'huile d'olive à 20 j.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifiés	Intensités
2923	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie	Intense
2850	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	
1737	Liaison (C=O) cétone	
1453	Liaison δ(CH ₂) alcane Liaison (C=C) aromatique	Faible
1161	Liaison (C-O) alcool tertiaire &(CH ₃) ₂	Moyenne
723	R-CH=CH-R	Faible

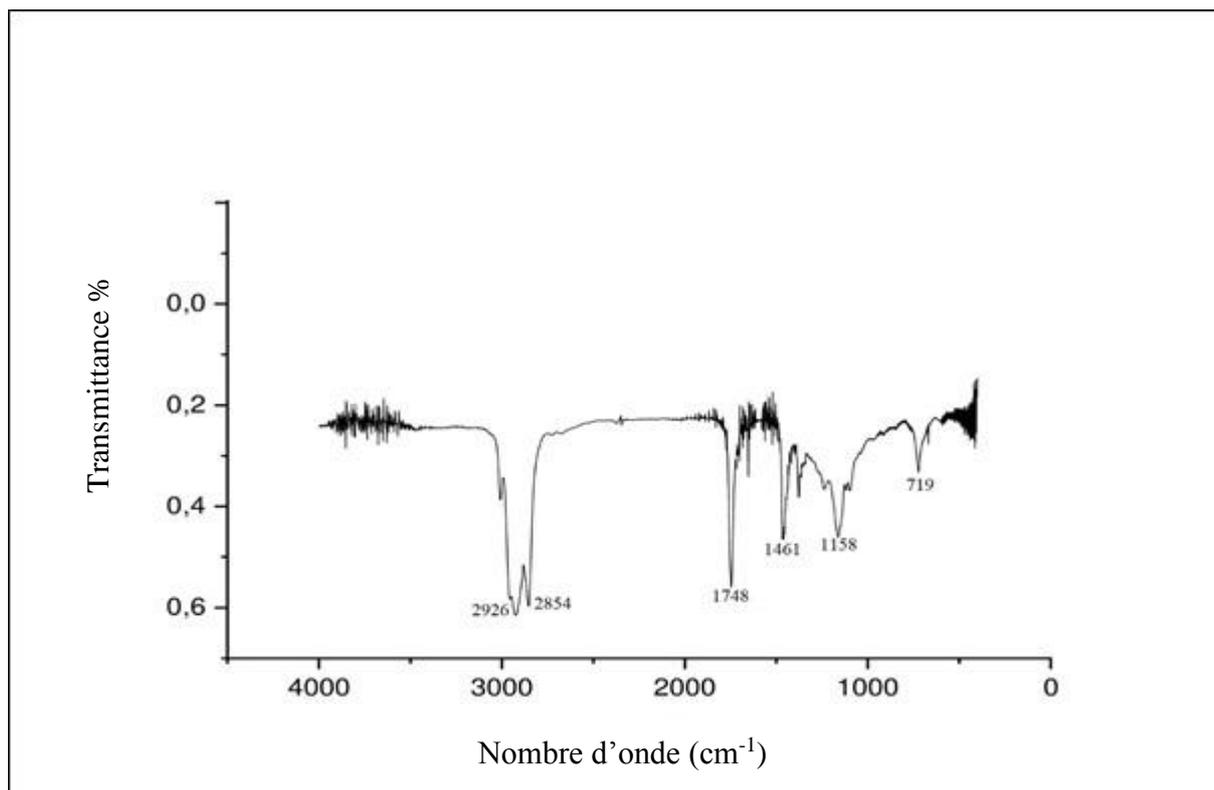


Figure 22 : SpectreIR d'huile de sésame à 0 j.

Tableau 12 : Positions et identifications de bandes observées par IR d'huile de sésame à 0 j.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifiées	Intensité
2926	Liaison C-H alcane	Intense
2854	Liaison O-H acide lie	
	Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	
1748	Liaison (C=O) acide saturé	Faible
1461	Liaison δ(CH ₂) alcane Liaison (C=C) aromatique	
1158	Liaison (C-C) alcool tertiaire &(CH ₃) ₂	Moyenne
719	R-CH=CH-R	Faible

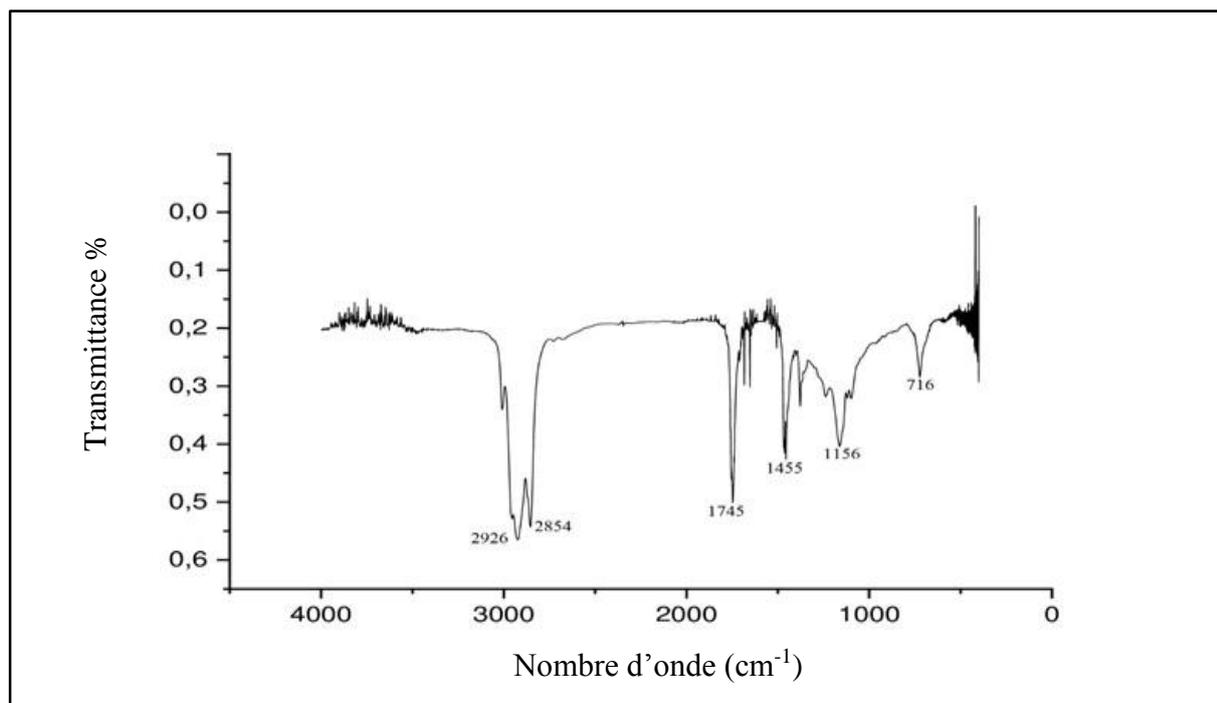


Figure 23 : Spectre IR d'huile de sésame à 20 j.

Les différents groupements observés sont rassemblés dans le tableau 13.

Tableau 13 : Positions et identifications de bandes observées par IR d'huile de sésame à 20 j.

Position des bandes (cm ⁻¹)	Espèce identifié	Intensité
2926	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
2854	Liaison (C-H) alcane	
1745	Liaison (C=O) cétone	
1455	Liaison δ(CH ₂) alcane Liaison (C=C) aromatique	Faible
1156	Liaison (C-O) alcool tertiaire δ(CH ₃) ₂	Moyenne
716	R-CH=CH-R	Faible

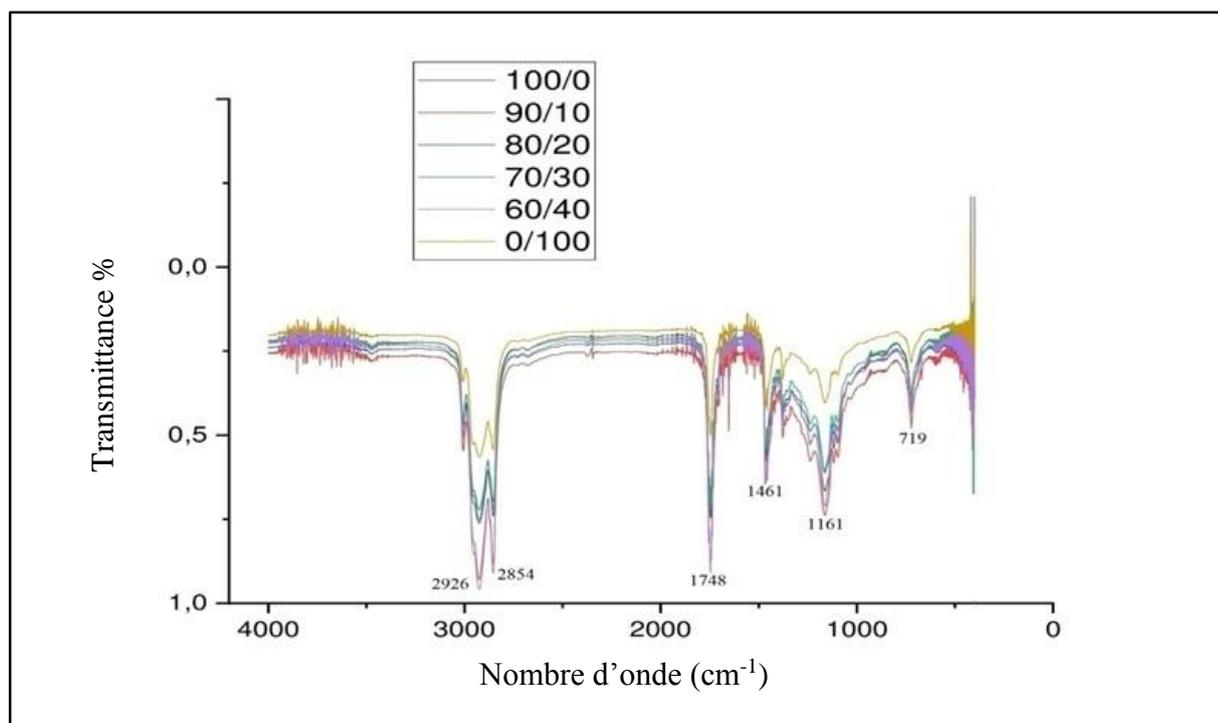


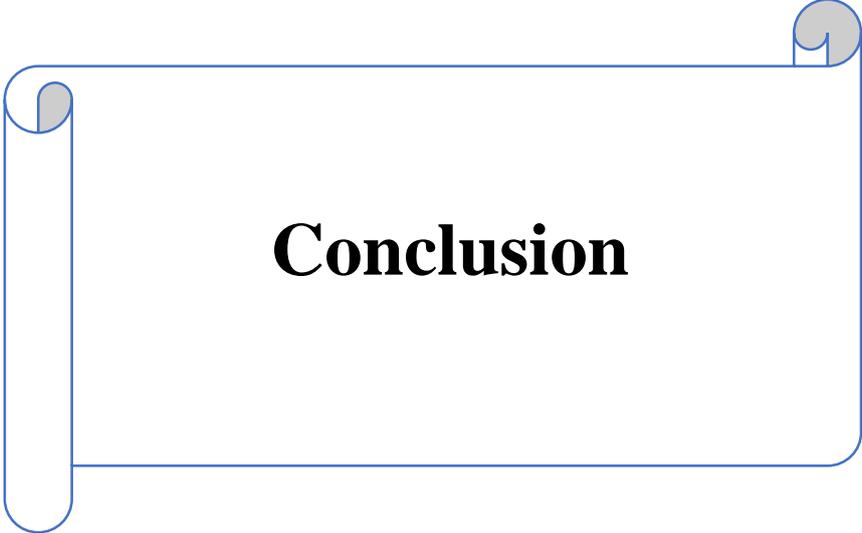
Figure 24 : Spectre IR obtenus pour les pourcentages HO/HS.

Les différents groupements observés sont rassemblés dans le tableau 14.

Tableau 14 : Position et identification de bandes observées par IR d'huile pour les pourcentages HO/HS.

Position des bandes (cm-1)	Espèce identifié	Intensité
2926	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde	Intense
2854	Liaison C-H alcane Liaison (R-CHO) Liaison O-H acide lié	Moyenne
1748	Liaison (C=O) cétone Liaison (C=O) ester	Faible
1461	Liaison $\delta(\text{CH}_2)$ alcane Liaison (C=C) aromatique	Faible
1161	Liaison C-O ester $\delta(\text{CH}_3)_2$	Moyenne
719	R-CH=CH-R	Faible

Il n'y pas de différences entre les spectres des huiles de l'enrichissement, les groupements fonctionnels sont presque les mêmes, sauf l'intensité des pics qui change, la différence dans le pourcentage de transmittance, peut être expliqué par la différence de concentration entre les huiles.



Conclusion

Conclusion

Notre travail est consacré à l'étude de l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de sésame, à différentes compositions en huile de sésame et pour un temps de stockage de 20 j.

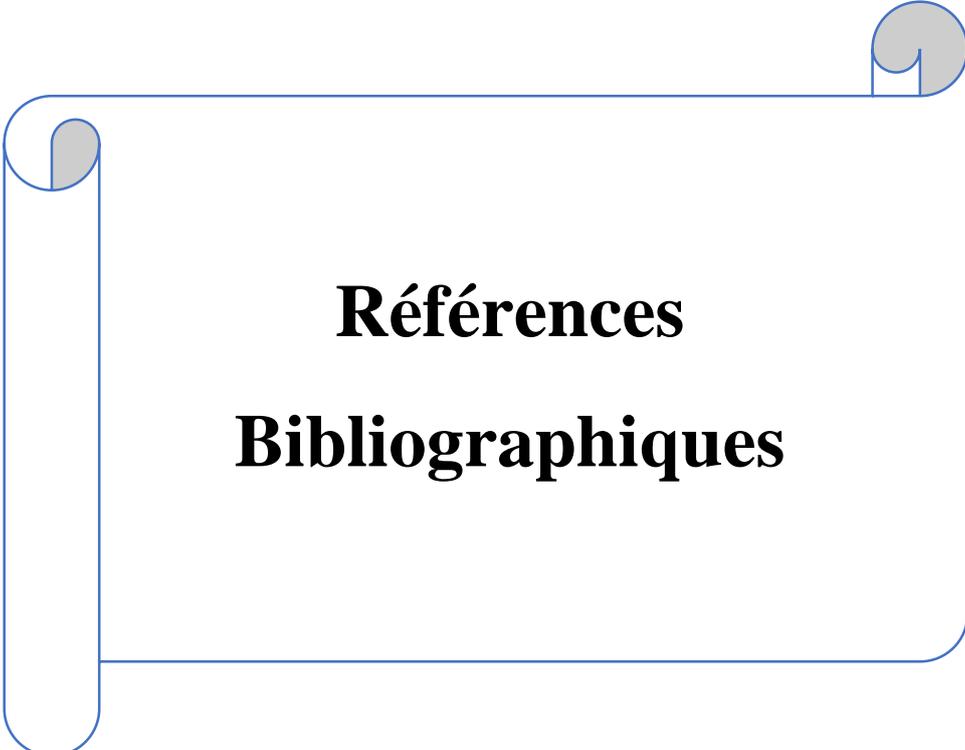
Dans le but d'évaluer la stabilité de l'oxydation de l'huile d'olive enrichie, un ensemble de techniques d'analyses physico-chimiques et spectrales (indice d'acide, densité, indice de réfraction, indice d'iode, indice de peroxyde, UV-Visible et Infrarouge) ont été utilisés.

Ainsi l'analyse des différents résultats obtenus nous ont permis de conclure que :

- L'enrichissement n'a pas d'effet sur la densité et l'indice de réfraction de l'huile d'olive.
- Les résultats de l'analyse de l'indice d'acide et de l'indice d'iode qui sont en corrélation nous confirme l'intérêt de l'ajout de l'huile de sésame dans l'huile d'olive, en améliorant sa stabilité d'oxydation.
- Pour l'indice de peroxyde, les résultats sont convaincants. Il semble que ce dernier est plus sensible à l'altération enzymatique et à l'oxydation d'où l'augmentation de ses valeurs avec la variation de la concentration au cours du temps.
- L'analyse par spectrophotomètre UV-Visible à 232 nm montre une présence d'une oxydation primaire (lente) et l'absence des produits secondaires d'oxydation à 270 nm.

L'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de sésame a abouti à des résultats favorables.

En perspective, il serait souhaitable de poursuivre cette étude par les analyses sensorielles, étudier la stabilité des huiles issues, comme il serait intéressant d'augmenter le nombre d'échantillon en effectuant des enrichissements avec d'autres composition et avec des intervalles de temps plus prolongées.



Références
Bibliographiques

Bibliographie

- [1]. **GRAILLE ET VILLA, 2003.** (Graille jean, lipides et corps gras alimentaires, Edition TEC et DOC 2003,467 pages) (Villa, La culture de l'olivier ; édition de vecchi, 2006,143 pages)
- [2]. **RICE-EVANS et AL,1997.** Antioxidant properties of phenolic compounds. Trends in plant science, 1997, vol. 2, no 4, p. 152-159.
- [3]. **J. GORDON, 1990** · Department of Psychology, University of Kansas.
- [4]. **LION PH, 1955.** Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.
- [5]. **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).
- [6]. **LESAGE-MEESSEN, et AL (2001).** Simple phenolics content in olive oil residues as a function of extraction systems. Food Chemistry, 75(4), 501-507.
- [7]. **ADRIAN ET AL, 1998.** Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Techniques et documentation- Lavoisier : pp47-53.
- [8]. **D.BOSKOU, et AL,** On the determination of minor phenolic acids of virgin oil by RP-HPLC. J.GRASAS YACEITES. pp151,157. 1996
- [9]. **S.VEILLET.** Enrichissement nutritionnelle de l'huile d'olive : entre tradition et innovation. Thèse Université d'Avignon.2010.
- [10]. <https://fr.wikipedia.org/wiki/L'olivier> .
- [11]. **J.CHUNG , et AL** Nontargeted, Rapid Screening of Extra Virgin Olive Oil Products for Authenticity Using Near-Infrared Spectroscopy in Combination with Conformity Index and Multivariate Statistical Analyses. Journal of food science, 81(10), C2390-C2397.
- [12]. **N.BENYAHYA. K.ZEIN** .Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développée. Contribution spéciale de « Sustainable business Associates » à l'atelier « pollution and development issues in the Mediterranean Basin » 2^{ème} conférence internationale « Swiss Environmental solutions for Emerging countries » (SESEC II) à Lausanne.Suisse.2003.
- [13]. **CONSEIL OLÉICOLE INTERNATIONAL.** 2005.Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NCn°3/R2V.8
- [14]. <https://www.atlasbig.com/fr-fr/pays-par-la-production-d-39-huile-d-39-olive>
- [15]. **J.RAN.** Comparison of chemical quality standards for New Zealand extra virgin olive oil : a thesis submitted in partial fulfilment of the requirement for the degree of master of food technology at Massey University. New Zealand (Doctoral dissertation, Massey University) 2014.
- [16]. **S.AZADMARD-DAMIRCHI.** Olives oil phytoesters, tracing of Adulteration with Hazelnut oil and Chemical Interesterification.2007
- [17]. **M.BENLEMLIH.J.GHANAM.** Polyphénols d'huile d'olive, trésor santé, Marcopietteur éd. Embourg (Belgique).2012

- [18]. **M.SERVILI. G.F.MONTEDORO.** Contribution of compounds to virgin olive oil quality. *J. Lipid Science and Technology* .pp602-613.2002.
- [19]. **A.MAROUANE. et AL** Activité antioxydante des composés d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal Biological Chemical Science*. pp1865-1870.2014.
- [20]. **J.SOULIER. M.FARIUNE.** L'insaponifiable. In : Manuel des corps gras. Lavoisier, Ed . Technique Et Documents. pp95-112.1992.
- [21]. **T.SMITH. et AL** Inhibition of 4-(methylnitrosamino)-1-(3-pyridyl)-1butanone-induced Lung Tumorigenesis by Dietary Olive Oil and Squalene. *J.Carcinogenesis*. pp703-706.1998.
- [22]. **C.RAO. et AL.** Chemopreventive Effect of Squalene on Colon Cancer. *J. Carcinogenesis*. pp287-290.1998.
- [23]. **A.AWAD. et AL.** Peanuts as a source of beta-sitosterol a sterol with anticancer properties. *J.Nutrition and cancer*. pp232-24. 2000.
- [24]. **E.PSOMIADOU. et AL.** Proposed parameters for monitoring quality of virgin olive oil (Koroneiki cv). *Eur ;J.LipidSci.Technol.* pp403-408. 2003.
- [25]. **W.OWENR. et AL.** The antioxidant/anticancer potential of phenolic compounds isolated from olive oil *J.EGC*.P1235-1247.2000.
- [26]. **J.R.MORELLO. et AL.** Changes in commercial virgin olive oil (cv Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food chemistry*. pp357-364. 2004.
- [27]. **E.PSOMIADOU . M.TSIIDOU.** Stability of virgin olive oil. *1 Autoxidation Studies*.2003.
- [28]. **K.TANOUDI et AL.** Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (Iakrama et Kenine) au niveau du Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*. pp18-26. 2010.
- [29]. **M.D.SALVADOR. et AL.** Influence of fruit ripening on cornicabra virgin olive oil quality: A study of four successive crop seasons. *food chemistry*. pp45-53. 2001.
- [30]. **D. GIUFFRIDA, et AL.** Pigment composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. *Food Chemistry*.2006.
- [31]. **J L.PERRIN.** Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. *Étude et recherche*. pp25-31.1992.
- [32]. **A.KIRITSAKIS; MOSMAN** effets du carotène et de α -tocophérol sur la stabilité photo-oxxydative de l'huile d'olive *Olivae*,56. pp25.28. 1995.
- [33]. **L.BOUDJOU** caractéristiques physicochimiques de l'huile de grain de sésame étude comparative avec l'huile d'olive, mémoire de master université de Bejaia. 2018.
- [34]. **B.SEKOUR** phytoprotection de l'huile d'olive (H.O.V) par l'ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin) mémoire de magister université de Boumerdes.2012.
- [35]. **F.CAPONIO, et AL** effect of infusion of spices into the oil vs combined malaxation of olive paste and spices on quality of naturally flavoured virgin olive oils. *Food chemistry*,202, pp221-228. 2016.

- [36]. **J DELGADO, et AL.** Oxidative stability, phenolic compounds and antioxidant potential of a virgin olive oil enriched with natural bioactive compounds journal of oleo sciences. pp55-65.2014.
- [37]. **M L.CLODOVEO, et AL.** Comparison between different flavored olive oil production techniques Healthy Value and process efficiency. Plant food for human nutrition pp81- 87. 2016
- [38]. **S.ACHAT, et AL.** direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. Ultrasonics sonochemistry. pp777-786. 2012.
- [39]. **R. S.VEILLET, et AL.** Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil. food Chemistry. pp905-911.2010.
- [40]. **G C.PENALVO, et AL.** Improving green enrichment of virgin olive oil by oregano. Effects on antioxidants. Food chemistry, pp197-509-515.2016.
- [41]. **Y.LI, et AL;** Green ultrasound-assisted extraction of carotenoids based on the bio-refinery concept using sunflower oil as an alternative solvent. Ultrasonics sonochemistry. pp12-18. 2013.
- [42]. **RICHANE, A., et AL.** (2018). Évaluation de la qualité nutritionnelle d'un aliment à base d'huile d'olive et des figues sèches (Doctoral dissertation, Université de Jijel).
- [43]. **L.BOUDJOU** caractéristiques physicochimiques de l'huile de grain de sésame étude comparative avec l'huile d'olive, mémoire de master université de Bejaia. 2018.
- [44]. <https://fr.wikipedia.org/wiki/Sésame>.
- [45]. **A.ASHRI; R J.SINGH.** Sesame (sesamum indicum L.). Edition: RAM J. SINGH
- [46]. **T.TASHIRO, et AL.** Amer. Oil Chem. Soc.76. pp508-511.1990
- [47]. **E.UZUN, et AL.** Usability Analysis of Secure PAIRING Methods.J. Cryptography and Data Security. pp307-324.2007.
- [48]. **Codex. 1983.** Norme pour les huiles végétales comestibles. Huile comestible et sésame, CODEX STAN 26-1981. (XI) FAO/OMS, Rome.p63.
- [49]. **WOLFF J.P.** Manuel d'analyse des corps gras. Edition Azoulay, Paris. 1968.
- [50]. **Z.MOHANDI.** (Étude du pouvoir antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Telemcen). Thèse doctorat. Université d'Aboubaker Belkaid Telemcen faculté des sciences. pp89-92 2006.
- [51]. **FAO. 1979.** Manuel of food quality control. Edition3. Commodities Food and Agriculture organization of the United Nations. Rome. p409.
- [52]. **M.NJUSSA.** (Études 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. p50.1999.
- [53]. **J. DJOM.** (Suivre 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. p51.2001.
- [54]. **S.G.SUDKE, D.M.SAKARKAR.** An extensive Insight on physico-Chemical Characterization of Hot-Melt Coating Excipient.J. Pharm Tech Research. pp879-893.2013.

- [55]. **N. YAHIAOUI**. (Étude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif). Mémoire de magister. Université Mouloud Mammeri TiziOuzou.2012.
- [56]. **A. BENAÏSSA**. (Étude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique, et d'un tensioactif) Thèse doctorat. Université Mentouri Constantine.2011.
- [57]. **M.CHAVANNE**. (Chimie organique Expérimentale). Édition modulo Canada.1986.
- [58]. **N.ALLENDE** (Livre blanc spectroscopie Infrarouge) . Édition shimadzu (excellence science) France 2015.
- [59]. **P.E.DIM**. Extraction and Characterization of Oil from Sesame Seed. J. Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences. p752. 2013.
- [60]. **C.TCHIEGANG, et AL**. Qualité et stabilité de l'huile extraite par pressage des amandes de de ricinodendron heudelotii (Bail) pierre ex pax pendant la conservation à température ambiante. J.Food Eng; pp69-77. 2004.

Résumé

Dans cette étude, l'huile d'olive était mélangée avec l'huile de sésame à différentes compositions (100/0 ; 90/10 ; 80/20 ; 70/30 ; 60/40 ; 0/100) et stockée pendant 20 jours à température ambiante. Dans le but d'évaluer la stabilité oxydative de l'huile d'olive, des analyses physico-chimiques et spectrales (la densité, indice d'acide, indice de réfraction, indice d'iode, indice de peroxyde, UV-Visible et infrarouge) ont été réalisées. Il a été observé que la présence de l'huile de sésame dans les échantillons a diminué l'oxydation de l'huile d'olive enrichie pendant le stockage. L'analyse par la spectrophotométrie UV-Visible à 232 nm montre une oxydation primaire lente et l'absence des produits secondaires d'oxydation à 270 nm.

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

Abstract

In this study, olive oil was mixed with sesame oil at different compositions (100/0; 90/10; 80/20; 70/30; 60/40; 0/100) and stored for 20 days at room temperature. In order to evaluate the oxidative stability of olive oil, physico-chemical and spectral analyzes (density, acid number, refractive index, iodine number, peroxide index, UV-Visible and infrared) have been carried out. The presence of sesame oil in the samples was observed to decrease the oxidation of enriched olive oil during storage. Analysis by UV-Visible spectrophotometry at 232 nm shows slow primary oxidation and the absence of oxidation side products at 270 nm.

Keywords: Olive oil, sesame oil, oxidative stability.