



Mémoire de Master

Présenté par :

- Bessaci Thinhinane
- Bouchoucha Chahinez

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

Spécialité : Chimie des matériaux

Thème :

Enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de germe de blé

Soutenu le :

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
		Président
Mme HAMOUMA Ouezna	Chimie	Examinatrice
Mme MEDDOURI Melaz	Chimie	Examinatrice
Melle BOUKEHIL Ghouzala	Chimie	Encadrante

2020-2021

Remerciements

Nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné la force nécessaire et la patience qui nous a permis de mener à bien ce travail.

Nous tenons à remercier :

- ❖ Madame BOUKEHIL.GH d'avoir accepté de nous encadrer, pour son aide, sa patience, ses conseils précieux qu'elle nous a prodigués tout le long de notre travail et pour le temps qu'elle nous a consacré.
- ❖ L'ensemble du personnel du laboratoire d'analyses de génie des procédés.
- ❖ Tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin à l'achèvement de ce travail.
- ❖ Sans oublier l'ensemble des enseignants ayant contribué à notre formation durant notre cycle d'étude.

THINHINANE ET CHAHINEZ

Dédicaces

Je dédie ce travail en signe de respect,
reconnaissance et de remerciement :

A la mémoire de mon père que dieu l'accueille dans son vaste paradis.

A ma très chère maman que dieu la protège inchallah

A mes sœurs et mon frère

A toute ma famille

A tous mes ami(e)s

A ma binôme Chahinez et sa famille,
à tous ceux qui ont participé à l'élaboration de ce
travail et à tous ceux qui me sont très chers.

THINHINANE

Dédicaces

Je dédie ce travail en signe de respect,
reconnaissance et de remerciement :

A la mémoire de mon père que dieu l'accueille dans son vaste paradis.

A ma très chère maman que dieu la protège inchallah

A mes sœurs et mes frères

A toute ma famille

A tous mes ami(e)s

A ma binôme Thinhinane et sa famille,
à tous ceux qui ont participé à l'élaboration de ce
travail et à tous ceux qui me sont très chers.

CHAHINEZ

Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Sommaire	
Introduction.....	1

Chapitre I : Généralités sur les corps gras et les huiles végétales

I.1. Historique.....	3
I.2. Définition.....	3
I.3. Origine des corps gras.....	3
I.4. Composition d'un corps gras.....	4
I.5. Caractéristiques des corps gras.....	4
I.5.1. Propriétés physiques.....	4
I.5.2. Propriétés chimiques.....	5
I.6. Constituants des corps gras.....	6
I.7. Les huiles végétales.....	6
I.7.1. Définition.....	6
I.7.2. Composition biochimique.....	7
I.7.3. Caractéristiques des huiles végétales.....	8
I.7.3.1. Propriétés physiques.....	8
I.7.3.2. Propriétés chimiques.....	9
I.7.4. Rôle des huiles végétales.....	9
I.7.5. Utilisations des huiles végétales.....	10

Chapitre II : L'huile d'olive et l'huile de germe de blé

II.1. Généralités sur l'huile d'olive.....	11
II.2. Définition d'une huile d'olive.....	11
II.3. Classification de l'huile d'olive.....	11
II.4. La composition chimique de l'huile d'olive.....	12
II.4.1. La fraction saponifiable.....	13
II.4.2. La fraction insaponifiable.....	14

II.5. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive.....	17
II.6. Les conditions de stockage de l'huile d'olive.....	17
II.7. Intérêt nutritionnelle et thérapeutiques de l'huile d'olive.....	18
II.8. Procédure d'enrichissement d'huile d'olive.....	18
II.9. Généralités sur l'huile de germe de blé.....	20
II.10. Définition du blé.....	20
II.11. Le grain de blé.....	20
II.12. Composition chimique du germe de blé.....	22
II.13. Huile de germe de blé.....	23
II.14. Caractérisation physico-chimique de l'huile de germe de blé.....	23
II.15. Utilisation de l'huile de germe de blé.....	24

Chapitre III : Matériel et méthodes

III.1. Matériel et produits utilisés.....	25
III.1.1. Matériel pour l'analyse physicochimique.....	25
III.1.2. Produits.....	25
III.2. Analyses physicochimiques.....	26
III.2.1. Analyses physiques.....	26
III.2.1.1. Densité relative.....	26
III.2.1.2. Indice de réfraction.....	27
III.2.2. Analyses chimiques.....	28
III.2.2.1. L'indice d'acide.....	28
III.2.2.2. Indice de peroxyde.....	29
III.2.2.3. Indice d'iode.....	30
III.3. Analyses spectrales.....	31
III.3.1. Spectroscopie UV-visible.....	31
III.3.2. Spectroscopie Infrarouge.....	32

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1. Analyses physico-chimiques.....	34
IV.1.1. Analyses chimiques.....	34
IV.1.1.1. Effet de la concentration.....	34
IV.1.1.2. Effet du temps de stockage.....	36
IV.1.2. Analyses physiques.....	38
IV.1.2.1. La densité.....	38

IV.1.2.2. L'indice de réfraction.....	40
IV.2. Analyses spectroscopiques.....	41
IV.2.1. Spectrophotométrie UV-Visible.....	41
IV.2.2. Spectroscopie infrarouge.....	43
Conclusion	47
Références bibliographique	
Résumé	

Liste des figures

Figure 1 : Composition d'un corps gras.....	4
Figure 2 : Constituants des huiles végétales.....	8
Figure 3 : Huile d'olive.....	11
Figure 4 : Formule chimique de β -sitostérol le principale stérol de l'huile d'olive	15
Figure 5 : Le blé	20
Figure 6 : Grains de blé.....	21
Figure 7 : Composition histologique du grain de blé.....	21
Figure 8 : Réfractomètre	28
Figure 9 : Spectrophotomètre UV-Visible	32
Figure 10 : Spectrophotomètre IR-ATR	33
Figure 11 : Variation de l'indice d'acide des échantillons d'huiles en fonction de la concentration.....	34
Figure 12 : Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction de la concentration.....	35
Figure 13 : Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huile en fonction de la concentration.....	36
Figure 14 : Variation de l'indice des échantillons d'huile en fonction du temps de Stockage.....	37
Figure 15 : Variation de l'indice de peroxyde sous l'effet de temps	37
Figure 16 : Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage	38
Figure 17 : Variation de la densité en fonction de la concentration	39
Figure 18 : Variation de la densité en fonction de temps de stockage.....	39
Figure 19 : Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction de la concentration.....	40
Figure 20 : Variation de l'indice de réfraction en fonction du temps.....	41
Figure 21 : Variation de l'absorbance en fonction de la concentration à 232nm et 270nm....	41
Figure 22 :Variation de l'absorbance en fonction du temps de stockage à 232nm.....	42
Figure 23 : Variation de l'absorbance des échantillons préparés en fonction du temps à 270 nm	42
Figure 24 : Le spectre IR l'huile d'olive vierge	43
Figure 25 : Le spectre IR de l'huile de germe de blé vierge.....	43

Figure 26 : Spectres IR des échantillons préparés à 20 jours de stockage.....	44
Figure 27 : Spectres IR échantillons préparés à 1 an de stockage.....	45

Liste des tableaux

Tableau 1 : Représentation de différentes propriétés d'un corps gras.....	6
Tableau 2 : Teneur en acide gras en pourcentage par rapport aux acides gras totaux.....	14
Tableau 3 : Composition de l'huile d'olive en stérols.....	15
Tableau 4 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive.....	17
Tableau 5 : Composition chimique du germe de blé.....	22
Tableau 6 : Les acides gras de l'huile de germe de blé.....	23
Tableau 7 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de germe de blé.....	24
Tableau 8 : Différentes concentrations de l'huile d'olive et l'huile de germe de blé.....	25
Tableau 9 : Produits utilisés pour les analyses physico-chimiques.....	26
Tableau 10 : Bandes de vibration caractéristiques des huiles vierges utilisées.....	44
Tableau 11 : Bandes de vibration caractéristiques des mélanges des huiles.....	45

La liste des abréviations

T : Température

g : Gramme

m³ : Mètre cube

H₂ : Dihydrogène

Bar : Unité de pression

C° : Degré celsius

AG : Acide gras

% : Pourcentage

mg : Milligramme

kg : Kilogramme

COI : Conseil Oléicole International

nm : Nanomètre

AGMI : Acide Gras Mono insaturé

AGPI : Acide Gras Polyinsaturé

mmol : Milli mole

ml : Millilitre

PP : Phénolphtaléine (C₂₀H₁₄O₄)

D : Densité

KOH : Hydroxyde de potassium

IP : Indice de peroxyde

IA : Indice d'Acide

KI : Iodure de Potassium

N : Normalité

K : Coefficient d'extinction

ATR : Attenuated total reflectance

IR : Infrarouge

O₂ : Dioxygène

Méq : Milli equivalent

Max : Maximum

I₂ : Diode

J20 : Jour 20

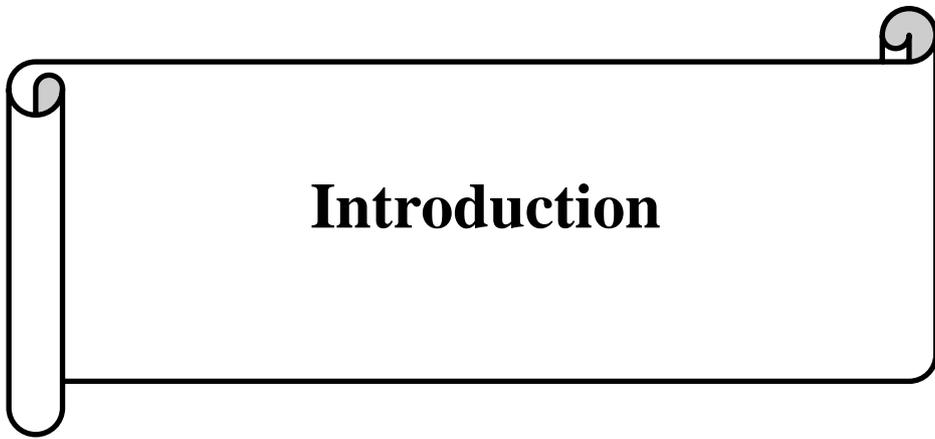
cm : Centimètre

UV : Ultraviolet

C : Concentration

M : Masse

CA : Codex Alimentarius



Introduction

Introduction

Les huiles végétales font partie des éléments essentiels dans l'alimentation humaine et représentent la source d'énergie la plus importante pour l'organisme. Ces huiles sont des corps gras comestibles et liquides à la température de 15°C et s'obtiennent à partir des plantes oléagineuses c'est-à-dire des plantes dont les graines ou fruits contiennent des matières grasses. Elles sont constituées de 99% de lipides qui sont des composés de triglycérides différents et dont la teneur en acides gras mono-insaturés ou polyinsaturés est élevée. Elles sont indispensables pour la santé. D'autres composants mineurs sont présents en faible quantité comme : les phénols, les stérols et les tocophérols (vitamine E)...etc [1].

Les huiles végétales sont des corps gras comestibles, liquides à la température de 15°C et s'obtiennent à partir des plantes oléagineuses c'est-à-dire des plantes dont les graines ou fruits contiennent des matières grasses. Elles sont constituées de 99% de lipides qui sont des composés de triglycérides différents et dont la teneur en acides gras mono-insaturés ou polyinsaturés est élevée. Elles sont indispensables pour la santé. D'autres composants mineurs sont présents en faible quantité comme : les phénols, les stérols et les tocophérols (vitamine E)...etc [1].

L'huile d'olive vierge est l'ingrédient le plus important du régime méditerranéen c'est l'une des huiles végétales les plus anciennes issue du fruit de l'olivier obtenue uniquement par des méthodes mécaniques qui conservent ses propriétés nutritionnelles et organoleptiques. Elle est largement produite et a été utilisée depuis des temps anciens dans la région méditerranéenne, où elle est appréciée pour ses propriétés nutritionnelles, son goût et son arôme en raison de sa teneur en composés volatils et non volatils essentiels [2].

La qualité de l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs tels que la maturation, la méthode d'extraction, le type de sol, les conditions climatiques, les variétés et les conditions de stockage. L'évaluation de la qualité de l'huile d'olive est liée à une série importante de paramètres physico-chimiques comprenant l'acidité, l'indice de peroxyde...etc. Ces dernières années, différents procédés ont été proposés pour l'amélioration de la qualité nutritionnelle de l'huile d'olive, entre autres l'enrichissement endogène en améliorant les conditions du procédé lui-même, et il y a aussi l'enrichissement exogène par l'incorporation de matières grasses [3].

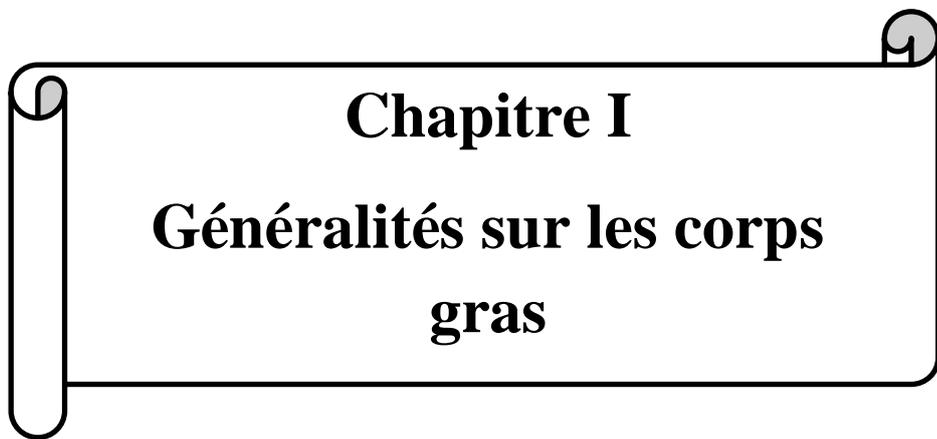
L'huile de germe de blé est une huile végétale préparée et extraite à partir des graines de germe de blé. Les bienfaits de cette huile sur notre santé sont indéniables. Par ailleurs, elle est très riche en acide gras essentiel $\omega 6$ (acide linoléique) et en antioxydants ; ce qui fait d'elle un aliment qui peut contribuer à réduire le risque de maladies cardiovasculaires.

Introduction

Cette étude repose sur la détermination de caractéristiques physico-chimiques et spectrales d'une huile d'olive enrichie par une huile de germe de blé

Pour cela notre travail, a été organisé comme suit :

- ✓ Une introduction,
- ✓ Une partie bibliographique qui nous renseigne sur les corps gras (leurs compositions, caractéristiques, utilisations... etc) et qui nous informe également sur l'huile d'olive et l'huile de germe de blé,
- ✓ Une partie expérimentale dans laquelle sont citées les techniques d'analyses physico-chimiques et spectrales et la discussion des résultats obtenus.
- ✓ Et enfin une conclusion.



Chapitre I
Généralités sur les corps
gras

I.1. Historique

Depuis l'antiquité, l'homme a toujours montré son intérêt pour les corps gras (lipides) et on a trouvé la description de l'emploi des huiles et de graisses dans toutes les littératures antiques. Ainsi, au travers des textes les plus anciens, les égyptiens et les romains savaient isoler les huiles et les graisses et utilisaient des moulins, des presses et des filtres à huile. Les phéniciens savaient déjà fabriquer du savon et l'homme préhistorique savait s'éclairer en brûlant les graisses [4].

C'est Eugène Chevreul en 1813 qui va progresser dans la connaissance des corps gras d'une façon décisive, notamment sur la réaction de saponification et publia en 1823 le traité « recherche chimique sur les corps gras » et apporta un éclairage nouveau sur la constitution des savons, la formation des acides et la formation de la glycérine.

Un siècle plus tard, de nombreux travaux consacrés aux corps gras vont faire rapidement progresser la connaissance sur la structure chimique, et à la fin du XIX siècle, on peut dire que l'essentiel sur la constitution, la structure des corps gras est connue [4].

I.2. Définition

On entend par corps gras diverses matières fluides ou solides plus au moins colorées, onctueuses, inflammables, peu ou pas du tout solubles dans l'eau et dans l'alcool mais solubles dans des solvants tels que l'hexane, l'éther, le chloroforme et le benzène. Les corps gras naturels sont essentiellement constitués par des glycérides, des acides gras et du glycérol et ils renferment en outre en faible quantité des phospholipides, de stérols, des alcools, des vitamines, des pigments et des hydrocarbures désignés dans leur ensemble sous le nom de constituants non glycéridiques ou constituants mineurs [5].

I.3. Origine des corps gras

Les corps gras proviennent essentiellement de deux origines à savoir une origine animale, végétale.

▪ Les corps gras d'origine animale

Nous distinguerons les corps gras d'origine animale selon leur consistance. Les huiles, les graisses (saindoux) et les suifs.

▪ Les corps gras d'origine végétale

Les sources principales et les plus abondantes des corps gras d'origine végétale sont constituées par les fruits des plantes oléifères appartenant aux phanérogames, bien qu'on trouve également de faibles quantités de matières grasses dans les cryptogames. Les corps gras se rencontrent principalement dans les graines, ils y sont contenus dans la partie qui donne naissance aux cotylédons, tel est le cas des graines de colza et de lin, quelque fois, on trouve dans la pulpe qui entoure les noyaux de certains fruits, c'est le cas de l'olive.

I.4. Composition d'un corps gras

Un corps gras brut tel qu'on le rencontre à l'état naturel est constitué essentiellement de lipides environ 95 - 99%, de phosphatides (figure 1) et des insaponifiables [5].

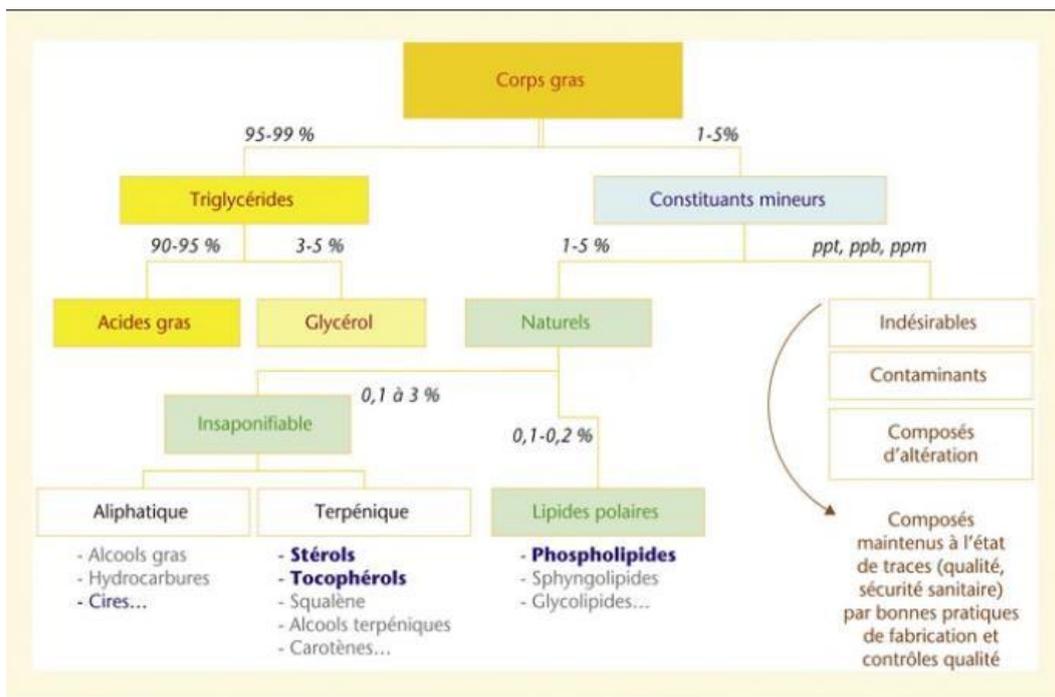


Figure 1 : Composition d'un corps gras [5].

I.5. Caractéristiques des corps gras

I.5.1. Propriétés physiques

• Densité

Elle est définie comme étant la masse de l'unité de volume en g/m^3 à une température T.

- Densité des huiles végétales varie de 0.915 à $0.964g / m^3$.

- Densité des huiles des corps gras animaux varie de 0.866 à 0.933g /m³.

- **Point de fusion**

Le point de fusion des triglycérides est lié à la nature des acides gras qui les Constituent, il augmente avec la longueur de la chaîne, l'absence de doubles liaisons et l'homogénéité des acides [6] Les huiles à l'état naturel ne présentent pas un point de fusion, mais une zone de fusion [7].

- **Solubilité**

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau, et sont généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et benzène [8].

I.5.2. Propriétés chimiques

- **Hydrogénation**

C'est l'une des modifications principales effectuées sur les huiles. Au cours de cette opération, l'hydrogène s'additionne aux doubles liaisons des acides gras en présence de catalyseurs, cela augmente le point de fusion convertissant une huile liquide en une graisse semi solide qui résiste à l'oxydation [9].

- **Trans-estérification**

C'est la technique la plus utilisée par la mise en présence de plusieurs acyles dérivés selon le protocole suivant :

- Coupure des liaisons ester entre acide gras et glycérol
- Constitution d'un pool d'acides gras et ré-estérification aléatoire soit sur le même glycérol (intra estérification) soit sur un autre glycérol (inter estérification).

- **Saponification**

Elle permet de transformer un acide gras en savons solubles (sodique ou potassique) la totalité des acides gras présents dans une matière grasse [10]. Selon la réaction suivante :



I.6. Constituants des corps gras

Les corps gras sont constitués d'une panoplie de constituants représentés dans le tableau 1 :

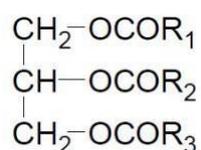
Tableau 1 : Représentation de différentes propriétés d'un corps gras [11-15].

Composition	Propriétés
Triglycérides	Non polaire, insoluble dans l'eau
Acides gras	Leur fonction carboxylique réagit avec les alcools et les amines pour former des esters et des amides, c'est sous cette forme qu'il existe dans les aliments
Phospholipides	Dérivés de glycérols dont deux fonctions alcools sont estérifiées par deux acides gras et la troisième par l'acide phosphorique.
Colorants	Ce sont des tétra-terpènes, ils sont à l'origine de la teinte brillante, jaune, orange et rouge, ils comprennent les carotènes et les xanthophylles.
Insaponifiables	Sont très peu soluble dans l'eau et soluble dans les solvants organique, ils résistent au rancissement des huiles végétales.

I.7. Les huiles végétales

I.7.1. Définition

En général, le mot « huile » se rapporte aux triglycérides qui se trouvent dans leur état liquide à température ambiante. On les trouve dans plusieurs plantes notamment les légumineuses (arachide, soja), les graines (de colza, de tournesol), les fruits (amande, olive, palme, pépins de raisin), les céréales (maïs) ou encore dans le coton. Leur formule générale s'écrit :



Les huiles végétales sont des composés organiques non-volatiles, hydrophobes et parfois amphiphiles. Elles sont insolubles dans l'eau, solubles dans les solvants organiques non-

polaires et font fait partie de la constitution naturelle de certaines plantes cultivées ou non.

Une huile végétale est extraite de la plante par pression à froid à partir de deux organes principaux, les graines et les fruits. Les plantes riches en huile sont appelées des oléagineux ou plante oléagineuses [16].

Les huiles végétales sont habituellement subdivisées en deux classes principales :

- **Huiles végétales fluides** : huile d'arachide, de colza, de germe de maïs, de tournesol, de soja et d'olive.
- **Huiles végétales concrètes (graisse)** : coprah (provenant de la noix de coco), huile de palme [17].

Les huiles végétales sont des sources privilégiées des macronutriments essentiels à savoir l'acide linoléique (famille des oméga 6) et l'acide alpha-linoléique (famille des oméga 3) et de micronutriments (vitamine E, phytostérols) [18].

I.7.2. Composition biochimique

Les huiles végétales sont constituées essentiellement de triglycérides (98-99 %) appelés fraction saponifiable et d'une fraction quantitativement mineure appelée fraction insaponifiable. Dans ces corps gras, d'autres composés de faible proportion peuvent être présents à savoir les phospholipides, les cires, les phytostérols, les chlorophylles, les caroténoïdes et les produits d'altération issus de la dégradation des triglycérides [19].

Les huiles sont caractérisées par certains constituants essentiels : les acides gras essentiels et les vitamines liposolubles. Quelques huiles sont riches en acides gras saturés et en acide oléique comme l'huile d'olive, et d'autres sont riches en acides gras polyinsaturés comme l'huile de soja, d'olive et d'autres sont riches en acides gras polyinsaturés comme l'huile de soja [20].

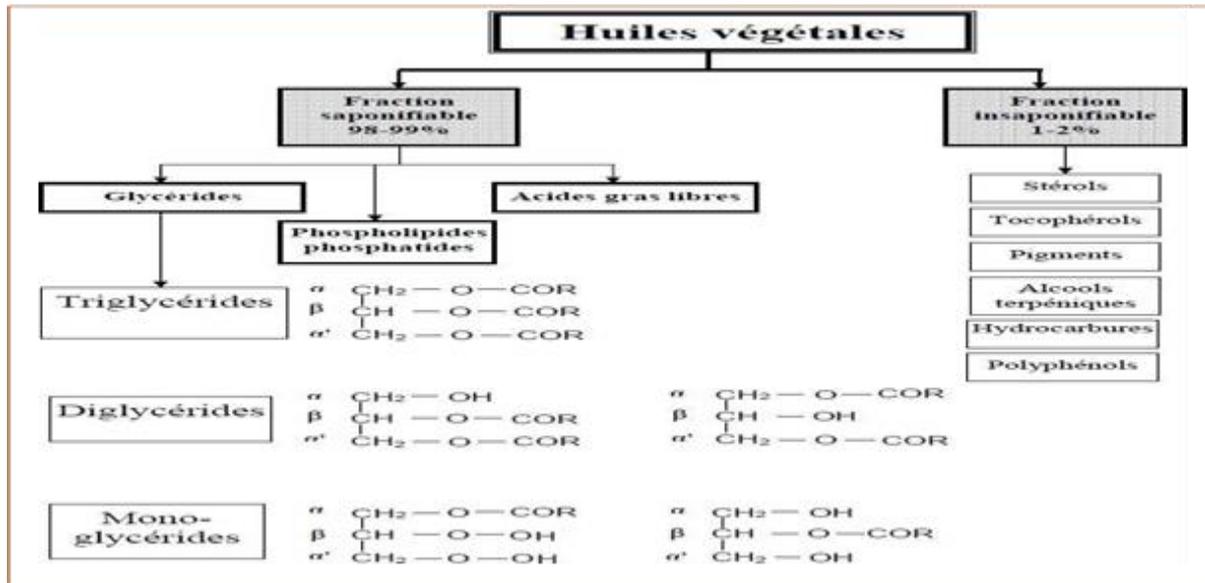


Figure 2 : Constituants des huiles végétales [21].

I.7.3. Caractéristiques des huiles végétales

I.7.3.1. Propriétés physiques

- **Le point de fusion**

Il permet d'apprécier le degré de pureté d'un corps gras. Il dépend du degré d'insaturations et de la longueur de la chaîne carbonée. Dans les acides gras saturés, le point de fusion augmente avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée. Dans les acides gras insaturés, le point de fusion diminue avec la longueur de la chaîne hydrocarbonée.

Les acides gras insaturés ont un point de fusion inférieur à celui des acides gras saturés [22].

- **La densité**

La densité est le rapport de masse d'un certain volume d'huile par la masse du même volume d'eau distillée. Elle doit être toujours inférieure à 1 [23].

- **La solubilité**

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau et généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène [24].

- **La viscosité**

La viscosité des acides gras et des triglycérides est liée à leurs structures (longueur de la chaîne et saturation). Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation du nombre d'insaturation (doubles liaisons) et de la température.

I.7.3.2. Propriétés chimiques

- **Hydrolyse et saponification**

L'hydrolyse de corps gras conduit à la libération d'un ou de plusieurs acides gras fournissant du glycérol et un mélange de carboxylates (de sodium et de potassium). La réaction peut se faire par l'acide sulfurique ou par voie enzymatique.

- **Hydrolyse enzymatique** : elle n'affecte que les huiles brutes.
- **Hydrolyse spontanée** : elle se produit au cours du stockage et du traitement thermique.

La saponification est une réaction qui permet la transformation des acides gras libres ou combinés en savon en présence de potassium ou de soude (KOH ou NaOH) [25].

- **Hydrogénation**

L'hydrogénation des acides gras insaturés se fait en utilisant l'hydrogène (H_2) en présence de catalyseurs, sous une haute pression (de 100 à 200 bar) et la température variant de 200 à 400 °C [26].

I.7.4. Rôle des huiles végétales

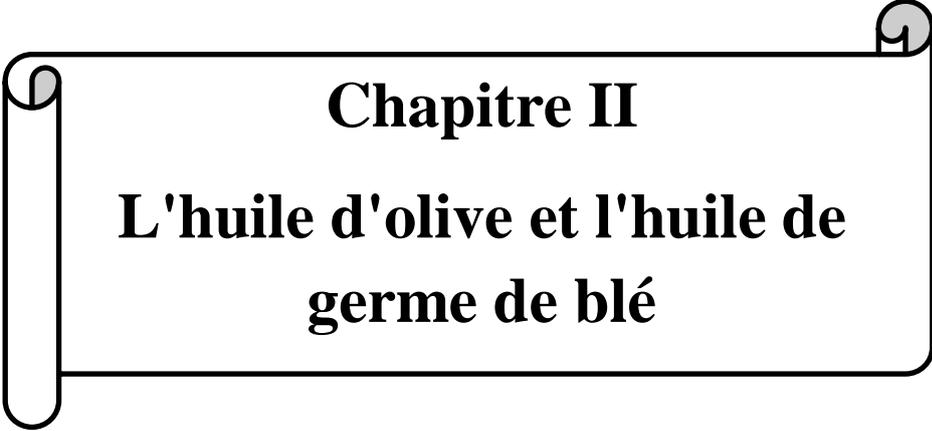
Les huiles végétales peuvent contribuer notablement, en fonction de leurs compositions en acides gras, à améliorer l'équilibre global de la part lipidique d'une alimentation. Elles remplissent, comme les corps gras en général, quatre rôles principaux :

- Nutritionnel (apport d'énergie et de nutriments) : acides gras, vitamines liposolubles, constituants mineurs d'intérêt tels que les phytostérols.
- Organoleptique : flaveur et support d'arômes.
- Rhéologique : texture.
- Technologique : fluide caloporteur, par exemple dans les utilisations en friture [27].

I.7.5. Utilisations des huiles végétales

Seul un tiers de la production mondiale des corps gras est destiné à un usage industriel. Les deux tiers de la production sont en effet destinés à l'alimentation. Parmi les multiples usages industriels des corps gras, on peut citer la fabrication des savons et cosmétiques, des acides gras, etc.

Les triglycérides sont également à l'origine de nombreux produits chimiques qui peuvent entrer dans la composition d'une multitude de produits : lubrifiants, produits cosmétiques, produits pharmaceutiques, peintures, etc [28].



Chapitre II

L'huile d'olive et l'huile de germe de blé

II.1. Généralités sur l'huile d'olive

L'huile d'olive est une huile de table directement issue d'un fruit sans recourir à des étapes de raffinage. En effet, selon les normes officielles, l'huile d'olive ne peut être obtenue qu'à partir du fruit de l'olivier et uniquement par utilisation de procédés physiques [29]. Elle est reconnue comme une huile végétale précieuse et comme telle, utilisée partout dans le monde. Cependant, sa production et sa consommation sont concentrées dans les pays du bassin méditerranéen.

II.2. Définition d'une huile d'olive

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature [30].



Figure 3 : Huile d'olive [30].

II.3. Classification de l'huile d'olive

On peut diviser les huiles en différentes sous-catégories [31].

- **Huiles d'olive vierges**

Les huiles obtenues à partir du fruit de l'olivier, uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions thermiques notamment, 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. Elles font l'objet du classement et des dénominations ci-après :

➤ **Huile d'olive vierge extra**

L'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 gramme pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

➤ **Huile d'olive vierge**

L'huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

➤ **Huile d'olive vierge courante**

L'huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

➤ **Huile d'olive vierge lampante (non propre à la consommation en l'état)**

L'huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes et/ou dont les caractéristiques organoleptiques et les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

• **Huile d'olive raffinée**

L'huile d'olive obtenue par le raffinage d'huiles d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

II.4. La composition chimique de l'huile d'olive

L'huile d'olive est constituée d'une part lipidique prédominante, comprenant les glycérides et les acides gras libres, une petite fraction non glycérique et des composés hydrophiles dans une moindre proportion [32]. 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 tocophérols, les composés aromatiques, les pigments, les composés phénoliques et les hydrocarbures [33].

II.4.1. La fraction saponifiable

Cette fraction représente 99% de l'huile d'olive. Elle est composée essentiellement de triglycérides et d'acide gras (AG). La composition en acides gras et triglycérides de l'huile d'olive dépend du climat, de la variété, de latitude et de degré de maturation des olives [34].

- **Les glycérides**

Les glycérides ou les acyl-glycérols sont représentés en majorité dans l'huile d'olive par les triglycérides (plus de 95 % des lipides totaux) et les diglycérides (environ 2,6 %) [35]. Les triglycérides qui s'accumulent dans les vacuoles du mésocarpe des olives, constituent, pratiquement dans leur intégralité l'huile d'olive [36]. Les principaux triglycérides de l'huile d'olive sont: la trioléine «OOO» (40 à 60%), la dioléopalmitine «POO» (10 à 20%), la dioléolinoléine «OOL» (10 à 20%), la palmitooléolinoléine «POL» (5 à 7 %) et la dioléostéarine «SOO» (3 à 7 %) [37].

- **Les acides gras**

Les acides gras appartiennent à la famille des lipides, ils ont un goût aigre et une odeur prononcée. Ils peuvent se présenter à l'état saturé, mono insaturé ou polyinsaturé. Le principal acide gras de l'huile d'olive est l'acide oléique (55-83%), les deux autres acides importants sont l'acide palmitique (7,5 à 20%) et l'acide linoléique (3,5 à 21%) [38]. Les limites de composition en acides gras sont données par le Tableau 2.

Tableau 2 : Teneur en acide gras en pourcentage par rapport aux acides gras totaux [39].

Acide gras	Pourcentage
Acide myristique	$\leq 0,05$
Acide palmitique	7,5 – 20
Acide palmitoléique	0,3-3,5
Acide heptadécanoïque	$\leq 0,3$
Acide héptadécénoïque	$\leq 0,3$
Acide stéarique	0,5 – 5
Acide oléique	55 – 83
Acide linoléique	3,5 – 21
Acide linoléique	≤ 1
Acide arachidique	$\leq 0,6$
Acide éicosénoïque	$\leq 0,4$
Acide béhénique	$\leq 0,3$
Acide lignocérique	$\leq 0,2$

II.4.2. La fraction insaponifiable

Cette fraction présente 1 à 2% de la composition totale de l'huile, et compte plus de 230 composés présente essentiellement dans l'huile d'olive extra vierge [40]. Ces composés dérivent uniquement de fruits ayant subi un processus d'extraction physique, alors que la plupart des autres huiles végétales subissent des raffinages et des traitements chimiques qui causent leur déplétion en composants nutritifs [41].

- **Les stérols**

Les stérols sont des composés tétra cycliques, ils correspondent à 20% de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive et sont présent sous forme libre et estérifiée aux acides gras [42].

Les stérols sont des composés important pour la stabilité de l'huile puisqu'ils agissent comme inhibiteur des réactions de polymérisation à température élevée et fournissent un

important paramètre pour la détection d'adultération des huiles [43]. Les teneurs en stérols de l'huile d'olive varient de 1000 à 3000 mg/kg [44].

Le β -sitostérol est le principal stérol de l'huile d'olive et représente plus de 75% des stérols totaux

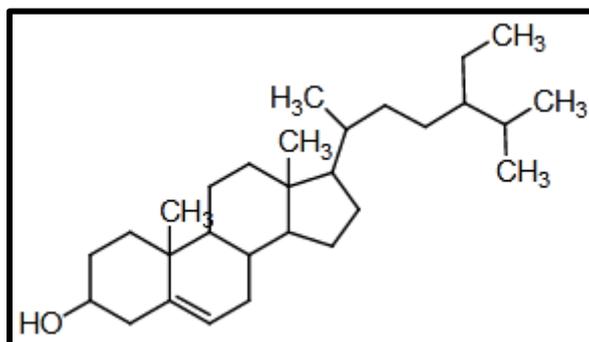


Figure 4 : Formule chimique de β -sitostérol le principale stérol de l'huile d'olive.

Les principaux stérols sont présentés dans le tableau suivant:

Tableau 3 : Composition de l'huile d'olive en stérols [45].

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

• Les tocophérols

Les tocophérols sont présents dans l'huile d'olive sous forme libre ou estérifiée. Ce sont des composés importants de l'huile d'olive. Ils 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 anti oxygène. Les teneurs en tocophérols, généralement rapportées pour une huile d'olive d'une bonne qualité, varient de 100 à 300 mg/Kg [46].

- **Les composés aromatiques**

Si l'huile d'olive est intéressante d'un point de vue nutritionnel, elle est surtout appréciée pour son goût et ses arômes particuliers. Les composés aromatiques sont des molécules de faible poids moléculaire possédant une volatilité à température ambiante. L'odeur de l'huile est due à la capacité de certaines de ces molécules volatiles à atteindre les récepteurs olfactifs du nez [47].

- **Les pigments**

La couleur de l'huile d'olive est le résultat d'une solubilisation de deux types de pigments lipophiles, les chlorophylles et les caroténoïdes présents dans le fruit source [48].

Les teneurs en pigments sont en fonction de la variété, du degré de maturité des fruits, des conditions environnementales, des conditions d'extraction et notamment du stockage [49].

- **Les composés phénoliques**

Les composés phénoliques contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à la l'amertume de l'huile d'olive [50] ainsi qu'à sa bonne stabilité oxydative [51].

Les teneurs usuelles pour une huile d'olive oscillent généralement entre 75 à 700mg/Kg [52].

- **Les hydrocarbures**

Deux hydrocarbures sont présents en quantités importantes dans l'huile d'olive, le squalène et le β -carotène.

- **Le squalène**

Le squalène est le principale hydrocarbure de l'huile d'olive; c'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 et de son action chimio-préventive contre certains cancers [53].

- **Les caroténoïdes**

Outre le squalène, l'huile d'olive contient aussi d'autres hydrocarbures, comme le β -Carotène (une provitamine A), mais en moindres quantités [54].

II.5. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive

La qualité de l'huile d'olive est définie comme étant l'ensemble des caractéristiques chimiques et physiques, permettant de la classer en différentes catégories conformément aux définitions de la norme commerciale adoptée par le COI.

Tableau 4 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive [55].

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

II.6. Les conditions de stockage de l'huile d'olive

Au cours du stockage, l'huile d'olive subit des détériorations d'ordre organoleptique et physicochimique modifiant sa qualité initiale. Le défaut le plus remarquable est le rancissement de l'huile due à l'oxydation, cela entraîne une dégradation nutritionnelle de l'huile et la formation de divers produits qui confèrent à l'huile d'olive vierge une odeur et une saveur indésirable [56].

Il faut donc conditionner l'huile d'olive dans des récipients secs et propres, contrôler le dépôt des sédiments dans le fond de ces derniers [57] et privilégier les récipients en acier inoxydable ou en verre, et non transparents. L'opacité permet de lutter contre l'oxydation de l'huile d'olive.

L'huile d'olive conditionnée dans le tétra-brik est mieux protégée contre la lumière et l'air. Cet emballage préserve les caractéristiques initiales de l'huile [58]. Selon ces mêmes auteurs, l'huile conservée dans des bouteilles en plastique est moins stable à celle conservée dans des bouteilles en verre transparent pendant 3 mois à une température de 22 °C.

Il est important de choisir un lieu sombre, à bonne température (entre 8°C et 18°C), sans odeur, aéré et sain afin que l'huile d'olive ne capte pas les odeurs. Son environnement de stockage peut influencer sur sa qualité.

Dans de bonnes conditions de stockage, l'huile se conserve jusqu'à deux ans car elle contient des antioxydants [59].

II.7. Intérêt nutritionnelle et thérapeutiques de l'huile d'olive

L'huile d'olive, tout en apportant beaucoup d'acide gras monoinsaturée (AGMI), contient une quantité à la fois nécessaire et suffisante d'acide gras polyinsaturée (AGPI), qui sont essentiels au maintien de nombreuses fonctions physiologiques de l'organisme (perméabilité des membranes cellulaires, Synthèse des prostaglandines, multiples processus enzymatiques). Avec sa forte proportion AGMI, l'huile d'olive ne fait pas obstacle à l'abaissement du taux de cholestérol dans le sang. Elle apparaît comme un élément essentiel de prévention cardiovasculaire. Dans un autre domaine, l'huile d'olive a une action très intéressante sur la contraction de la vésicule biliaire. Elle apporte dans sa composition beaucoup de vitamine E. Cet apport est particulièrement important pour les femmes enceintes et allaitantes, dont les besoins sont accrus, et chez les personnes âgées [60].

Les bienfaits de la consommation de l'huile d'olive ne sont pas uniquement dus à l'acide oléique et ne sont pas tous liés au métabolisme lipidique, d'autres substances à propriété antioxydant tels que les composés phénoliques, les stérols et les tocophérols ont des effets bénéfiques sur la santé; elles interviennent dans la lutte contre de diverses pathologies : l'athérosclérose, certains types de cancers, les pathologies cérébrales, les dégénérescences liées au vieillissement accéléré [61].

- **Autres intérêts**

L'huile d'olive est largement utilisée comme excipient dans les produits cosmétiques On la retrouve dans de nombreuses formulations du savon, crèmes, pommades, lait ou huile où elle joue un rôle d'inducteur de pénétration. L'huile d'olive entre aussi dans la composition de lipogels. Les lipogels à base d'huile d'olive contenant la vitamine E [62].

II.8. Procédure d'enrichissement d'huile d'olive

Il existe différentes procédures d'enrichissement d'huile d'olive et on peut distinguer :

- Infusion
- Enrichissement par extraction
- Co-traitement
- Enrichissement assistée par ultrasons.

➤ **Infusion**

Également connue sous le nom de macération et d'extraction solide-liquide, et qui consiste à faire dissoudre la matière végétale solide dans la phase huileuse. Ce type d'enrichissement requiert beaucoup du 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 [63].

➤ **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 feuilles d'olivier. Ensuite, l'enrichissement de l'huile avec l'extrait obtenu [64]. Ce type de procédure nécessite la dissolution de l'extrait dans un solvant généralement l'éthanol avant son incorporation dans l'huile.

➤ **Co-traitement**

Consiste à l'addition d'herbes ou d'autres matières végétales 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 [65].

➤ **Enrichissement assistée par ultrasons**

L'application de micro-ondes et plus fréquemment des ultrasons 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 [66].

Ces dernières années différentes études utilisent l'huile d'olive comme un solvant d'extraction des substances d'intérêt à partir de différents matrices végétales et cette extraction est favorisée et accélérée par l'application des ultrasons [67].

II.9. Généralités sur l'huile de germe de blé

Depuis la naissance de l'agriculture, le blé est la base de la nourriture de l'homme [68], c'est une espèce connue depuis la plus haute antiquité, dont il constitue la base alimentaire des populations du globe [69]. Pendant plusieurs siècles, il a été vénéré comme un dieu et associé à la pluie, l'agriculture et la fécondité [68].

II.10. Définition du blé

Le « Blé » est un terme générique qui désigne plusieurs céréales appartenant au genre *Triticum*. Ce sont des plantes annuelles de la famille des graminées ou Poacées, cultivées dans de nombreux pays [70].



Figure 5 : Le blé [70].

II.11. Le grain de blé

Le grain de blé est un caryopse ce fruit sec indéhiscent est constitué d'une unique graine intimement soudée à l'enveloppe du fruit qui la contient. Sur l'épi le grain est entouré d'enveloppes : les glumes et les glumelles. Au niveau morphologique le grain de blé est ovoïde et présente sur la face ventrale un sillon qui s'étend sur toute sa longueur [70].



Figure 6 : Grains de blé [70].

Le grain de blé est constitué de trois grandes parties le germe, l'albumen et les enveloppes.

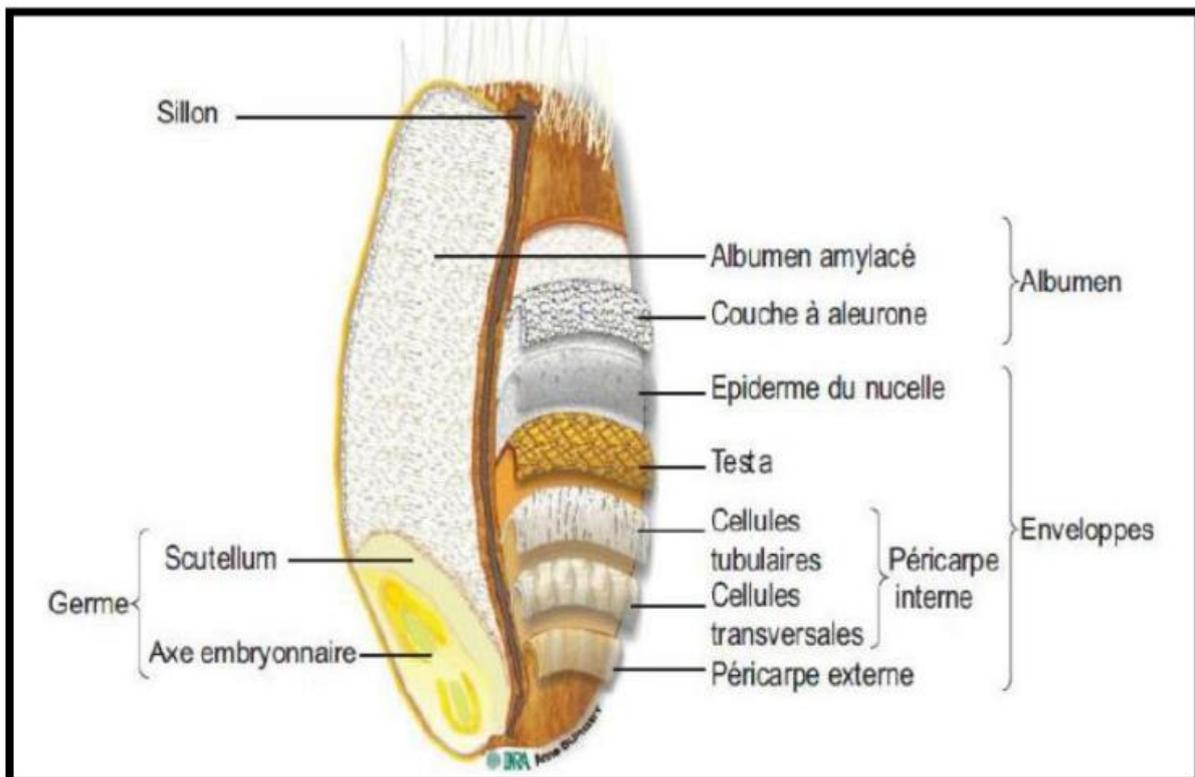


Figure 7 : Composition histologique du grain de blé [71].

➤ Le germe

Le germe provient de la fusion des gamètes mâles et femelles. Il est constitué d'une part, de l'axe embryonnaire qui donnera la tigelle, la mésocotyle et la radicule et d'autre part du scutellum qui donnera le cotylédon. Le germe est la partie du grain où le taux d'humidité

et la concentration en lipide sont les plus importantes d'où il est éliminé durant la mouture car ces matières grasses nuisent à la conservation de la farine. Les protéines dans le germe sont des albumines et globulines et représentent environ 35% de la matière sèche.

Les protéines dans le germe sont des albumines et globulines et représentent environ 35% de la matière sèche [72].

II.12. Composition chimique du germe de blé

Le germe de blé contient de nombreux constituants différents de hautes valeurs chimiques [72]. Le tableau 6 illustre les quantités respectives de chaque constituant chimique du germe de blé

Tableau 5 : Composition chimique du germe de blé [72].

Hydrates de carbone	Masse (g)	Gras	Masse (mg)
Amidon	16,0	Acide palmitique	1,05
Sucrose	14,0	Acide stéarique	0,07
Raffinose	9,5	Acide arachidonique	0,05
Fructose	0,5	Acide palmitoléique	0,03
Glucose	0,7	Acide oléique	1,15
Melibiose	0,3	Acide linoléique	3,92
Maltose	0,6	Acide linoléinique	0,42
Vitamines	Masse (g)	Eléments minéraux	Masse (mg)
E	13,8	Phosphore	1190,0
B1	2,0	Fer	10,0
B2	0,6	Calcium	59,0
B6	3,3	Magnésium	264,0
Acide folique	0,3	Sodium	3,0
Acide pantothénique	1,0	Potassium	935,0
Biotine	17,0	Zinc	21,0

Ce tableau indique que le germe de blé est riche essentiellement en AG Essentiel notamment l'acide linoléique avec 3,92 mg/ 100g de germe. En plus il est également très riche en phosphore avec 1190mg pour 100g de germe de blé, de vitamine E avec 13,8 g pour 100g de germe. Or la vitamine E est un antioxydant très puissant d'où le rôle primordial du germe de blé en cosmétiques pour les soins du visage, et d'autre part en industries alimentaires pour la fabrication des conservateurs. Enfin, grâce à ses richesses en lipides, le germe de blé figure parmi les produits énergétiques.

II.13. Huile de germe de blé

L'huile de germe de blé est l'huile extraite du germe du grain de blé, qui ne représente que 2,5 % en poids du grain, fortement aromatisée, coûteuse et très périssable. L'huile de germe de blé a une teneur particulièrement élevée en octacosanol – alcool primaire saturé à chaîne longue de vingt-huit carbones que l'on trouve dans certaines cires végétales. L'octacosanol a été étudié pour ses propriétés permettant d'améliorer les performances physiques et l'exercice. Des alcools gras à chaîne très longue obtenus à partir de cires végétales et de cire d'abeille permettraient de réduire le taux de cholestérol plasmatique chez l'homme. L'huile de germe de blé a également une teneur très élevée en vitamine E (255 mg/100 g), teneur plus élevée que celle de tout autre aliment qui n'aurait pas été préalablement préparé ou enrichi en vitamines.

L'huile de germe de blé contient les acides gras suivants :

Tableau 6 : Les acides gras de l'huile de germe de blé [73].

Composants	g/100 g
Acide linoléique (oméga-6)	55
Acide palmitique	16
Acide oléique	14
Acide linoléique (oméga-3)	7

II.14. Caractérisation physico-chimique de l'huile de germe de blé

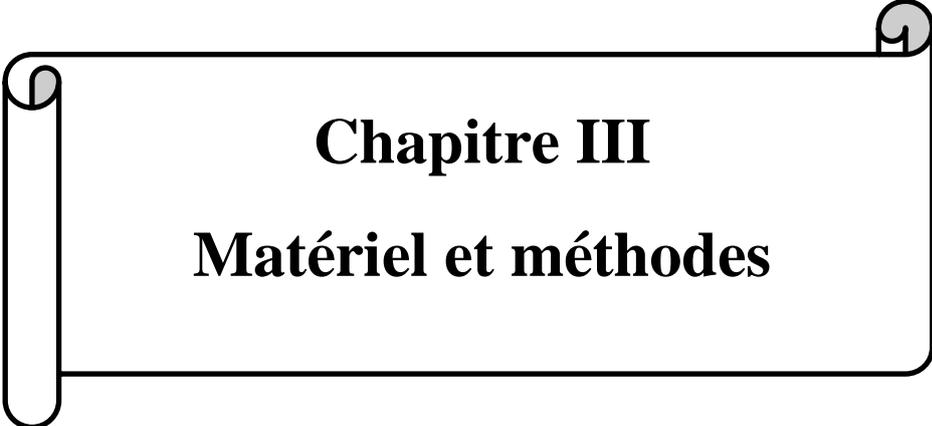
Les résultats de l'analyse physico-chimique de l'huile de germe de blé sont représentés dans le tableau ci-après

Tableau 7 : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de germe de blé

Paramètres physiques	Valeur
Indice de réfraction	1,48
Densité (g/ml)	0,91
Absorbance à 290 nm	0,97
Paramètres chimiques	Valeur
Acide gras libre	27,3
Indice de saponification (mg KOH/g)	207
Indice de peroxyde (mmol/Kg)	1,47
Fraction insaponifiable	2,76

II.15. Utilisation de l'huile de germe de blé

- L'extraction de l'huile à partir du germe de blé peut ouvrir de nouvelles opportunités pour son utilisation plus large à l'avenir [74].
- L'huile de germe de blé est connue pour son utilisation multiple notamment dans les aliments comme ingrédient de préparation, des exploitations biologiques comme étude bibliographique agents de contrôle des insectes, dans le produit pharmaceutique et dans le domaine de la cosmétique [74].
- Les résultats enregistrés à partir des différentes études ont confirmés les effets bénéfiques de ces huiles végétales essentiellement en raison de leur teneur élevée en acides gras insaturés et de leurs composants bioactifs précieux qui ont été générés pour réduire les risques de maladie cardiovasculaire [75].
- L'huile de germe de blé est aussi très appréciée pour sa haute teneur en acides gras insaturés constitués principalement de l'acide linoléique (18:2) et linoléique (18:3), ce sont des acides qui ont une grande importance dans le métabolisme humain et qui ne sont pas synthétisés par l'organisme.
- Ils constituent les précurseurs d'un groupe d'hormones appelées prostaglandines, qui jouent un rôle important dans la contraction musculaire et dans la guérison de processus inflammatoires. En outre, l'acide linoléique permet de diminuer le cholestérol et est aussi un précurseur des phospholipides des membranes cellulaires [76].
- L'huile a la capacité de promouvoir l'endurance physique et retarde le vieillissement [75].



Chapitre III
Matériel et méthodes

Notre étude a pour objectif de déterminer les caractéristiques physico-chimiques et spectrales de l'huile d'olive de la région de Sidi-Aiche enrichie par une huile commerciale de germe de blé à différentes concentrations. Nos échantillons d'huiles sont stockés dans des flacons en verre fumé et conservés pendant 20 jours et un an.

Tableau 8 : Les différentes concentrations de l'huile d'olive et l'huile de germe de blé et le temps de stockage.

Huile d'olive (%)	Huile de germe de blé (%)	Temps de stockage (jours)	Temps de stockage (jours)	Temps de stockage (jours)
100	0	0	20	365
0	20	0	20	365
90	10	0	20	365
80	20	0	20	365
70	30	0	20	365
60	40	0	20	365

III.1. Matériel, produits et techniques utilisés

III.1.1. Matériel pour l'analyse physicochimique

Le matériel utilisé pour les différents tests effectués au laboratoire est le suivant

- La spectroscopie Infrarouge.
- Un réfractomètre.
- La spectrophotométries UV visible.
- Pycnomètre
- Béchers, fioles, pipettes, éprouvettes graduées, burette graduée, erlenmeyers, balance, tubes, et flacons.

III.1.2. Produits

Les produits que nous avons utilisés sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 9 : Produits utilisés pour les analyses physico-chimiques.

	Réactifs
Réactifs Pour détermination de l'indice d'acide	Ethanol (C ₂ H ₅ OH) à 95% Solution d'hydroxyde de potassium KOH (0.1 mol /l) Phenolphthalein (C ₂₀ H ₁₄ O ₄) à 0.2%
Réactifs pour détermination de l'indice de Peroxyde	Chloroforme (CHCl ₃) Acide acétique (CH ₃ COOH) Solution d'iodure de potassium (KI) Thiosulfate de sodium (Na ₂ S ₂ O ₃) Amidons (C ₆ H ₁₀ O ₅)
Réactifs Pour détermination de l'indice d'iode	Réactif de Wijs Solution d'iodure de potassium (KI) à 10% Solution de thiosulfate de sodium (Na ₂ S ₂ O ₃) à 0.1N Amidons

III.2. Analyses physicochimiques

III.2.1. Analyses physiques

III.2.1.1. 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 [77].

- **Principe**

Le principe consiste à effectuer des pesées successives de volume égal d'huile et d'eau à l'aide d'une balance analytique à la température de 20°C.

- **Mode opératoire**

Pour commencer on nettoie soigneusement le pycnomètre et on le sèche, on détermine la masse m du pycnomètre rempli d'eau distillée, puis on nettoie le pycnomètre une autre fois, on pèse 2g d'échantillon pour enfin déterminer la masse m de pycnomètre contenant l'échantillon.

- **Méthode de calcul**

La densité relative est donnée par la formule ci-dessous [78].

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

Où :

m_0 : Masse (g) de pycnomètre vide.

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

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

III.2.1.2. Indice de réfraction

- **Définition**

L'indice de réfraction d'une substance, est le rapport entre les vitesses de lumière dans le vide et dans la substance. C'est également le rapport du sinus de l'angle d'incidence au sinus de l'angle de réfraction. Un rayon parcourant consécutivement deux milieux de densités optiques différentes, subit à leur interface une déviation, il est réfracté [78].

- **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'iso-tropisme et de transparence.



Figure 8 : Réfractomètre [78]

▪ Mode opératoire

Premièrement on nettoie la lame du réfractomètre en utilisant de papier de joseph.

Puis on passe à étalonner l'appareil avec de l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égal à 1,33, on nettoie la lame du réfractomètre en utilisant de papier de joseph. Pour effectuer la lecture on doit déposer quelques gouttes d'échantillon dans la lame de réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié.

L'indice de réfraction a été déterminé comme suit :

$$N^t = N^t - 0.00035 (t - t')$$

Où :

N^t : Indice de réfraction à température t'

N^t : Indice de réfraction lu sur le réfractomètre.

t : Température de l'échantillon pendant l'analyse (température ambiante).

t' : Température égale à 40°C.

0,00035 : Variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage de 20°C (40°C).

III.2.2. Analyses chimiques

III.2.2.1. L'indice d'acide

▪ Définition

C'est la masse en mg de KOH nécessaire pour la neutralisation des acides libres contenus dans 1g d'huile. La teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps, l'indice d'acide permet donc de juger de leur état de détérioration [79].

▪ Principe

Le principe repose sur la neutralisation des acides libres à l'aide d'une solution alcoolique d'hydroxyde de potassium titrée en présence de phénolphtaléine.

▪ Mode opératoire

On pèse 1g de corps gras (mélange d'huile) et on l'introduit dans un erlenmeyer. puis on ajoute 25 ml d'éthanol à 95% et 5 gouttes de phénolphtaléine (PP) à 0,2%, pour terminer on neutralise en ajoutant une solution éthanoïque de KOH (0,1mole /l) jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.

▪ Méthode de calcul

L'indice d'acide est calculé selon la formule [78].

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

Où :

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

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

N : Normalité de la solution de potassium (0.1N).

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

III.2.2.2. Indice de peroxyde**▪ Définition**

L'indice de peroxyde (IP), est la masse en microgrammes d'oxygène actif pour un gramme de matière grasse. Il permet d'apprécier le degré d'oxydation d'une huile. Il permet de suivre son état de conservation ou état d'avancement de l'oxydation [80].

▪ Principe

Consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

▪ Mode opératoire

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on pèse 1 g de la matière grasse, on ajoute 10 ml chloroforme et

dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant puis on ajoute 15 ml d'acide acétique puis 1 ml d'une solution d'iodure de potassium(KI), on bouche l'erlenmeyer, mélanger et on la place dans l'obscurité pendant 5mn exactement à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25 °C, On ajoute 75 ml d'eau distillée et bien agiter, pour finir avec le titrage de l'iode libéré par le thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur.

On effectue de la même façon un essai à blanc.

▪ **Méthode de calcul**

L'indice de peroxyde est calculé à l'aide de la formule : [78]

$$IP = \frac{(V_1 - V_0) \times C}{M} \times 100$$

Où :

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

V_1 : Volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour la détermination.

C : Concentration exacte, en mole par litre de la solution titrée de thiosulfate de sodium utilisé.

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

III.2.2.3. Indice d'iode

▪ **Définition**

Ce paramètre permet la mesure du degré d'in-saturation 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 avec titration avec une solution de thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur coloré [81].

▪ **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, il est déterminé l'excès de monochlorure d'iode par addition d'iodure de potassium et d'eau en titrant l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium.

▪ Mode opératoire

Dans un flacon de 250ml, on introduit 2 g de prise d'essai, on ajoute 15 ml du tétrachlorure de carbone et 25ml du réactif de Wijs. Après avoir boucher et agiter, on l'enveloppe avec du papier noir et on le laisse reposer pendant une heure. Puis on ajoute 20 ml d'iodure de potassium à 10% préparé instantanément et 150 ml d'eau distillée. Pour finir avec le titrage de la solution avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,1N jusqu'à ce que la couleur jaune due à d'iode ait presque disparu, on ajoute quelques gouttes d'empois d'amidon et poursuivre le titrage la disparition de la couleur bleu violette, la solution devient alors transparente.

On effectue de la même façon un essai à blanc

▪ Méthode de calcul

L'indice d'iode est donné par la formule suivante [78] :

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

Où :

V_0 : Volume en (ml) de thiosulfate de sodium à (0.1N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc. V :

Volume en (ml) de 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.3. Analyses spectrales**III.3.1. Spectroscopie 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, dans un domaine d'application comprise entre 200 et 800 nm.

L'examen spectrophotométrique dans l'UV-visible peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse et sur son état de conservation. Les absorptions aux longueurs d'onde prévues dans la méthode sont dues à la présence de systèmes diéniques et triéniques conjugués [82].

▪ 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 hydro peroxydes et des produits secondaires d'oxydation respectivement [83].



Figure 9 : Spectrophotomètre UV- Visible [83].

III.3.2. Spectroscopie Infrarouge

▪ 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 [84].

▪ Principe

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 :

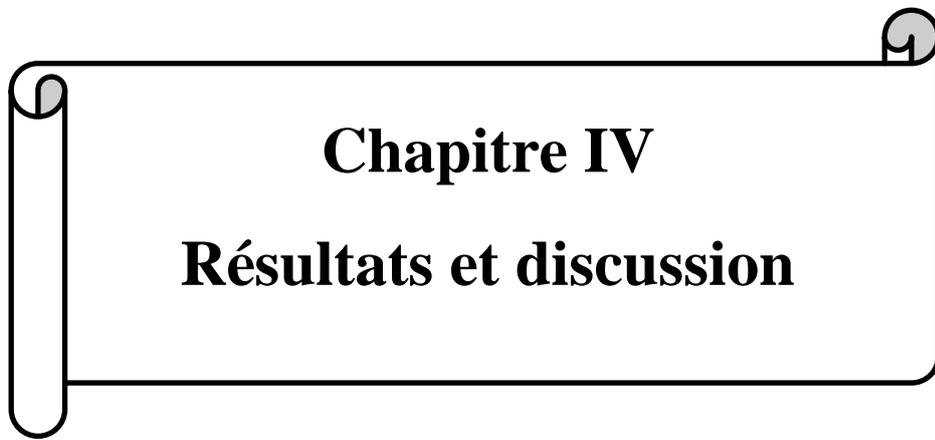
- Préparation minimale de l'échantillon, nettoyage simple et rapide de l'accessoire, large gamme d'échantillons mesurables (sans préparation préalable) [85].



Figure 10 : Spectrophotomètre IR-ATR
[84]

▪ **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 déposé notre échantillon sur le cristal et enregistré le spectre ainsi obtenu.



Chapitre IV
Résultats et discussion

Dans ce chapitre, nous avons étudié l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de germe de blé en utilisant un procédé qui consiste à l'addition d'une huile. Et pour ce faire, nous avons utilisé des techniques physico-chimiques et spectrales. En premier lieu, nous allons exposer les résultats relatifs à l'analyse physicochimique établie sur les mélanges d'huiles, ensuite les analyses spectrales.

IV.1. Analyses physico-chimiques

IV.1.1. Analyses chimiques

IV.1.1.1. Effet de la concentration

- **Indice d'acide**

L'indice d'acide qui mesure la quantité d'acides gras libres résultants des réactions hydrolytiques des triglycérides est un critère de qualité permettant de rendre compte de l'état de conservation d'une huile. L'analyse de l'indice d'acide des échantillons a donné les résultats illustrés sur la figure 11.

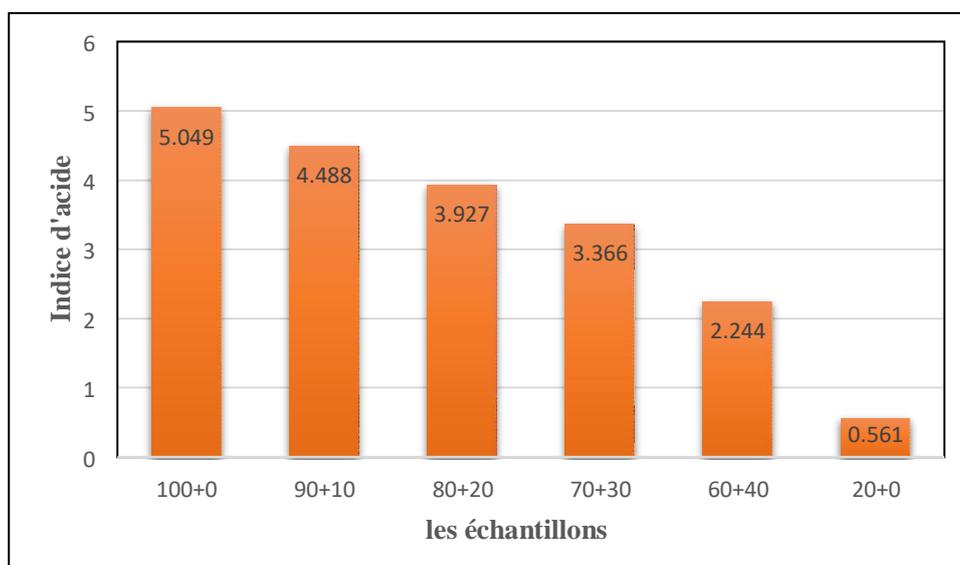


Figure 11 : Variation de l'indice d'acide des échantillons d'huiles en fonction de la concentration.

D'après la figure 11, on constate qu'au départ (100/0) il n'y a pas de variation de l'indice d'acide, par la suite on observe une diminution (de 90/10 jusqu'au 60 /40) ce qui veut dire qu'il y a une réduction d'acides gras.

Donc la présence de l'huile de germe de blé à ces pourcentages 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 mesure les hydro-péroxydes totaux qui sont les premiers produits d'oxydation. [84]

L'analyse des échantillons de l'indice de peroxyde a donné les résultats illustrés dans la figure 12.

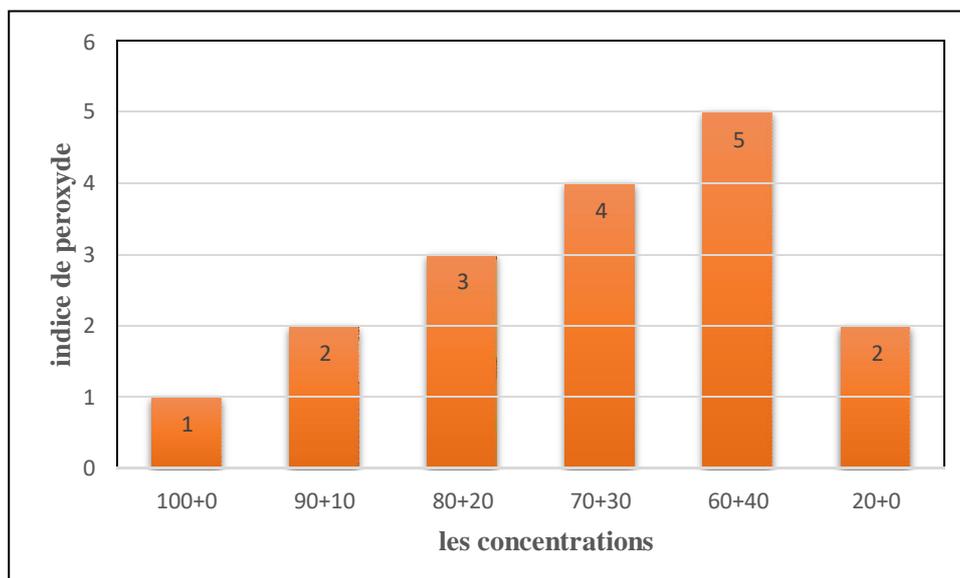


Figure 12 : Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction de la concentration.

L'indice de peroxyde mesuré pour l'huile d'olive pure est de 1méc d'O₂/1 kg d'huile, cette valeur s'intègre dans l'intervalle établi par la norme **COI** (≤ 2 méc d'O₂/1 kg d'huile). Pour l'indice de peroxyde de l'huile de germe de blé relevé lors de notre analyse et qui est de 2 méq d'O₂/1 kg d'huile, (≤ 10 méc d'O₂/1 kg d'huile au max) [85].

Les résultats dégagés par la figure 12 montrent que les valeurs de l'indice de peroxyde sont en augmentation. Alors on peut dire que ces huiles sont totalement oxydées sous l'effet de la concentration.

- **Indice d'iode**

Il nous renseigne sur le degré d'insaturation de l'acide gras contenu dans une huile donnée, il est en rapport direct avec le degré d'oxydation d'une huile. Plus l'huile est insaturée, plus son indice d'iode est élevé [86] Les valeurs obtenues pour l'indice d'iode pour les échantillons analysés sont illustrées sur la figure 13.

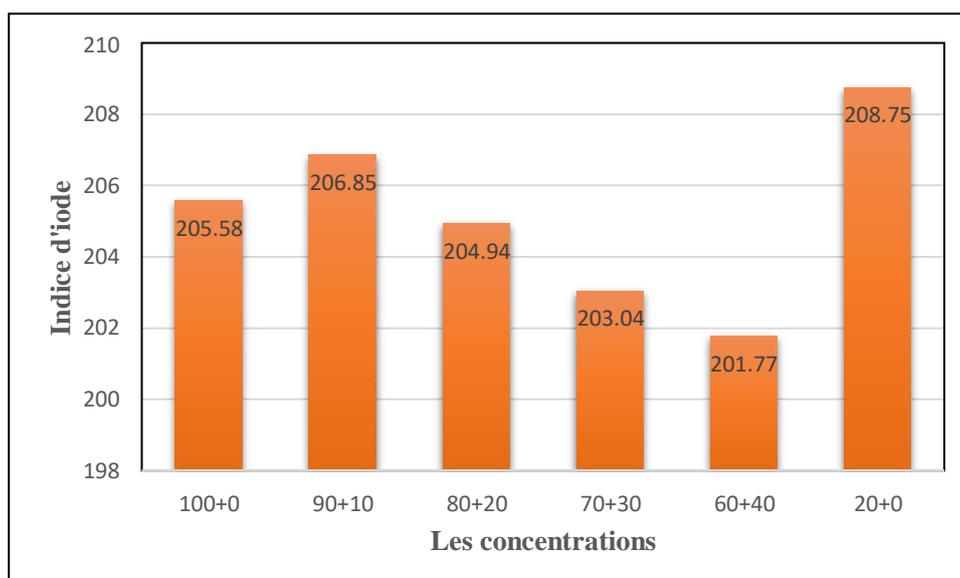


Figure 13 : Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huile en fonction de la concentration.

L'indice d'iode retrouvé pour l'huile d'olive pure dans notre expérience est de 205.58 ($I_2/100$ g d'huile). Cette valeur est supérieure à celle établie par la norme **COI** (74-94). On peut dire que notre huile étudiée est insaturée. Pour l'huile de germe de blé on a obtenu une valeur d'indice d'iode qui est égale à 208.75 ($gI_2/100g$ d'huile), cette dernière est élevée comparant à la norme fixée par **COI** (120-130 $g I_2/100g$ d'huile) [85]. Donc l'huile de germe de blé est insaturée, il suggère qu'il contient des niveaux élevés d'acide oléique et d'acide linoléique. [87]. On voit bien que notre histogramme présente une évolution d'indice d'iode au pourcentage 100/0 jusqu'à 90/10 puis une légère diminution jusqu'au pourcentage 60/40. D'après cette interprétation, on peut déduire que l'incorporation de l'huile de germe de blé à ces quantités 10 ; 20 ; 30 ; 40 a influencé sur le degré d'insaturation de l'acide gras contenu dans l'huile d'olive. Donc cette dernière est susceptible de se dégrader.

IV.1.1.2. Effet du temps de stockage

- **Indice d'acide**

D'après la figure qui suit, on remarque que pour tous les échantillons 100/0, 90/10, 80/20, 60/40, 20 /0 leur indice d'acide est plus élevé après un stockage de 20 jours. On observe une diminution de l'indice d'acide pour tous les échantillons, ce qui est dû à la diminution de la libération des acides gras.

On constate que l'enrichissement de l'huile d'olive pure par l'huile de germe de blé effectué avec ces pourcentages a influencé positivement sur l'acidité de l'huile d'olive après 20 jours et un an de stockage.

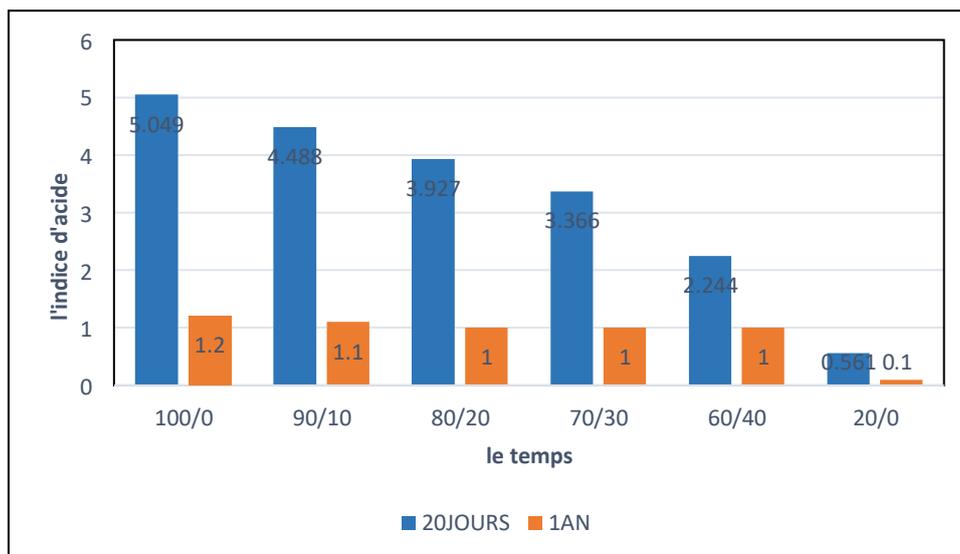


Figure 14 : Variation de l'indice des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.

- **Indice de peroxyde**

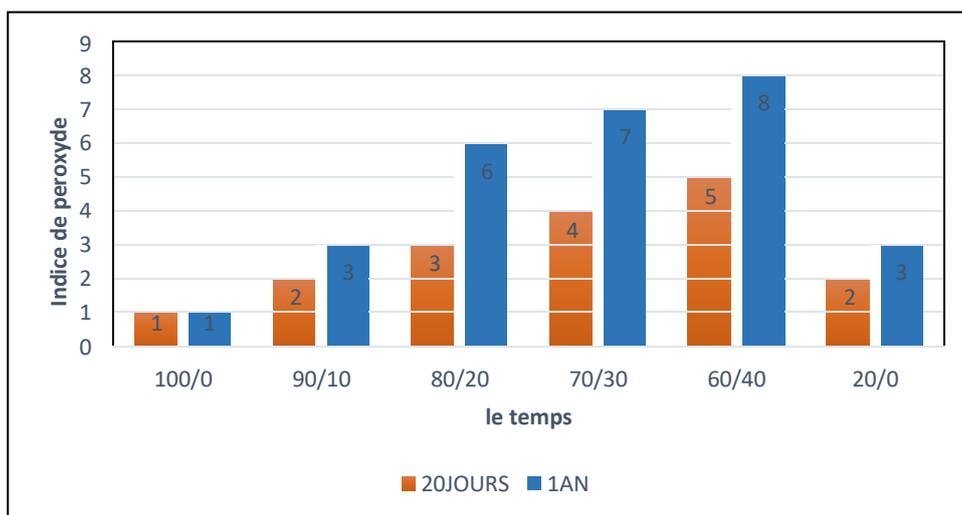


Figure 15 : Variation de l'indice de peroxyde en fonction de temps de stockage.

L'indice de peroxyde de l'huile enrichie, a augmenté après 20 jours et après un an de stockage, ce qui nous permet de dire que l'enrichissement effectué avec ces pourcentages n'est pas bénéfique pour l'oxydation de l'huile d'olive.

- **Indice d'iode**

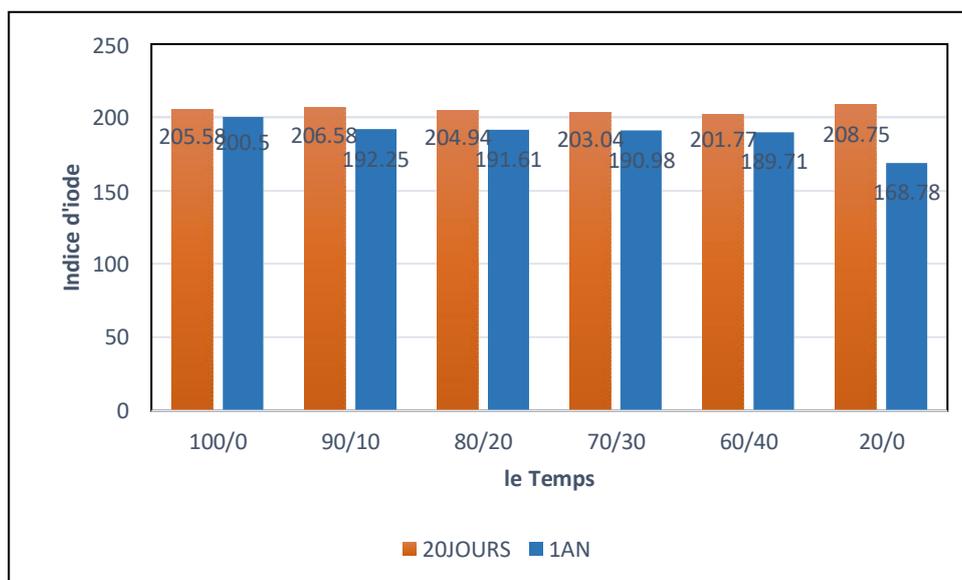


Figure 16 : Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.

L'indice d'iode de l'huile d'olive pure obtenu après 20 jours est élevé par rapport à celui obtenu en 1 an, ce qui veut dire que le nombre d'insaturation a augmenté et cette huile est oxydée.

L'enrichissement de cette huile d'olive par l'huile de germe de blé aux pourcentages 90/10,80/20,70/30 et 60 /40 a fait diminuer l'indice d'iode ce qui est bénéfique pour la stabilité à l'oxydation de l'huile d'olive pure.

IV.1.2. Analyses physiques

IV.1.2.1 La 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 J20 sont rapportés dans la figure 17.

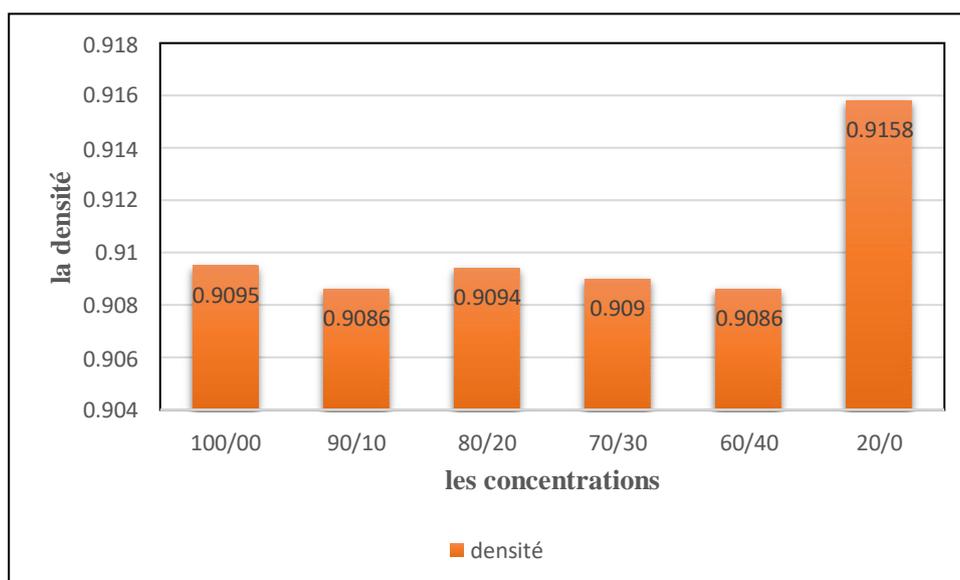


Figure 17 : Variation de la densité en fonction de la concentration.

D’après la figure 17, la densité de l’huile d’olive utilisée dans notre étude est de 0.909, cette valeur est légèrement inférieure à celle fixé par la norme **COI** qui est de 0.910-0.916. Concernant l’huile de germe de blé ajoutée, sa densité est de 0,915, cette valeur est Conforme aux normes données par **COI** qui est de 0.915-0.923[85].

Donc on peut dire que cette huile est pure. On remarque une augmentation de densité de 90/10 à 80/20 puis une diminution de 80/20 à 60 /40, ce qui nous permet de dire que l’incorporation de l’huile de germe de blé dans l’huile d’olive a un effet sur la densité de ce dernier.

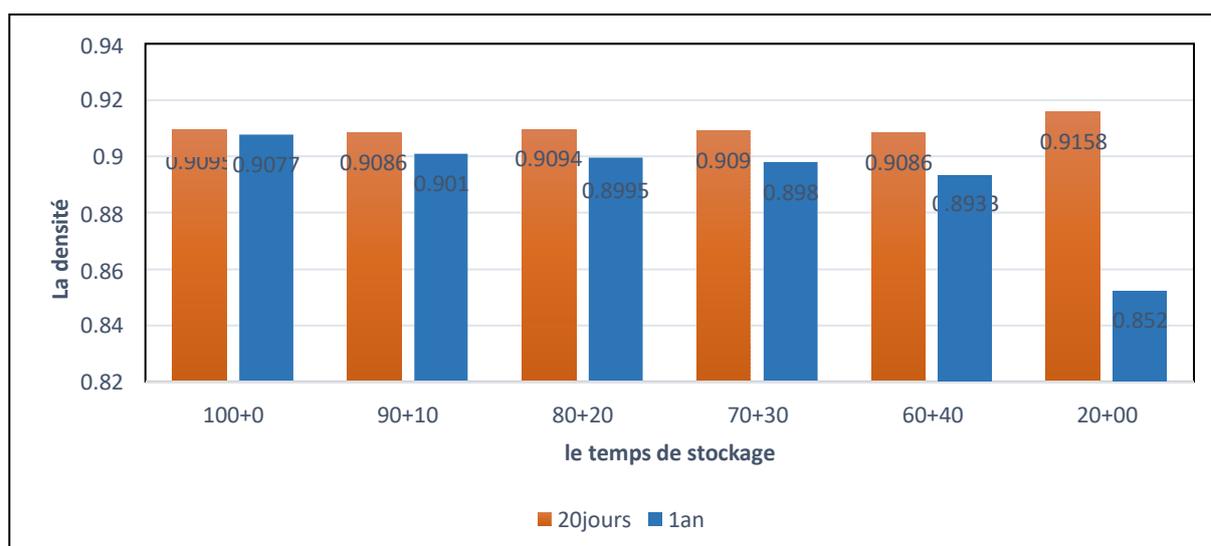


Figure 18 : Variation de la densité en fonction de temps de stockage.

Sur la figure 18 sont représentées les histogrammes de la densité des échantillons d’huile en fonction du temps de stockage, on remarque que la densité des échantillons d’huile a

diminué pour tous les pourcentages 90/10 ; 80/20 ; 70/30 ; 60/40 et 0/20 cela peut être expliqué par l'augmentation du poids des acides gras. Par contre pour l'huile d'olive pure, la densité a diminué légèrement de [0,909-0,907].

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

IV.1.2.2 L'indice de réfraction

Ce paramètre est principalement utilisé pour identifier une huile et pour vérifier sa pureté, il est proportionnel au poids moléculaire des acides gras ainsi que leur degré d'insaturation [88] Les valeurs des indices de réfraction de l'huile d'olive ainsi l'huile enrichie sont représentées dans la figure 19.

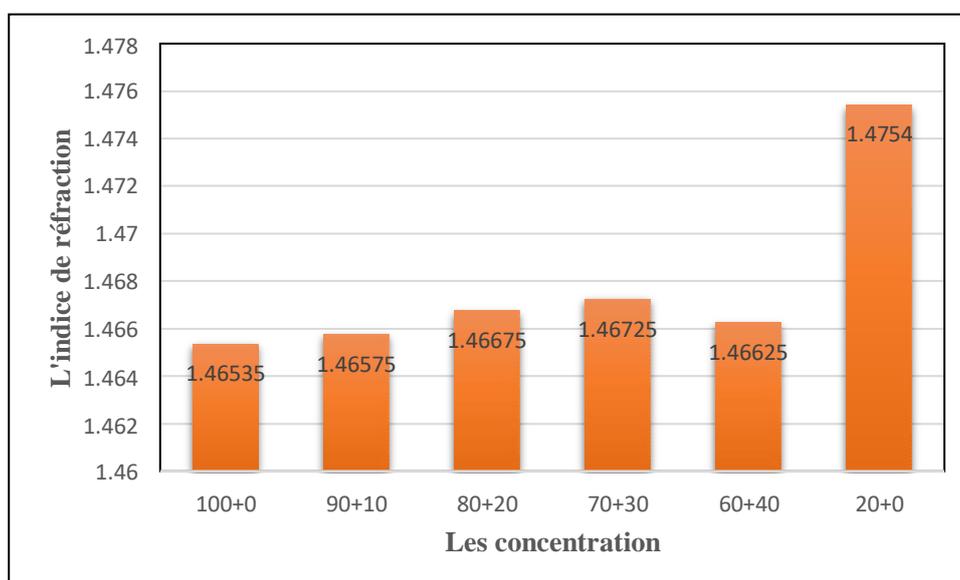


Figure 19 : Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction de la concentration.

L'indice de réfraction de l'huile d'olive utilisé dans notre étude est de 1.46535, cette valeur est proche à celle établie par la norme **CA** qui est de 1,4667-1,4705. Selon **COI**, la norme de l'indice de réfraction de l'huile de germe de blé est de 1.48, la valeur mesurée pour notre huile est de 1.4754. Cette valeur se trouve proche de la norme. [89]

D'après la figure on remarque une légère augmentation de la valeur de l'indice de réfraction des mélanges au pourcentage de 90/10 jusqu'à 70/30 par rapport à celle de l'huile d'olive vierge, cette augmentation est dû à la similarité de la valeur de l'indice de réfraction de ces deux huiles.

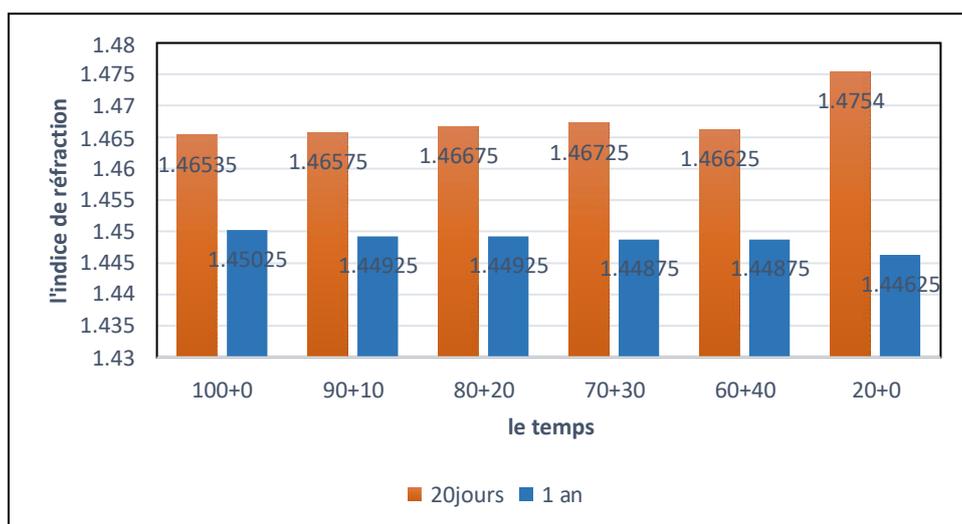


Figure 20 : Variation de l'indice de réfraction en fonction du temps.

D'après la figure on remarque une diminution de l'indice de réfraction pour tous les concentrations.

IV.2. Analyses spectroscopiques

IV.2.2. Spectrophotométrie UV-Visible

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

Les résultats obtenus pour l'absorbance des échantillons d'huiles sont représentés sur la figure 21.

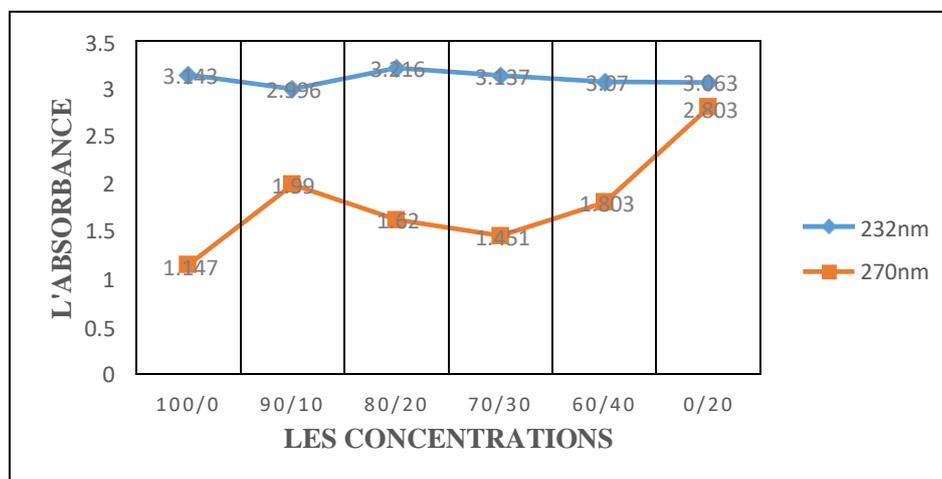


Figure 21 : Variation de l'absorbance en fonction de la concentration à 232nm et 270nm.

La valeur d'absorbance enregistré pour l'huile d'olive pure est de 3,143 à 232 nm. Cette valeur est supérieure à la norme COI ($\leq 2,24$) [85]

La courbe sur la figure 22 nous montre qu'il y a une augmentation d'absorbances à 232 nm pour les pourcentages 90/10, 80/20, 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.

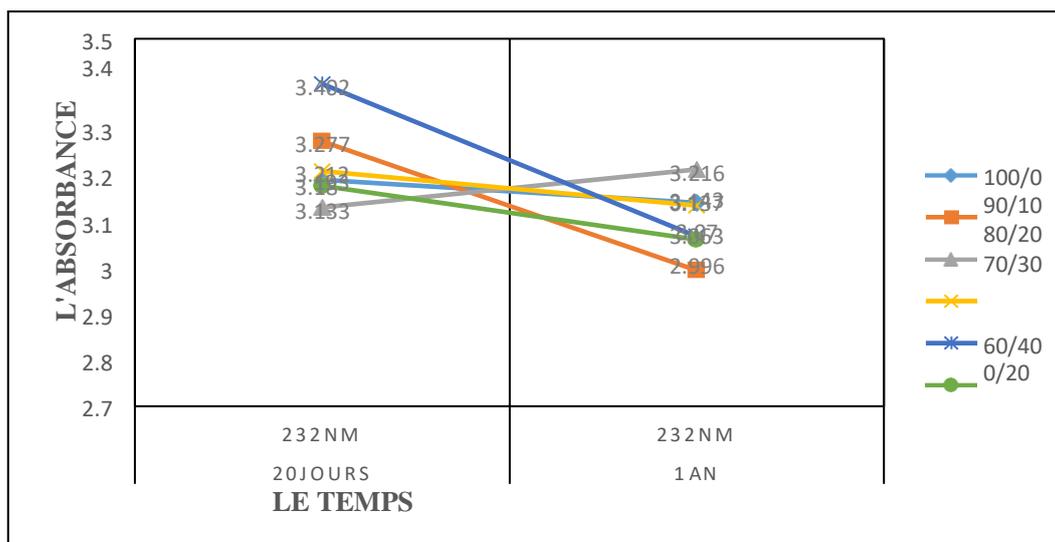


Figure 22 : Variation de l'absorbance en fonction du temps de stockage à 232nm.

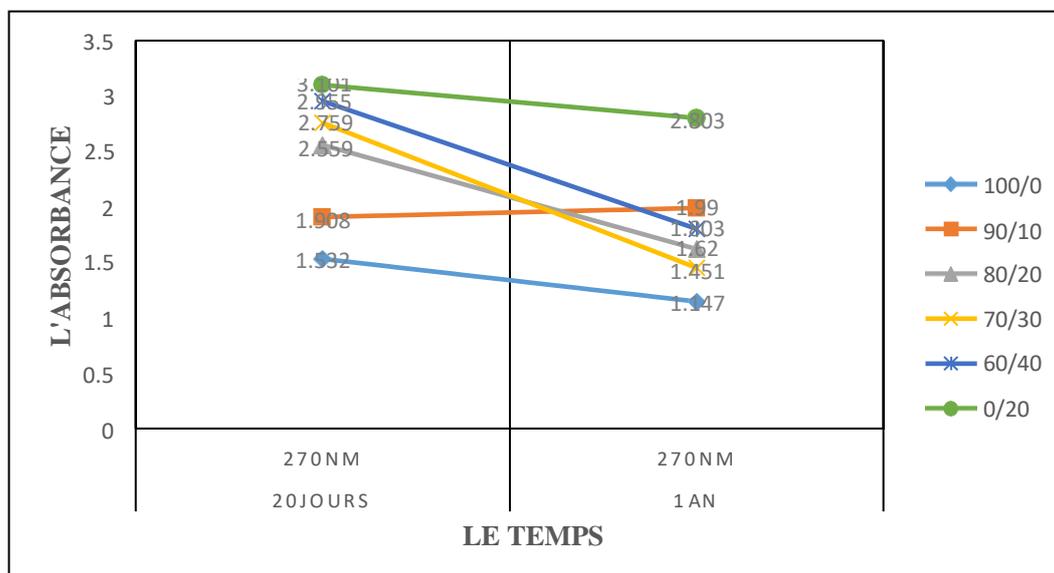


Figure 23 : Variation de l'absorbance des échantillons préparés en fonction du temps à 270nm.

D'après les figures 22 et 23, on constate que les valeurs d'absorbances enregistrées présentent une diminution entre J20 et 1an presque pour tous les échantillons préparés pour les

deux longueurs d'ondes 232nm et 270nm. Ce qui signifie l'absence de formation des produits secondaire d'oxydation (dicétones et cétones saturés) donc on peut dire que cet enrichissement procure une meilleure stabilité et une résistance à l'oxydation de l'huile d'olive.

IV.2.2. Spectroscopie infrarouge

Pour identifier les groupements dans les deux huiles utilisées et les différents mélanges étudiés, nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre ATR. Les résultats obtenus sont rassemblés dans les figures 24,25,26 et 27 et sur les tableaux 10 et 11 :

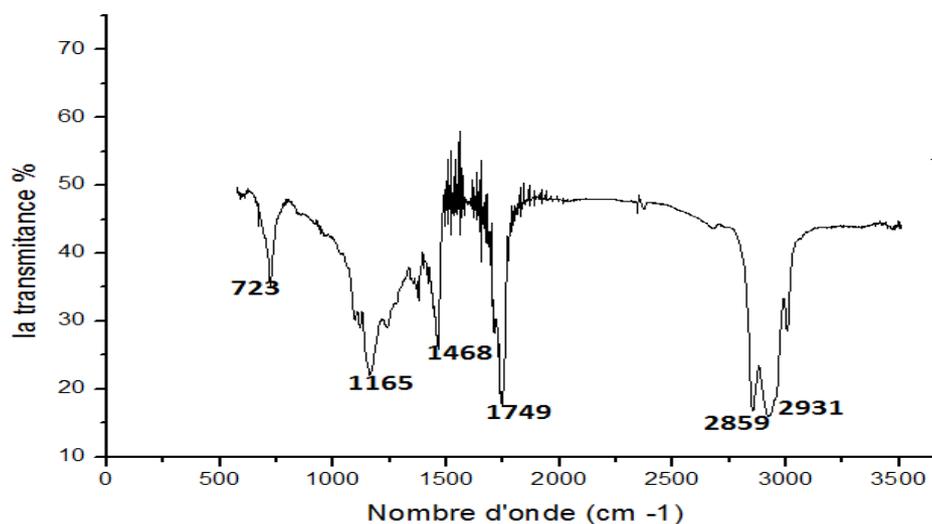


Figure 24 : le spectre IR l'huile d'olive vierge.

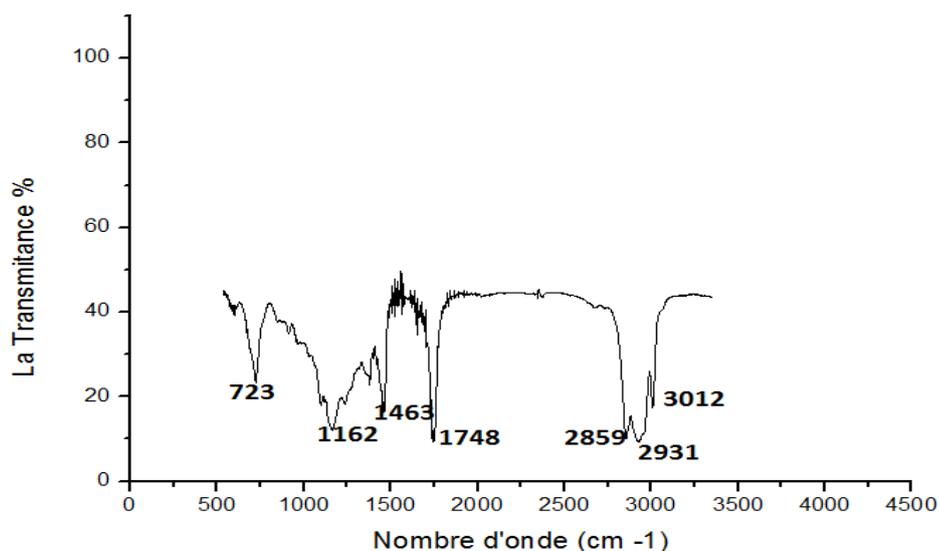


Figure 25 : le spectre IR de l'huile de germe de blé vierge.

Tableau 10 : bandes de vibration caractéristiques des huiles vierges utilisées.

Bandes de vibration (cm-1)	Espèce identifié	Intensité
3012	Liaison O-H alcool lié	Bande intense
2931	Liaison C-H alcane Liaison O- H acide lié Liaison(R-CHO) l'aldéhyde	Bande intense
2859	Liaison C-H alcane Liaison(R-CHO) Liaison O-H acide lié	Bande moyenne
1749	Liaison(C=O) cétone Liaison(C=O) ester	Bande intense
1468	Liaison δ (CH ₂) alcane Liaison(C=C) aromatique	Bande faible
1165	Liaison C-O ester δ (CH ₃) ₂	Bande moyenne
723	R-CH=CH-R'	Bande faible

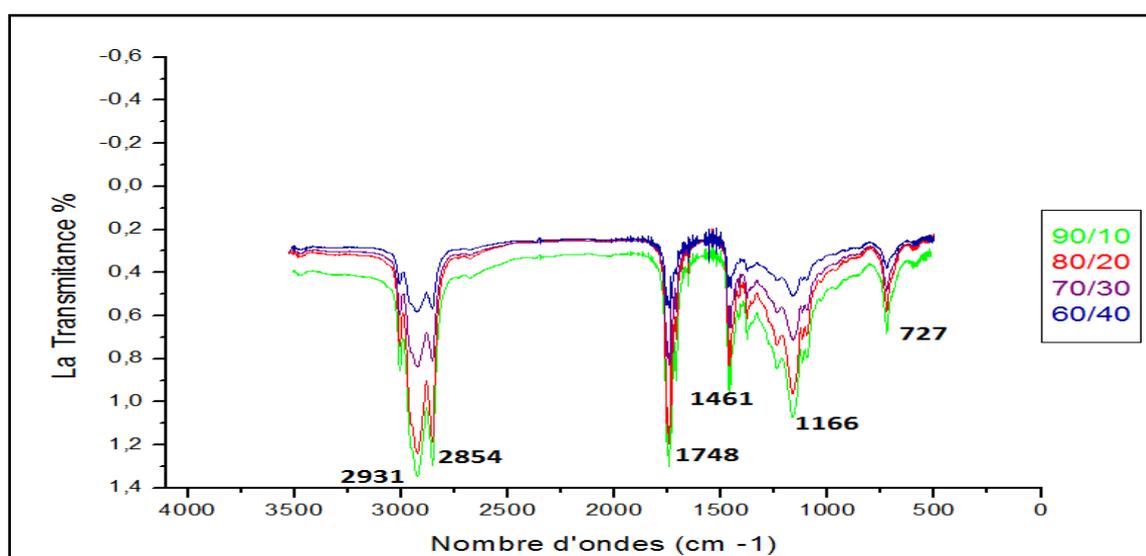


Figure 26 : spectres IR des échantillons préparés à 20 jours de stockage.

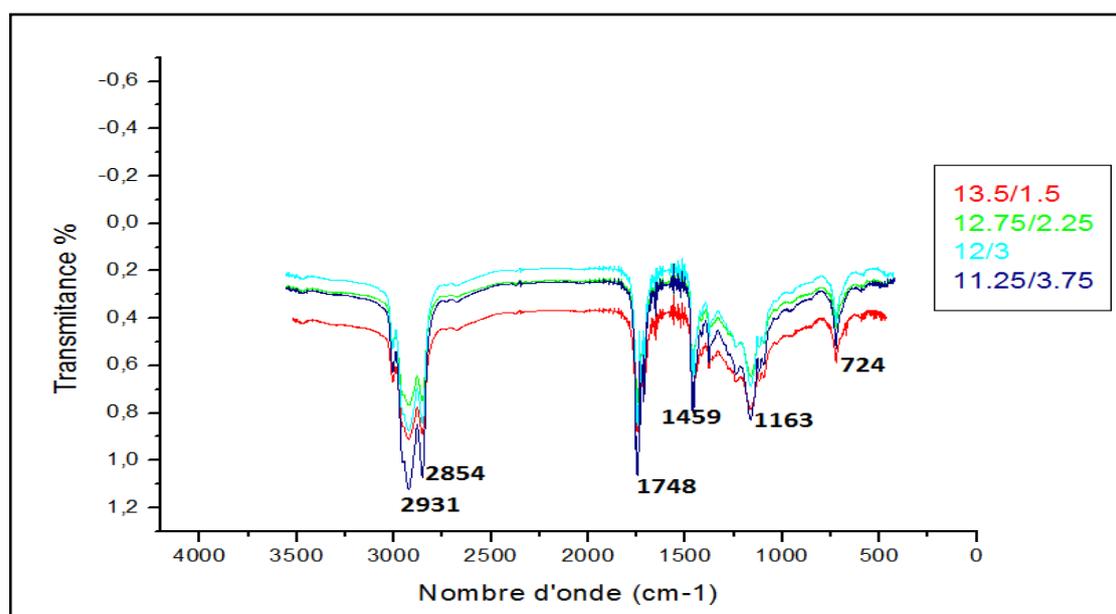


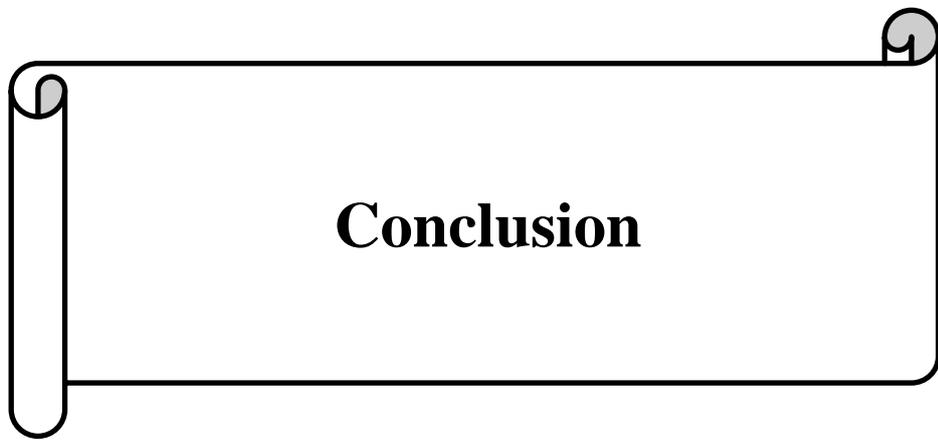
Figure 27 : spectres IR échantillons préparés à 1 an de stockage.

Tableau 11 : bandes de vibration caractéristiques des mélanges des huiles.

Bandes de vibration (cm ⁻¹)	Espèce identifié	Intensité
2931	Liaison C-H Alcane Liaison O- H acide lié Liaison(R-CHO) l'aldéhyde	Bande intense
2854	Liaison C-H alcane Liaison(R-CHO) Liaison O-H acide lié	Bande moyenne
1748	Liaison(C=O) cétone Liaison(C=O) ester	Bande intense
1466	Liaisonδ(CH ₂) alcane Liaison(C=C) aromatique	Bande faible
1161	Liaison C-O ester δ(CH ₃) ₂	Bande moyenne
727	R-CH=CH-R'	Bande faible

Il n'y a 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

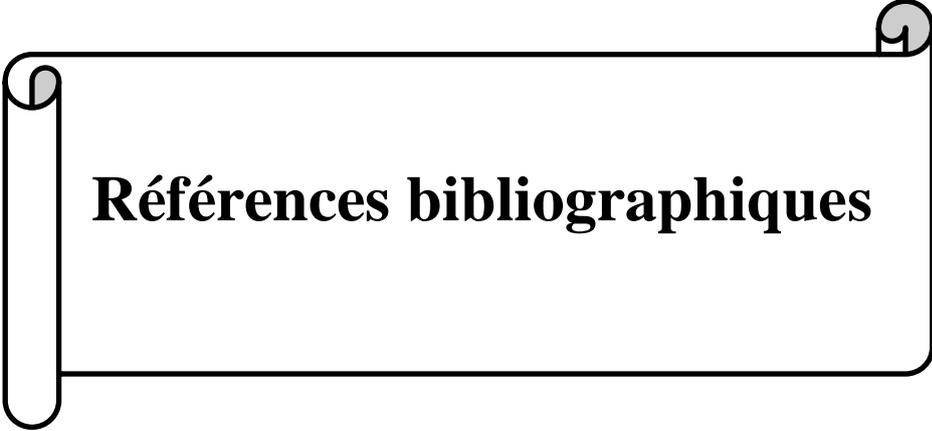
Conclusion

Notre travail est consacré à l'étude de l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de germe de blé à différentes conditions de concentrations en huile de germe de blé et du temps de stockage.

Dans le but d'évaluer la stabilité oxydative de l'huile d'olive enrichie, un ensemble de technique d'analyse physico-chimiques et spectrales (indice d'acide, la 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 :

- ✓ Les résultats de l'analyse de l'indice d'acide, de l'indice d'iode et qui sont en corrélation nous confirme que l'ajout de l'huile de germe de blé est bénéfique à certains concentrations pour la stabilité à l'oxydation de l'huile d'olive pure.
- ✓ Pour l'indice de peroxyde, le pourcentage 60 /40 se trouve bénéfique pour la stabilité oxydative de l'huile d'olive.
- ✓ concernant les analyses physique (la densité relative et l'indice de réfraction), on a remarqué que l'enrichissement a un effet sur ces caractéristiques physiques .
- ✓ L'analyse par spectrophotométrie UV-Visible à 232 nm montre une initiation d'une dégradation et une lente dégradation à 270nm.
- ✓ L'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de germe de blé a abouti à des résultats favorables.



Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] ŠAROLIĆ, M, GUGIĆ, M, MARIJANOVIĆ, Z. & ŠUSTE, M.2014. Virgin olive oil and nutrition, Food in health and disease, scientific-professional journal of nutrition and dietetics,38-43.
- [2] PEÑALVO.G, C.ROBLEDO, V.R, CALLADO, C.S.C, SANTANDER-ORTEGA, M. J, VÁZQUEZ, L.C, M V LOZANO & ARROYO-JIMÉNEZ,M.2016. Improving green enrichment of virgin olive oil by oregano. Effects on antioxidant. Food chemistry,197, 509-515.
- [3] GHARBLI, ISSAOULM, S.MEHRI, CHERAIEF.I, SIFLI.S. et HAMMAMI.M. 2015. Agronomic and technological factors affecting tunisian olive oil quality. Agricultural Sciences, 6(05), 513.
- [4] GUENDZI chahira,2016,2017, contribution à l'analyse physico-chimique de l'huile d'arachides, d'amande et leur mélange. Détermination de leurs pouvoirs antimicrobiens, mémoire de master, sciences des aliments université de Tlemcen ,3-4.
- [5] François.R ,1974. Les industries des corps gras : biochimie-extraction-raffinage-nuisances et réglementation .paris : Lavoisier, 431.
- [6] Alais.G, Linden.L.1997 : Lipides In Abrégé de biochimie alimentaire. Ed : Masson Paris, 55-71.
- [7] Linder.G, Lorient.D. 1994. Huiles et graisses végétales. In: biochimie agroindustriels. Ed Masson. Paris. Milan. Barcelone, 287-338.
- [8] Frenot.M, Vierling.E. 2001. Les lipides,In : biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant.2ème Ed. France : CRDP d'aquitaine, 88.
- [9] Prior.E. 2003, Usage des corps gras alimentaires. In : Lipides et corps gras alimentaires. Paris:Tec. Doc. Lavoisier,171-172.
- [10] Adrian.J, Potus.J, Poifait.A. 1998 : méthode physicochimiques générale.In Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Paris : Tec.Doc Lavoisier : 47-51.
- [11] Voel.D, and Voel.J.D. 2005. Contrôle des paramètres physico-chimiques des deux huiles soja et tournesol chimiquement raffinées.
- [12] Frenot. M, Vierling. E. 2001. Les lipides, In : biochimie des aliments ,diététique du sujet bien portant.2ème Ed. France: CRDP d'aquitaine, 88.
- [13] Burgess, J. K, 1981 : Lipide et nutrition humaine. Ed Masson, Paris, 192.

Références bibliographiques

- [14] **Linder.G, Lorient.D.1994.** Huiles et graisses végétales, In : biochimie agroindustriels. Ed Masson. Paris. Milan. Barcelone. 287-338.
- [15] **Poison J-P, Narce M. 2003.** Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et Nutritionnels. In : Lipides et cors gras alimentaires. Ed Tec. Doc. Lavoisier.4-17.
- [16] **RAKOTORIMANA S.R. 2010** : Contribution à l'amélioration de la comestibilité de l'huile d'arachide artisanale par raffinage. Mémoire d'Ingénieur en Génie chimique, Université d'Antananarivo, 110.
- [17] **UZ ZAN.A, 1992** : Olive et huile d'olive. In « Manuel des corps gras » Karleskind A. Tome1. Ed : Lavoisier. Paris, 221-228.
- [18] **CMOLIK.J, POKORNY.J, DOLEZAL.M, 2007:** Svobodaz. Geometrical isomerization of polyunsaturated fatty acids in physically refined raspessed oil during plante_scale deodorization. Eur J Lipid Scitechnol109, 656-662.
- [19] **KARLESKIND.A, 1992** : Manuel des corps gras. Edition : Lavoisier Tec et Doc, Tome 1 et 2, Paris, 1992.
- [20] **AE, (1999).** 22 Lipides , 1-31.
- [21] **Charles. A, Den. G, (1997)** : Abrégé de Biochimie alimentaire.4ème Edition Masson, Paris, 225-232.
- [22] **JAHOUACH.W, 2002** : Décoloration des huiles végétales sur des argiles étude de la stabilité physicochimiques des huiles décolorées. Mémoire pour l'obtention du diplôme d'études approfondies en chimie organique.
- [23] **FRENOT.M et VIERLING.E, 2001** : Biochimie des aliments diététique du sujet bien portant. ED : Doin éditeurs, centre régional de documentation pédagogique d'Aquitaine. Bordeaux. France, 2-97.
- [24] **FORMO, M.W , 1979** : Physical properties of fats and fatty acids in Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Vol.1 (ed.D.Swern), 4 th edn, John Wiley & Sons, Inc., New York, 177-232.
- [25] **DJADOUN S, 2012** : Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par microondes. Mémoire de magister en chimie de l'environnement. Université de Tizi-Ouzou. 9-10.

Références bibliographiques

- [26] **SEGHIER.Y et BENAHMED.L, 2014** : Raffinage de l'huile de soja et élimination des acides gras libres au niveau de l'usine de « Afia » Mémoire de Projet de Fin d'Etude pour l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés.
- [27] **JACQUES.E, Xavier Pagès-Xatart-Pares2, CHRISTIAN.A, ODILE.M, 2007** : Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza.
- [28] **ORNELLA.Z, 2009** : Fonctionnalisation et photopolymérisation de l'huile de lin en vue de l'élaboration de nouveaux matériaux sans émission de composés organiques volatils (COV) Thèse de doctorat de l'INSA de Rouen, Spécialité : Chimie macromoléculaire, Ecole Doctorale Normande de Chimie.
- [29] **Conseil oléicole international, C.O.I (2011)** : Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive. COI/T.15/NC n°3/Rév.7.
- [30] **Norme CODEX** pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée. CODEX STAN 33-1981 (RÈV .1-1989).
- [31] **Conférence des Nations Unies sur le Commerce Et le Développement (2005)** : Accord international de 2005 sur l'huile d'olive et les olives de table. Nations unies TD/OLIVE.OIL.10/6.
- [32] **Mariani.C and Fedeli. E, 1993**: La chromatographie en phase gazeuse pour l'analyse de l'huile d'olive. *Olivae*,45, 34-39.
- [33] **Inglese.P ,1994** : L'influence de la variété sur les caractéristiques qualitatives de l'huile d'olive. *Olivae*, 54, 42-44.
- [34] **Joaqin Velasco, Carmen Dobarganes2002**: Oxydative stability of virgin olive oil. *Eur.J.Lipidsc Technol.* 104 661-676.
- [35] **Naudet. M. 1992** : Acides gras. In : Manuel des corps gras. Lavoisier, ed. Technique et Documents,65-78.
- [36] **Zarrouk.W, Marzouk. B, ben miled Daoud.D and Cherif.A .1996**. Accumulation de la matière grasse de l'olive et l'effet du sel sur sa composition . *olivae*, 61:41-45.
- [37] **Ryan.D, Robardas. K. and Lavee.S. 1998**. Evaluation de la qualité de l'huile d'olive, *Olivae*, 72,26-38.
- [38] **HASLAME.E, 2005** .Natural Polyphenols (Vegetable Tannins) as Drugs: Possible Mode of Action. *J. Nat. Prod.* 59: 205-15.

Références bibliographiques

- [39] **DJADOUN.S, 2011** : Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes.Memoire de magister. Faculte des sciences, departement de chimie.UMMTO.
- [40] **Servili M.Selvaggini.R , Esposto.S, Taticchi.A, Montedoro G.F and Morozzi G 2004**: Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols Agronomic and technological aspect of production that effect their occurrence in the oil. Journal of chromatography A,1054,113-127.
- [41] **Dilis V.Trichopoulou A. 2008**: Mediterranean diet and olive oil consumption estimations of Daily Intake of Antioxidant From Virgin Olive Oil and Olives .In Olive Oil Minor Constituent and Health. Boskou D Ed .CRC Press.201_210.
- [42] **Matos L .C, Cunha S.C, Amral J. S, Pereira J . A.Andrdade PB ;Seabra R. M. and Oliveira B.P.P.2007**: Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs.Cobrançosa Mardual and verdeal transmotana) extracted from olives with different maturation indices.Food Chemistry,102, 264-252.
- [43] **Valasco J. and Dobragane C.2002**: Oxidative stability of vergine olive oil. European Journal of Lipids and Science Technology,104:661-676.
- [44] **Matos L .C, Cunha S.C, Amral J. S.Pereira J . A ;Andrdade PB ;Seabra R. M. and Oliveira B.P.P.2007**: Chemometric characterization of three varietal olive oils (Cvs.Cobrançosa , Mardual and verdeal transmotana) extracted from olives with different maturation indices.Food Chemistry,102, 264-252.
- [45] **Uzzan A.1992** : Olive et huile d'olive : In Manuel des corps gras. Ed: Lavoisier .Paris . Tom1, 221-227.
- [46] **Allalou.A ,Krichéne.D, Methennik, Taamalli.A, Oueslati.I, Daoud.D. and Zarrouk.M. 2009**: Characterization of virgin olive oil from Super Intensive Spanish and Greek varieties grown in northern Tunisia. Scientia Horticulturae, 120, 77-83.
- [47] **Angerosa.F .2002**: Influence of volatile compounds on virgin olive oil quality evaluated by analytical approaches and sensor panels. European Journal of Lipid Science and Technology.104 (9-10), 639-660.
- [48] **Guignard, J.L. 2000** : .Biochimie végétal 2éme edition Dunod 188.
- [49] **Giuffrida.D, Salvo.F, Salvo.A, La pera L. and Dugo G. 2007**: Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. Food Chemistry, 101, 833-837.

Références bibliographiques

- [50] **Brenes.M, Hidalgo F.J, Gardia A, Rios J.J, Garcia p, Zamora R. and Garrido A.2000:** Pinosesinol and l-acetoxypinosesinol, two new phenolic compounds identified in olive oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*, 77(7), 715-720.
- [51] **Gomez –Alonso S, Salvador M.D. and Fregapane G. 2002:** Phenolic compounds profile of Cornicabra virgin olive oil. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 50, 6812-6817.
- [52] **Morello.J, Vuorela.S, Romero M.P, Motiva M.J. and Heinonen M.2005:** Antioxidant activity of olive pulp and olive oil phenolic compounds of the arbequina cultivar. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53: 2002-2008.
- [53] **Rao C.V.Newmark h.L. and Reddy B.S.1998:** Chemopreventive effect of squalene on cotton cancer, *Crcinogenesis*, 19:287-290.
- [54] **Kiritsakis A, Markakis .1987:** P.Olive oil: a review. *Adv. Food Res* 31,453-82.
- [55] **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.
- [56] **RAHMANI M, 1989 :** Mise au point sur le rôle des pigments chlorophylliens dans la photo-oxydation de l'huile d'olive vierge. *Olivae*, 1989, 30-31.
- [57] **LOUSSERT R. et BROUSSE G,1978 :** L'olivier. *Technique agricole Ed. Maisonneuve G.P et Larousse, Paris,447.*
- [58] **MENDEZ A.I et FALQUE E, 2006 :** Effet of storage time and container type on the quality of extra virgin olive oil. *Science direct/food control*, N18,521-529.
- [59] **MARTINE A, 2011 :** Petit traité de l'huile d'olive. *Edition Le Sureau. ISBN 978-911328-67-1,85.*
- [60] **Charbonier.A. 1985 :** Acquisitions récentes sur la valeur biologique de l'huile d'olive en France. In :1° Congr.Nazionale di Terapia, 8-12
- [61] **Covas M.I. 2007:** Olive oil and the cardiovascular system. *NutritionalPharmacology*, 55, 175-186.
- [62] **Gallardo V.MunozM, RuizmA, 2005:** Formultion of hydrogels and lipogels with vitamin E, *J. cosmet.Dermatol* 4,187-192.
- [63] **F.CAPONIO, V.DURANTE, G.VARVA, R.SILLETTI, M A.PREVITALI, I.VIGGIANI, A.BAIANO,2016:** Effect of infusion of spices into the oil vs combined

Références bibliographiques

malaxation of olive paste and spices on quality of naturally flavoured virgin olive oils. Food chemistry, 221-228.

[64] J.DELGADO-ADÁMEZ, MN F.BALTASAR, MC A.YUSTE; D.MARTÍN-VERTEDEDOR,2014: Oxidative stability, phenolic compounds and antioxidant potential of a virgin olive oil enriched with natural bioactive compounds. Journal of oleo science, 55-65.

[65] M L.CLODOVEO; T.DIPALMO; P.CRUPI; V.DURANTE V.PESCE; I.MAIELLARO;C.FRANCHINI,2016: Comparison Between Different Flavored Olive Oil Production Techniques: Healthy Value and Process Efficiency. Plant Foods for Human Nutrition, 81-87.

[66] S.ACHAT V.TOMAO; K.MADANI; M.CHIBANE; M.ELMAATAOUI; O.DANGLES; F.CHEMAT,2012: Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. Ultrasonic sonochemistry, 777-786.

[67] G C.PEÑALVO.V R.ROBLEDO; C.S C.CALLADO; M J.SANTANDER-ORTEGA; L.CASTRO-VÁZQUEZ; M V.LOZANO; M M.ARROYO-JIMÉNEZ,2016 Improving green enrichment of virgin olive oil by oregano. Effects on antioxidants. Food chemistry, 197,509-515.

[68] Ruel T, (2006) : Document sur la culture du blé, édition Educagri.

[69] Yves,H et Buyer.J, (2000) : l'origine des blés. Pour les sciences hors série n° 26,60 -62

[70] SURGET, BARRON, 2005 : Histologie du grain de blé.

[71] Bounneche, H.2015 Fric : technologie de fabrication et mémoire de magister, département de technologies alimentaires, université Constantine .

[72] POMERANZ, 1988: Chemical composition of kernel structures, Volume I,97-158.

[73] Ola. A. Megahad et Omayma S. El Kinawy, « Studies on the extraction of wheat germ oil by commercial hexane », Grasas y Aceites,vol, 414-418.

[74] Nara.J, et Burkholder, W.1983: Influence of the Molting Cycle on the Aggregation Response of Trogoderma-Glabrum (Coleoptera, Dermestidae) Larvae to Wheat-Germ Oil. Environ. Entomol. 12, 703-706.

[75] Leenhardt.F, Anthony, F.Bernard, L.Elyett, G.Edmond, R.Andrzej, M.Elisabeth, C. Christian, et Christian, R. 2008: Wheat Germ Supplementation of a

Références bibliographiques

Low Vitamin E Diet in Rats Affords Effective Antioxidant Protection in Tissues. Journal of the American College of Nutrition, 27(2), 222–228.

[76] **Piras.A, Rosa.A, Falconieri, D.Porcedda, S.Dessi, M.A. et Marongiu, B. (2009):** Extraction of Oil from Wheat Germ by Supercritical CO₂. Open Access Molecules ISSN 1420-3049.

[77] **LION.PH :** Travaux pratiques de chimie organique. Edition Dunod, Paris. 1955.

[78] **Wolff J. P, 1968:** Manuel d'analyses des corps gras. Ed. Aznulay, Paris.

[79] **Z.MOHANDI.2006 :** « Etude du pouvoir antioxydant des huiles essentielles et flavonoides de quelques plantes de la région de Telemcen ». Thèse doctorat. Université d'Aboubaker Belkaid Telemcen faculté des sciences, 89-92.

[80] **ISO6886,2006 :** Corps gras d'origine Animale et Végétale – détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accéléré).

[81] **Ratnayake WM, Galli C 2009:** Fat and fatty acid terminology, methods of analysis and fat digestion and metabolism: a background review paper. Ann Nutr Metab55, 8-43.

[82] **N.Yahiaoui 2012 :** « Etude 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.

[83] **Alais C, Linden G. et Miclo L. 1999 :** Lipides. In : Biochimie alimentaire. Ed Dunod, 51-71.

[84] **M.Chavanne,1986 :** « Chimie organique Expérimentale ». Edition Modulo Canada.

[85] **Conseil oléicole international 2018.** Les données du COI pour la campagne oléicole 2017/18 montrent une augmentation interannuelle de la production d'huile d'olive. oxydants,antioxydant,and the degenerative diseases of aging Review ;product Natural Academic Science of USA.90, 7915-7922.

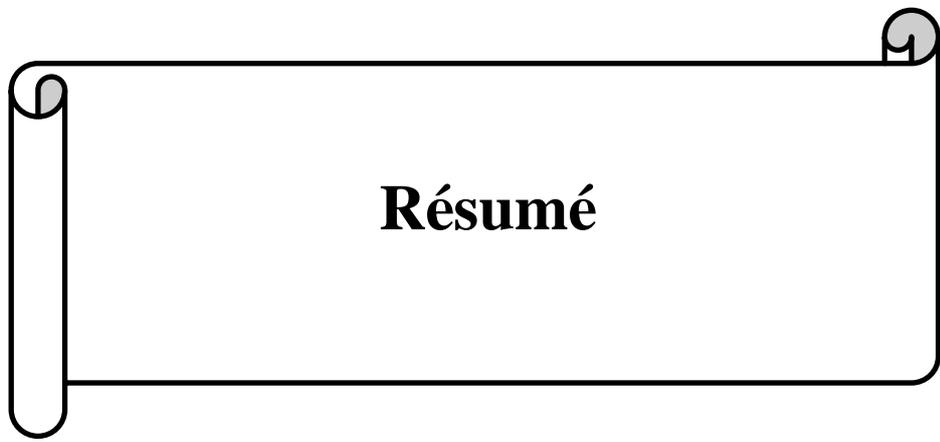
[86] **T.TASHIRO, Y.FUKUDA, T.OSAWA,M J.NAMIKI,1990:** Amer.OilChem. Soc76, 508-511.

[87] **P.E.Dim 2013:** Extraction and Characterization of Oil from Sesame Seed. J. Pharmaceutical,Biological and Chemical Sciences, 752.

[88] **Benaissa. 2011 :** « Etude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique et d'un tensioactif » Thèse doctorat.Université Mentouri Constantine.

Références bibliographiques

[89] **Codex, 1983:** Norme pour les huiles végétales comestibles, Huile comestible et sésame, CODEX STAN 26-1981. (XI) FAO/OMS, Rome,63.



Résumé

Résumé

L'huile d'olive est un produit ancestral largement reconnu pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. L'objectif de ce présent travail consiste à réaliser une analyse physicochimique et spectrale de l'huile d'olive enrichie par l'huile de germe de blé, stockée pendant 20 jours et un an à température ambiante à différentes concentrations (100/0 ; 90/10 ; 80/20 ; 70/30 ; 60/40 ; 0/100). Au cours de cette étude, nous avons déterminé les indices du mélange de l'huile d'olive et l'huile de germe de blé (acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, la densité, indice de réfraction, UV-visible et l'infrarouge). Les résultats nous ont permis de conclure que l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de germe de blé a abouti à des résultats favorables.

Mots clé : huile d'olive, huile de germe de blé, stabilité oxydative.

Abstract

Olive oil is an ancestral product widely recognized for its beneficial effects on human health. The objective of this present work is to carry out a physicochemical and spectral analysis of olive oil enriched with wheat germ oil, stored for 20 days and one year at room temperature at different concentrations (100/0; 90 / 10; 80/20; 70/30; 60/40; 0/100). During this study, we determined the indices of the mixture of olive oil and wheat germ oil (acidity, peroxide number, iodine number, density, refractive index, uv-visible and infrared). The results allowed us to conclude that fortification of olive oil with wheat germ oil produced favorable results.

Key words: olive oil, wheat germ oil, oxidative stability.