



## Mémoire de Master

Présenté par :

- BACHA Dalila
- BOUDJERDA Sonia

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

*Spécialité : Chimie Analytique*

**Thème :**

# ENRICHISSEMENT DE L'HUILE D'OLIVE PAR UN CORPS GRAS

Soutenu le : 02/07/2019

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
<i>M<sup>me</sup> BENKHODJA.GRABA.Zahra</i>	Chimie	Présidente
<i>M<sup>me</sup> BOUKEHIL.Ghouzala</i>	Chimie	Examinatrice
<i>M<sup>me</sup> ISSAADI.Hamida</i>	Chimie	Encadreur

2018-2019

# **REMERCIEMENTS**

*Au terme de ce travail, nous tenons à remercier en premier lieu le bon dieu le seul miséricordieux, qui nous a donné le courage, la force et la volonté pour l'accomplir.*

*Nos sincères remerciements à **M<sup>me</sup> BENKHODJA.GRABA.Z** pour avoir accepté de présider le jury.*

***M<sup>me</sup> BOUKEHIL.GH** d'avoir accepté d'examiner notre travail*

*Nous tenons aussi à exprimé nos vifs remerciements à notre promotrice **M<sup>me</sup> ISSAADI** de nous avoir donné l'honneur de nous encadrer ainsi pour ces conseils précieux.*

*Un grand merci pour tous ceux qui ont contribué de près où de loin à la réalisation de ce travail.*

# DÉDICACES

*Je dédie ce modeste travail à la mémoire de mon père*

À

*Ma très chère maman qui m'a toujours soutenue dans mes études*

*Mon frère Karim*

*Ma sœur Nacera*

*Ma nièce Massilyne*

*Ma belle sœur Sonia*

*Mon futur mari Ouali*

*À celle avec qui j'ai partagé mon travail « Dalila » et sa famille*

*À mes très chers ami(e)s : Dalila et Yacine*

*À toute la promotion chimie analytique*

*2018/2019*

**SONIA**

# DÉDICACES

*Je dédie ce modeste travail en premier lieu :*

*A mes chers parents pour leurs conseils et sacrifices.*

*Mes chères sœurs : Adja , Nabila , Leila et Nawel.*

*Mes chers frères : Bounouar , Ghani , Nabil , Fateh et Abdellah.*

*A toute la famille Hamzi.*

*A ma meilleure amie et sœur DIHIA.*

*A tous membre au labo spécialement à M<sup>me</sup> Habbi.*

*A tous qui me connaissent et que je n'ai pas pu les citer.*

*A ma chère binôme Sonia et sa famille.*

*A mes copines de chambre D 214.*

**DALILA**

### *Liste des abréviations*

**A** : Absorbance

**ATR** : Attenuated Total Reflectance (La réflectance totale atténuée).

**CG** : Corps gras

**°C** : Degré Celsius

**COI** : Conseil oléicole international

**CA** : Codex Alimentarius

**cm** : Centimètre

**D** : Densité

**IE** : Indice d'ester

**IP** : Indice de peroxyde

**IR** : Infrarouge

**I<sub>A</sub>** : Indice d'acide

**I<sub>S</sub>** : Indice de saponification

**J** : Jour

**g** : Gramme

**g/mol** : Gramme par mol

**KI** : Iodure de potassium

**HO** : Huile d'olive

**HS** : Huile de sésame

**méq O<sub>2</sub>/kg** : Milliéquivalent d'O<sub>2</sub> par kilogramme

**MG** : Matière grasse

**mg** : Milligramme

**m** : Masse

**ml** : Millilitre

**nm** : Nanomètre

**N** : Normalité

**$n_d^t$**  : Indice de réfraction à la température  $t$

**OOL** : Dioléolinoléine

**OOO** : Trioléine

**POL** : Palmitooléolinoléine

**POO** : Dioléolinoléine

**UV-Visible** : Ultra violet visible

**V** : Volume

**%** : Pourcentage

*Liste des Figures*

<b>Figure 1 :</b> L'olivier.....	03
<b>Figure 2 :</b> Structure des tocophérols.....	07
<b>Figure 3 :</b> Structure de deux acides phénolique : l'acide vanillique et l'acide caféique.....	08
<b>Figure 4 :</b> Structure de deux alcools phénolique : l'hydroxytyrosol et le tyrosol.....	09
<b>Figure 5 :</b> Structure de l'Oleuropéine et Ligstroside.....	09
<b>Figure 6 :</b> Structure de l'Apigenine et la Lutéoline.....	10
<b>Figure 7 :</b> Les graines de sésame .....	13
<b>Figure 8 :</b> Plante de sésame.....	13
<b>Figure 9 :</b> Structure de quelques antioxydants identifiés dans l'huile de sésame.....	18
<b>Figure 10 :</b> Réfractomètre.....	23
<b>Figure 11 :</b> Variation de la densité des échantillons d'huiles d'olive en fonction de la concentration HO/HS .....	31
<b>Figure 12:</b> Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS .....	32
<b>Figure 13 :</b> Variation de l'indice d'acide des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS .....	33
<b>Figure 14 :</b> Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS .....	34
<b>Figure 15 :</b> Variation de l'indice de saponification des échantillons d'huile en fonction du de la concentration HO/HS .....	35
<b>Figure 16 :</b> Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS .....	36
<b>Figure 17 :</b> Variation de l'indice d'ester des échantillons d'huile en fonction de la concentration HO/HS .....	37
<b>Figure 18 :</b> Variation de la densité des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.....	38
<b>Figure 19 :</b> Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.....	39
<b>Figure 20 :</b> Variation de l'indice d'acide des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.....	40

<b>Figure 21:</b> Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.....	41
<b>Figure 22 :</b> Variation de l'indice de saponification des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.....	42
<b>Figure 23 :</b> Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.....	43
<b>Figure 24:</b> Variation de l'indice d'ester des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage.....	44
<b>Figure 25 :</b> Variation de l'absorbance des échantillons d'huile en fonction de la Concentration HO/HS à 232nm et 270 nm.....	45
<b>Figure 26:</b> Variation de l'absorbance des échantillons d'huile en fonction du temps de Stockage à 232nm.....	46
<b>Figure 27:</b> Variation de l'absorbance des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage à 270 nm.....	47
<b>Figure 28:</b> spectre IR d'huile d'olive pure à $j_0$ .....	48
<b>Figure 29 :</b> spectre IR d'huile d'olive à $j_{28}$ .....	49
<b>Figure 30 :</b> Spectre IR d'huile de sésame à $j_0$ .....	50
<b>Figure 31 :</b> spectre IR d'huile de sésame à $j_{28}$ .....	51
<b>Figure 32:</b> spectre IR obtenus pour les pourcentages HO/HS.....	52

### *Liste des Tableaux*

<b>Tableau 1</b> : Composition en triglycérides de l'huile d'olive .....	05
<b>Tableau 2</b> : Composition en acide gras par chromatographie en phase gazeuse.....	06
<b>Tableau 3</b> : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive.....	11
<b>Tableau 4</b> : Composition chimique globale des grains .....	14
<b>Tableau 5</b> : Composition en acides aminés et acides gras de la graine.....	15
<b>Tableau 6</b> : Composition de l'insaponifiable de l'huile de sésame.....	17
<b>Tableau 7</b> : Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de sésame.....	17
<b>Tableau 8</b> : Les différentes concentrations de l'huile d'olive et l'huile de sésame, et le temps stockage.....	19
<b>Tableau 9</b> : Produits chimiques utilisés.....	20
<b>Tableau 10</b> : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR de l'huile d'olive pur à j <sub>0</sub> .....	48
<b>Tableau 11</b> : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour l'huile d'olive à j <sub>28</sub> .....	49
<b>Tableau 12</b> : Positions et identifications de bandes observées par IR d'huile de sésame à j <sub>0</sub> .....	50
<b>Tableau 13</b> : Position et identification de bandes observées par IR d'huile de sésame à j <sub>28</sub> .....	51
<b>Tableau 14</b> : <b>Tableau 14</b> : Position et identification de bandes observées par IR d'huile pour les mélanges.....	52

# **Sommaire**

# Sommaire

**Remerciements**

**Dédicaces**

**Liste des abréviations**

**Liste des figures**

**Liste des tableaux**

**Sommaire**

**Introduction Générale.....01**

## **CHAPITRE I : GENERALITES SUR L'HUILE D'OLIVE**

I.1.Introduction.....03

I.2.Définition.....03

I.3.Production de l'huile d'olive.....03

I.4.Classification de l'huile d'olive .....04

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

I.6. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive.....10

I.7. L'huile d'olive et la santé humaine.....11

I.8. Procédure d'enrichissement d'huile d'olive.....11

## **CHAPITRE II : GENERALITES SUR L'HUILE DE SESAME**

II.1.Graine de sésame .....13

II.1.2.Origine et botanique.....14

II.1.3.Compositions chimiques des graines.....14

II.1.4.Utilisation et intérêt nutritionnelles.....15

II.2.L'huile de sésame .....16

II.2.1.Composition chimique de l'huile de sésame.....16

II.2.2.Caractérisation physico chimique de l'huile de sésame.....17

II.2.3.Rôle des antioxydants de l'huile de sésame.....19

## **CHAPITRE III: MATERIELS ET METHODES**

III.1.Matériel et produits chimiques utilisés.....19

III.1.1. Matériel végétal.....	19
III.1.2. Produits chimiques utilisés.....	20
III.2. Analyses physico-chimiques.....	21
III.2.1. Analyses physiques .....	21
III.2.2. Analyses chimiques.....	23
III.3. Analyses spectroscopiques.....	28
III.3.1. Spectrophotométrie UV-Visible.....	28
III.3.2. Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier.....	29

## **CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

IV.1. Analyses physico-chimiques.....	31
IV.1.1. Effet de la concentration (%) .....	31
IV.1.2. Effet du temps de stockage.....	38
IV.2. Analyses spectroscopiques.....	44
IV.2.1. Spectrophotométrie UV-Visible.....	44
IV.2.2. Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier.....	48
<b>Conclusion</b> .....	52

### **Références bibliographiques**

### **Résumé**

# **Introduction**

## Introduction

Jusqu'à ce jour, l'huile d'olive est un aliment délicieux et fondamental dans la cuisine des populations du bassin méditerranéen. Elle joue un rôle prédominant dans le domaine des produits de terroir et a acquis une place essentielle dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. L'huile d'olive est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable.

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 du stockage. L'évaluation de la qualité de l'huile d'olive est liée à une série importante de paramètres physico-chimiques. L'une des principales causes de perte de la qualité de l'huile d'olive est l'oxydation. Parmi les facteurs technologiques qui influencent la composition et la stabilité à l'oxydation des huiles d'olive, la méthode d'extraction et les conditions de stockage. L'oxydation provoque une accumulation progressive des molécules sans odeur, telles que les hydroperoxydes et produits secondaires. Les hydroperoxydes sont les principaux produits d'autoxydation. Leur décomposition conduit à la formation d'une large gamme de composés carbonylés, d'hydrocarbures, furanes et autres produits, donnant lieu à une odeur de rance et des goûts [1].

Le sésame a été utilisé sous forme d'huile grâce à son excellente stabilité, aussi bien pour la préparation d'aliments que de produits de beauté. Elle occupe une place très importante dans l'alimentation des populations asiatiques, outre les composants classiquement rencontrés dans la fraction insaponifiable des huiles végétales, stérols, et tocophérols, l'huile de sésame contient deux puissants antioxydants naturels, la sésamine et la sésamoline. L'huile de sésame a une saveur très agréable et caractérisée par une stabilité oxydative remarquable par rapport à certaines huiles végétales [2].

La stabilité à l'oxydation des huiles alimentaires peut être améliorée en addition d'antioxydants et modification de la composition en acides gras. L'incorporation d'antioxydants est efficace et utile pour retarder l'oxydation des lipides. Cependant les antioxydants synthétiques qui sont couramment utilisés dans l'industrie alimentaire tels que l'hydroxytoluène butylé (BHT), hydroxyanisole butylé (BHA), hydroquinone tertiaire butylique (TBHQ) et le gallate de propyle peuvent avoir des effets toxiques. Par conséquent,

les consommateurs préfèrent les aliments les moins transformés et évitent les conservateurs synthétiques [1].

Les propriétés oxydatives des huiles alimentaires peuvent être modifiées par hydrogénation, interestérisation, modification génétique et enrichissement par différentes huiles [3] et c'est dans ce contexte que notre étude s'inscrit. Elle a pour objectif l'étude de l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de sésame.

Pour cela, notre travail a été réparti comme suit :

- ✓ Une première partie : aborde une Synthèse bibliographique qui donne des approches et généralités sur l'huile d'olive et l'huile de sésame.
- ✓ Une deuxième partie : illustre les modes opératoires réalisés pour la détermination des caractéristiques physico-chimiques des huiles étudiées et présente les résultats expérimentaux obtenus ainsi que leur discussions.

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

**CHAPITRE I**  
**GENERALITES**  
**SUR L'HUILE**  
**D'OLIVE**

## I.1.Introduction

L'huile d'olive est un élément clé du régime méditerranéen. Très présente dans l'alimentation des pays méditerranéens et préconisée par de nombreux diététiciens, elle a acquis une place essentielle dans la recherche sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable. La production d'olive et sa transformation en huile ont un impact socio-économique en Algérie, classée parmi les pays producteurs après l'Union Européenne. Il est donc impératif pour notre pays du point de vue économique de garantir des conditions optimales pour obtenir des huiles de haute qualité [4].

## I.2.Définition

L'huile d'olive est le produit méditerranéen par excellence. Elle est la principale source de matières grasses qui sont bien connues pour leurs effets bénéfiques sur la santé humaine.

Elle ne peut être obtenue qu'à partir du fruit de l'olivier (*Olea europaea*) et uniquement par utilisation de procédés physiques. L'absence d'étape de raffinage permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants car ils ne vont pas être éliminés lors de ce procédé [5].

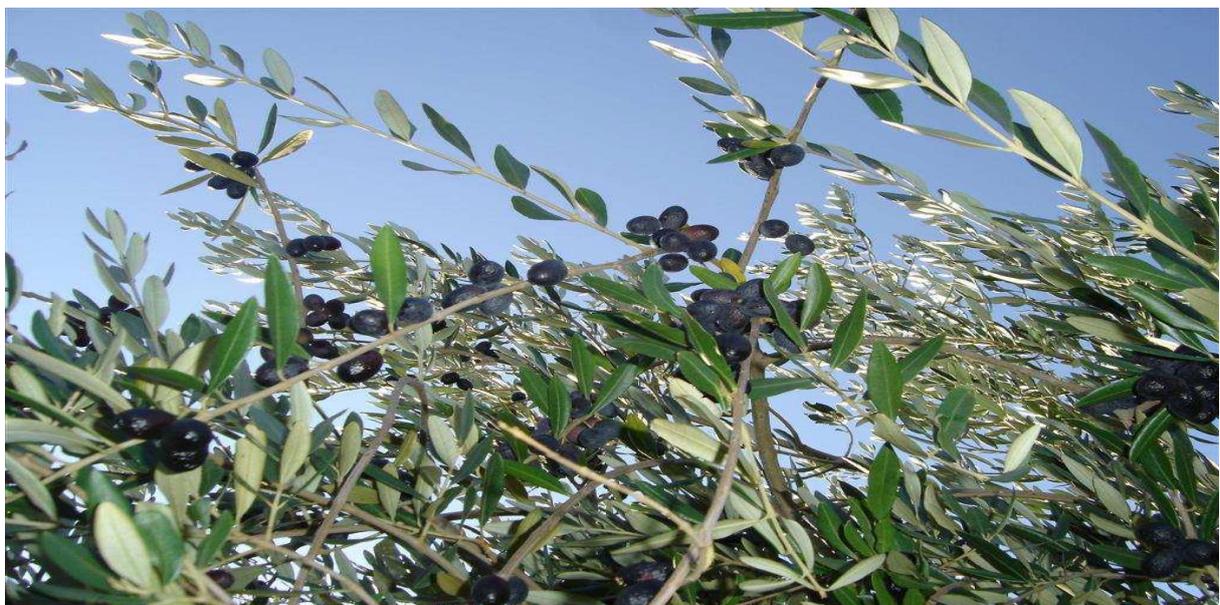


Figure 1 : L'olivier [5].

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

Les chiffres de la campagne oléicole 2017/2018 indiquent une augmentation de la production d'huile d'olive par rapport à la dernière campagne. Selon les données présentées par les pays en novembre 2017, la production mondiale atteindrait 2 900 000 tonnes (t). Ces chiffres sont encore provisoires et sujets à de nouvelles mises à jour. Comme toujours, la production européenne arrive en tête avec l'Espagne, l'Italie, la Grèce et le Portugal, dont la production atteindrait environ 1 800 000 t. L'Algérie, l'Argentine, la Jordanie, le Maroc, la Palestine, la Tunisie et la Turquie enregistreraient quant à eux une production de plus de 800 000 tonnes d'huile d'olive. Les pays non membres, comme la Syrie, l'Australie et le Chili, produiraient conjointement 177 000 t d'huile d'olive. Le principal importateur d'huile d'olive reste les États-Unis, avec 37 % du marché mondial, suivi de l'Union européenne (16 %) [3].

**I.4. Classification de l'huile d'olive :****I.4.1. L'huile d'olive vierge :**

L'huile d'olive vierge est l'huile obtenue du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, particulièrement thermiques, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration [7].

Selon le Conseil Oléicole International [8] cette famille des huiles vierges comporte les huiles suivantes :

**I.4.1.1. L'huile d'olive vierge extra :**

C'est une huile dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8g pour 100 g.

**I.4.1.2. L'huile d'olive vierge :**

C'est une huile dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2g pour 100g.

**I.4.1.3. L'huile d'olive vierge courante :**

il s'agit d'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3g pour 100 g.

#### I.4.1.4.L'huile d'olive vierge lampante (non propre à la consommation en l'état) :

Si l'acidité libre de l'huile d'olive exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour 100 grammes, elle est désignée comme huile d'olive vierge lampante. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

#### I.4.2.L'huile d'olive raffinée

C'est l'huile d'olive obtenue à partir des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3g pour 100g.

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

#### I.5.1.Fractions saponifiables

Elle est constituée généralement de 98 à 99% de triglycérides, de 1 à 2% d'acides gras libres ainsi que de composés mineurs de nature glycéridique tels que les cires, les mono et diglycérides et les phospholipides [9].

##### I.5.1.1.Les triglycérides

Ce sont des esters d'acides gras et du glycérol. Les glycérides constituent le principal composant d'huile d'olive, le triglycéride majoritaire d'huile d'olive est la trioléine (OOO) [10].

**Tableau 1** : Composition en triglycérides de l'huile d'olive [11].

Nature	Les glycérides (%)
OOO	40-59
POO	12-20
OOL	12.5-20
POL	5.5-7
SOO	3-7

O : Acide oléique

P : Acide palmitique

L : Acide linoléique

S : Acide stéarique

### I.5.1.2. Les acides gras

Les acides gras présents dans l'huile d'olive sont : l'acide palmitique, palmitoléique, stéarique, oléique, linoléique, linoléinique et myristique. Les heptadécanoïques et ecosanoïques se trouvent en quantités infimes [12].

**Tableau 2 :** Composition en acide gras par chromatographie en phase gazeuse [8].

<i>Acides gras</i>	<i>Symboles</i>	<i>Norme en %(codex alimentaires)</i>
Acide myristique	C14 :0	≤0,03
Acide palmitique	C 16 :0	7,5-20
Acide heptadécanoïque	C17 :0	≤0 ,3
acide palmitoléique	C16 :1n-7	0,3-3,5
Acide heptadécénoïque	C17 :1	≤0,3
Acide stéarique	C18 :0	0, 5-5
Acide oléique	C18 :1n-9	55-83
Acide linoléique	C18 :2n-6	2,5-21
Acide α-linolénique	C18 :3n-3	≤1
Acide arachidonique	C20 :0	≤0,6
Acide gadoléique	C20 :1n-9	≤0 ,4
Acide béhénique	C22 :0	≤0,2
Acide lignocérique	C24 :0	≤0,2

**C<sub>x</sub>** : yn-z ou x est le nombre de carbones, y le nombre de double liaisons la position de la double liaison en partant du méthyle terminal.

### I.5.2.Fractions insaponifiables

Les composants mineurs, représentent environ 2 % du poids total de l'huile d'olive, plus de 230 composés chimiques, tels que les alcools aliphatiques et triterpéniques, les stérols, les hydrocarbures, les composés volatils et les polyphénols sont identifiés [13]. Néanmoins, c'est la présence de composés phénoliques et d'autres antioxydants particuliers qui confèrent à l'huile d'olive une haute stabilité contre l'oxydation avec une couleur et une saveur unique la distinguant des autres huiles. Les principaux antioxydants de l'huile d'olive sont les tocophérols, les carotènes et les composés phénoliques, y compris, les phénols lipophiles et

hydrophiles [14]. Les principaux constituants de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive sont:

### I.5.2.1. Tocophérols

Les tocophérols sont reconnus pour leur double action bénéfique. En effet, ils ont tout d'abord l'atout d'être une vitamine (vitamine E) et ils ont également une forte activité antioxygène. Ils se présentent sous différentes formes ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  et  $\delta$ ) (Figure I.2) qui se distinguent entre elles par le nombre et la position des groupements méthyles fixés sur le noyau [15].

La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable puisqu'elle a été reportée dans une gamme allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile. L'alpha-tocophérol représente à lui seul 90% de la totalité des tocophérols, mais on trouve également un peu de beta et gamma tocophérols, alors que le delta tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces [5].

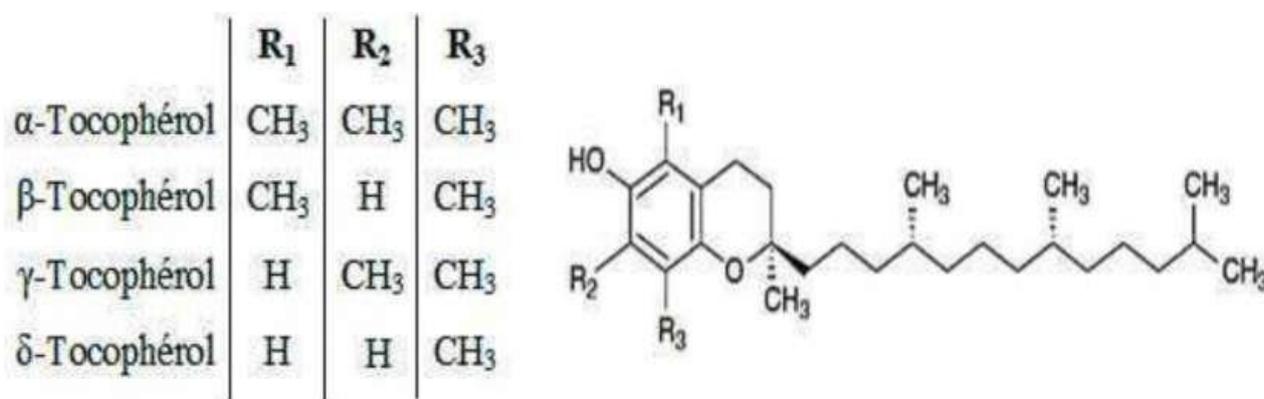


Figure 2 : Structure des tocophérols [12].

### I.5.2.2. Les hydrocarbures

Deux hydrocarbures sont présents en quantités importantes dans l'huile d'olive, le squalène et le  $\beta$ -carotène. Le squalène (2,6,10,15,19,23 hexaméthyl-2-,6,10,14,18,22 tétracosahexane) est le métabolite précédant la formation du noyau des stérols. Sa présence est considérée comme partiellement responsable des effets bénéfiques de l'huile d'olive sur la santé et de son action chimio-préventive contre certains cancers [16-17].

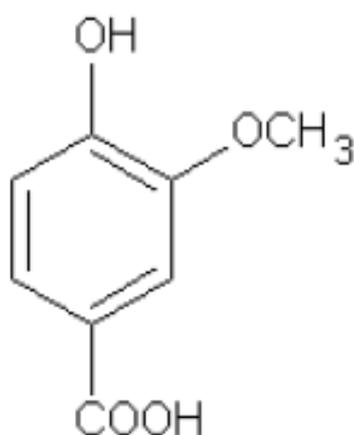
### I.5.2.3. Les stérols

Ce sont des hydrocarbures cycliques à quatre cycles (tétracycliques) comportant le plus souvent 27-28-ou 29 atomes de carbone avec au moins une fonction alcool et plusieurs doubles liaisons. Dans l'huile d'olive, le principal stérol est le  $\beta$ -sitostérol, représentant jusqu'à 90-95% du total des stérols, et qui a une action anticarcinogène [18].

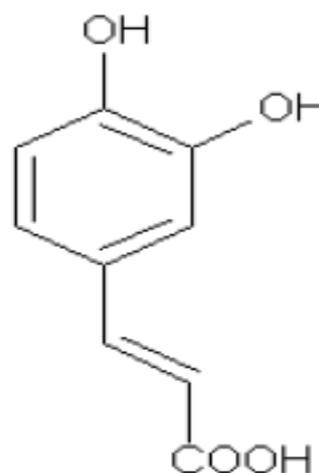
### I.5.2.4. Les composés phénoliques

La fraction phénolique de l'huile d'olive est constituée d'un mélange hétérogène de composés. Chacun affecte les propriétés chimiques et a une influence particulière sur la qualité, la saveur, la couleur et le goût de l'huile [19].

La classe des phénols regroupe toute une gamme de substances diverses, dont des composés phénoliques simples comme l'acide vanillique, l'acide gallique, l'acide caféique, le tyrosol et l'hydroxytyrosol. Par ailleurs, l'huile d'olive contient des sécoiridoïdes comme l'oleuropéine et le ligstroside, ou des molécules plus complexes comme des lignanes et des flavonoïdes comme l'apigénine ou la lutéoline [20].

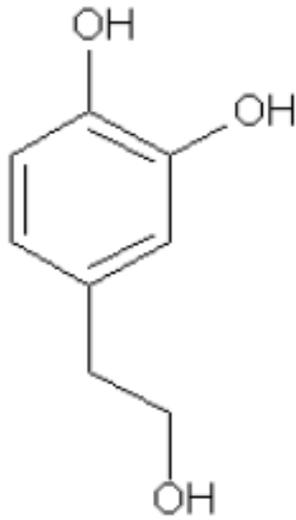


Acide Vanillique

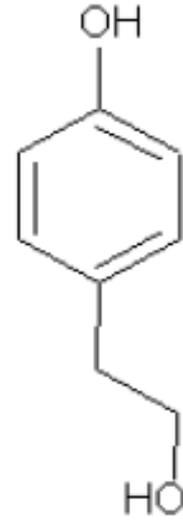


Acide Caféique

**Figure 3** : Structure de deux acides phénoliques : l'acide vanillique et l'acide caféique [5].

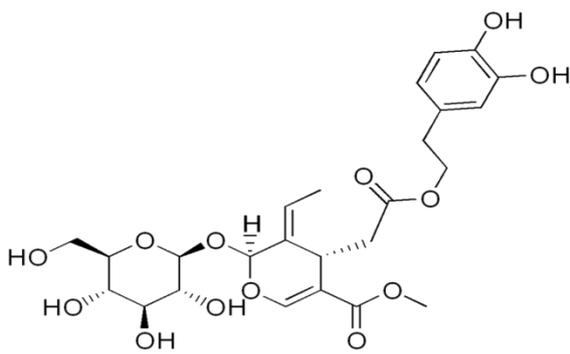


**Tyrosol**

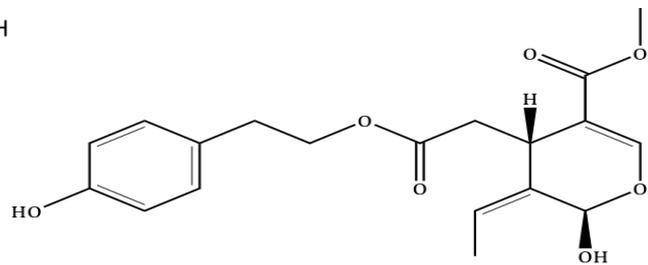


**Hydroxytyrosol**

**Figure 4 :** Structure de deux alcools phénoliques : l'hydroxytyrosol et le tyrosol [5].



**Oleuropéine**



**Ligstroside**

**Figure 5 :** structure de l'Oleuropéine et Ligstroside [5].

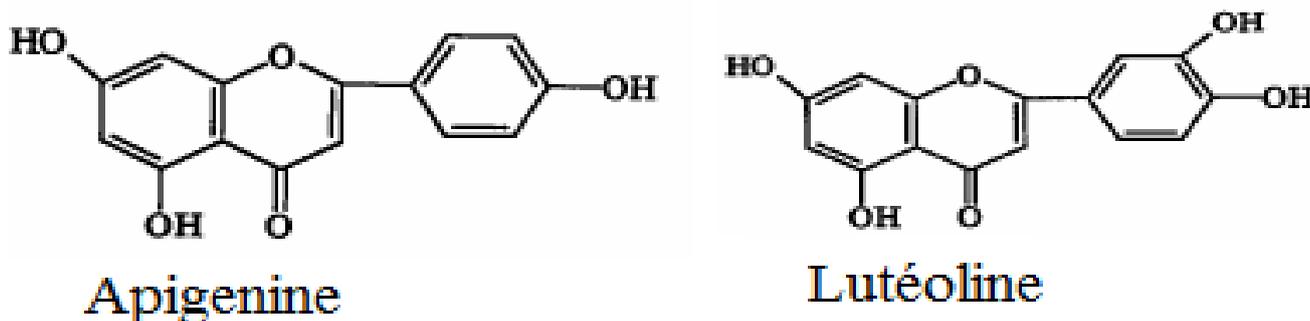


Figure 6: structure de l'Apigénine et la Lutéoline [21].

### I.5.2.5) Les pigments :

La couleur vert-jaunâtre à l'or de l'huile d'olive est due essentiellement à la présence des chlorophylles, les caroténoïdes et la phéophytine dans le fruit [22].

#### a) Les chlorophylles :

En effet, les chlorophylles sont des substances colorantes de l'huile d'olive, elles jouent un rôle important dans l'activité oxydante du produit, due à leur nature anti-oxydante dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière. Une faible teneur en chlorophylle permet de diminuer les risques d'oxydation et leur présence dans l'huile d'olive dépend de la variété, du degré de maturité du fruit, du processus d'extraction et des conditions de stockage [23].

#### b) Les caroténoïdes :

Les caroténoïdes sont des tétraterpènes qui possèdent une activité antioxydante [24-25]. Ils sont connus comme inhibiteurs de la photooxydation en désactivant l'oxygène singulet induit par les pigments chlorophylliens [26-27].

## I.6. 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 conseil oléicole international (**Tableau 3**).

**Tableau 3** : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive [28].

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

### I.7. L'huile d'olive et la santé humaine :

Depuis plus de trente ans, de nombreuses études ont montré que les bienfaits du régime méditerranéen ont été consacrés au rôle de l'acide oléique et l'apport d'huile dans la prévention des maladies, de plus, l'huile d'olive tire son intérêt au plan nutritionnel, de sa composition en acides gras essentiels, et de ses composants mineurs, (Vitamine E...). Néanmoins, tous les effets bénéfiques de la consommation d'huile d'olive ne sont pas dus à l'acide oléique, et ils ne sont pas tous liés au métabolisme des graisses et au cœur. D'autres composants secondaires de l'huile d'olive ont des effets bénéfiques sur la santé : Les tocophérols, comme la Vitamine E, sont des antitoxines qui jouent un rôle important dans la réduction du risque cardiovasculaire. Les phénols, ont un effet inhibiteur sur un enzyme impliqué dans le développement du cancer, ils sont également anti-inflammatoires. Les composés aromatiques donnent à l'huile d'olive des effets antimicrobiens [29].

### I.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.

**I.8.1) 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 [30].

**I.8.2) Extraction et enrichissement :**

Le protocole d'enrichissement des huiles comestibles par extraction implique deux étapes principales : l'extraction des composés cibles à partir de la matière première, par exemple les herbes ou feuilles d'olivier. Ensuite, l'enrichissement de l'huile avec l'extrait obtenu [31]. Ce type de procédure nécessite la dissolution de l'extrait dans un solvant généralement l'éthanol avant son incorporation dans l'huile.

**I.8.3) Co-traitement :**

Consiste à l'addition d'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 [32].

**I.8.4) 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 [33-34]. 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 [35-37].

**CHAPITRE II**  
**GENERALITES**  
**SUR L'HUILE DE**  
**SESAME**

## II.1.Graines de sésame



Figure 7 : Les graines de sésame[38].

Les graines de **sésame** sont de petites graines noires, brunes ou blanchâtres selon les espèces. Elles sont issues d'une plante oléagineuse originaire de l'Inde et de l'Afrique de l'est. Les graines de sésame sont consommées depuis la nuit des temps en Asie, en Afrique et au Moyen-Orient.

On en tire aussi une huile à la saveur très prononcée surtout la version de sésame grillé. Les graines de sésame et leur huile font partie de nombreuses traditions culinaires. **Saison** : les graines de sésame sont disponibles en tout temps dans les supermarchés et les épiceries spécialisées.

Le **sésame** (*Sesamum indicum*) est une plante de la famille des Pédaliacées et un produit agricole largement cultivé pour ses grains [38].



Figure 8 : Plante de sésame [38].

Sésame (*indicum Sesamum L.*, Pedaliaceae) est aussi appelé la récolte orpheline. Cependant la demande mondiale pour ses graines augmente de façon intéressante de nos jours, à cause de sa bonne huile de la qualité (50%), protéine (25%) et pour contenu d'antioxydants 3,11,33[39].

### II.1.2. Origine et botanique

Le sésame serait originaire d'Afrique, d'où il aurait gagné l'Inde, via la Perse. Il aurait été introduit en Amérique par les esclaves noirs. Les données archéologiques confirment que la culture du sésame en Egypte remonte entre -1300 à -1500 avant notre ère et après dans la vallée de l'Indus depuis 3600 ans avant J C.

Le Sésame (*indicum Sesamum L.*) est une des plus vieilles récoltes de l'huile et est cultivé largement en Asie et Afrique [40]

### II.1.3. Compositions chimiques des graines

La graine est réputée par sa valeur nutritionnelle très élevée. Elle contient des protéines riche en acides aminés soufrés (méthionine), des acides gras essentiels, des hydrates de carbones, des vitamines et des sels minéraux [41].

**Tableau 4 :** Composition chimique globale des graines [42].

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

**Tableau 5** : Composition en acides aminés et acides gras de la graine [43].

<b>Composition chimique globale des graines de sésame en %</b>	
<b>Acide aminé</b>	
Thréonine	3.1-3.7
Valine	3.9-4.6
Cystéine + méthionine	2.8-4.8
Isoleucine	4.0-4.2
Phénylalanine+tyrosine	6.4-9.6
Histidine	2.7
Tryptophan	1.3-1.5
Lysine	2.6-2.7
Argenine	12.0
<b>Acide gras (%)</b>	
Acide palmitique (16 :0)	11.7
Acide stéarique (18 :0)	05.2
Acide oléique (18 :1)	41.4
Acide linoléique (18 :2)	39.4
Acide linolénique (18 :3)	00.4
Acide arachidique(20 :0)	00.4
Acide behénique (22 :0)	00.6

#### II.1.4.Utilisation et intérêt nutritionnels

Etant l'une des plus anciennes cultures oléagineuses dans le monde, le sésame fait aujourd'hui l'objet de diverses utilisations. Il est utilisé en alimentation, dans la pharmacologie et dans l'industrie avec des produits comme les parfums, les produits cosmétiques pour les cheveux et la peau, les huiles capillaires et les savons. En alimentation, l'huile est utilisée dans la cuisson, les graines sous formes de petits pains, croustilles de cracker de gâteaux, de soupe, d'épices, dans la confiture et dans la production de pétrole. Elles entrent également dans la production de la pâte (tehneh) et dans des formulations alimentaires tel que Halaweh (tehneh sucré) [44].

## II.2.L'huile de sésame

L'huile du Sésame est considérée comme une des huiles végétales les plus précieuses. Elle se caractérise par sa stabilité élevée à l'oxydation due à la présence de substances antioxydantes endogènes (qu'on ne trouve pas dans d'autres huiles comestibles) telle que la sésamine le sésamole et la sésamoline, un fait qui peut contribuer à sa réputation comme une huile de haute qualité.

L'huile de sésame est utilisée dans la prévention des maladies cardiovasculaires car elle protège le foie, réduit le cholestérol et joue le rôle d'antidépresseur [42].

L'huile est utilisée dans l'alimentation humaine pour la friture et l'assaisonnement et également sous forme hydrogénée dans les margarines [45].

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

#### II.2.1.1.Acides gras

L'huile de sésame est riche en acides gras polyinsaturés, nutriments ferreux, magnésium, manganèse, cuivre et calcium et contient des vitamines B1 et E.

La composition d'huile du sésame consiste en principalement quatre acides gras (palmitique-C16:0, stéarique-C18:0, oléique-C18:1 et linoléique-C18:2), pendant que les autres acides gras paraissent dans les mêmes petites quantités [39].

#### II.2.1.2.Insaponifiable :

La teneur en insaponifiable est assez élevée de 1 à 1,5%.

L'insaponifiable contient une classe de produits spécifique au sésame : la sésamine (moyenne de 360mg/100g de CG) et la sésamoline (moyenne de 270mg/100g de CG) qui conduit à la formation de sésamol et de sésaminol au cours du raffinage ou de l'hydrogénation; le sésamol disparaît sensiblement au cours de la désodorisation, le sésaminol étant moins affecté par cette étape du raffinage [46].

**Tableau 6** : Composition de l'insaponifiable de l'huile de sésame [47].

<b>Insaponifiable : 1,0% à 1,5%</b>
Teneur en stérol : (en mg/100g de CG) 593-636
<b>Composition des stérols (en %des stérols totaux) :</b>
Cholestérol <0,5
Brassicastérol <0,1
Campestérol 18-19
Stigmastérol 6-7
Fucostérol <0,5
Teneur en tocophérols : (en mg/100g de CG) 20-50
<b>Composition des tocophérols (en % des tocophérols totaux)</b>
Alpha tocophérol 4
Beta tocophérol 2
Gamma tocophérol 83
Delta tocophérol 11
Sésamoline (mg/100g d'huile) 20-480
Sésamine (mg/100g d'huile) 70-610

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

Le tableau N°7 rassemble les principaux indices chimiques et constantes physiques de l'huile. Certaines valeurs correspondent aux spécifications de la norme Codex (densité, indice de réfraction, indices d'iode et de saponification) [47].

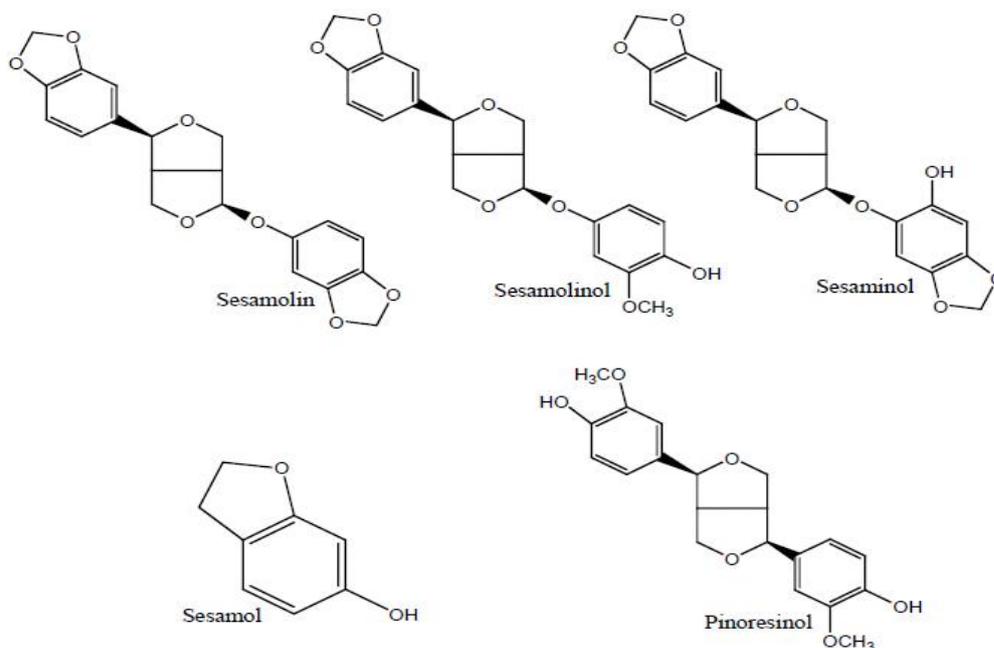
**Tableau 7** : Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de sésame [47].

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

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

Les études ont mené à l'identification de plusieurs métabolites actifs comme les tocophérols, les composés phénoliques, autres composés tels que le thiazole, les pyrroles, les cétones, les aldéhydes les acides phénoliques, les phytostérols (beta-sitostérol, le stigmastérol, le Campesterol, le sigmasterol-3-O- $\beta$ -D-glucoside), le verbascoside, la rhamnetine, le Kaempférol-3-O- $\beta$ -D-glucuronide et l'acide férulique.

La sésamine et la sésamoline (**figure 10**) ont des propriétés pharmacologiques très importantes : activité antioxydante, antibactérienne et antiproliférative, hypocholesterimiante, effet anti-hypertensive et neuroprotecteur. On a démontré que la consommation de quantités modérées d'huile de sésame augmente significativement le taux de  $\gamma$ -tocophérol sanguin, ce dernier est reconnu pour être efficace contre la prolifération de cellules cancéreuses dans la prostate et le sein.



**Figure 9** : Structure de quelques antioxydants identifiés dans l'huile de sésame [28].

Le sésamole qui est un dérivé phénolique avec un groupement méthylènedioxyde, est reconnu d'être un antioxydant puissant. Il est très efficace dans le traitement des blessures et plaies chez des rats albinos [28].

**CHAPITRE III**  
**MATERIELS ET**  
**METHODES**

Notre étude a pour objectif de déterminer les caractères physico- chimiques de l'huile d'olive enrichie par l'huile de sésame à différentes concentrations (indiquées dans le tableau 8) et stocké pendant 28 jours, pour voir l'effet de la concentration et l'effet du temps.

**Tableau 8:** Les différentes concentrations de l'huile d'olive et l'huile de sésame, et le temps de stockage.

Huile d'olive (%)	Huile de sésame (%)	Temps de stockage (J)
100	0	0
100	0	28
90	10	0
90	10	28
85	15	0
85	15	28
80	20	0
80	20	28
75	25	0
75	25	28
0	100	0
0	100	28

### III.1. Matériel et produits chimiques utilisés

#### III.1.1. Matériel végétal

L'huile d'olive utilisé dans cette étude provient de la région d'Akbou, elle est extraite par des systèmes de presse et de centrifugation, et dont les olives n'ont subi aucun traitement autre que les opérations de lavage, de broyage, de décantation, de centrifugation et de filtration.

L'huile de sésame utilisé pour l'enrichissement est achetée du commerce local, elle est importée par les herboristes de la ville d'Akbou d'Egypte.

## III.1.2. Produits chimiques utilisés

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

Tableau 9 : Produits chimiques utilisés

Produit chimique	Formule chimique	Masse molaire (g /mol)	Pureté(%)	Marque
Hydroxyde de potassium	KOH	56.11	-	BIOCHEM
Acide chlorhydrique	HCl	36.46	36.5-38	FLUKA
Ethanol	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	46 ,07	89,8	SIGMA-ALDRICH
Phénolphtaléine	C <sub>20</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	318.32	-	BIOCHEM
Chloroforme	CHCl <sub>3</sub>	119,38	99-99,4	Riedel-de haen
Acide acétique	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	60,05	99-100	SIGMA-ALDRICH
Iodure de potassium	KI	166,00	99-100,5	SIGMAALDRICH
Amidon	(C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O <sub>5</sub> ) <sub>n</sub>	Si n=1 M=162	-	BIOCHEM
Thiosulfate de sodium	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	248.17	100	VWR CHEMICALS
Hexane	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	86.18	-	BIOCHEM
Réactif de Wijs	ICl	162.35	-	BIOCHEM
Cyclohexane	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	84.16	99.8	SIGMA-ALDRICH

## III.2. Analyses physico-chimiques

### III.2.1. Analyses physiques

#### III.2.1.1. Densité

##### ✓ Définition

C'est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20°C, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température [48].

##### ✓ Principe

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

##### ✓ Mode opératoire

- Peser le pycnomètre propre et sec vide ( $m_0$ ).
- Déterminer la masse du pycnomètre rempli d'eau distillée ( $m_1$ ).
- Vider et sécher le pycnomètre.
- Déterminer la masse du pycnomètre contenant l'huile ( $m_2$ ).

##### ✓ Méthode de calcul

La densité relative est donnée par la formule (1) [49].

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

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'huile.

#### 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 (voir la figure ci-dessous) [49].

### ✓ 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.

### ✓ Mode opératoire

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

### ✓ Méthode de calcul

L'indice de réfraction est calculé selon la formule (2): [49]

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

Où:

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

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

$t$  : Température à laquelle a été effectuée la lecture.



Figure 10 : Réfractomètre.

### III.2.2. Analyses chimiques

#### III.2.2.1. 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 [50].



##### ✓ 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

- Peser dans un erlenmeyer 1 g d'huile.
- Ajouter 75 ml d'éthanol et quelques gouttes d'indicateur coloré (phénolphtaléine)
- Titrer en agitant avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0.5 N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.
- A la fin du titrage, lire le volume de solution éthanolique de KOH ajouté.

**✓ Méthode de calcul**

L'indice d'acide est calculé selon la formule [49].

$$I_A = (56.1 \times V \times N) / P \text{ (mg de KOH / 1 g d'huile)} \quad (4)$$

Où :

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

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

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

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

**III.2.2.2. Indice de saponification****✓ Définition**

L'indice de saponification est la masse en milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les triglycérides existants dans 1g de substance.

**✓ Principe**

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

**✓ Mode opératoire**

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

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

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

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

**✓ Méthode de calcul :**

L'indice de saponification est calculé selon la formule [49].

$$I_S = [(V_0 - V) \times 56.1 \times N] / P \text{ (mg de KOH/ 1g d'huile)} \quad (5)$$

Où :

**V<sub>0</sub>** : Volume en ml de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

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

**P** : Prise d'essai en grammes.

**N** : Normalité de la solution d'HCl.

**56.1** : Masse molaire exprimée (g/mole) d'hydroxyde de potassium.

**III.2.2.3. Indice d'ester****✓ Définition**

L'indice d'ester est la masse en milligramme de potasse nécessaire à la saponification des esters contenus dans un gramme de corps gras.

L'indice d'ester n'est pas mesurable mais calculé à partir de l'indice d'acide (IA) et l'indice de saponification (IS) [51].

**✓ Méthode de calcul**

L'indice d'ester est donné par la formule suivante :

$$IE = IS - IA \quad (6)$$

**IS** : Indice de saponification.

**IA** : Indice d'acide.

**III.2.2.4. Indice de peroxyde****✓ Définition :**

L'indice de peroxyde (IP), est la masse en microgrammes d'oxygène actif pour un gramme de matière grasse [52]. 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 [53].

**✓ Principe :**

Le principe repose sur le traitement de l'huile en solution dans de l'acide acétique et du Chloroforme par une solution d'iodure de potassium.

Il s'agit de titrer l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

**✓ Mode opératoire :**

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

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

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

-Ajouter 75 ml d'eau distillée.

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

-Effectuer simultanément un essai à blanc.

**✓ Méthode de calcul :**

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

$$I_P = [(V - V_0) \times N \times 1000] / P \text{ (még d'O}_2 \text{ / 1 kg MG)} \quad (7)$$

Où :

**V<sub>0</sub>** : Volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour l'essai de blanc.

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

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

**P** : Masse de prise d'essai

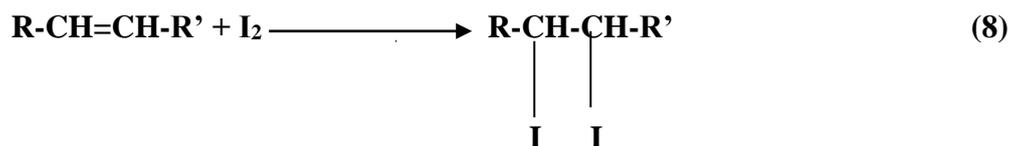
**III.2.2.5. Indice d'iode****✓ Définition :**

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

une solution de thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur coloré [54].

✓ **Principe :**

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



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



Après réaction complète, on ajoute un excès d'une solution d'iodure de potassium KI. L'excès de réactif de Wijs transforme les ions iodure  $\text{I}^-$  en di iode  $\text{I}_2$  selon la réaction:



Le di iode est dosé avec une solution titrée en ion thiosulfate  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ . La réaction entre l'iode en excès et le thiosulfate de sodium est donnée ci-dessous :



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



**✓ Mode opératoire :**

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

**✓ Méthode de calcul :**

L'indice d'iode est donné par la formule établie ci-dessous [49] :

$$I_I = [(V_0 - V) \cdot 126.9 \cdot N] / P \quad (I_2/100 \text{ g d'huile}) \quad (13)$$

$V_0$  : Volume (en ml) de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0,1 N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

$V$  : Volume (en ml) de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0,1 N) nécessaire pour titrer l'échantillon.

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

$N$  : Normalité de la solution de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  (0,1 N).

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

### III.3. Les analyses spectroscopiques

#### III.3.1. Spectrophotométrie UV-Visible

**✓ Définition**

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 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 [55].

**✓ Principe**

Le spectrophotomètre est un appareil permettant de mesurer l'absorbance d'une solution, pour différentes longueurs d'ondes. Pour cela, il fait passer un rayon d'une longueur d'onde choisie à travers une cuve contenant la solution à étudier. Les molécules de la solution absorbent plus ou moins le rayon lumineux, on définit alors l'absorbance pour cette longueur d'onde [56].

**✓ Mode opératoire**

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

**III.3.2.Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier****✓ Définition**

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

**✓ Principe**

Le faisceau infrarouge est dirigé vers un cristal transparent en IR et avec un indice de réfraction élevé (diamant, Ge,...). Le faisceau IR est réfléchi à l'interface échantillon-cristal puis dirigé vers le détecteur. Afin que le détecteur reçoive un signal, il faut que l'échantillon soit en contact intime avec le cristal. 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... [58].

✓ **Mode opératoire**

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

**CHAPITRE IV**  
**RESULTATS ET**  
**DISCUSSIONS**

Dans notre analyse, nous avons étudié l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de sésame en utilisant un procédé qui consiste à l'addition d'une huile.

Et pour ce faire, nous avons utilisé des techniques physico-chimiques et des techniques spectrales. En premier lieu, nous allons exposer les résultats relatifs à l'analyse physico-chimique établie sur les mélanges d'huiles, ensuite les analyses spectrales.

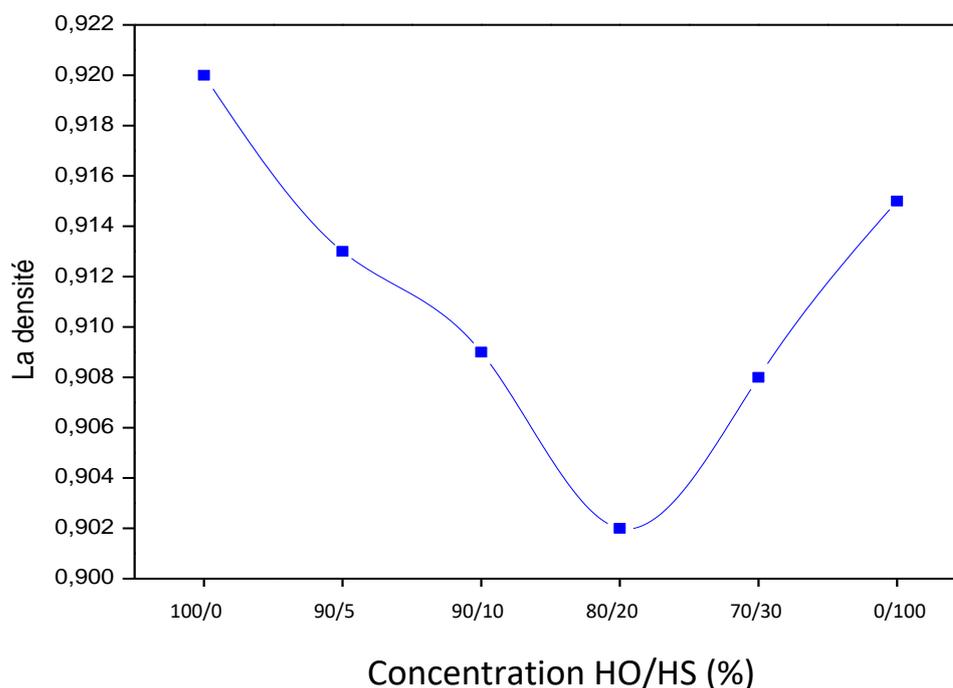
## IV.1. Analyses physico-chimiques

### IV.1.1. Effet de la concentration (%)

#### IV.1.1.1. Analyses physiques

##### IV.1.1.1.1. 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  $J_0$  sont rapportés dans la figure 11.



**Figure 11 :** Variation de la densité des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS.

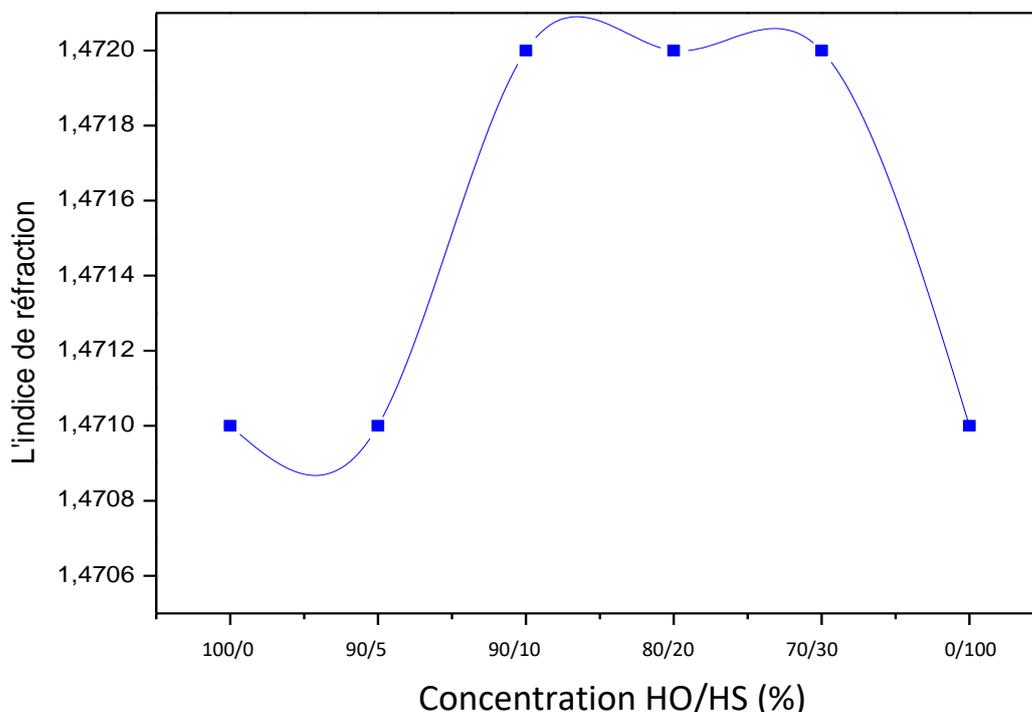
D'après la courbe, la densité de l'huile d'olive utilisée dans notre étude est de 0.920. Cette valeur est légèrement supérieure à celle fixée par la norme **COI** qui est de 0.910-0.916. Cela est dû probablement aux conditions de filtration et décantation. Concernant l'huile de

sésame ajoutée, sa densité est de 0,915, cette valeur est conforme aux normes données par COI qui est de 0.915-0.923, donc on peut dire que cette huile est pure.

L'allure de la courbe montre une diminution de densité de 100/0 à 80/20 puis une augmentation de 80/20 à 0/100, ce qui nous permet de dire que l'incorporation de l'huile de sésame dans l'huile d'olive a un effet sur la densité de ce dernier.

#### IV.1.1.1.2. 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 [56]. Les valeurs des indices de réfraction de l'huile d'olive ainsi l'huile enrichie sont représentées dans la figure 12.



**Figure 12** : Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS.

L'indice de réfraction de l'huile d'olive utilisé dans notre étude est de 1.4710, cette valeur est proche à celle établie par la norme CA qui est de 1,4667-1,4705.

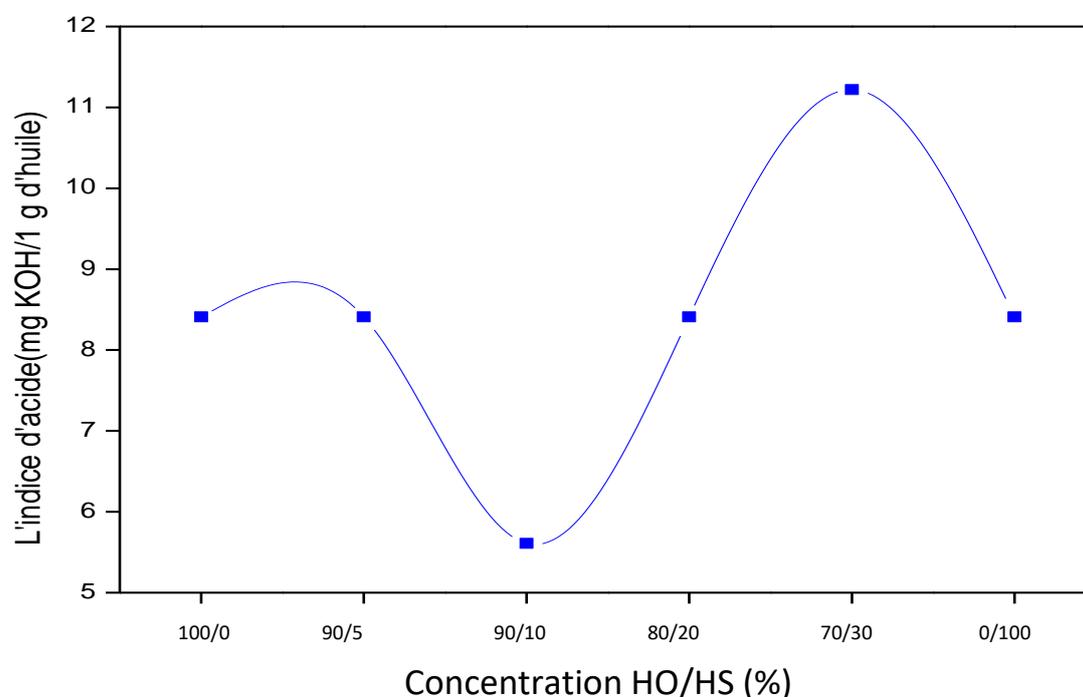
Selon Codex, 1983, la norme de l'indice de réfraction de l'huile de sésame est comprise entre 1,474-1,477, la valeur mesurée pour notre huile est de 1.471. Cette valeur se trouve proche de la norme. D'après l'allure de la courbe, on remarque une légère

augmentation de la valeur de l'indice de réfraction des mélanges au pourcentage de 90/10 jusqu'à 70/30 par rapport à celle de l'huile d'olive et l'huile de sésame, et cette légère augmentation est dû à la similarité des indices de réfractions de ces deux huiles.

#### IV.1.1.2. Analyses chimiques

##### IV.1.1.2.1. 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 13.



**Figure 13 :** Variation de l'indice d'acide des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS.

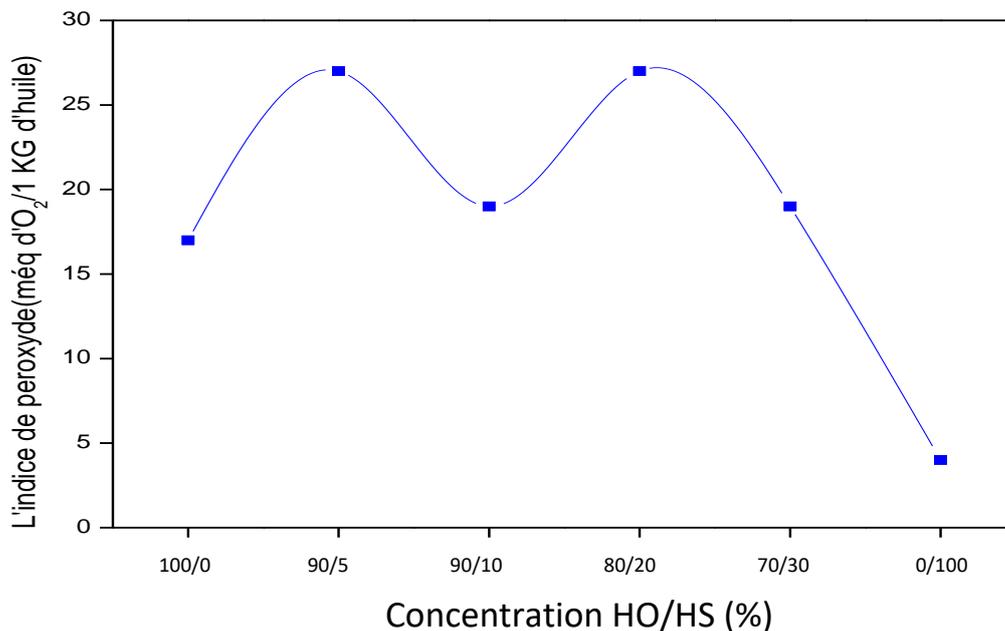
La valeur de l'indice d'acide trouvée pour l'huile d'olive et l'huile de sésame étudiée est de 8,41 (mg de KOH/1g d'huile) elle est supérieure à la norme fixée par COI et cela peut être attribuée à l'état de maturité avancé du fruit de l'olivier et/ou stockage des olives jusqu'à l'extraction, ce qui entraîne la détérioration des fruits et par conséquent l'augmentation en acides gras libres.

D'après la figure 13, on constate qu'au départ que le pourcentage 90/5 n'a pas d'effet sur l'indice d'acide, par la suite on observe une diminution au pourcentage 90/10 ce qui veut

dire qu'il ya une réduction d'acides gras, donc la présence de l'huile de sésame à ce pourcentage est bénéfique pour la stabilité de l'huile d'olive. Au delà de ce pourcentage on observe une nouvelle augmentation dû à la libération des acides gras.

#### IV.1.1.2.2. Indice de peroxyde

Cet indice est un bon indicateur de l'état de conservation d'un corps gras. Il mesure les hydroperoxydes totaux qui sont les premiers produits d'oxydation [57]. L'analyse des échantillons de l'indice de peroxyde à donné les résultats illustré dans la figure 14.



**Figure 14 :** Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS.

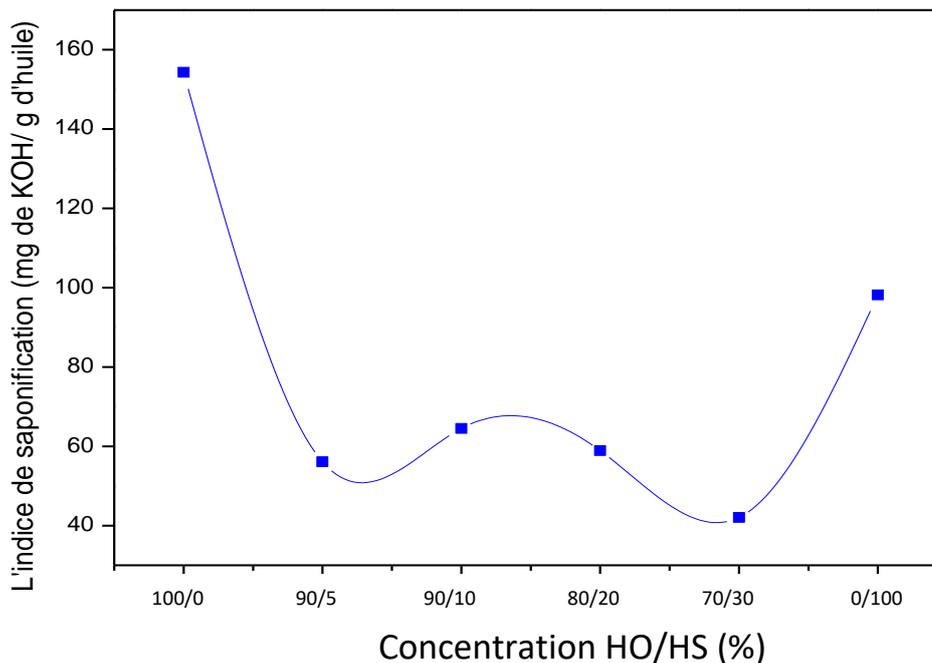
L'indice de peroxyde mesuré pour l'huile d'olive pure est de 17 még de O<sub>2</sub>/1 kg d'huile, cette valeur s'intègre dans l'intervalle établi par la norme **COI** ( $\leq 20$  még d'O<sub>2</sub>/1 kg d'huile). Pour l'indice de peroxyde de l'huile de sésame relevé lors de notre analyse et qui est de 4 még d'O<sub>2</sub>/1 kg d'huile, ce résultat correspond à la norme donnée par **Codex, 2005** (10 még d'O<sub>2</sub>/1 kg d'huile au max)

D'après la courbe de la figure 14 nous constatons une variabilité des valeurs de l'indice de peroxyde. Une augmentation de l'indice de peroxyde pour les pourcentages 90/5 et 80/20 alors que l'on observe une diminution de l'indice de peroxyde pour le pourcentage de 90/10. Cette concentration se trouve bénéfique et nous permet de dire que notre huile modifiée est stable.

#### IV.1.1.2.4. Indice de saponification

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

L'indice de saponification est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est courte [45]. Les résultats obtenus de l'indice de saponification pour les différents échantillons sont rapporté sur la figure 15.



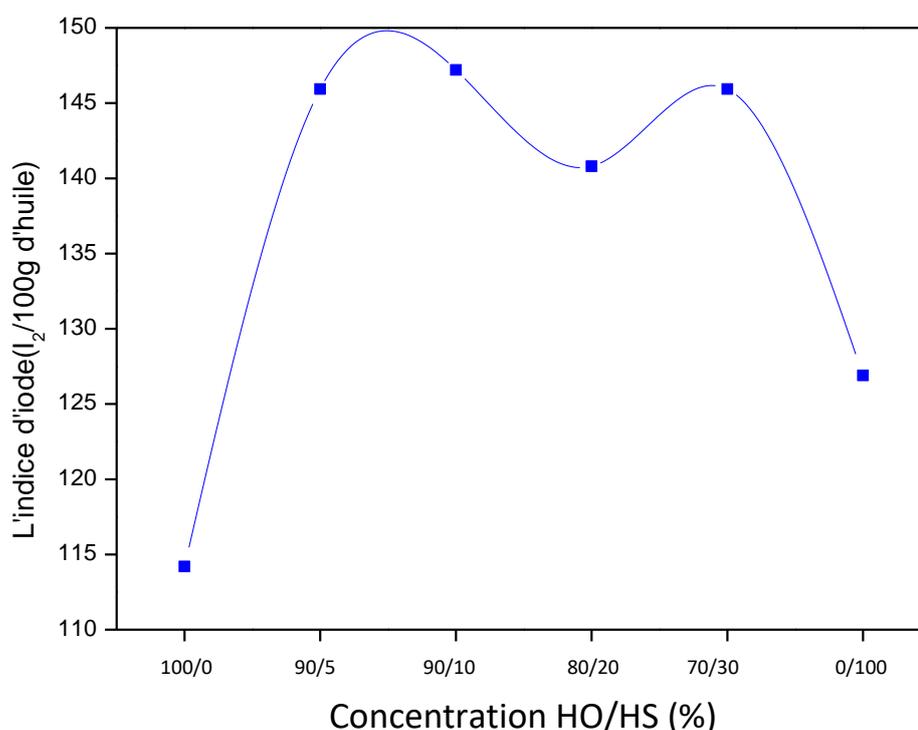
**Figure 15 :** Variation de l'indice de saponification des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS.

L'analyse de l'indice de saponification effectuée sur l'huile d'olive pure nous a donné la valeur 154,3 (mg de KOH/ 1g d'huile) et qui est inférieur a celle établie par la norme **COI** (184-196).D'après la valeur trouvée, on constate que la longueur de la chaîne carbonée des acides gras est longue. Pour l'huile de sésame pure, le résultat obtenu pour l'indice de saponification est de 98,19 (mg de KOH/1g d'huile), et cette valeur ne s'intègre pas dans l'intervalle donné par la norme **Codex, 2001** (186-195 mg de KOH/1g d'huile).

L'examen de la courbe sur la figure 15 montre une grande diminution de l'indice de saponification pour le pourcentage 90/5, ce qui signifie que ce pourcentage a pu modifier la longueur de la chaîne carbonée de l'huile d'olive.

#### IV.1.1.2.5. 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 [46]. Les valeurs obtenues pour l'indice d'iode pour les échantillons analysés sont illustrés sur la figure 16.



**Figure 16 :** Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS.

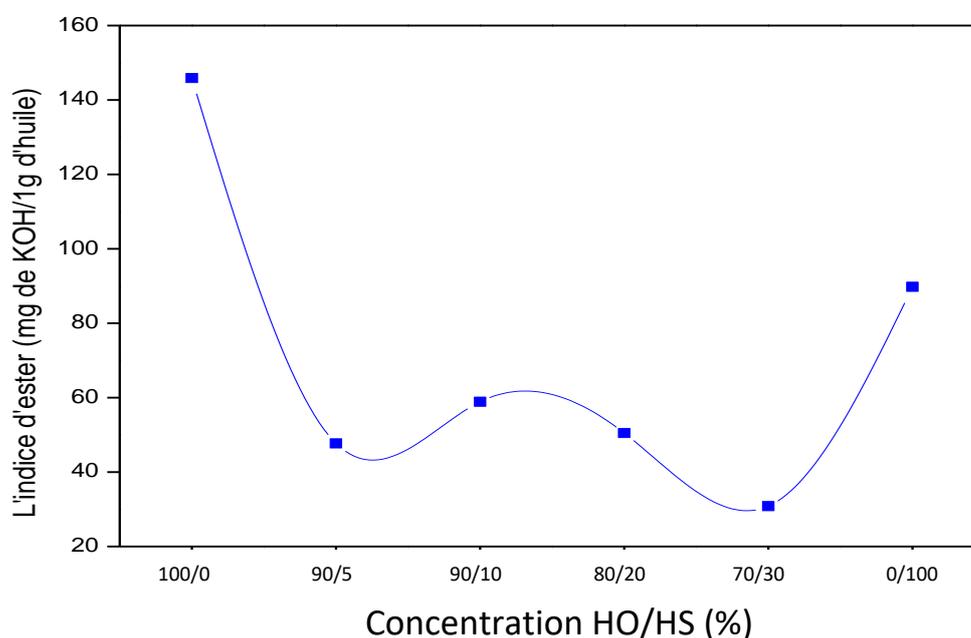
L'indice d'iode retrouvée pour l'huile d'olive pure dans notre expérience est de 114.2 (I<sub>2</sub> / 100 g d'huile). Cette valeur est supérieure à celle établie par la norme COI (74-94). On peut dire que notre huile étudiée est insaturée. Pour l'huile de sésame on a obtenu une valeur d'indice d'iode qui est égale à 126.9 (I<sub>2</sub>/100g d'huile), cette dernière est élevée comparant à la norme fixé par COI (104-120 I<sub>2</sub>/100g d'huile). Donc l'huile de sésame est insaturée, il suggère qu'il contient des niveaux élevés d'acide oléique et d'acide linoléique [58].

On voit bien que notre courbe présente une évolution importante d'indice d'iode au pourcentage 100/0 jusqu'à 90/5 puis une légère diminution jusqu'au pourcentage 80/20, par la suite, la courbe reprend une légère évolution au pourcentage 70/30.

D'après cette interprétation, on peut déduire que l'incorporation de l'huile de sésame à ces quantités 5 ; 10 ; 20 ; 30 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.1.1.2.6. Indice d'ester

A partir des deux indices de saponification et d'acide, on peut déduire l'indice d'ester de nos huiles étudiées, cet indice est utilisé pour connaître la longueur des chaînes carbonées des acides gras et évaluer la masse molaire des esters présents dans nos huiles. Les résultats obtenus pour l'indice d'ester des échantillons analysés sont représentés sur la figure 17.



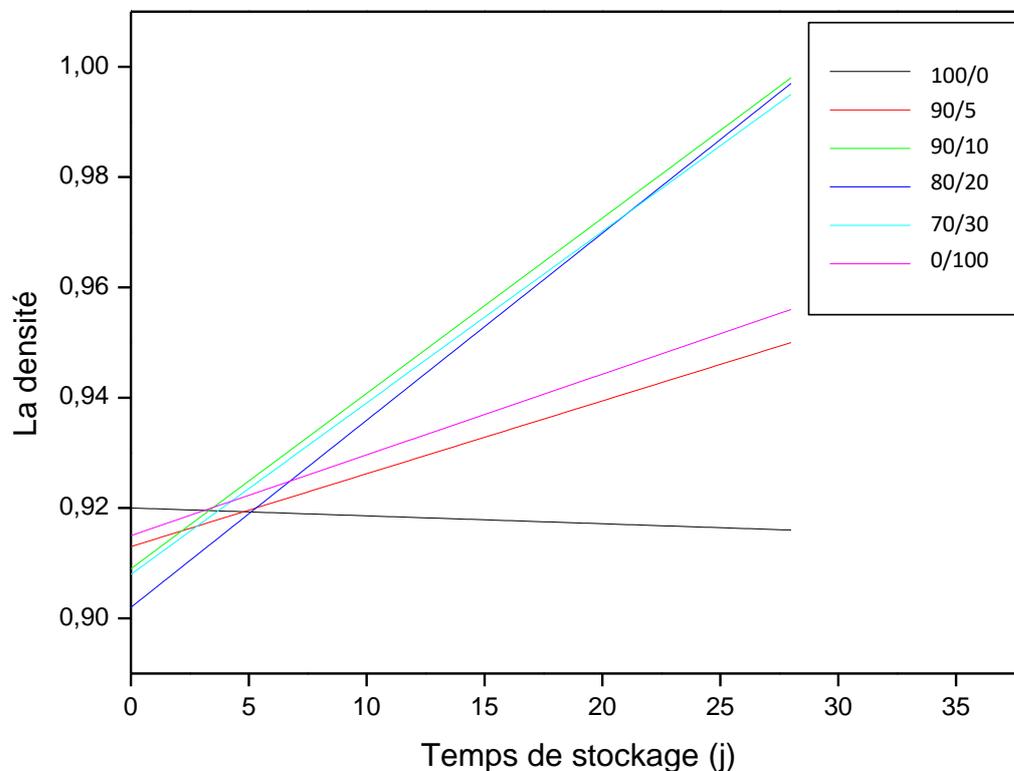
**Figure 17 :** Variation de l'indice d'ester des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS.

L'indice d'ester obtenu pour l'huile d'olive pure est de (145,89 mg de KOH / 1g d'huile), et celle de l'huile de sésame est de 89,78(mg de KOH/1g d'huile). D'après la courbe, on remarque que l'ajout de l'huile de sésame à différents pourcentages 90/5 ; 90/10 ; 80/20 ; 70/30 a influencé sur l'indice d'ester de l'huile d'olive pure en le diminuant. Cela est probablement dû à la modification de la masse molaire des esters de l'huile d'olive.

## IV.1.2.Effet du temps de stockage

### IV.1.2.1. Analyses physiques

#### IV.1.2.1.1. Densité



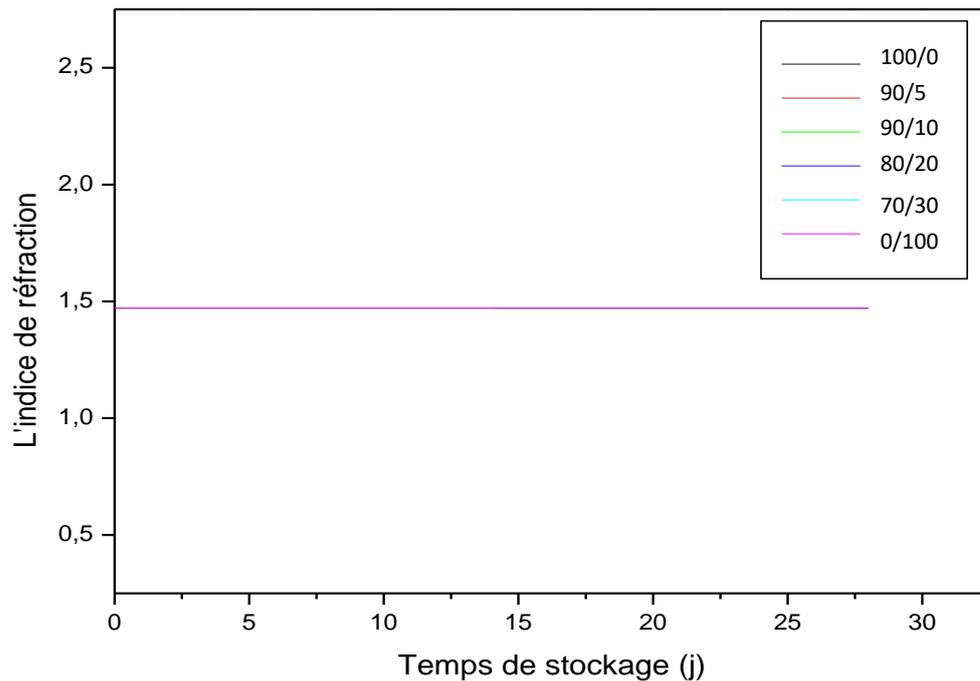
**Figure 18 :** Variation de la densité des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.

Sur la figure 18 sont représentées les courbes de la densité des échantillons d'huile en fonction du temps de stockage, on remarque que la densité des échantillons d'huile a augmenté pour les pourcentages 90/5 ; 90/10 ; 80/20 ; 70/30 ; 0/100 de [0,913-0,950], [0,909-0,998], [0,902-0,997], [0,908-0,995] respectivement, cela peut être expliqué par la diminution du poids des acides gras.

Par contre pour l'huile d'olive pure, la densité a diminué légèrement de [0,920-0,916].

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

## IV.1.1.1.2. Indice de réfraction

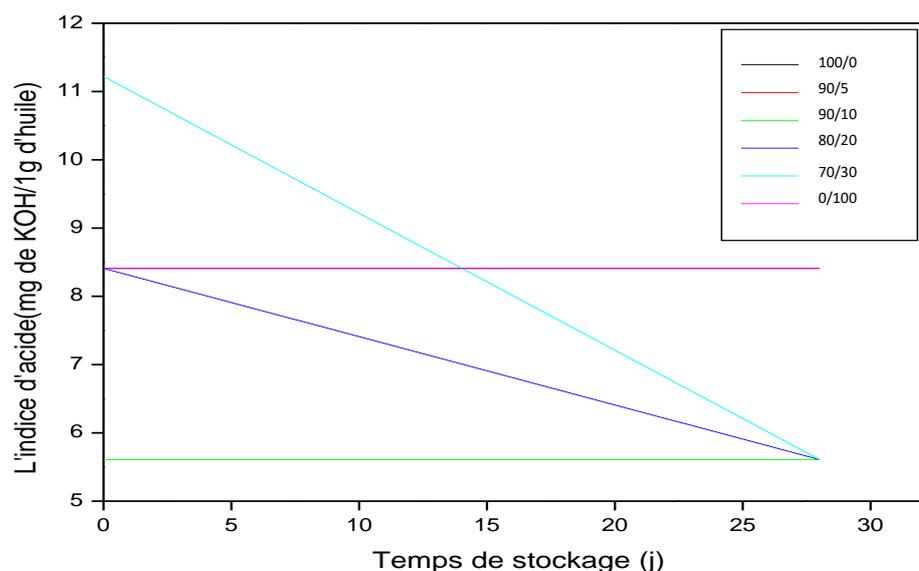


**Figure 19 :** Variation de l'indice de réfraction des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.

L'indice de réfraction de l'huile d'olive et l'huile enrichie est presque constant en  $j_0$  et  $j_{28}$ .

## IV.1.1.2. Analyses chimiques

## IV.1.1.2.1. Indice d'acide



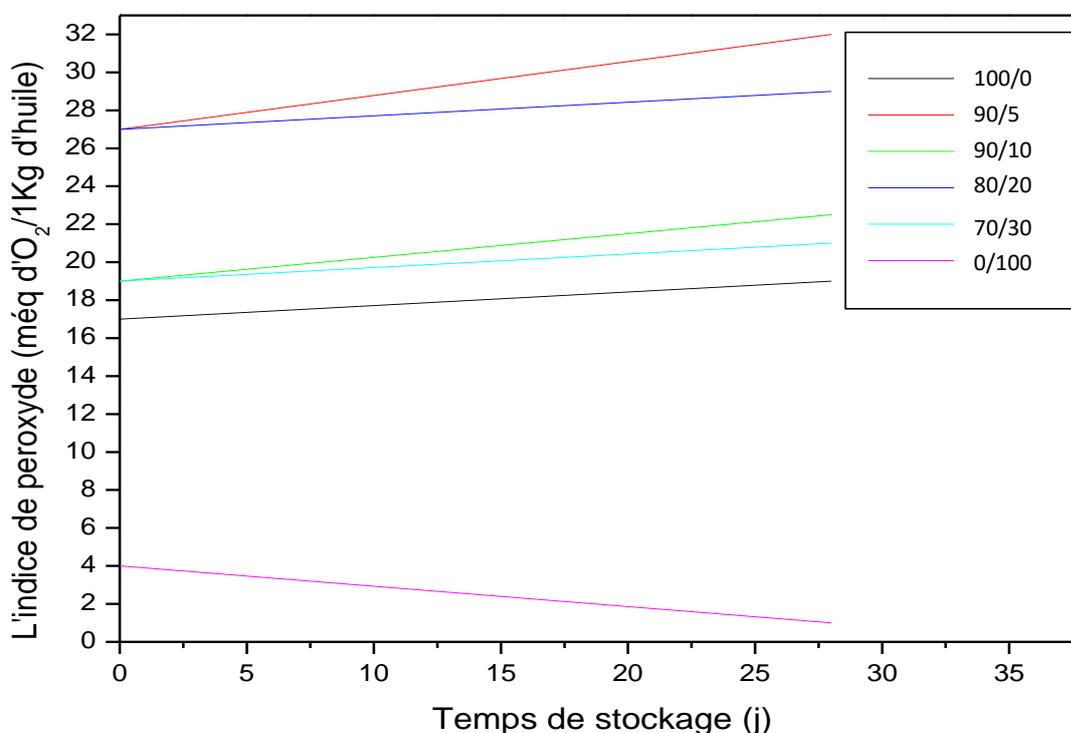
**Figure 20 :** Variation de l'indice d'acide des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.

D'après la courbe, on remarque que pour les échantillons 100/0 ; 90/5 ; 90/10 ; 0/100 leur indice d'acide est stable entre  $j_0$  et  $j_{28}$ .

Concernant les échantillons ayant les pourcentages suivants : 80/20 ; 70/30 on observe une diminution de l'indice d'acide entre  $j_0$  et  $j_{28}$ , 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 sésame effectué avec ces pourcentages a influencé positivement sur l'acidité de l'huile d'olive après 28j de stockage.

#### IV.1.1.2.3. Indice de peroxyde

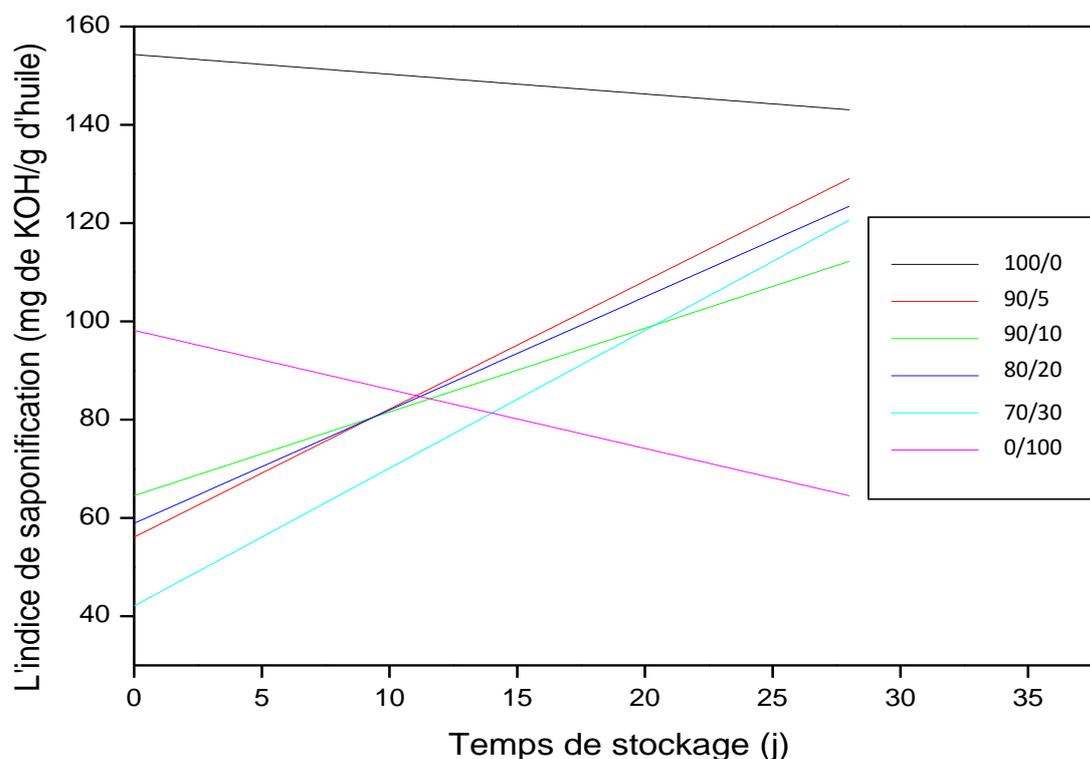


**Figure 21** : Variation de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.

L'huile d'olive pure a enregistré une évolution de l'indice de peroxyde après 28j de stockage, ce qui peut se traduire par la libération des hydroperoxydes qui sont les premiers produits d'oxydation.

L'indice de peroxyde de l'huile enrichie, a augmenté après 28j 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.

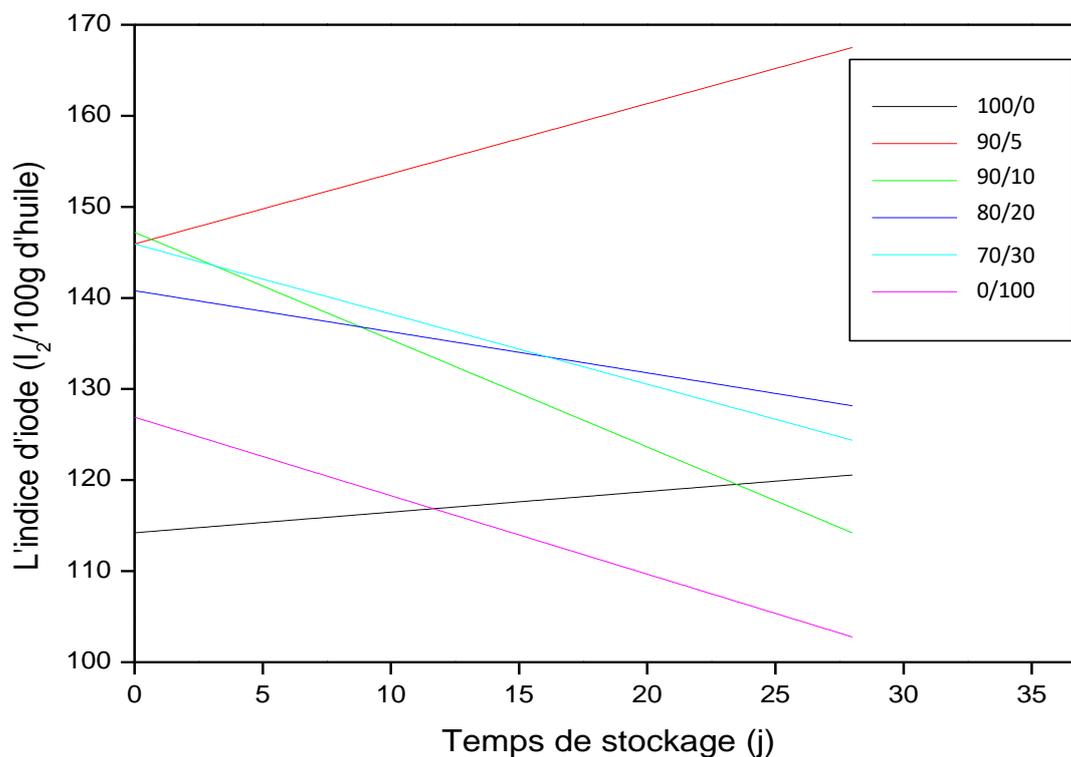
#### IV.1.1.2.4. Indice de saponification



**Figure 22 :** Variation de l'indice de saponification des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.

L'indice de saponification de l'huile d'olive pure et l'huile de sésame pure a diminué après 28j de stockage, et il a augmenté pour l'huile enrichie. On constate que le temps a influencé sur la chaîne carbonée de l'huile d'olive pure en faisant augmenter sa longueur.

## IV.1.1.2.5. Indice d'iode

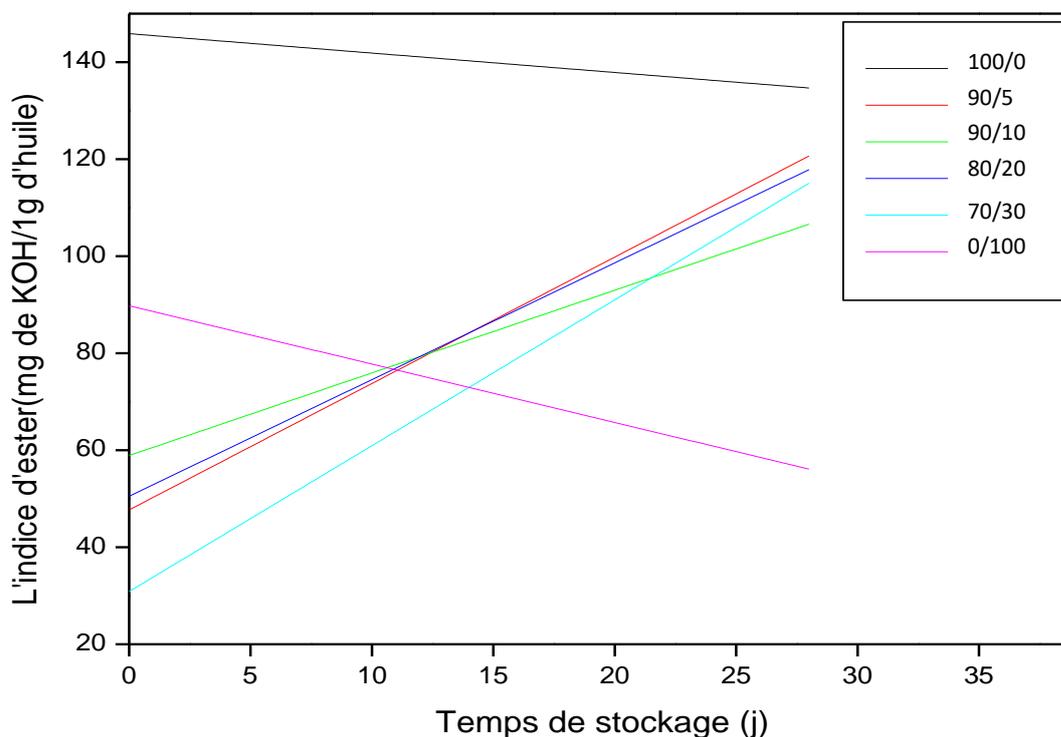


**Figure 23 :** Variation de l'indice d'iode des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.

L'indice d'iode de l'huile d'olive pure obtenu après 28j est élevé par rapport à celui obtenu à 0j, ce qui veut dire que le nombre d'insaturation a augmenté et cette huile est oxydée.

L'enrichissement de cette huile d'olive par l'huile de sésame au pourcentage 90/5 a fait augmenter son indice d'iode après 28j ce qui n'est pas bénéfique, par contre l'enrichissement aux pourcentages 90/10 ; 80/20 ; 70/30 ; a fait diminuer l'indice d'iode ce qui est bénéfique pour la stabilité à l'oxydation de l'huile d'olive pure.

## IV.1.1.2.6. Indice d'ester



**Figure 24 :** Variation de l'indice d'ester des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage.

L'indice d'ester de l'huile d'olive pure et l'huile de sésame pure a diminué après 28j de stockage, et il a augmenté pour l'huile enrichie. L'enrichissement a influencé sur la masse molaire des esters après 28j de stockage.

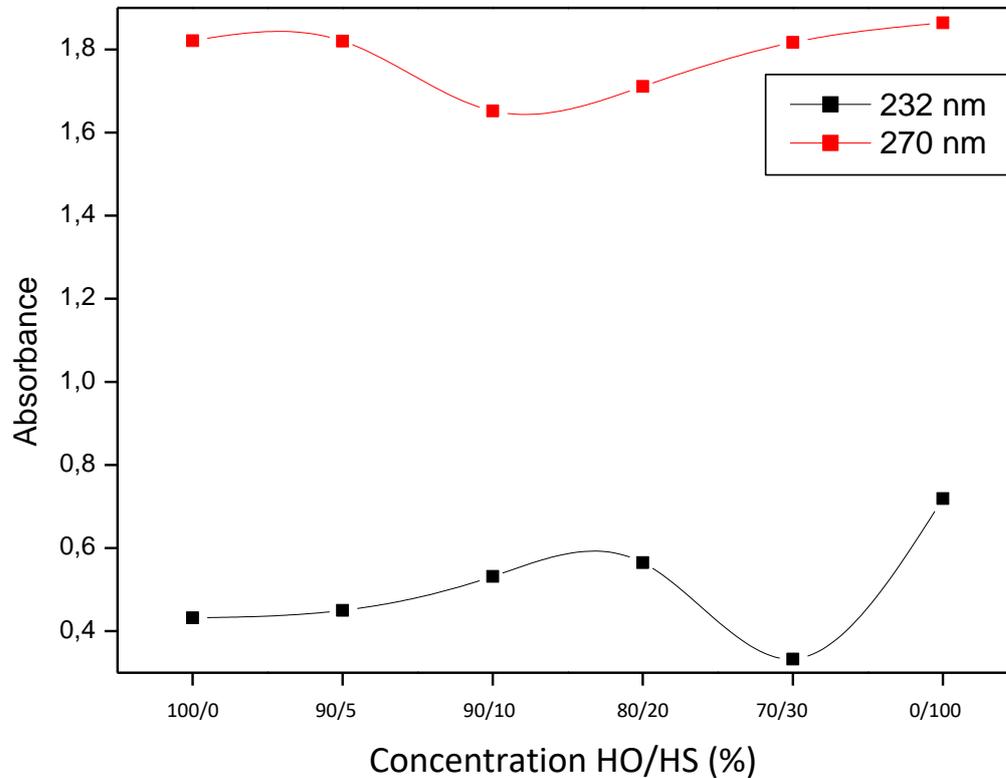
## IV.2. Analyses spectroscopiques

### IV.2.1. Spectrophotométrie UV-Visible

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

### IV.2.1.1.Effet de la concentration (%)

Les résultats obtenus pour l'absorbance des échantillons d'huiles sont représentés sur la figure 25.



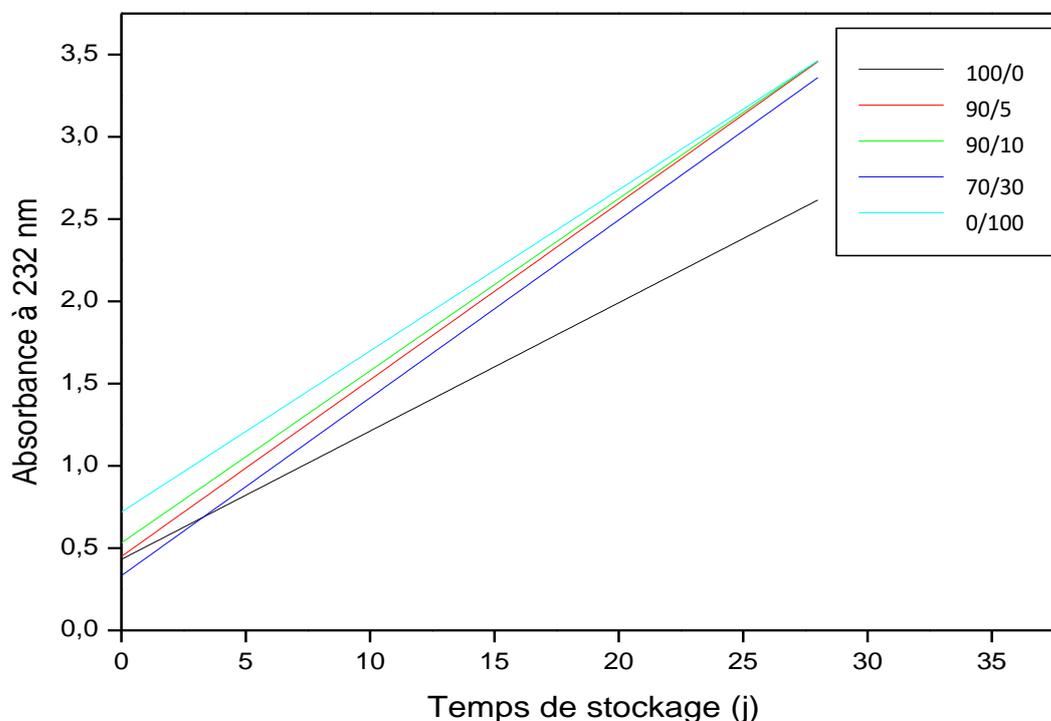
**Figure 25 :** Variation de l'absorbance des échantillons d'huiles en fonction de la concentration HO/HS à 232nm et 270 nm.

La valeur d'absorbance enregistré pour l'huile d'olive pure est de 0,432 à 232 nm .Cette valeur est conforme à la norme COI ( $\leq 2,24$ ). Par contre à 270 nm la valeur trouvée est de 1,821 qui est supérieur à la norme COI ( $\leq 0,30$ ).

La courbe sur la figure 25 nous montre qu'il ya une évolution d'absorbances à 232 nm pour les pourcentages 90/5 ; 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.

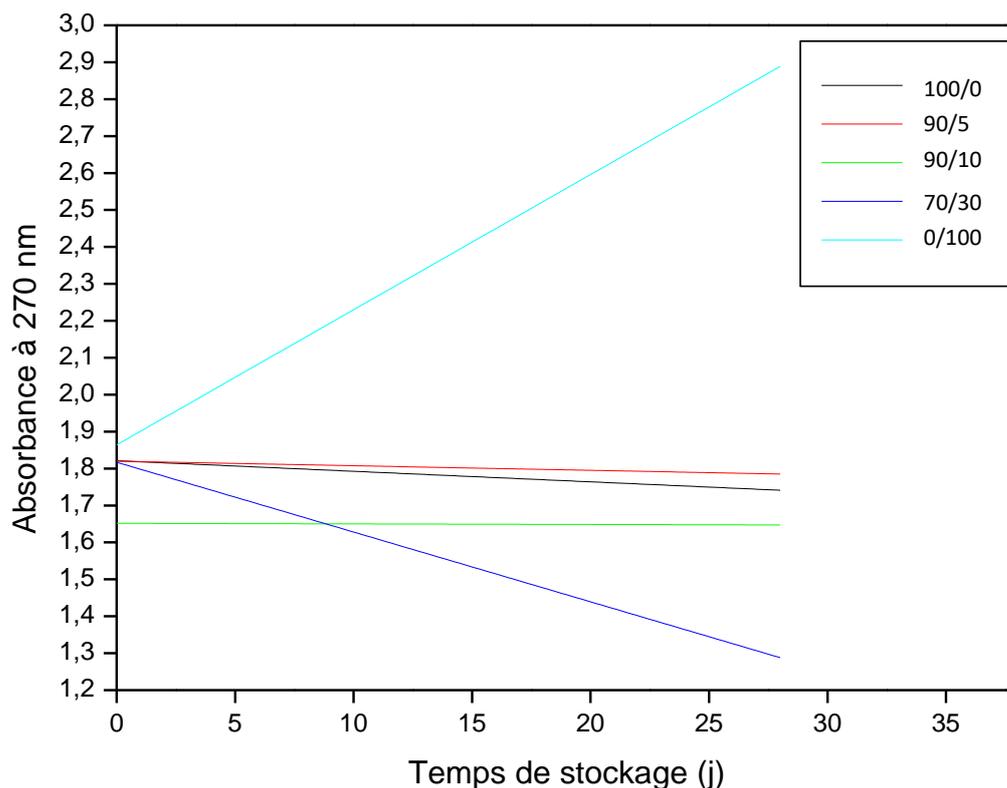
### IV.2.1.2.Effet du temps de stockage

Les absorbances des échantillons d'huile à 232nm et 270nm après 28j de stockage sont représentées dans la figure 26.



**Figure 26:** Variation de l'absorbance des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage à 232nm.

Au cours du stockage des échantillons d'huiles, on a constaté que les valeurs d'absorbances à 232 nm augmentent pour tous les pourcentages entre  $J_0$  et  $J_{28}$ , ceci est probablement dû à l'oxydation des acides gras qui conduit à la formation des hydroperoxydes (les produits de l'oxydation primaire).



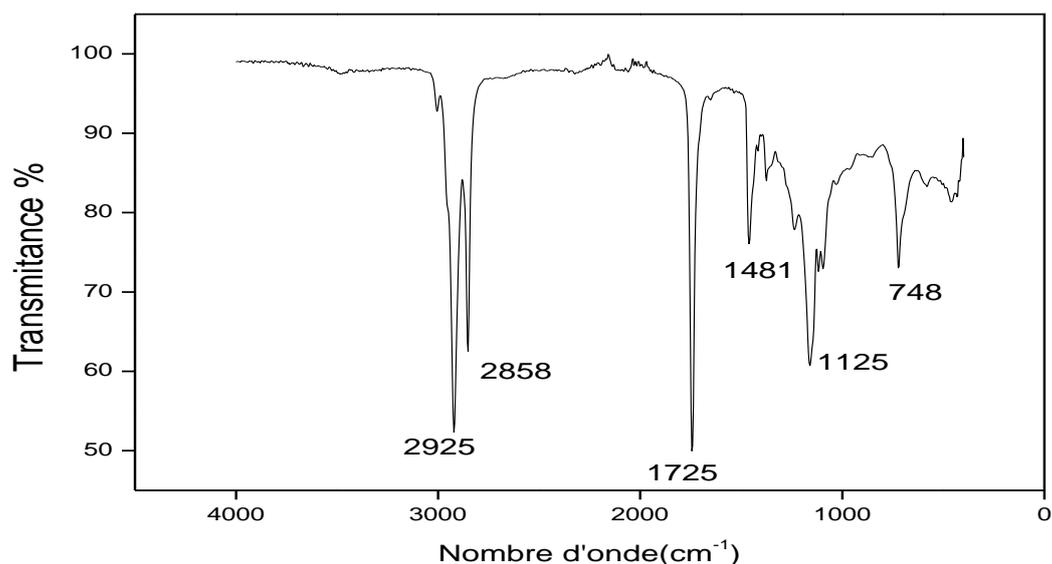
**Figure 27:** Variation de l'absorbance des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage à 270 nm.

D'après la courbe sur la figure 27 on constate que les valeurs d'absorbances enregistrées présente une diminution entre  $J_0$  et  $J_{28}$  pour tous les échantillons préparés.

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 a Transformée de Fourier

Nous avons utilisé pour notre analyse infrarouge un spectrophotomètre ATR, les résultats obtenus sont rassemblé dans les figures 12345 et les tableaux 12345 respectivement.

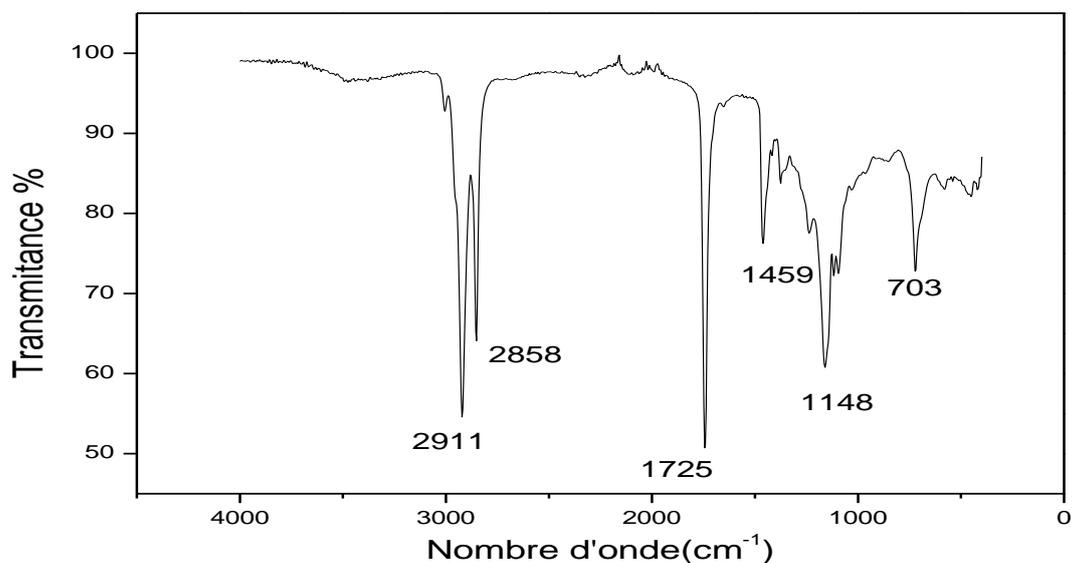


**Figure 28:** Spectre IR d'huile d'olive pure à j<sub>0</sub>.

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

**Tableau 10 :** position et identification de bandes observées par l'analyse IR de l'huile d'olive pur à j<sub>0</sub>.

Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèce identifiée	Intensité
2925	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
2858	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
1725	Liaison (C=O) cétone	Intense
1481	Liaison CH <sub>2</sub> alcane	Faible
1125	Liaison (C-O) alcool secondaire	Moyenne
748	4H adjacents	Faible

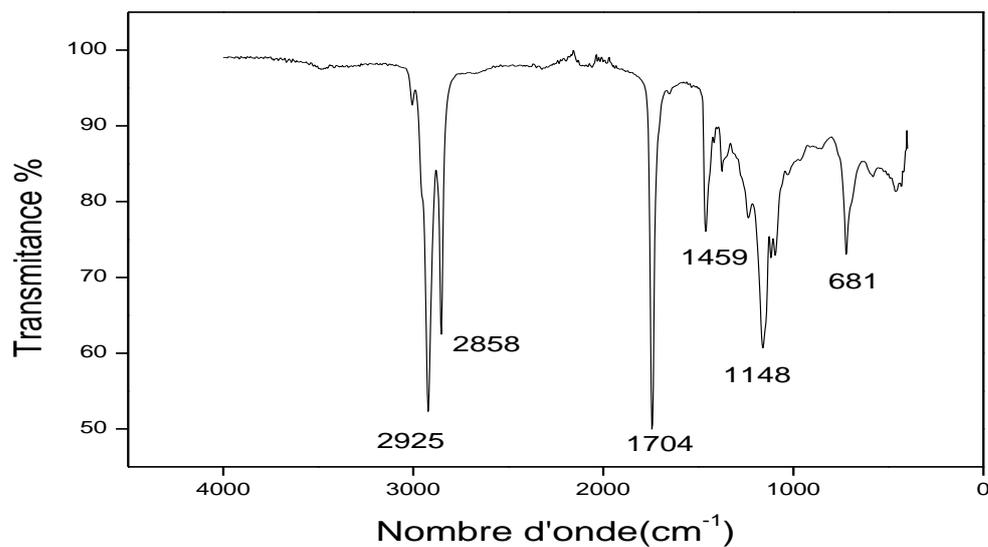


**Figure 29** : Spectre IR d'huile d'olive à j28.

Les différents groupements observés sont regroupé dans le tableau 11.

**Tableau 11** : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour l'huile d'olive à j28.

Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèce identifiés	Intensités
2911	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie	Intense
2858	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
1725	Liaison (C=O) cétone	Intense
1459	Liaison δ(CH <sub>2</sub> ) alcane Liaison (C=C) aromatique	Faible
1148	Liaison (C-O) alcool tertiaire δ(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Moyenne
703	R-CH=CH-R'	Faible

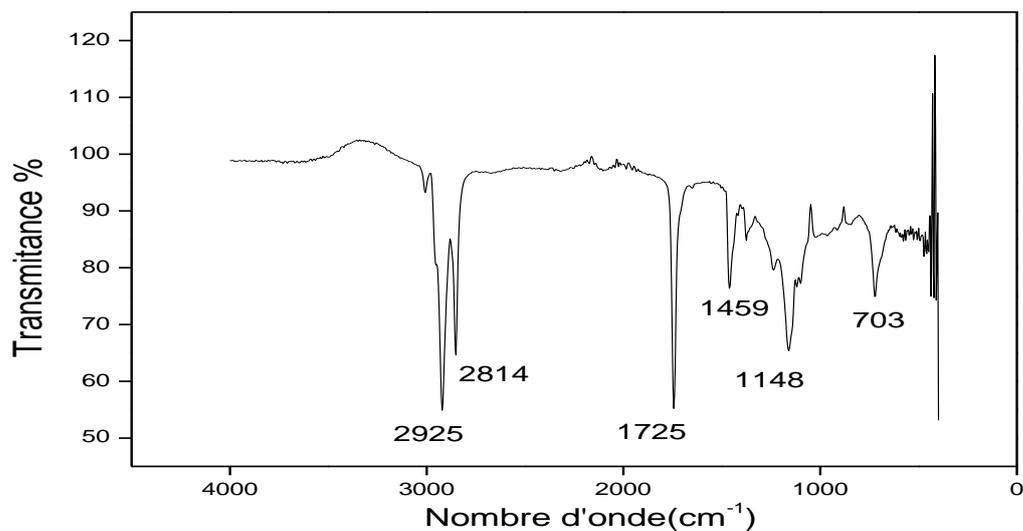


**Figure 30** : Spectre IR d'huile de sésame à j<sub>0</sub>.

Les différents groupements observés sont rassemblés dans le tableau 12.

**Tableau 12** : Positions et identifications de bandes observées par IR d'huile de sésame à j<sub>0</sub>.

Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèce identifiées	Intensité
2925	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
2858	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
1704	Liaison (C=O) acide saturé	Intense
1459	Liaison δ(CH <sub>2</sub> ) alcane Liaison (C=C) aromatique	Faible
1148	Liaison (C-O) alcool tertiaire δ(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Moyenne
681	R-CH=CH-R'	Faible

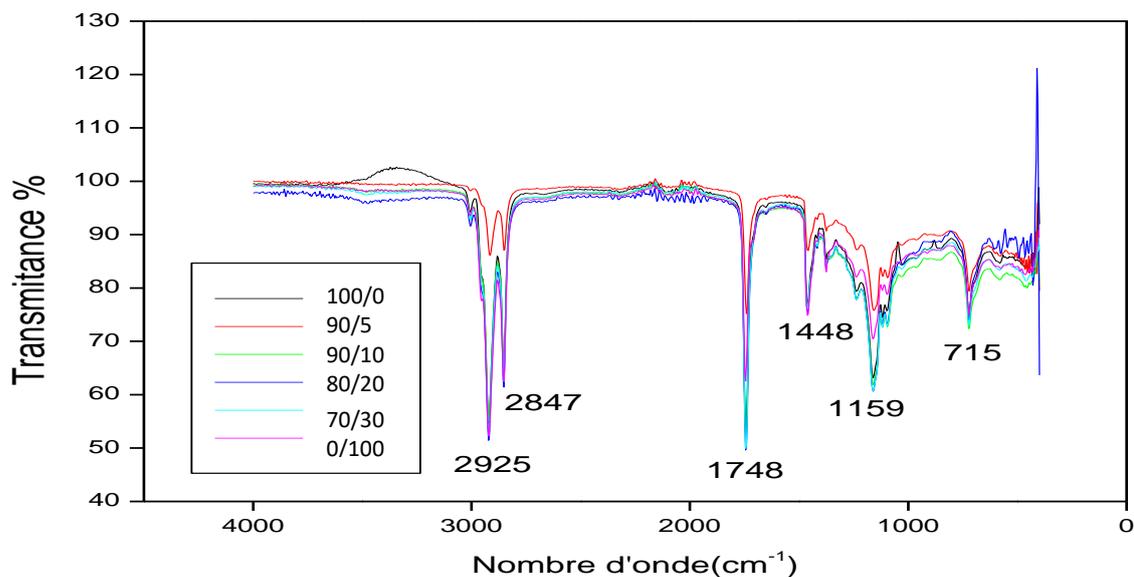


**Figure 31** : Spectre IR d'huile de sésame à j<sub>28</sub>.

Les différents groupements observés sont rassemblés dans le tableau 13.

**Tableau 13** : Position et identification de bandes observées par IR d'huile de sésame à j<sub>28</sub>.

Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèce identifié	Intensité
2925	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde.	Intense
2814	Liaison(C-H) alcane	Intense
1725	Liaison (C=O) cétone	Intense
1459	Liaison δ(CH <sub>2</sub> ) alcane Liaison (C=C) aromatique	Faible
1148	Liaison (C-O) alcool tertiaire δ(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Moyenne
703	R-CH=CH-R'	Faible



**Figure 32:** Spectre IR obtenus pour les pourcentages HO/HS.

Les différents groupements observés sont rassemblé dans le tableau 14.

**Tableau 14 :** Position et identification de bandes observées par IR d'huile pour les mélanges.

Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèce identifié	Intensité
2925	Liaison C-H alcane Liaison O-H acide lie Liaison (R-CHO) l'aldéhyde	Intense
2847	Liaison C-H alcane Liaison (R-CHO) Liaison O-H acide lié	Moyenne
1748	Liaison (C=O) cétone Liaison(C=O) ester	Intense
1448	Liaison δ(CH <sub>2</sub> ) alcane Liaison (C=C) aromatique	Faible
1159	Liaison C-O ester δ(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Moyenne
715	R-CH=CH-R'	Faible

# Conclusion

### Conclusion

Notre travail est consacré à l'étude de l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de sésame à différentes conditions de concentrations en huile de sésame et de 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, indice de saponification, la densité, indice de réfraction, indice d'iode, indice d'ester, indice de peroxyde, UV-Visible et Infrarouge) ont été utilisés.

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

- L'enrichissement a un effet sur : la densité, l'indice de saponification et l'indice d'ester de l'huile d'olive, mais pas sur l'indice de réfraction.
- Les résultats de l'analyse de l'indice d'acide, de l'indice d'iode et qui sont en corrélation nous confirme l'intérêt de l'ajout de l'huile de sésame dans l'huile d'olive en améliorant sa stabilité oxydative.
- Pour l'indice de peroxyde, le pourcentage 85/15 se trouve bénéfique pour la stabilité oxydative de l'huile d'olive.
- L'analyse par spectrophotométrie UV-Visible à 232nm montre une présence d'une oxydation primaire (lente) et l'absence des produits secondaires d'oxydation à 270nm.

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

Ce travail est certainement appelé à être approfondi par l'utilisation d'autre méthodes plus performantes.

**Références**

**Bibliographiques**

## Références bibliographiques

- [1]: H. KAVUNCUOGLU ; T D.CAPARI ; S.KARAMANI ; H.YALCINI. Oxidative stability of extra virgin olive oil blended with sesame seed oil during storage: an optimization study based on combined design methodology. *Food Measure*. P173-183.2017.
- [2]: M.NAMIKI. The Chemistry and Physiological Functions of Sesame. *J. Food Reviews International*. P281-329.1995.
- [3]: J. CHUNG, J. LEE, E. CHOE, *J. Food Sci.*P574–578.2004.
- [4]: D.BOSKOU; M.TSIMIDOU; M.LYTRIDOU; V.LAGOURI. On the determination of minor phenolic acids of virgin olive oil by RP-HPLC. *J. GRASAS Y ACEITES*. P151-157.1996.
- [5] : S.VEILLET. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive: entre tradition et innovation. Thèse Université d'Avignon.2010.
- [6] : 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.
- [7] : N.BENYAHIA; K.ZEIN. Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solutions récemment développées. Contribution spéciale de « Sustainable Business Associates » à l'atelier « Pollution and development issues in the Mediterranean Basin ». 2ème conférence internationale « Swiss Environmental solutions for Emerging countries » (SESEC II) à Lausanne.Suisse.2003.
- [8]: Conseil Oléicole International. 2015. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de Grignons d'olive.COI/T.15/NC n°3/R2V.8
- [9]: J.RAN. Comparison of chemical quality standards for New Zealand extra virgin olive oil: a thesis submitted in partial fulfilment of the requirement for the degree of Master of food Technology at Massey University.New Zealand (Doctoral dissertation, Massey University).2014.
- [10] : L.ABAZA; M.MSALLEM; D.DAOUD; M.ZARROUK. Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oléagineux , Corps gras, Lipides*. P174-179.2002.
- [11]: S.AZADMARD-DAMIRCHI. Olive Oil Phytosterols, Tracing of Adulteration with Hazelnut Oil and Chemical Interesterification.2007.
- [12]: M.BENLEMLIH; J.GHANAM. Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé. Macro pietteur éd. Embourg (Belgique).2012.
- [13]: M.SERVILI; G F.MONTEDORO. Contribution of phenolic compounds to virgin olive oil quality. *J. Lipid Science and Technology*. P602-613.2002.

- [14]: A.MAROUANE; A.NAOUI; H.MEDJAHED; K.ALI; A.SAADI. Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal Biological Chemical Science*. P1865-1870.2014.
- [15] : J.SOULIER; M.FARIUNE. L'insaponifiable. In : Manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. Technique Et Documents. P95-112.1992.
- [16]: T.SMITH; G.YANG; D.SERIL. Inhibition of 4-(methylnitrosamino)-1-(3-pyridyl)-1 butanone-induced Lung Tumorigenesis by Dietary Olive Oil and Squalene. *J. Carcinogenesis*. P703-706. 1998.
- [17]: C.RAO; H.NEWMARK; B.REDDY. Chemopreventive Effect of Squalene on Colon Cancer. *J. Carcinogenesis*. P287-290.1998.
- [18]: A.AWAD; K.CHANK; A.DOWNIE; C.FINK. Peanuts as a source of beta- sitosterol a sterol with anticancer properties. *J. Nutrition and cancer*. P238-241.2000.
- [19]: E.PSOMIADOU; K.KARAKOSTAS; G.BLEKAS. Proposed Parameters for Monitoring Quality of Virgin Olive Oil (Koroneiki cv). *Eur. J. Lipid Sci.Technol*. P403-408.2003.
- [20]: W.OWENR; A.GIACOSA; W E.HULL; R.HAUBNER. The antioxidant/ anticancer potential of phenolic compounds isolated from olive oil *J. E G C*. P1235-1247.2000.
- [21]: J R. MORELLÓ; M J.MOTILVA; M J.TOVAR; M P.ROMERO. Changes in commercial virgin olive oil (cv Arbequina) during storage, with special emphasis on the phenolic fraction. *Food Chemistry*. P357-364.2004.
- [22]: E.PSMIADOU; M.TSIMIDOU. Stability of Virgin Olive Oil.1. Autoxidation Studies.2003.
- [23]: K.TANOUTI; A.ELAMRANI; H.SERGHINI-CAID; A.KHALID; Y.BAHETTA; A.BENALI; M.HARKOUS; M.KHIAR. Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (Iakrama et Kenine) au niveau du Maroc oriental. *Les technologies de laboratoire*. P18- 26.2010.
- [24]: M D.SALVADOR; F.ARANDA; G.FREGAPANE. Influence of fruit ripening on 'Cornicabra' virgin olive oil quality: A study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*. P45-53.2001.

[25]: D. GIUFFRIDA; F.SALVO; A.SALVO; L.PERAL; G.DUGO. Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties. Food Chemistry.2006.

[26]: J L.PERRIN . Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et de son huile. Etude et recherche. P25-31.1992.

[27] : A.KIRITSAKIS; M.OSMAN. Effets du carotène et de l' $\alpha$ - tocophérol sur la stabilité photo- oxydative de l'huile d'olive. Olivae, 56 : P25-28.1995.

[28] :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.

[29]: B.SEKOUR. Phytoprotection de l'huile d'olive(H.O.V) par l'ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin).Mémoire de Magister. Université de Boumerdes.2012.

[30]: F.CAPONIO; V.DURANTE; G.VARVA; R.SILLETTI; M A.PREVITALI; I.VIGGIANI; A.BAIANO. Effect of infusion of spices into the oil vs combined malaxation of olive paste and spices on quality of naturally flavoured virgin olive oils. Food chemistry, 202, P221-228.2016.

[31]: J.DELGADO-ADÁMEZ; M N F.BALTASAR; M C A.YUSTE; D.MARTÍN-VERTEDOR. Oxidative stability, phenolic compounds and antioxidant potential of a virgin olive oil enriched with natural bioactive compounds. Journal of oleo science.P55-65.2014.

[32]: M L.CLODOVEO; T.DIPALMO; P.CRUPI; V.DURANTE; V.PESCE; I.MAIELLARO; ... C.FRANCHINI. Comparison Between Different Flavored Olive Oil Production Techniques: Healthy Value and Process Efficiency. Plant Foods for Human Nutrition. 81-87.2016.

[33]: S.ACHAT; V.TOMAO; K.MADANI; M.CHIBANE; M.ELMAATAOUI; O.DANGLES; F.CHEMAT. Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. Ultrasonicsonochemistry. P777-786.2012.

[34]: S.VEILLET; V.TOMAO; F.CHEMAT. Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil. Food Chemistry.P905-911.2010.

[35]: G C.PEÑALVO; V R.ROBLEDO; C S C.CALLADO; M J.SANTANDER-ORTEGA; L.CASTRO- VÁZQUEZ; M V.LOZANO; M M.ARROYO-JIMÉNEZ. Improving green enrichment of virgin olive oil by oregano. Effects on antioxidants. Food chemistry, P197.509-515.2016.

[36]: Y. LI; A S.FABIANO-TIXIER; V.TOMAO; G.CRAVOTTO; F.CHEMAT. Green ultrasound-assisted extraction of carotenoids based on the bio-refinery concept using sunflower oil as an alternative solvent. Ultrasonicsonochemistry.P12-18.2013.

[37]: S.ACHAT; V.TOMAO; K.MADANI; M.CHIBANE; M.ELMAATAOUI; O.DANGLES; F.CHEMAT. Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. Ultrasonicsonochemistry. P777-786.2012.

[38]: <https://fr.wikipedia.org/wiki/Sésame>.

[39]: A.ASHRI; R J.SINGH . Sesame (*Sesamum indicum* L.). Edition: RAM J. SINGH. P232-278.2007.

[40]: E.UZUN; k.KRISTIINA; N.ASOKAN. Usability Analysis of Secure Pairing Methods. J. Cryptography and Data Security. P307-324.2007.

[41]: F X.NASCIMENTO; C.BRÍGIDO; B R.GLICK; S.OLIVEIRA; L.ALHO. Mesorhizobium ciceri LMS-1 expressing an exogenous

1-aminocyclopropane-1-carboxylate (ACC) deaminase increases its nodulation abilities and chickpea plant resistance to soil constraints. J. Letters in applied.P15-21.2012.

[42]: P.NITI; A K.RAI; K.RATNA; K V.BHAT .Value addition in sesame: A perspective on bioactive components for enhancing utility and probability. Pharmacogn Rev. P147–155.2014.

[43]: K R.ANILAKUMAR; A.PAL; F.KHANUM; A S.BAWA. Nutritional, medicinal and industrial uses of sesame (*Sesamum indicum* L). J Agriculturae conspectus scientificus. P159-

168.2010.

[44]: R.El MOKNI; M H.EL AOUNI. Le sésame, *Sesamum indicum* L. (Pedaliaceae) une adventice récemment naturalisée en Tunisie. POIRETIA, la revue naturaliste du Maghreb.2013.

[45]: A.ASGHAR; M.MAJEED; M N.AKHTAR. A review on the utilization of sesame as functional food. J Food Sciences and Nutrition. P21-34.2014.

[46]: T.TASHIRO; Y.FUKUDA; T.OSAWA; M J.NAMIKI. Amer.Oil Chem. Soc.76, P508-511.1990.

[47]: Codex, 1983. Norme pour les huiles végétales comestibles, Huile comestible et sésame, CODEX STAN 26-1981. (XI) FAO/OMS, Rome.P63.

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

[49] : WOLFF J.P.Manuel d'analyse des corps gras. Edition Azoulay , Paris. 1968.

[50] : Z.MOHANDI. « 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. P89-92.2006.

[51]: FAO.1979.Manuel of food quality control. Edition3. Commodities Food and Agriculture organisation of the United Nations. Rome. P409.

[52] : M.NJUSSA.« Etude des propriétés physico-chimiques des huiles végétales camerounaises ».Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du D.I.P.E.S.II. P50.1999.

[53] :J. DJOM.« Suivi de la palmisterie du processus de fabrication de l'huile de palme et contrôle de qualité des produits finis ». Mémoire de fin d'étude. ENSIAAAC .Université de n'Gaoundéré. P51.2001.

[54]: S G.SUDKE; D M.SAKARKAR.An Extensive Insight on Physico-Chemical Characterization of Hot-Melt Coating Excipients . J. PharmTech Research. P879-893.2013.

[55]: N.Yahiaoui . « 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.2012.

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

[57]: M.Chavanne. « Chimie organique Expérimentale ». Edition Modulo Canada.1986.

[58] : N.Allende « Livre blanc spectroscopie Infrarouge ». Edition shimadzu (excellence science) France.2015.

[59]: P E.Dim . Extraction and Characterization of Oil from Sesame Seed. J. Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences. P752.2013.

[60]: C.Tchiégang; O M.Ngo; A.Dandjouma C.Lapse . Qualité et stabilité de l'huile extraite par pressage des amandes de ricinodendron heudelotti (Bail.) pierre ex pax pendant La conservation a température ambiante. J. Food Eng.P69-77.2004.

[61]: M.Elleuch; S.Besbes; O.Roiseux; C.Blecker; H.Attia . Quality Characteristics of Sesame Seeds and Byproducts. J. Food Chem. P641-650.2007.

## **Résumé**

Dans cette étude, l'huile d'olive était mélangée avec l'huile de sésame à différentes concentrations (100/0 ; 90/10 ; 85/15 ; 80/20 ; 75/25 ; 0/100) et stockée pendant 28 jours à température ambiante. Dans le but d'évaluer la stabilité oxydative de l'huile d'olive, des analyses physico-chimiques et spectrales (indice d'acide, indice de saponification, la densité, indice de réfraction, indice d'iode, indice d'ester, indice de peroxyde, UV-Visible et infrarouge) ont été réalisés. Il a été observé que la présence de l'huile de sésame dans les échantillons a diminué l'oxydation de l'huile d'olive enrichie pendant le stockage. L'analyse par spectrophotométrie UV-Visible à 232nm montre une oxydation primaire lente et l'absence des produits secondaires d'oxydation à 270nm.

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

## **Abstract**

In this study, olive oil was mixed with sesame oil at different concentrations (100/0, 90/10, 85/15, 80/20, 75/25, 0/100) and stored for 28 days at room temperature. In order to evaluate the oxidative stability of olive oil, physico-chemical and spectral analyzes (acid number, saponification number, density, refractive index, iodine number, ester number, peroxide index, UV-Visible and infrared) have been made. It has been observed that the presence of sesame oil in the samples decreased the oxidation of enriched olive oil during storage. Analysis by UV-Vis spectrophotometry at 232 nm shows a slow primary oxidation and the absence of secondary oxidation products at 270 nm.

**Key words:** Olive oil, sesame oil, oxidative stability.