

## Mémoire de Master

Présenté par :

- MAKHLOUF Yasmine
- HEBACHE Lynda

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

Spécialité : **Chimie Analytique**

**Thème :**

# Etude de la stabilité oxydative de l'huile d'olive enrichie par l'huile de chia

Soutenu le : 04/07/2023

Devant le jury composé de :

Nom & prénom	Département d'affiliation	Qualité
Mr Zidane Youcef	Chimie	Président
Mme Benkhodja Zahra	Chimie	Examinatrice
Mme ISSAADI Hamida	Chimie	Encadreur

2022/2023

## **Remerciements**

*الحمد لله الذي بنعمته تتم الصالحات*

*Nous adressons nos sincères remerciements tout particulièrement à notre encadreur **Dr ISSAADI.H.** d'avoir accepté de nous encadrer, nous la remercions pour sa disponibilité et son aide tout long de ce modeste travail, ses bons conseils, ses immenses contributions, ses critiques constructives, sa patience et sa compréhension.*

*Nous tenons également à exprimer nos sincères remerciements aux membres de jury, au **Mr Zidane.Y.** qui nous à fait l'honneur de sa présence en acceptant de présider le jury de cette soutenance, et **Dr Benkhodja.Z.** D'avoir accepter de faire partie des membres du jury et d'avoir eu l'amabilité d'examiner ce travaille.*

*Nous remercions aussi l'ensemble de personnel du laboratoire d'analyse de génie des procédés et l'ensemble de personnel du département de chimie de l'université de Béjaia pour leur gentillesse et leurs soutiens.*

*Nous tenons à remercier profondément tous ceux qui ont participé de loin ou de près à la réalisation de ce travail.*

*Sans oublier l'ensemble des enseignants ayant contribués à notre formation durant notre cycle d'étude.*

## ***Dédicaces***

*Je dédie ce travail*

*A mon chère père qui m'a soutenu et encouragé durant mes années d'études pour réussir et qui n'a pas pu voir mon travail, je prie toujours qu'Allah l'accueillera dans son vaste paradis.*

*A ma chère mère qui m'a soutenu et encouragé durant ces années d'études. Qu'elle trouve ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.*

*Amés chers frères, mes grandes mères et ceux qui ont partagé avec moi tous les moments d'émotions lors de la réalisation de ce travail. Ils m'ont chaleureusement supporté et encouragé tout au long de mon parcours.*

*A ma chère famille, mes chers amis qui m'ont donné le soutien et le courage.*

*A tous ceux que j'aime.*

**Lynda**

*Je dédie ce travail*

*A mes parents qui m'ont soutenu et en encouragé durant ces années d'études. Qu'ils trouvent ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.*

*Amés chers soeurs, ma grande mère, mon grand père, et ceux qui ont partagé avec moi tous les moments d'émotions lors de la réalisation de ce travail. Ils m'ont chaleureusement supporté et encouragé tout au long de mon parcours.*

*A ma chère famille, mes chers amis qui m'ont donné le soutien et le courage.*

*A tous ceux que j'aime.*

**Yasmine**



## Liste des abréviations

**A** : Absorbance

**ATR** : Attenuated Total Refractance (La réfraction totale atténuée)

**AGPI** : Acide Gras Polyinsaturés

**AGS** : Acides Gras Saturés

**ALA** : Acide alpha-linolénique

**°C** : Degré Celsius

**CaCl<sub>2</sub>** : Chlorure de calcium

**CE** : Conseil Européen

**COI** : Conseil Oléicole International

**cm** : Centimètre

**d** : Densité

**g** : Gramme

**g/mol** : Gramme par mole

**HC** : Huile de chia

**HE** : Huille essentielle

**HO** : Huile d'olive

**HDL** : Hight Density Lipoprotein

**I<sub>2</sub>** : Diiode

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

**I<sub>I</sub>** : Indice d'iode

**I<sub>P</sub>** : Indice de peroxyde

**I<sub>R</sub>** : Indice de réfraction

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

**IR** : Infrarouge

**j** : Jour

**KI** : Iodure de potassium

**KOH** : Hydroxyde de potassium

**LDL** : Low Density Lipoprotein

**Max** : Maximum

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

**MG** : Matière Grasse

**MgSO<sub>4</sub>** : Sulfate de magnésium

**mg** : Milligramme

**m** : Masse

**ml** : Millilitre

**N** : Normalité

**nm** : Nanomètre

**OOL** : Dioléolinoléine

**OOO** : Trioléine

**POL** : Palmitooléolinoléine

**POO** : Dioléolinoléine

**ppb** : Partie Par Milliard

**ppm** : Partie Par Million

**TG** : Triglycéride

**UV-Visible** : Ultra-violet visible

**V** : Volume

**%** : Pourcentage

## ***Liste des tableaux***

<b>Tableau 1</b> : Teneurs en différents stérols de l'huile d'olive.....	11
<b>Tableau 2</b> : Données physico-chimiques de classification des huiles .....	15
<b>Tableau 3</b> : Caractéristiques complémentaires des huiles d'olive.....	16
<b>Tableau 4</b> : Valeur nutritionnelle des graines de chia.....	21
<b>Tableau 5</b> : Composition en acides aminés des protéines des graines de chia.....	23
<b>Tableau 6</b> : Teneurs en polyphénols et en isoflavones des graines de chia.....	24
<b>Tableau 7</b> : Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de chia.....	25
<b>Tableau 8</b> : Produits chimiques utilisés.....	32
<b>Tableau 9</b> : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour les mélanges.....	54
<b>Tableau 10</b> : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour les mélanges.....	55
<b>Tableau 11</b> : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour les mélanges.....	56
<b>Tableau 12</b> : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour les huiles pures et les mélanges d'huiles.....	63

## *Liste des figures*

<b>Figure 1</b> : Structure générale des polyphénol .....	08
<b>Figure 2</b> : Structures chimiques représentatives des sécoïridoïdes majoritaires présents dans l'huile d'olive .....	08
<b>Figure 3</b> : Structures représentatives des flavonoïdes majoritaires présents dans l'huile d'olive .....	09
<b>Figure 4</b> : Structures chimiques représentatives des tocophérols de l'huile d'olive.....	10
<b>Figure 5</b> : Principaux dialcools tri terpéniques de l'huile d'olive.....	12
<b>Figure 6</b> : Structure du squalène .....	13
<b>Figure 7</b> : Auto-oxydation de l'acide linoléique .....	15
<b>Figure 8</b> : <i>Salvia hispanica</i> L .....	19
<b>Figure 9</b> : <i>Salvia hispanica</i> L. graines avec bandes brunes .....	19
<b>Figure 10</b> : a) longueur et largeur b) épaisseur c) forme générale .....	20
<b>Figure 12</b> : Composition de base des graines de chia .....	21
<b>Figure 12</b> : Appareillage utilisé pour l'hydrodistillation de l'huile .....	27
<b>Figure 13</b> : Principe de l'appareillage d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau.....	28
<b>Figure 14</b> : Appareil de Soxhlet [1.....	29
<b>Figure 15</b> : Dispositif d'évaporation.....	32
<b>Figure 16</b> : Réfractomètre.....	34
<b>Figure 17</b> : Spectrophotomètre UV-Visible.....	40
<b>Figure 18</b> : Spectrophotomètre IR-ATR.....	41
<b>Figure 19</b> : Variation de la densité (HO/HC) en fonction de la concentration à $t_0$ .....	42
<b>Figure 20</b> : Variation de l'indice de réfraction (HO/HC) en fonction de la concentration à $t_0$ .....	43
<b>Figure 21</b> : Variation de l'indice de peroxyde (HO/HC) en fonction de la concentration à $t_0$ ...	44

<b>Figure 22 :</b> Variation de l'indice de saponification (HO/HC) en fonction de la concentration à $t_0$ .....	45
<b>Figure 23 :</b> Variation de l'indice d'iode (HO/HC) en fonction de la concentration à $t_0$ .....	46
<b>Figure 24 :</b> Variation de la densité (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	47
<b>Figure 25 :</b> Variation de l'indice de réfraction (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	47
<b>Figure 26 :</b> Variation de l'indice d'acide (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	48
<b>Figure 27 :</b> Variation de l'indice de peroxyde (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	49
<b>Figure 28 :</b> Variation de l'indice de saponification (HO/HC) en fonction du temps de stockage..	50
<b>Figure 29 :</b> Variation de l'indice d'iode (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	50
<b>Figure 30 :</b> Variation de l'Absorbance (HO/HC) en fonction de la concentration à 270 nm et 232 nm.....	51
<b>Figure 31 :</b> Variation de l'Absorbance (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	52
<b>Figure 32 :</b> Variation de l'Absorbance (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	53
<b>Figure 33 :</b> Spectres IR obtenus pour (HO/HC) en fonction de la concentration.....	53
<b>Figure 34 :</b> Spectres IR obtenus pour (HO/HC) après 3 mois de stockage.....	55
<b>Figure 35 :</b> Spectres IR obtenus pour (HO/HC) après 1 année de stockage en fonction de la concentration $t_0$ .....	56
<b>Figure 36 :</b> Variation de la densité (HO/HC) en .....	57
<b>Figure 37 :</b> Variation de l'indice de réfraction (HO/HC) en fonction de la concentration à $t_0$ ....	58
<b>Figure 38 :</b> Variation de l'indice de peroxyde (HO/HC) en fonction de la concentration à $t_0$ ....	58
<b>Figure 39 :</b> Variation de l'indice de saponification (HO/HC) en fonction de la concentration à $t_0$ .....	59
<b>Figure 40 :</b> Variation de la densité (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	60
<b>Figure 41 :</b> Variation de l'indice de réfraction (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	60
<b>Figure 42 :</b> Variation d'indice d'acide (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	61
<b>Figure 43 :</b> Variation de l'indice de peroxyde (HO/HC) en fonction du temps de stockage.....	61

**Figure 44 :** Variation de l'indice de saponification (HO/HC) en fonction du temps de stockage.62

**Figure 45 :** Spectres IR obtenus pour (HO/HC) en fonction de la concentration.....63

# Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction .....	01
<b>CHAPITRE I : Généralités sur l’Huile d’Olive</b>	
I.1 Généralités sur l’olivier.....	03
I.2 Définition de l’huile d’olive .....	03
I.3 Classification des huiles d’olive .....	03
I.3.1 Huiles d’olive vierges.....	03
I.3.1.1 Huile d’olive vierge extra.....	04
I.3.1.2 Huile d’olive vierge.....	04
I.3.1.3 Huile d’olive lampante.....	04
I.3.2 Huiles d’olive raffinées.....	04
I.3.2.1 Huiles d’olive.....	04
I.3.2.2 Huiles de grignons d’olive.....	04
I.3.2.2.1 Huiles de grignons d’olive brute.....	04
I.3.2.2.2 Huiles de grignons d’olive raffinée.....	04
I.4 Production de l’huile d’olive.....	05
I.5 Composition de l’huile d’olive .....	05
I.5.1 Fraction glycérique (saponifiable).....	05
I.5.1.1 Acides gras.....	05
I.5.1.2 Triglycérides .....	06
I.5.2 Fraction non glycérique (insaponifiables).....	07
I.5.2.1 Composés phénolique.....	07
I.5.2.2 Tocophérols.....	09
I.5.2.3 Stérols.....	11
I.5.2.4 Alcools.....	11
I.5.2.5 Hydrocarbures.....	12

I.5.2.6 Phospholipides.....	13
I.5.2.7 Pigments.....	13
I.5.2.8 Chlorophylle.....	13
I.5.2.9 Caroténoïdes.....	13
I.6 Données physico-chimiques de l'huile d'olive.....	14
I.7 Enrichissement de l'huile d'olive.....	16
I.7.1 Procédure d'enrichissement d'huile d'olive.....	17
I.7.1.1 Enrichissement par infusion (macération) .....	17
I.7.1.2 Co-traitement.....	17
I.7.1.3 Enrichissement par ultrasons.....	17
I.7.2 Bienfaits d'enrichissement de l'huile d'olive vierge .....	17

## **CHAPITRE II : Généralités sur le Chia**

II.1 Introduction... ..	18
II.2 Description de la plante de chia .....	18
II.3 Définition de la graine de chia.....	19
II.4 Morphologie et microstructure des graines de chia.....	20
II.5 Huile de chia... ..	20
II.6 Composition chimique des graines de chia.....	21
II.7 Caractéristiques physico-chimiques de l'huile des graines de chia.....	25
II.8 Activité antioxydante et antimicrobienne des graines de.....	26
I.9 Effets bénéfiques des graines de chia sur la santé .....	26

## **CHAPITRE III : Techniques D'extraction**

III.1 Introduction.....	27
III.2 Procédés d'extraction des huiles essentielles.....	27
III.2.1 Hydrodistillation.....	27
III.2.2 Entraînement à la vapeur d'eau.....	28
III.2.3 Hydro-diffusion.....	28
III.2.4 Extraction par Soxhlet.....	28
III.2.5 Extraction à froid.....	29

III.2.6 Extraction par micro-ondes.....	29
III.2.7 Extraction par les solvants et les graisses.....	29
III.2.8 Extraction par du CO <sub>2</sub> supercritique.....	30

## **CHAPITRE IV : MATERIELS ET METHODES**

IV.1 Matériel utilisé.....	31
IV.1.1 Matériel végétal .....	31
IV.1.2 Produits chimiques utilisés .....	32
IV.2 Analyses physico-chimiques.....	33
IV.2.1 Analyses physiques.....	33
IV.2.1.1 Densité.....	33
IV.2.1.2 Indice de réfraction.....	33
IV.2.2 Analyses chimiques.....	34
IV.2.2.1 Indice d'acide.....	34
IV.2.2.2 Indice de peroxyde.....	35
IV.2.2.3 Indice de saponification .....	36
IV.2.2.4 Indice d'iode .....	37
IV.3 Analyses spectroscopiques.....	39
IV.3.1 Analyses UV-Visible.....	39
IV.3.2 Spectroscopie Infrarouge.....	40

## **CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

V.1 Rendement .....	42
V.2. Analyses physico-chimiques.....	42
V.2.1 Effet de la concentration (%).....	42
V.2.1.1 Analyses physiques.....	42
V.2.1.1.1 Densité.....	42
V.2.1.1.2 Indice de réfraction.....	43
V.2.1.2 Analyses chimiques.....	44
V.2.1.2.1 Indice de peroxyde.....	44
V.2.1.2.2 Indice de saponification.....	45
V.2.1.2.3 Indice d'iode .....	46
V.2.2 Effet du temps de stockage.....	46

V.2.2.1 Analyses physiques.....	46
V.2.2.1.1 Densité.....	47
V.2.2.2 Indice de réfraction.....	47
V.2.2.2 Analyses chimiques.....	48
V.2.2.2.1 Indice d'acide.....	48
V.2.2.2.2 Indice de peroxyde.....	49
V.2.2.2.3 Indice de saponification.....	50
V.2.2.2.4 Indice d'iode.....	50
V.3 Analyses spectroscopiques.....	51
V.3.1 Spectrophotométrie UV-Visible.....	51
V.3.1.1 Effet de la concentration (%).....	51
V.3.1.2 Effet du temps de stockage.....	52
V.3.2 Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier.....	53
V.3.2.1 Effet de la concentration (%).....	53
2.1 Effet du temps de stockage.....	54
V.4 Etude comparative.....	57
V.4.1 Analyses physico-chimiques.....	57
V.4.1.1 Effet de la concentration (%).....	57
V.4.1.1.1 Analyses physiques .....	57
V.4.1.1.1.1 Densité.....	57
V.4.1.1.1.2 Indice de réfraction.....	58
V.4.1.1.1.3 analyse chimique .....	58
V.4.1.1.1.4 indice de peroxyde .....	58
V.4.1.1.1.5 Indice de saponification.....	59
V.4.1.2 Effet du temps de stockage.....	59
V.4.1.2.1 Analyses physiques.....	59
V.4.1.2.1.1 Densité.....	60
V.4.1.2.1.2 Indice de réfraction.....	60
V.4.1.2.2 Analyses chimiques.. ..	61
V.4.1.2.2.1 Indice d'acide.....	61
V.4.1.2.2.2 Indice de peroxyde.....	61

V.4.1.2.2.3 Indice de saponification.....	62
V.4.2 Analyses spectroscopiques.....	62
V.4.2.1 Effet de la concentration.....	62
V.4.2.1.1 Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier.....	62

## **CONCLUSION**

### **Références bibliographiques**

### **Résumé**

## **PARTIE 1 : PARTIE THEORIQUE**

# **Introduction Générale**

## Introduction générale

L'huile d'olive, obtenue à partir du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L), est connue depuis toujours comme source de graisse végétale et est très appréciée pour ses propriétés médicinales depuis l'Antiquité. C'est l'un des produits exclusivement attribués au bassin méditerranéen. Située dans le mésocarpe de la cellule, l'huile d'olive vierge est facilement obtenue par des méthodes physiques utilisant des équipements d'extraction purement mécaniques [1, 3]. En éliminant le processus de raffinage, elle conserve la plupart de ses propriétés nutritionnelles [4, 1]. Elle est largement consommée pour ses bienfaits pour la santé. La valeur nutritionnelle de cette huile réside dans sa composition en acides gras. En effet, elle est très riche en acides gras insaturés et contient de petites quantités d'acides gras essentiels que le corps humain ne peut pas synthétiser [5]. Outre cette composition spécifique en acides gras, aussi est également riche en antioxydants tels que les polyphénols [6] qui sont d'une grande importance pour la santé publique. Les polyphénols jouent un rôle dans la prévention et le retard du développement de certaines maladies dégénératives telles que le cancer et les maladies cardiovasculaires [5]. De plus, les polyphénols contribuent de manière significative à la stabilité de l'huile d'olive vierge par rapport aux autres huiles raffinées où ces composés sont éliminés au cours du processus de raffinage [7]. Par conséquent, cette huile ne contient pas de composés phénoliques responsables de son activité antioxydante. Il est donc intéressant d'enrichir l'huile d'olive avec ces métabolites secondaires pour assurer une meilleure qualité nutritionnelle [8]. Le chia est un candidat intéressant .

Les graines de chia sont de plus en plus réintroduites dans l'alimentation occidentale pour améliorer la santé humaine. Pour notre étude, Les graines de chia ont été choisies en raison de leur forte teneur en protéines, antioxydants, fibres, vitamines et minéraux, et surtout en raison de leur forte teneur en huile avec une forte proportion d'acide alpha-linolénique ( $\omega$ -3) été recommandé par rapport aux autres ressources naturelles connues. Les graines de chia contiennent jusqu'à 39 % d'huile et ont la teneur en acide alpha-linolénique la plus élevée connue, jusqu'à 68 % [10] contre 57 % dans les graines de lin [11]. Le chia est l'une des sources les plus efficaces d'oméga-3 pour fortifier les aliments [12].

Ce travail de mémoire est composé de deux parties, théorique et expérimentale. La partie théorique se subdivise en trois chapitres où on trouve une synthèse bibliographique sur :

- Généralités sur l'huile d'olive.
- Généralités sur l'huile de chia.
- Méthodes d'extraction

Dans la partie expérimentale :

Le premier chapitre résume les différentes techniques et procédés utilisés dans l'extraction et la caractérisation des huiles.

- Aux deuxième chapitre, les résultats sont détaillés et discutés.

# **CHAPITRE I**

## **GENERALITES SUR L'HUILE D'OLIVE**

## **I.1 Généralités sur l'olivier**

Les oliviers (*Olea europaea* L.) sont largement cultivés pour la production d'huile et d'olives de table et revêt une importance économique considérable. De nombreux changements physiques et chimiques se produisent pendant la maturation des olives, dont beaucoup sont importants pour la production d'olives et d'huile d'olive. L'huile d'olive est un véritable jus de fruit à la fois nutritionnel, sensoriel et fonctionnel. C'est une source typique de lipides dans le régime méditerranéen, et son apport est associé à une incidence moindre de maladies cardiovasculaires, de maladies neurologiques, de cancers du sein, du côlon, ainsi qu'à une hypolipidémie et à des propriétés antioxydantes [13].

## **I.2 Définition de l'huile d'olive**

L'huile d'olive vierge est une graisse obtenue directement des olives uniquement par des procédés mécaniques, éventuellement physiques et surtout thermiques, tant qu'ils n'altèrent pas la qualité des olives [14, 15].

## **I.3 Classification des huiles d'olive**

La classification et la dénomination des huiles d'olive sont basées sur certains critères, distincts des procédés physiques utilisés pour les obtenir et les distinguer [15].

### **I.3.1 Huiles d'olive vierges**

Elles sont obtenus exclusivement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques à partir du fruit de l'olivier dans des conditions n'introduisant aucune altération et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration [15]. Ces huiles sont classées et nommées comme suit :

#### **I.3.1.1 Huile d'olive vierge extra**

Il s'agit d'une huile dont la teneur en acide libre, exprimée en acide oléique, n'excède pas 0,8 g pour 100 g, avec d'autres propriétés conformes aux valeurs déclarées pour cette catégorie [15].

#### **I.3.1.2 Huile d'olive vierge**

Il s'agit d'une huile d'olive avec une acidité allant jusqu'à 2 g pour 100 g et d'autres propriétés qui correspondent à cette catégorie [15].

### **I.3.1.3 Huile d'olive lampante**

Il s'agit d'une huile d'olive présentant une acidité libre, exprimée en acide oléique, supérieure à 2 g pour 100 g et/ou d'autres propriétés correspondant à celles indiquées dans cette catégorie [15].

### **I.3.2 Huiles d'olive raffinées**

Ces huiles sont obtenues par raffinage d'huiles d'olive vierges dont la teneur en acide libre, exprimée en acide oléique, n'excède pas 0,3 g pour 100 g, et dont les autres propriétés correspondent à celles précisées dans cette catégorie [16].

#### **I.3.2.1 Huiles d'olive**

Ces huiles sont obtenues par mélange d'huiles d'olive raffinées et vierges [14]. La teneur en acide libre, exprimée en acide oléique, ne doit pas dépasser 1 g pour 100 g, et d'autres propriétés appartiennent également à cette catégorie [15].

#### **I.3.2.2 Huiles de grignons d'olive**

Ces huiles sont obtenues à partir du grignon d'olive on distingue :

##### **I.3.2.2.1 Huiles de grignons d'olive brute**

C'est une huile obtenue à partir de grignons d'olive destinée à l'alimentation humaine ou au raffinage à des fins techniques [16].

##### **I.3.2.2.2 Huiles de grignons d'olive raffinée**

Il s'agit d'une huile obtenue à partir d'huile de grignons d'olive brute selon un procédé de raffinage qui n'entraîne pas d'altération de la structure du glycérol et dont la teneur en acide libre exprimée en acide oléique ne doit pas dépasser 0,3 g pour 100 g [16, 17].

## **I.4 Production de l'huile d'olive**

L'huile d'olive fait partie du régime méditerranéen depuis des siècles[18]. Plusieurs études ont montré que l'huile d'olive, en particulier l'huile d'olive vierge et même extra vierge sont efficaces pour prévenir plusieurs maladies. Cependant, elle ne représente qu'environ 3 % du marché mondial des huiles végétales comestibles [19]. La campagne 2017/2018 a porté la production mondiale d'huile d'olive à 2,9 millions de tonnes [20]. Les principaux pays producteurs d'huile d'olive sont l'Espagne avec 56% de la production mondiale, l'Italie avec 8%, la Grèce avec 8%, la Turquie avec 8% et la Tunisie avec 10 % [21]. L'Algérie est un pays

immense, il est donc possible qu'une culture de l'olivier beaucoup plus développée puisse augmenter la production d'huile d'olive. La production mondiale d'olives et d'huile est importante dans le centre de l'Algérie, la grande Kabylie (Tizi Ouzou), la petite Kabylie (Bejaía, Bouira, Boumerdes) et certaines parties de l'Est (Jijel, Skikda, Sétif, Gelma) [22]. Avec environ 80 000 tonnes d'huile d'olive produites en 2017/2018 [20], l'Algérie est le troisième producteur d'huile d'olive en Afrique du Nord après la Tunisie et le Maroc.

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

L'huile d'olive se caractérise par sa composition unique, elle joue un rôle important dans les propriétés bénéfiques et organoleptiques de l'huile [23]. L'huile d'olive est composée principalement de triacylglycérols (environ 99%), suivis de divers lipides tels que les acides gras libres, les mono- et diacylglycérols, les hydrocarbures, les stérols, les alcools, les tocophérols et les pigments [24]. Ces composés sont divisés en deux parties principales. La partie glycérol (saponifiable) est d'environ 98 à 99 % et la partie non glycérol (insaponifiable) est d'environ 1 à 2 %. [25].

### I.5.1 Fraction glycérique (saponifiable)

Cette partie est principalement composée de triglycérides (98 à 99 %), d'acides gras libres (1 à 2 %) et de petits composés de nature glycéridique comme les cires, les monoglycérides, les diglycérides et les phospholipides [23, 26].

#### I.5.1.1 Acides gras

L'huile d'olive se caractérise par une composition unique en acides gras. Cette composition joue un rôle important dans la qualité nutritionnelle et les propriétés organoleptiques. Nous distinguons :

- **Acides gras mono-insaturés (AGMI)**

L'huile d'olive contient des acides gras monoinsaturés, en particulier l'acide oléique, dont la chaîne carbonée contient une double liaison.

- **Acides gras polyinsaturés (AGPI)**

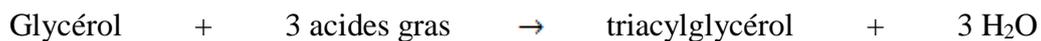
L'huile d'olive contient également certains acides gras polyinsaturés (AGPI), comme l'acide linoléique, dont les chaînes carbonées contiennent de multiples doubles liaisons. Ceux-ci sont souvent nommés en fonction de la position de la première double liaison par rapport au groupe méthyl terminal [27].

- **Acides gras saturés (AGS)**

Enfin, l'huile d'olive contient une petite quantité de graisses saturées, principalement composées d'acides palmitique et stéarique. Ce sont des acides gras dont les atomes de carbone ne sont reliés entre eux que par des liaisons simples (pas de doubles liaisons) [28]. En plus de sa composition unique en acides gras, l'huile d'olive contient des acides gras essentiels indispensables à notre corps. En effet, les acides gras essentiels ne peuvent pas être synthétisés par le corps humain et doivent être obtenus à partir des aliments. Ces acides gras sont l'acide linoléique et l'acide  $\alpha$ -linoléique. En général, les acides gras présents dans l'huile d'olive sont: Acide oléique (63-79,7%), acide linoléique (6,6-14,8%), acide linoléique (0,46-0,69%), acide palmitique (9,4-19,5%), acide palmitoléique (0,6-3,2%), acide stéarique (1,4-3%). Les heptadécanoïques, eicosanoïques et l'acide myristique se trouvent en quantités infimes [23, 29, 30].

### I.5.1.2 Triglycérides

L'huile d'olive est principalement composée de triglycérides (97-99%). Les triglycérides (TG), également appelés triacylglycérols, sont des glycérides dans lesquels les trois groupes hydroxyle du glycérol sont estérifiés avec des acides.



Les huiles se distinguent selon leur composition en acides gras. Dans l'huile d'olive, les acides gras sont majoritairement présents sous forme de triglycérides. Les triglycérides présents en proportions importantes dans l'huile d'olive sont les suivants [31-33] :

OOO : 40-59 % ; POO : 12-20 % ; OOL : 12,5-20 % ; POL : 5,5-7 % ; SOO : 3-7%  
 O : Acide Oléique, L: Acide Linoléique. P : Acide Palmitique, S : Acide Stéarique.

### I.5.2 Fraction non glycérique (insaponifiables)

Cette partie représente la partie dite « insaponifiables » de l'huile d'olive et représente près de 2 % du poids de l'huile d'olive et est également appelée constituant mineur contenant plus de 230 composés chimiques mineurs. Ces composés sont responsables de la qualité gustative de l'huile d'olive [34, 35]. Cette partie se compose de :

- D'hydrocarbure (30 à 50%), notamment le scalène ;
- De stérols (15%) dont le bêta-sitostérol, le campestérol, et le stigmastérol ;
- D'alcools triterpéniques qui proviennent de l'hydrolyse des glucosides du fruit ;
- De polyphénols ;
- De tocophérols (150 à 300 ppm) dont l'alpha tocophérol (la forme active de la

vitamine E), d'anti-oxydants et de caroténoïdes (25 à 45%) ;

- De bêta-carotène.

Sa configuration est influencée par de nombreux facteurs, notamment : diversité, maturité des olives, zone de production, campagnes agricoles et pratiques de récolte des olives. Aussi de la durée de conservation des olives et ainsi que du processus d'extraction de l'huile d'olive et les conditions de stockage de l'huile [36]. Cependant, il convient de noter que certains de ces composés, tels que le squalène, ne sont présents que dans l'huile d'olive extra vierge car ils peuvent être éliminés lors du raffinage [37].

### I.5.2.1 Composés phénoliques

L'huile d'olive vierge est riche en différentes familles de composés phénoliques (phénols et hydroxyphénols, acides et alcools phénoliques, secoiridoïdes, lignanes, flavonoïdes, etc). Ces composés existent dans des états simples ou complexes, selon le nombre de noyaux aromatiques et les éléments structuraux attachés à ces noyaux. Ils augmentent la stabilité de l'huile d'olive, confèrent des propriétés antioxydantes et régulent la saveur [23, 38-40].

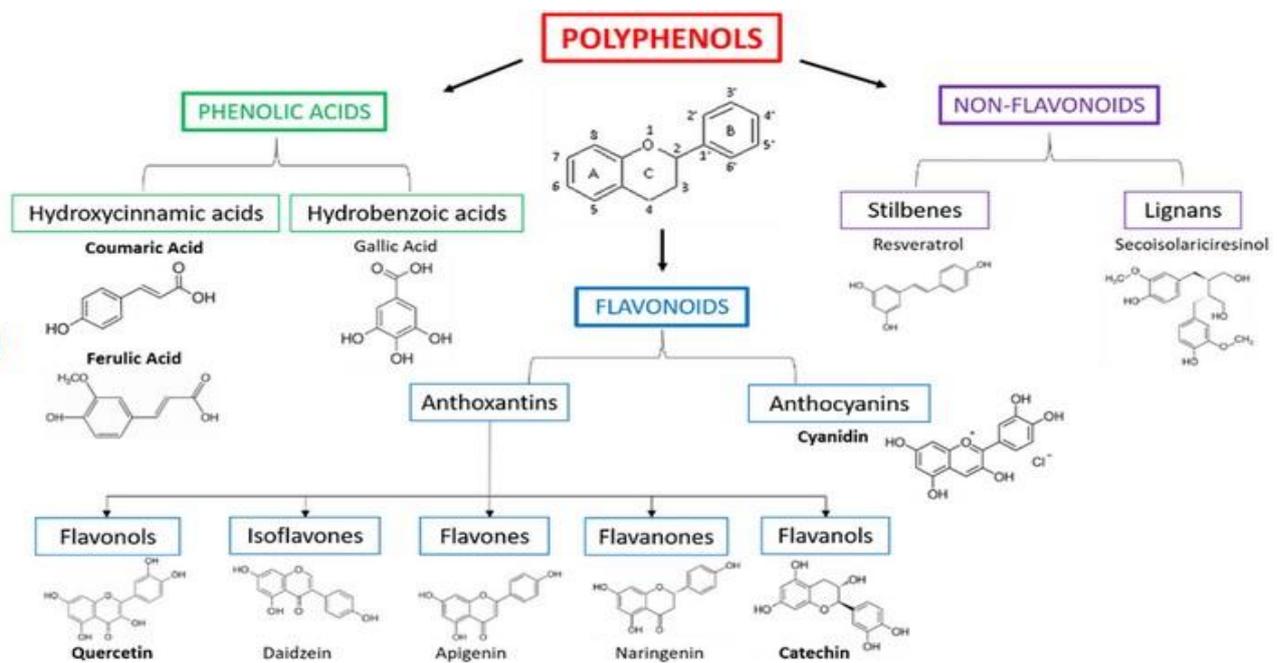
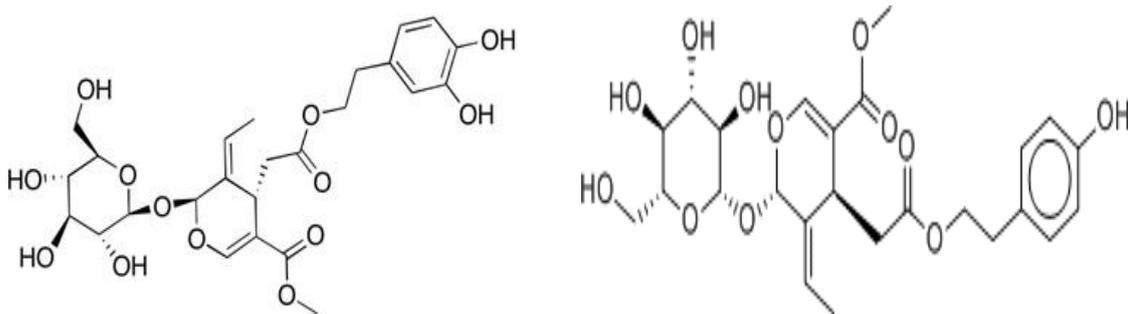


Figure 1 : Structure générale des polyphénols [18].

Les polyphénols jouent un rôle très important dans la caractérisation et la qualité nutritionnelle de l'huile [39, 41-42]. Les composés phénoliques sont les principaux contributeurs au goût piquant, astringent et amer des huiles [43]. L'oleuropéine (un ester d'acide élénolique  $\beta$ -glucosylé et d'hydroxytyrosol) et le ligstroside sont les principaux sécoiridoïdes présents dans l'huile d'olive. Ce sont des composés glycosylés issus du métabolisme secondaire des terpènes [44]. Leurs formules sont présentées à la figure 2. Au cours de la maturation des fruits, les glycosides sont hydrolysés en aglycones. Des phénomènes d'oxydation se produisent également lors du broyage des olives, entraînant la formation de composés qui contribuent aux arômes et à la saveur de l'huile (responsables du goût amère et piquant des olives) [45].

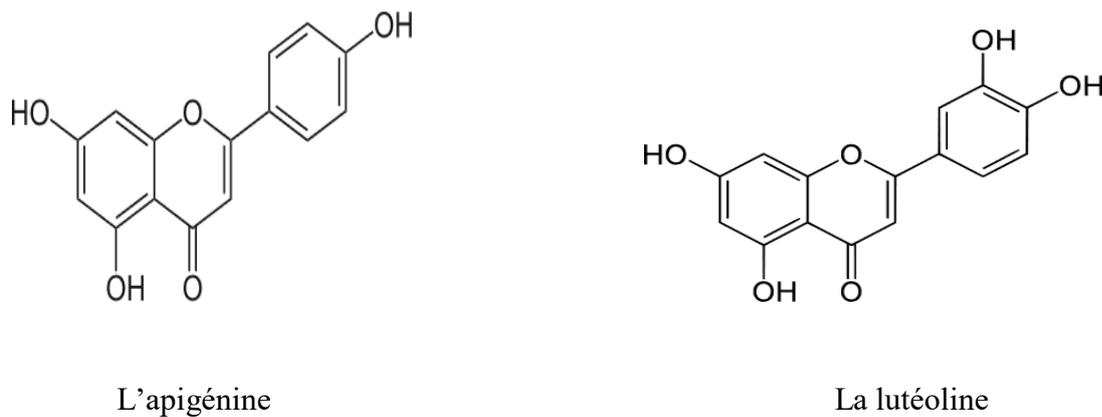


**Figure 2** : Structures chimiques représentatives des sécoiridoïdes majoritaires présents dans l'huile d'olive [46].

La quantité de polyphénols dans l'huile d'olive vierge est influencée par plusieurs paramètres [47, 48] à savoir :

- La variété de l'olive ;
- Le degré de maturité des olives (la teneur baisse avec la sur-maturation des olives) ;
- La nature du sol ;
- Les facteurs climatiques ;
- L'origine géographique ;
- Le niveau d'infestation des olives ;
- Le procédé d'extraction utilisé pour séparer la phase huileuse de la phase aqueuse ;
- Les conditions de stockage de l'huile.

Les flavonoïdes sont d'autres composants importants de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive. Ces composés sont importants pour la santé humaine en raison de leur activité pharmacologique élevée en tant que piègeurs de radicaux libres et de leur capacité antioxydante élevée dans les systèmes *in vivo* et *in vitro*. Ils sont essentiellement représentés par l'apigénine et la lutéoline (figure 3) [49-51].

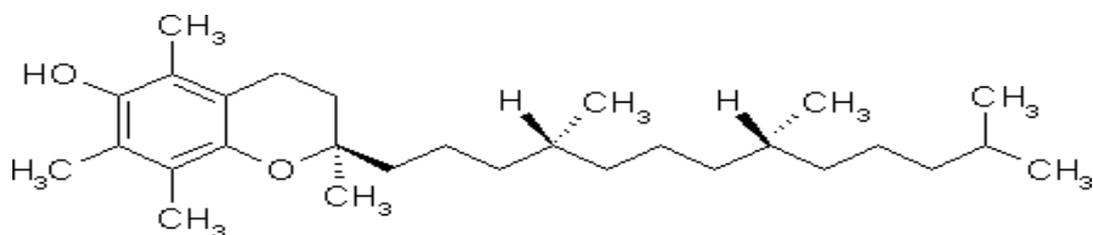


**Figure 3** : Structures représentatives des flavonoïdes majoritaires présents dans l'huile d'olive [52].

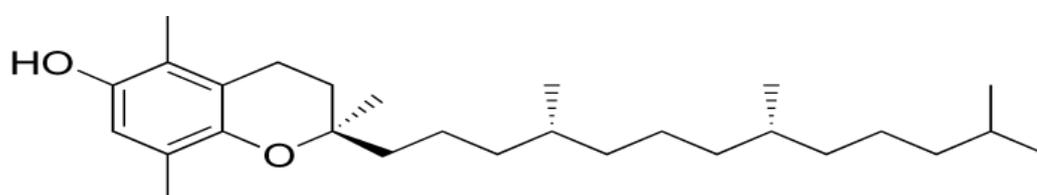
### I.5.2.2 Tocophérols

Les tocophérols sont une classe de composés naturels liposolubles à activité antioxydante. Ils ne sont synthétisés que dans les organismes photosynthétiques et agissent comme composant protecteurs [53].

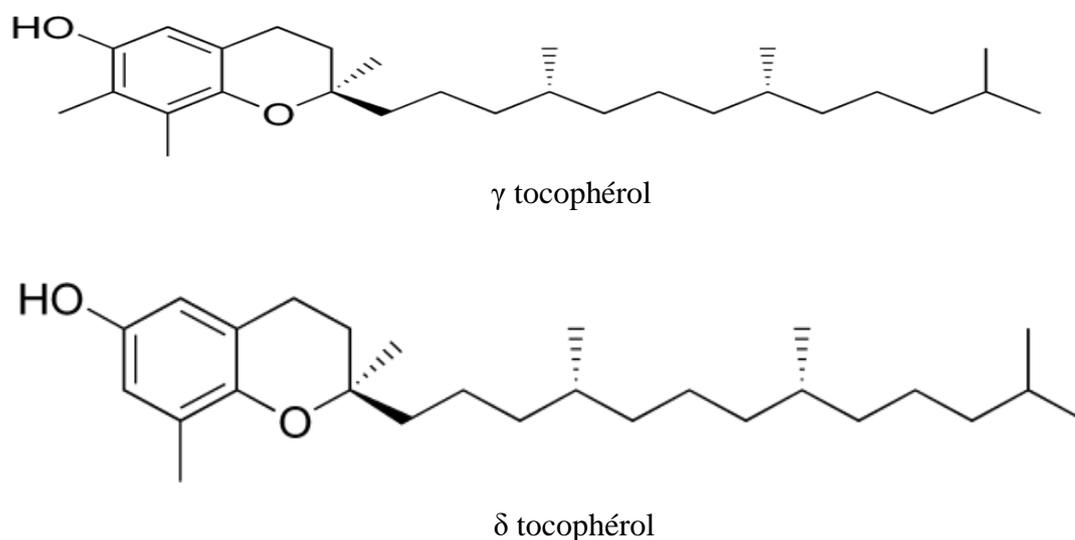
L'huile d'olive contient des teneurs en tocophérols totaux très différentes allant de quelques mg à 450 mg/kg d'huile [54, 55]. Grâce à leurs propriétés antioxydantes, les tocophérols protègent l'huile d'olive contre le rancissement quand elle est exposée à l'oxygène de l'air ambiant et aux rayons solaires. La fraction des tocophérols de l'huile d'olive est composée de quatre homologues de tocophérol :  $\alpha$ -tocophérol (triméthyllocotol) représente à lui seul 90 % de tous les tocophérols, le  $\beta$ -tocophérol, le  $\gamma$ -tocophérol (diméthyllocotol) et le  $\delta$ -tocophérol (monométhyllocotol) n'est présent qu'à l'état de traces. Les quatre homologues  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - et  $\delta$ -tocophérol diffèrent par le nombre et la position des groupes méthyle dans le cycle aromatique [56-58].



$\alpha$  tocophérol



$\beta$  tocophérol



**Figure 4** : Structures chimiques représentatives des tocophérols de l'huile d'olive [59].

De mauvaises conditions de stockage de l'huile d'olive réduisent considérablement la teneur en tocophérols et accélèrent la conversion du ( $\alpha$ )-tocophérol en ( $\delta$ )-tocophérol. Tandis que dans le cas des huiles raffinées, cette dernière est quasi inexistante.

### I.5.2.3 Stérols

Les stérols sont des molécules complexes comportant une fonction alcool [60]. Leurs teneurs varient entre 100 et 300 mg/100 g d'huile [61]. L'analyse de la fraction stérolique dans l'huile d'olive a révélé la présence de 12 composés, le  $\beta$ -sitostérol étant le composé le plus abondant, suivi du delta-5-avénastérol et du compastérol [62]. Les teneurs en stérols varient selon l'origine géographique [63] comme elles sont influencées par la variété des olives et leur degré de maturité [64].

**Tableau 1** : Teneurs en différents stérols de l'huile d'olive [65].

Desméthylstérols	Teneurs
Cholestérol	< 0.5%
Brassicastérol	< 0.1%
Stigmastérol	< 4.0%
Delta-7-stigmastérol	< copesttérol pour l'huile commerciale

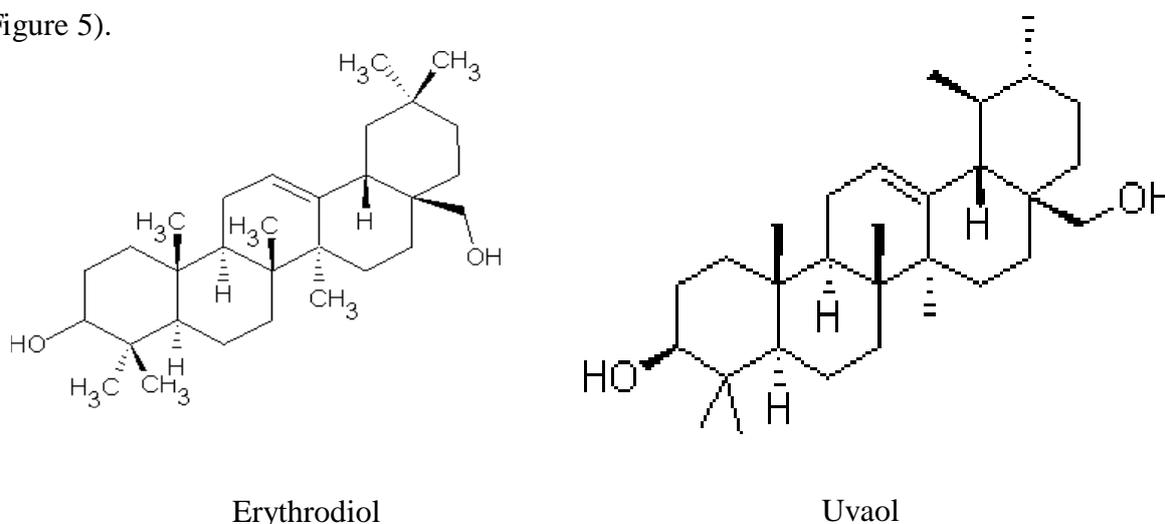
Bêtasistérol, $\Delta$ -5-avénostérol, Avénostérol, clésterol, $\Delta$ -5-23-stigmastiérol, $\Delta$ -5-24-stigmastiérol.	< 0.5%
Stérols totaux	> 1000 mg/ kg
Erythrol et uvaol (% des stérols totaux)	< 4.5%

L'importance de cette fraction stérolique n'est pas connue uniquement sur le plan biologique et thérapeutique, sa constitution d'empreinte digitale nous permettra ainsi de différencier l'huile d'olive des autres huiles végétales, en plus de détecter toute adultération pouvant affecter la qualité exigée par la norme internationale de commercialisation de l'huile d'olive.

#### I.5.2.4 Alcools

- **Dialcools triterpéniques**

La fraction insaponifiable de l'huile d'olive contient deux composés d'alcools triterpéniques pentacycliques : Erythrodiol et uvaol. La mesure de ces deux composés est utile pour détecter l'huile de grignon dans l'huile d'olive vierge [66]. Selon la réglementation CE, le pourcentage de l'erythrodiol + uvaol dans l'huile d'olive vierge ne doit pas dépasser 4.5% (Figure 5).



**Figure 5 :** Principaux dialcools triterpéniques de l'huile d'olive.

- **Alcools terpéniques**

La présence d'alcools cycliques dans l'huile d'olive est limitée à des niveaux très faibles (généralement moins de 5 ppb). Ils sont présents dans l'huile d'olive sous forme libre ou sont estérifiés avec des acides gras. Parmi eux, le cycloarténol présente un intérêt particulier : augmente l'excrétion des acides biliaires et favorise l'élimination finale du cholestérol.

- **Alcools triterpéniques**

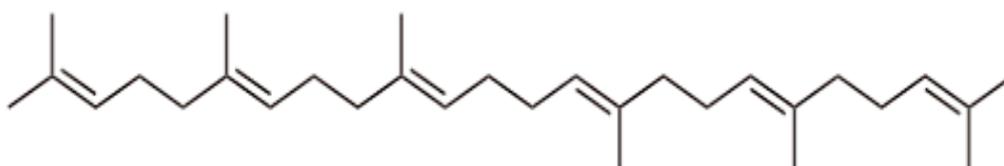
Le composant principal de cette famille est le 24- méthylène-cycloarthénol. Il existe également le cycloarthénol et la bêta-amyrine. Le premier triterpène synthétisé chez l'olivier est le cycloarthénol obtenu par cyclisation du squalène [45].

- **Alcools aliphatiques**

Les alcools aliphatiques les plus importants dans l'huile d'olive sont : le docosanol C22, le tétracosanol C24 et l'hexacosanol C26. Selon les auteurs [67, 68] la méthode d'extraction des huiles influence fortement la teneur en alcool.

### I.5.2.5 Hydrocarbures

L'huile d'olive vierge se distingue des autres huiles alimentaires par sa composition en hydrocarbures. L'hydrocarbure majoritaire dans l'huile d'olive, est le squalène, un triterpène qui apparaît dans la voie de biosynthèse du cholestérol. Le squalène est le composant le plus abondant de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive et se présente à des concentrations allant de 0,2 à 16,2 g/kg [69, 70] selon les cultivars, le stade de maturité du fruit, la technique d'extraction de l'huile et les conditions de stockage [71, 72]. Le squalène se caractérise par une stabilité élevée dans des conditions d'auto-oxydation et contribue ainsi à la stabilité de l'huile après exposition à la lumière [55].



**Figure 6** : Structure du squalène [73].

### **I.5.2.6 Phospholipides**

Les phospholipides sont des composés naturels présents dans toutes les graisses, en particulier l'huile d'olive. Ils sont présents en très petites quantités (5 à 15mg/100gr). Les principaux phospholipides présents dans l'huile d'olive sont l'acide phosphatidique, l'acide lyso-phosphatidique, la phosphatidylcholine et la phosphatidyléthanolamine [73, 74].

### **I.5.2.7 Pigments**

La teneur totale en pigments dans l'huile d'olive est un paramètre de qualité important car il est lié à la couleur. De plus, il est également impliqué dans les mécanismes d'auto-oxydation et de photo-oxydation. Les pigments de l'huile d'olive sont principalement la chlorophylle et les caroténoïdes [75, 76].

### **I.5.2.8 Chlorophylle**

La chlorophylle, ce pigment vert naturel confère à l'huile d'olive sa couleur verte. Sa quantité peut varier en fonction de nombreux facteurs. Sa teneur est d'environ 0,1 à 1 mg pour 100 g. En présence de la lumière, la chlorophylle oxyde l'huile d'olive alors qu'à l'obscurité une légère activité antioxydante a été signalé attribuer au don éventuel d'un hydrogène radical pour briser la réaction en chaîne des radicaux libres [77]. C'est une des raisons pour lesquelles il est recommandé de stocker l'huile d'olive à l'abri de la lumière.

### **I.5.2.9 Caroténoïdes**

Ces pigments végétaux naturels sont également de formidables antioxydants aux multiples bienfaits. En plus du  $\beta$  carotène, l' $\alpha$  tocophérol, le principal composé dans l'huile d'olive à 90-100 %, est efficace pour inhiber l'auto-oxydation et la photo-oxydation. L'huile d'olive est aussi la seule huile végétale à en posséder. Au-delà de l'intérêt vitaminique (rôle dans la vision). La concentration finale de chaque pigment dans l'huile d'olive dépend des caractéristiques physico-chimiques du fruit, de l'origine géographique, des conditions climatiques et d'irrigation, et du procédé d'extraction mécanique utilisé. Les conditions de stockage et l'emballage final influencent également la concentration et le type de pigment [78- 80].

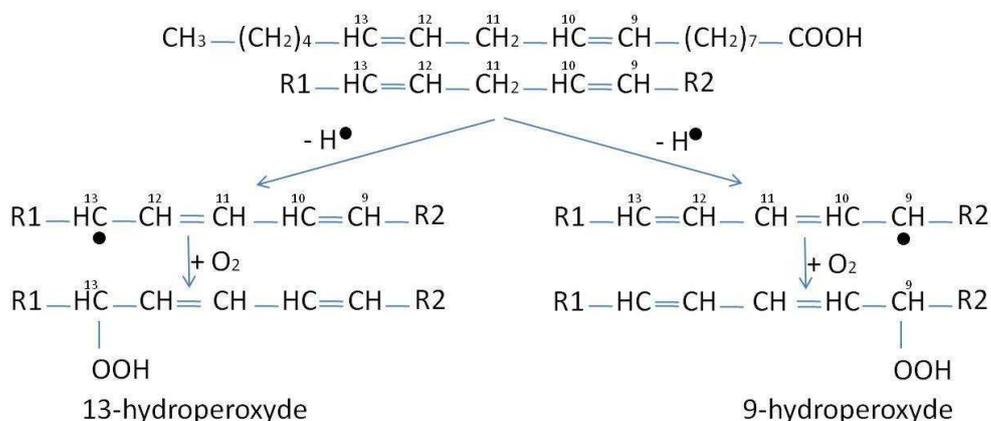
## **I.6 Données physico-chimiques de l'huile d'olive**

Le CNUCED (Conférence des Nations Unies sur le Commerce et le Développement) classe simplement les huiles en fonction de leur teneur en acide libre. Cependant, il y a

tellement de critères pour sélectionner ou exclure les huiles vierges. Celles-ci peuvent être spécifiques à la catégorie d'huile ou elles peuvent être plus générales.

Ces différents critères doivent être suivis car la dégradation de la qualité de l'huile peut avoir de multiples impacts, tant d'un point de vue nutritionnel que sanitaire. Certains composés, tels que les acides gras polyinsaturés (acides gras essentiels) et la vitamine E, qui sont les principaux contributeurs à la valeur nutritionnelle de l'huile d'olive, sont très sensibles à l'oxydation. Les huiles oxydées sont moins nutritives que les huiles bien conservées. Les produits d'oxydation des acides gras (radicaux peroxydes) peuvent provoquer des mutations génétiques qui conduisent à certains types de cancer.

Dans les huiles, les acides gras naturels sont présents principalement sous forme de triglycérides (98-99%). L'hydrolyse de ce dernier libère des acides gras, leur quantité accélère donc la dégradation de l'huile. Ces derniers s'agissent du principal critère qui distingue les huiles sur le marché, car les trois catégories d'huiles vierges ont des normes de qualité différentes. Les huiles raffinées ont une limite de tolérance inférieure car cette étape devrait éliminer presque toutes les traces d'acides gras libres. L'oxydation des acides gras libres insaturés produit des hydroperoxydes (Figure 7). Cette étape est également appelée initiation de la peroxydation lipidique. Ces hydroperoxydes sont instables et peuvent réagir avec d'autres molécules pour générer de nouveaux radicaux. Ceci représente l'étape de propagation dans la peroxydation des acides gras. Topallar H. et al [81] ont montré en 1997 que l'oxydation des acides gras dépend directement de la capacité de l'oxygène à réagir avec les radicaux peroxydes. Par conséquent, il est possible de déterminer si l'huile est dans un état oxydatif ou non par leur dosage.



**Figure 7** : Auto-oxydation de l'acide linoléique [82].

L'analyse spectrophotométrique dans la région UV fournit des informations supplémentaires sur la qualité de l'huile. Le coefficient d'extinction à 270 nm est un bon indicateur de la teneur en

peroxyde de l'huile. Par conséquent, cette analyse peut être ajoutée à l'analyse précédente ou en amont pour confirmer si un dosage précis de l'hydroperoxyde est requis.

Les normes de qualité en industries agroalimentaires étant de plus en plus rigoureuses, d'autres critères doivent cependant être pris en considération (tableau 2).

**Tableau 2** : Données physico-chimiques de classification des huiles [83, 84].

	Densité relative (20°C)	Acidité (% acide oléique)	Indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg)	Extinction spécifique à 270 nm	Acides gras saturés en position 2 (%)
Huile d'olive vierge extra	-	<1	<20	<0,25	<1,5
Huile d'olive vierge	-	<2	<20	<0,3	<1,5
Huile d'olive vierge ordinaire	0,910	<3,3	<20	<0,3	<1,5
Huile d'olive raffinée	0,916	<0,3	<5	<1,1	<1,8
Huile d'olive	-	<1,5	<15	<0,9	-
Huile de grignon d'olive raffinée	-	<1,5	<5	<2,0	<2,2
Huile de grignon d'olive	-	<1,5	<15	<1,7	-

Ces trois analyses, la teneur en acide libre, l'indice de peroxyde et la détermination spectrophotométrique à 270 nm sont rapides et nécessitent un équipement peu coûteux. Cela vous permet de déterminer rapidement l'état de qualité général de l'huile d'olive analysée.

Quelques caractéristiques complémentaires des huiles d'olive à savoir : l'indice de réfraction, de saponification, d'iode et insaponifiable sont présentées au tableau 3.

**Tableau 3** : Caractéristiques complémentaires des huiles d'olive [84].

	Indice de réfraction (n <sub>D</sub> 20°C)	Indice de saponification (mg KOH/g)	Indice d'iode (Wijis) G de I <sub>2</sub> /100 g d'huile	Insaponifiable (g/kg)
Huile d'olive vierge	1,4677-1,4705	184-196	75-94	<15g/kg

Huile d'olive raffinée	1,4677-1,4705	184-196	75-94	<15g/kg
Huile de grignon d'olive raffinée	1,4680-1,4707	182-193	75-92	<25g/kg

## I.7 Enrichissement de l'huile d'olive

Les aliments traditionnels ont joué un rôle important dans diverses cultures et traditions régionales pendant des milliers d'années. Cela inclut les aliments qui ont été consommés localement ou régionalement sur une longue période de temps [85]. D'un point de vue économique, les aliments traditionnels sont plus consommés par comparaison aux coût élevé des aliments magasiniers, surtout dans les endroits éloignés. Les aliments traditionnels sont de riches sources de nutriments qui répondent adéquatement aux besoins alimentaires des populations. L'huile d'olive, principale source de matières grasses du régime méditerranéen, est une excellente matrice pour le processus d'enrichissement, à la fois comme produit de consommation directe et comme ingrédient dans de nouveaux aliments [86]. Diverses sources de substances bioactives naturelles dans notre cas : l'huile de chia peut être utilisé pour enrichir l'huile d'olive et d'autres composés végétaux, principalement des herbes et des épices [87]. Le développement de ces huiles d'olive fonctionnelles contribuera à prévenir les maladies chroniques et à améliorer la qualité de vie de nombreux consommateurs, réduisant ainsi les coûts de santé [88].

### I.7.1 Procédure d'enrichissement d'huile d'olive

L'enrichissement de l'huile d'olive avec d'autres substances est assuré par différents procédés dont on peut distinguer :

#### I.7.1.1 Enrichissement par infusion (macération)

Une méthode de macération traditionnelle pour enrichir l'huile d'olive et qui consiste à dissoudre des matériaux naturels contenant des antioxydants et des composés aromatiques tels que les herbes, les épices et les fruits, dans la phase huileuse, requérant une durée de temps prolongée et une température ambiante. Aussi appelée macération et extraction solide-liquide. Ce type d'enrichissement prend beaucoup de temps pour permettre l'extraction des

composés d'intérêt à la fois les parfums et les bioactifs, puissent être extraits dans la phase huileuse, en fonction de la solubilité de chaque composé.

### **I.7.1.2 Co-traitement**

Des herbes ou d'autres plantes sont ajoutées à la pâte d'olive avant l'étape de mélange. Ceci est facilité par l'utilisation d'ultrasons avant de maximiser la pâte d'olive [89].

### **I.7.1.3 Enrichissement par ultrasons**

L'application des ultrasons au processus de diffusion des composés fonctionnels dans l'huile d'olive améliore l'extraction des composés aromatiques ou bioactifs dans l'huile d'olive. Cela réduit le temps de traitement et augmente le rendement [90]. Ces dernières années, diverses études ont utilisé l'huile d'olive comme solvant pour extraire des substances intéressantes de divers substrats végétaux. Cette extraction est facilitée et accélérée par l'application d'ultrasons [91].

## **I.7.2 Bienfaits d'enrichissement de l'huile d'olive vierge**

L'enrichissement de l'huile d'olive par des composés phénoliques, les européines, et leurs métabolites (tyrosol et hydroxytyrosol), qui sont de puissants inhibiteurs des radicaux formés lors de l'oxydation [92], ainsi que l'enrichissement par les flavonoïdes, les chlorophylles et les composés aromatiques qui possèdent souvent des activités antioxydantes non négligeable assurent la stabilité antioxydante et améliorent la qualité de l'huile d'olive [93]. Le développement de ces huiles d'olive fonctionnelles contribuera à améliorer la qualité de vie et sont riches en antioxydants, notamment en polyphénols et autres composants qui contribuent à la prévention et au traitement des maladies neurodégénératives. Ils ont des effets antibactériens, renforcent le système immunitaire et jouent également un rôle important dans la protection de certains tissus et organes contre les dommages oxydatifs [94].

## **CHAPITRE II**

### **GENERALITES SUR LE CHIA**

## II.1 Introduction

Le mot chia (*Salvia hispanica* L.) est dérivé d'un mot espagnol "chian" ou "chien" qui signifie huileux. Le Mexique et le Guatemala sont considérés comme les origines du chia. C'est une partie importante de l'alimentation humaine depuis environ 5 500 ans. Chia est une plante herbacée, traditionnellement utilisée par l'Aztèque et les Mayas pour préparer des médicaments, de la nourriture et des toiles [95]. Chia est une graine oléagineuse, considéré comme la puissance des acides gras oméga-3, contient des protéines de qualité supérieure, une grande quantité de fibres alimentaires, vitamines, minéraux, et est une source importante de composés bioactifs et polyphénoliques [96, 97]. Le chia contient de grandes quantités d'acides gras polyinsaturés oméga-3 qui aident à prévenir l'inflammation, à augmenter le rendement cognitif et minimiser les taux de cholestérol dans le corps humain. Chia détient la richesse des polyphénols dérivés de l'acide caféique qui agit comme un antioxydant et protège le corps contre les radicaux libres, le vieillissement et les maladies chroniques. De plus, le chia contient des niveaux élevés de fibres alimentaires à base de glucides, qui ont été associées à la réduction de l'inflammation, du cholestérol et de la fonction intestinale irrégulière. En raison de ses propriétés nutritionnelles et fonctionnelles, le chia gagne une importance dans le monde entier. Comme après la reconnaissance de ses bienfaits nutraceutiques, le chia est maintenant appelé « la graine » du 21<sup>ème</sup> siècle, « nouvel or » ou « super nutriment » [98]. Des études récentes montrent que les composants des graines de chia ont des effets bénéfiques sur l'amélioration du profil lipidique sanguin au moyen de leurs effets hypotensifs, hypoglycémiques, antimicrobiens et immunostimulateurs [99].

## II.2 Description de la plante de chia

*Salvia hispanica* L., également connue sous le nom de chia, est une plante herbacée annuelle originaire de sud du Mexique et du nord de Guatemala. Elle appartient à l'ordre des Lamiales, à la famille de la menthe Labiatae, à la sous-famille des Nepetoideae, et au genre de *Salvia*. Le genre *Salvia* comprend environ 900 espèces répandues depuis des milliers d'années dans plusieurs parties du monde, notamment l'Afrique du sud, l'Amérique centrale, l'Amérique du nord et du sud et l'Asie du Sud-Est [100-107]. Comme le montre la littérature, aujourd'hui le chia est cultivé non seulement au Mexique et au Guatemala, mais aussi en Australie, en Bolivie, en Colombie, au Pérou, en Argentine, au Etats-Unis et en Europe. Aujourd'hui, le Mexique est considéré comme le plus grand producteur de chia au monde [108].

*Salvia hispanica* L. est cultivée principalement pour ses graines et produit des fleurs blanches et violettes de 3 à 4 mm de diamètre et hermaphrodites. La plante elle-même est sensible à la lumière du jour et peut atteindre jusqu'à 1 m de hauteur, ses feuilles sont inversement pétiolées et dentelées, et mesurent de 4 à 8 cm de long et de 3 à 5 cm de large [101, 104, 105].



**Figure 8 :** *Salvia hispanica* L [109].

### II.3 Définition de la graine de chia

Les graines de chia (*Salvia Hispanica* L) sont devenues l'un des ingrédients les plus importants et les plus attrayants des aliments fonctionnels au cours des deux dernières décennies en raison de leur profil nutritionnel favorable. En effet, elles sont très riches en acides gras essentiels, acides aminés, fibres, vitamines et minéraux [110]. De plus, les graines de chia possèdent plusieurs composants bioactifs et polyphénols tels que l'acide cinamique, l'acide chlorogénique, la quéricitine et la myrecitine, qui contribuent à son activité antioxydante [111, 112]. En raison de la présence de ces composés, le chia est recommandé comme ingrédient fonctionnel. De plus, les graines de chia ne contiennent pas de composés allergiques ou antinutritionnels [110].

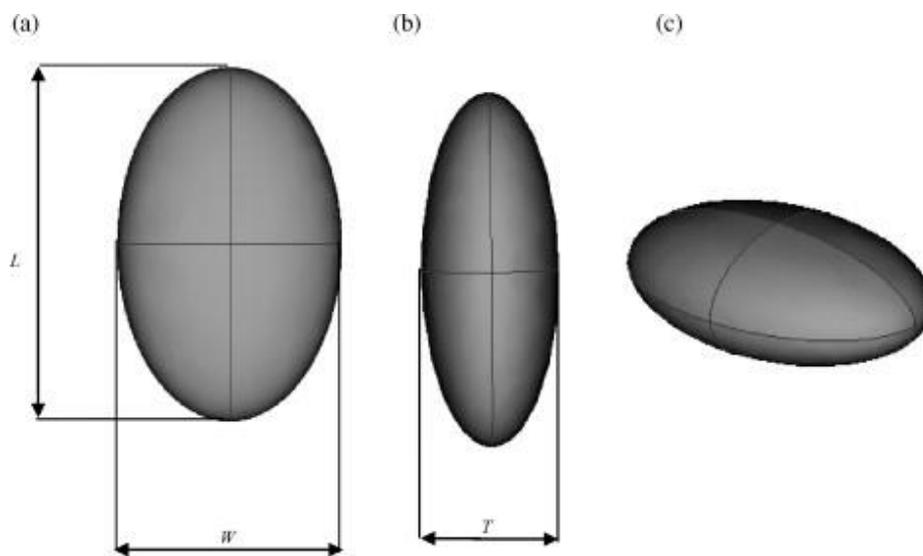


**Figure 9 :** *Salvia hispanica* L. graines avec bandes brunes [109].

## II.4 Morphologie et microstructure des graines de chia

Les petites graines de chia, plates et ovales mesurent environ 2,0-2,5 mm de long, 1,2-1,5 mm de large et 0,8-1,0 mm d'épaisseur. Ces graines ont un tégument brillant, tacheté ou moucheté, dont la couleur varie du brun foncé au blanc cassé, mais sont souvent noires. Selon la sensibilité de la plante de chia à la lumière du jour, elle produit des graines noires et blanches avec des surface tachetées. Les graines noires et blanches ont des propriétés physico-chimiques légèrement différentes. Les graines blanches sont relativement plus grosses, plus épaisses et plus larges que les graines noires. La teneur moyenne en eau diffère également entre les graines noires et les graines blanches, 7,2 % et 6,6 % respectivement. Les graines de chia blanches ont un rendement en huile plus élevé que les graines noires, soit près de 33,8 % et 32,7 % respectivement. De plus, les compositions en protéines et en acides gras des deux graines diffèrent significativement [113, 114].

Les graines de chia forment un gel visqueux lorsqu'elles sont trempées dans l'eau.



**Figure 10 :** a) longueur et largeur b) épaisseur c) forme générale [115].

## II.5 Huile de chia

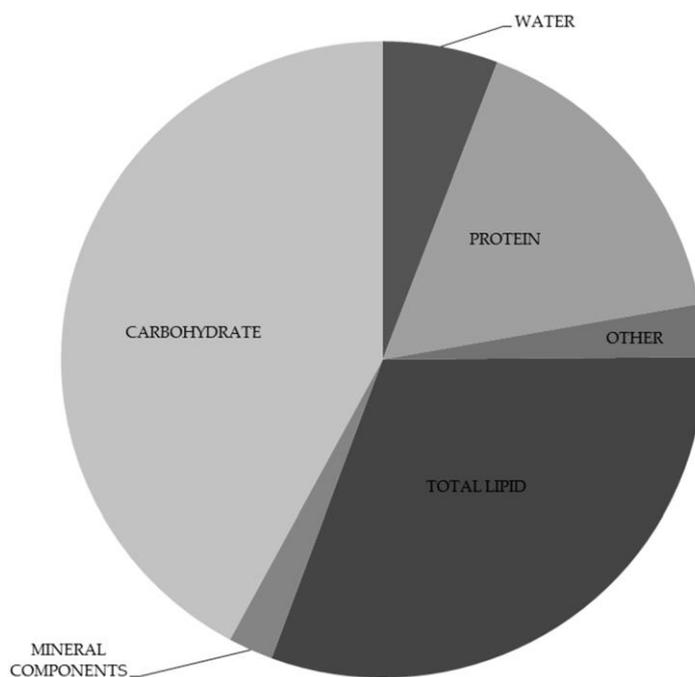
Les graines de chia contiennent environ 28 à 32 % d'huile et sont riches en acides gras polyinsaturés, en particulier en oméga-3 (acide linoléique ~ 68 %), plus que toute autre source végétale connue, ainsi qu'en oméga-6 (acide linoléique ~ 19 %) [116].

De plus, l'huile de chia contient d'autres composants précieux tels que le tocophérol, les polyphénols, les phytostérols, les caroténoïdes et les phospholipides [117].

Comme les autres huiles végétales, l'huile de chia ne contient pas de cholestérol, ce qui la rend avantageuse par rapport à d'autres produits alimentaires contenant des acides gras essentiels comme les poissons gras qui contiennent une quantité importante de cholestérol. Sa faible teneur en sodium par rapport à d'autres sources d'oméga-3, ce qui en fait un excellent choix pour les personnes souffrant d'hypertension. L'huile de chia est classée comme étant supérieure, en termes de paramètres de qualité, à d'autres huiles telles que l'huile de soja, l'huile de tournesol, l'huile de colza et l'huile d'olive. C'est la source la plus durable et la moins chère d'AGPI oméga-3, avec des apports de 25 à 30 g par jour répondant à vos besoins quotidiens [118].

## II.6 Composition chimique des graines de chia

La composition chimique des graines de chia a été analysée dans de nombreuses études. Des données détaillées sur la composition de base des graines de chia sont présentées à la figure 11.



**Figure 11** : Composition de base des graines de chia [119].

Les graines de chia sont très nutritives, notamment en raison de leur teneur élevée en fibres alimentaires et en matières grasses (tableau 4).

**Tableau 4** : Valeur nutritionnelle des graines de chia [119, 120].

Nutriments	[119]		[120]	
<b>L'énergie</b>	486.0	kcal	562	kcal

<b>Protéines</b>	16.5	g/100 g	24.2	g/100 g
<b>Lipidestotaux</b>	30.7		40.2	
<b>Frêne</b>	4.8		4.77	
<b>Glucides</b>	42.1		26.9	
<b>Fibres alimentaires</b>	34.4		30.2	
<b>Calcium</b>	631.0	mg/100 g	456	mg/100 g
<b>Le fer</b>	7.7		9.18	
<b>Magnésium</b>	335.0		449	
<b>Phosphore</b>	860.0		919	
<b>Potassium</b>	407.0		726	
<b>Sodium</b>	16.0		0.26	
<b>Zinc</b>	4.6		6.47	
<b>Cuivre</b>	0.9		1.86	
<b>Manganèse</b>	2.7		3.79	
<b>Vitamine C</b>	1.6			
<b>Thiamine</b>	0.6			
<b>Riboflavine</b>	0.2		Non évalué	
<b>Niacine</b>	8.8			
<b>Vitamine E</b>	0.5			
<b>Folate</b>	49.0	µg/100 g	Non évalué	µg/100 g

Les graines de chia contiennent environ 30-34 g de fibres alimentaires, dont la fraction insoluble représente environ 85 à 93 % et les fibres alimentaires solubles environ 7-15 % [121, 122]. En termes de teneur en fibres, les graines de chia surpassent les fruits secs, les céréales et les noix. Le profil des acides gras est particulièrement intéressant. Il se caractérise par une forte teneur en acides gras polyinsaturés, principalement l'acide alpha-linolénique (w-3), qui représente environ 60 % de tous les acides gras. Les acides linoléique, oléique et palmitique sont présents en faible quantité. Les graines de chia ont une teneur plus élevée en acides oméga-3 que les graines de lin. Il convient également de souligner le rapport bénéfique

entre les acides oméga-6 et les acides oméga-3, qui est d'environ 0,3 : 0,35 [123, 124]. Les graines de chia sont également une excellente source de protéines végétales, représentant environ 18 à 24 % de la masse des graines de chia [125].

L'analyse de la composition en acides aminés (tableau 5) a confirmé la présence de 10 acides aminés exogènes, dont les niveaux les plus élevés étaient l'arginine, la leucine, la phénylalanine, la valine et la lysine. Les protéines des graines de chia sont également riches en acides aminés endogènes, principalement l'acide glutamique, l'acide aspartique, l'alanine, la sérine et la glycine [119, 126, 127].

**Tableau 5 :** Composition en acides aminés des protéines des graines de chia [119, 126].

Acides aminés	Teneur g/100 g	
	[126]	[119]
<b>Acides aminés essentiels</b>		
<b>Arginine</b>	2.14	2.00
<b>Histidine</b>	0.53	0.61
<b>Isoleucine</b>	0.80	0.74
<b>Leucine</b>	1.37	1.42
<b>Lysine</b>	0.97	0.93
<b>Méthionine</b>	0.59	0.67
<b>Phénylalanine</b>	1.02	1.6
<b>Thréonine</b>	0.71	0.54
<b>Tryptophane</b>	0.44	n/d
<b>Valine</b>	0.95	0.79
<b>Acides aminés non essentiels</b>		
<b>Cystine</b>	0.41	0.42
<b>Tyrosine</b>	0.56	0.61
<b>Alanine</b>	1.04	0.94
<b>Acide aspartique</b>	1.69	1.28

<b>Acide glutamique</b>	3.50	2.87
<b>Glycine</b>	0.94	0.91
<b>Proline</b>	0.78	1.28
<b>Sérine</b>	1.05	0.94

Il convient de souligner que les graines de chia sont sans gluten et peuvent être consommées par les personnes atteintes de la maladie cœliaque [129]. Les graines de chia contiennent des minéraux tels que le phosphore (860-919 mg / 100 g), le calcium (456-631 mg / 100 g), le potassium (407-726 mg / 100 g) et le magnésium (335-449 mg / 100 g). Des études ont également confirmé la présence de certaines vitamines, principalement la vitamine B1 (0,6 mg /100 g), la vitamine B2 (0,2 mg /100 g) et la niacine (8,8 mg /100 g) [119, 120]. Les graines de chia sont également une source riche de groupes particulièrement intéressants de composés végétaux caractérisés par une activité biologique élevée [129, 130]. Ce sont notamment les polyphénols : acide gallique, caféique, chlorogénique, cinnamique et férulique, quercétine, kaempférol, épicatechine, rutine, apigénine et acide p-coumarique. Des quantités mineurs d'isoflavones telles que la daidzéine, la glycitéine, la génistéine et la génistine, sont présentes (tableau 6).

**Tableau 6** : Teneurs en polyphénols et en isoflavones des graines de chia [120, 131 , 132].

	<b>Composé</b>	<b>µg/g</b>	<b>Référence</b>
<b>Polyphénols</b>	Acide gallique	0,05 ; 11	[120, 131]
	Acide caféique	27 ; 30,89	[131,132]
	Acide chlorogénique	4,68	[132]
	Ester éthylique de l'acide protocatéchique	0,74	
	Acide férulique	trace	

	Quercétine	0,17	
	Kaempférol	0,013	
	Kaempférol 3-O-glucoside	0,029	
	Epicatechine	0,029	[120]
	Rutine	0,22	[120]
	Acide p-coumarique	0,24	
	Apigénine	0,005	
<b>Isoflavones</b>	Daidzin	6,6	[131]
	Glycitine	1,4	
	Génistin	3,4	
	Glyciteine	0,5	
	Génistéine	5,1	

Ciftci et al. [123] ont montré la présence de campestérol (472 mg/kg de lipides), de stigmastérol (1248 mg/kg de lipides), de  $\beta$ -sistérol (2057 mg/kg de lipides) et de  $\Delta$ 5-avénastérol. En outre, il a été constaté que les graines de chia contiennent également des tocophérols :  $\alpha$ -tocophérol (8 mg/kg de lipides),  $\gamma$ -tocophérol (422 mg/kg de lipides) et  $\delta$ -tocophérol (15 mg/kg de lipides).

## II.7 Caractéristiques physico-chimiques de l'huile des graines de chia

Le tableau 7 regroupe les principaux indices chimiques et constantes physiques de l'huile de chia [133].

**Tableau 7 :** Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de chia.

Caractéristiques	Valeurs
pH	3,8-5
Densité	0,90-0,935

Indice de réfraction	1,45-1,47
Indice d'acide	2
Indice de peroxyde	15
Indice de saponification moyen	193
Indice d'iode	186-207

## II.8 Activité antioxydante et antimicrobienne des graines de chia

Les graines de chia et leurs huiles contiennent une variété d'antioxydants naturels, notamment des tocophérols, des phytostérols, des caroténoïdes et des composés polyphénoliques, qui sont les principaux complexes qui contribuent à l'activité antioxydante des graines de chia. Le piégeage des radicaux libres est connu pour chélater les ions et donner de l'hydrogène [134]. Les composés antioxydants réduisent le risque de maladies chroniques (cancers et crise cardiaque) et offrent une protection contre certaines maladies telles que le diabète, la maladie d'Alzheimer et la maladie de Parkinson [135]. Les acides gras w-3 ont la capacité de bloquer les perturbations des canaux calciques et sodiques pouvant entraîner une hypertension, d'améliorer la variabilité de la fréquence cardiaque et de protéger contre les arythmies ventriculaires [136].

## I.9 Effets bénéfiques des graines de chia sur la santé

Selon Ulbricht et al. [137], l'efficacité pour les indications de *Salvia hispanica* n'a pas encore été prouvée. La sécurité et l'efficacité du chia ont été examinées par Mohd Ali et al. [138]. Ils ont conclu que l'huile de graines de chia peut maintenir un profil lipidique sérique équilibré, mais que des recherches supplémentaires sont nécessaires pour effectuer une évaluation de sécurité appropriée. L'utilisation du chia comme complément alimentaire et de nouvelle recherche pour le traitement ou la prévention des maladies chez l'homme. De Falco et al. [139] ont présenté un aperçu des analyses nutritionnelles et phytochimiques du chia et des résultats récents d'études métaboliques sur le chia. Des effets bénéfiques de la consommation de chia sur la santé humaine ont été rapportés par plusieurs auteurs [140-143]. Après une étude en double aveugle, parallèle et randomisée en double aveugle, Jenkins et al. [144] ont proposé l'utilisation du chia comme complément à la thérapie conventionnelle pour le surpoids et l'obésité chez les patients diabétique. En effet, en raison de sa forte teneur en fibres, la consommation de chia favorise le contrôle glycémique et la perte de poids.

**CHAPITRE III**  
**TECHNIQUES D'EXTRACTION**

### III.1 Introduction

L'extraction d'huiles essentielles (HE) est nécessairement un processus complexe et délicat. L'objectif est de capter et de récolter les produits les plus volatils, les plus subtils et les plus fragiles de la plante, et cela sans en altérer la qualité [145].

D'un point de vue général, il est intéressant de noter que l'HE n'est pas forcément identique à celle produite par la plante. L'HE subit généralement des changements de composition chimique dus aux interactions de la chaleur et de l'eau pendant le processus d'extraction. En effet, seule l'HE issue de l'expression à froid, n'ayant pas eu de contact avec le jus de fruit et protégées de l'oxydation, pourrait correspondre à la véritable essence de la plante [146, 147].

### III.2 Procédés d'extraction des huiles essentielles

Les huiles essentielles sont extraites à des rendements très faibles (environ 1 %), ce qui en fait des matières fragiles, rares et précieuses. Par conséquent, les différentes techniques utilisées pour obtenir les huiles essentielles et des extraits aromatiques doivent tenir compte de ses propriétés d'une part et fournir des performances quantitatives satisfaisantes d'autre part. Une forte demande toujours plus exigeante basée sur différents phénomènes physiques : la distillation ou la l'extraction. Ces techniques d'extraction seront présentées selon le principe sur lequel elles sont basées et classées en deux catégories distinctes selon le produit final obtenu : une huile essentielle ou un extrait aromatique.

#### III.2.1 Hydrodistillation

C'est un procédé lors du laquelle le matériel végétal est immergé dans l'eau, le tout étant porté à ébullition. Les vapeurs sont condensées dans un réfrigérant. Après refroidissement, l'huile essentielle peut être séparée par décantation (figure 12) [148, 149]. Le chauffage, prolongé trop puissant, entraîne la décomposition de certaines molécules aromatiques [150].

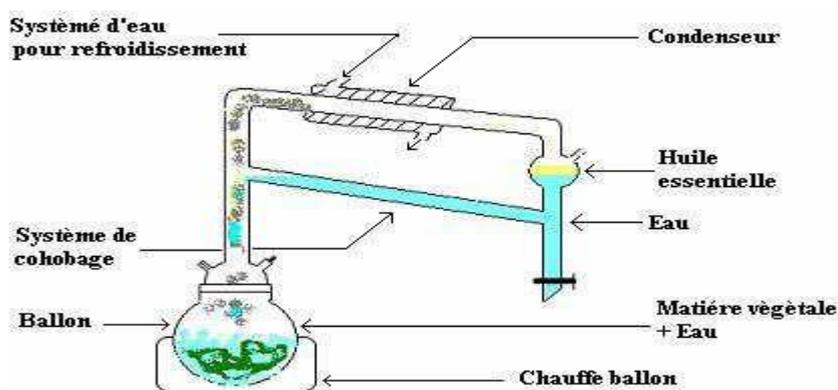
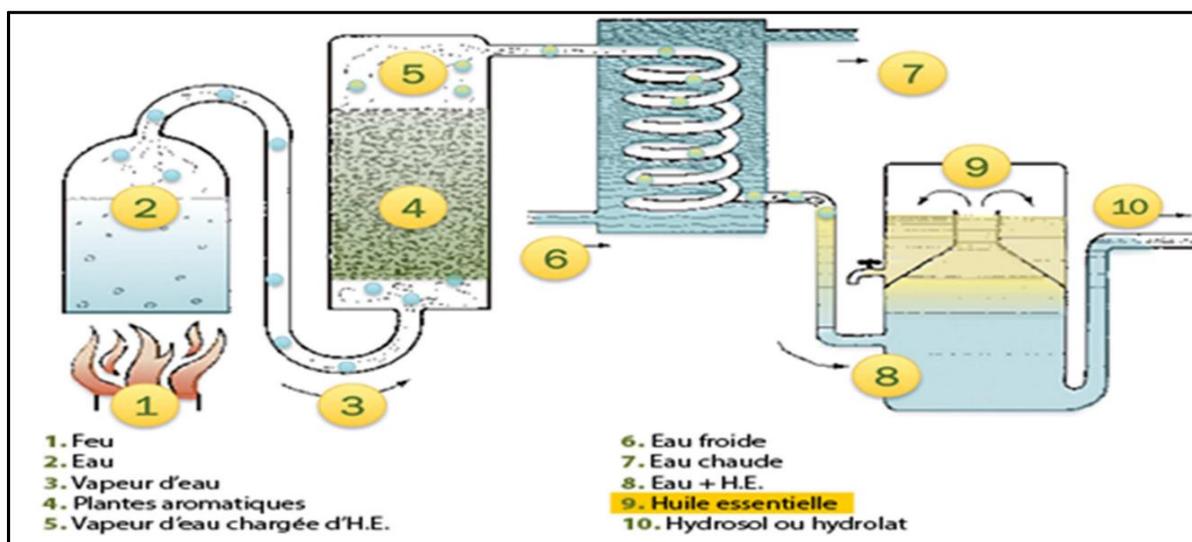


Figure 12 : Appareillage utilisé pour l'hydrodistillation de l'huile [149].

### III.2.2 Entraînement à la vapeur d'eau

L'entraînement à la vapeur d'eau est l'une des méthodes officielles pour l'obtention des huiles essentielles. Contrairement à l'hydrodistillation, cette technique ne met pas en contact direct l'eau et la matière végétale à traiter. La vapeur d'eau fournie par la chaudière traverse la matière végétale située au dessus d'une grille. Lorsque la vapeur traverse le matériau, les cellules se rompent et libèrent l'huile essentielle qui est vaporisée par la chaleur pour former un mélange « eau + huile essentielle ». Le mélange est ensuite envoyé au condenseur et l'essencier avant d'être séparé en une phase aqueuse et une phase organique : l'huile essentielle. Il n'y a pas de contact direct entre l'eau et les composants végétaux, et entre l'eau et les molécules aromatiques, évitant ainsi certains phénomènes d'hydrolyse et de dégradation pouvant affecter la qualité de l'huile [151].



**Figure 13 :** Principe de l'appareillage d'extraction par entraînement à la vapeur d'eau [150].

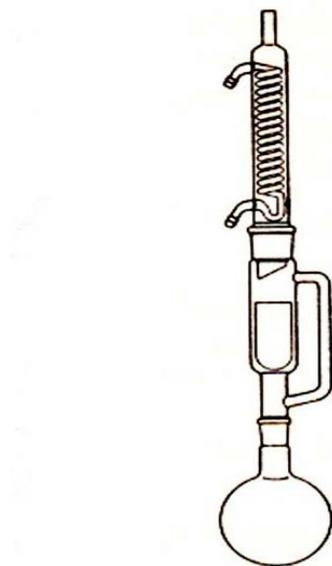
### III.2.3 Hydro-diffusion

Cette technique relativement récente consiste à faire passer de la vapeur d'eau à travers une matrice végétale de haut en bas sous pression réduite. Les bénéfices de cette technique se traduisent par l'amélioration quantitative et qualitative des huiles essentielles [152].

### III.2.4 Extraction par Soxhlet

L'extraction par Soxhlet consiste à faire passer la matière à traiter dans une cartouche de cellulose par un flux descendant de solvant. Le solvant est toujours neuf car il est distillé à chaque cycle. Cette technique est loin d'être exclusive aux molécules aromatiques d'origine

végétale [153]. Elle est souvent utilisée pour l'extraction de lipides [154] et diverses autres catégories de molécules. De plus, cette technique d'extraction a récemment été associée aux micro-ondes [155] et aux ultrasons [156].



**Figure 14 :** Appareil de Soxhlet [156].

### III.2.5 Extraction à froid

Cette méthode est couramment utilisée pour extraire les huiles essentielles des agrumes. Son principe consiste à rompre mécaniquement les poches à essences. L'huile essentielle est séparée par décantation ou centrifugation. Il existe des machines qui utilisent le vide pour éclater les poches et collecter directement les huiles essentielles, en évitant la dégradation liée à l'exposition à l'eau [157] et diverses autres catégories de molécules.

### III.2.6 Extraction par micro-ondes

Une nouvelle technique appelée hydro-distillation par micro-ondes est apparue au début des années 1990. Dans ce processus, la matière végétale est chauffée par micro-ondes dans une enceinte close dans laquelle la pression est réduite de manière séquentielle. Les composés volatils sont emportés par la vapeur d'eau qui se forme à partir de l'eau de la plante. Il est ensuite récupéré par des procédés classiques de condensation, de refroidissement et de décantation. Cette technique permet un gain de temps (temps d'extraction divisé par 5-10) et d'énergie (température plus basse) [158].

### III.2.7 Extraction par les solvants et les graisses

Il s'agit d'extraits de plantes obtenus au moyen de solvants non aqueux. Ces derniers sont couramment utilisés en chimie organique tels que : Hexane, éther de pétrole, mais aussi

graisses, huiles (absorption des composés volatils lipophiles par les corps gras). Ces solvants ont un pouvoir extractif plus élevé que l'eau, de sorte que l'extrait contient non seulement des composés volatils, mais également toutes sortes de composés non volatils tels que des cires, des pigments et des acides gras [159]. Pour les extraits contenant des corps gras, un lavage à l'éthanol permet d'éliminer ces composés indésirables. La solution alcoolique ainsi recueillie est refroidie à -10 °C pour séparer la cire végétale solidifiée. Après distillation de l'alcool, le produit obtenu est appelé « absolu » et ressemble à celui des huiles essentielles par sa composition [160]. L'extraction avec des solvants organiques pose des problèmes de toxicité [161].

### **III.2.8 Extraction par du CO<sub>2</sub> supercritique**

L'avantage de cette technique est qu'en combinant les propriétés du gaz et du liquide pendant le processus d'extraction, le temps d'extraction réduit au minimum les processus de dégradation possibles tels que l'oxydation et la séparation [162].

## **PARTIE 2 : PARTIE EXPERIMENTALE**

# **CHAPITRE IV**

## **MATERIEL ET METHODES**

Notre travail a pour objectif d'étudier les caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive enrichie en huile de chia à différents concentrations et stockée pendant 15, 90 et 365 jours.

## IV.1 Matériel utilisé

### IV.1.1 Matériel végétal

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

On a utilisé pour l'enrichissement une huile commerciale (Himani) importée par les herboristes de la ville de Bejaia de Pakistan et une huile extraite, cette dernière est extraite par deux méthodes :

- **Hydrodistillation**

L'huile essentielle des graines de chia est obtenue par hydrodistillation. Nous avons introduit 50 g de graines de chia dans un ballon contenant l'eau distillé et quelques pierres ponce, a atteint l'ébullition et on laisse bouillir pendant 4h. Les vapeurs d'eau chargées en huile essentiel sont condensées dans le réfrigérant et récupérées dans un récipient, on refait l'opération jusqu'à obtention d'une quantité suffisante de HE.

On sépare l'huile de la phase aqueuse par extraction au moyen d'un solvant organique tel que l'éther, le chloroforme, l'hexane. On introduit le distillat obtenu dans une ampoule à décanter en ajoutant 30 ml d'hexane. Ensuite, on agite, on laisse reposer 5 min, on décante pour éliminer la phase aqueuse et on récupère la phase organique dans un ballon de 250 ml. La phase organique est alors séchée à l'aide de desséchant tel que  $\text{CaCl}_2$ ,  $\text{MgSO}_4$ , ... puis filtrée. On récupère après décantation l'huile essentielle.

- **Soxhlet**

Les graines de chia sont broyées au mortier et placées dans la cartouche de l'extracteur. L'huile est extraite à l'aide de l'eau portée à une température proche de celle de l'ébullition de l'eau soit  $100^\circ\text{C}$ . L'extraction est arrêtée au bout de 4 heures. Recueillir le solvant dans un ballon où il est ensuite évaporé au moyen d'un évaporateur rotatif à  $100^\circ\text{C}$ .

L'huile essentielle est obtenue par évaporation au rota vapeur de l'eau de la phase organique.



Figure 15 : Dispositif d'évaporation.

### IV.1.2 Produits chimiques utilisés

Dans le tableau 8, on donne quelques caractéristiques des produits chimiques utilisés dans notre expérience.

Tableau 8 : Produits chimiques utilisés.

Produit chimique	Formule chimique	Masse molaire (g/mol)	Pureté (%)	Marque
Hydroxyde de potassium	KOH	56.11	-	CHEM-LAB
Acide chlorhydrique	HCl	36.46	36.5-38	Honeywell
Ethanol	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	46	99.8	Honeywell
Phénolphtaléine	C <sub>20</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub>	318.32	-	BIOCHEM
Chloroforme	CHCl <sub>3</sub>	119.38	99	CARLO ERBA
Acide acétique	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	60.05	99.8-100.5	Honeywell
Iodure de potassium	KI	166.00	99-100.5	SIGMA-ALDRICH
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> · 5H <sub>2</sub> O	248.18	99	LABOSI
Hexane	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub>	86.18	≥95	Honeywell
Réactif de Wijs	NH <sub>2</sub> CO.NH <sub>2</sub>	60.06	-	BIOCHEM
Cyclohexane	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	84.16	-	BIOCHEM

## IV.2 Analyses physico-chimiques

### IV.2.1 Analyses physiques

### IV.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.

#### Principe

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

#### Mode opératoire

- Nettoyer le pycnomètre et le sécher pour le peser vide ( $m_0$ )
- Déterminer la masse de pycnomètre rempli d'eau distillé ( $m_1$ )
- Vider, nettoyer et sécher le pycnomètre ;
- Déterminer la masse du pycnomètre contenant de l'huile ( $m_2$ )

#### Méthode de calcul

La densité relative est donnée par la formule (1)

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

$m_0$  : Masse du pycnomètre vide (g).

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

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

### IV.2.1.2 Indice de réfraction

#### Définition

L'indice de réfraction d'une huile essentielle est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée, passant de l'air dans l'huile essentielle maintenue à une température constante. Les indices ont été déterminés selon la norme NF T 75-112, 1977/ISO280-1976, grâce à un réfractomètre de type Carl Zeiss (figure 17) dont l'échelle de réfraction s'étend de 1,300 à 1,700.



Figure 16 : schéma du Réfractomètre.

## Principe

A 20°C, on mesure l'indice de réfraction pour les huiles à l'aide d'un réfractomètre. Il est lié à la température.

## Mode opératoire

- Nettoyer la lame du réfractomètre à l'aide de papier Joseph ;
- A 20°C, étalonner l'appareil avec l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égal à 1.33 ;
- Mettre quelques gouttes d'huile sur la lame en utilisant 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)

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

Où :

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

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

$n_d^t$  : Indice de réfraction à la température T.

## IV.2.2 Analyses chimiques

### IV.2.2.1 Indice d'acide

#### Définition

L'indice d'acide d'un corps gras est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaires pour neutraliser les acides gras libres exprimé

conventionnellement en acide oléique [163]. L'acidité se déduit de l'indice d'acide est une expression conventionnelle du pourcentage d'acides gras libres.

### Principe

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

L'équation de la réaction :



### Mode opératoire

- Peser dans un erlenmeyer 1g d'huile ;
- Ajouter 5 mL d'éthanol et 5 gouttes de phénolphthaléine ;
- On neutralise la solution avec l'hydroxyde de potassium KOH de 0.1 N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.

### Méthode de calcul

L'indice d'acide est calculé selon cette formule :

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

Où :

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

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

**N** : Normalité de la solution d'hydroxyde de potassium (0.1 N).

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

#### IV.2.2.2 Indice de peroxyde

##### Définition

L'indice de peroxyde d'une matière grasse est le nombre de microgrammes de peroxyde actif contenu dans un gramme de produit, ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile [164].

### Principe

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

### Mode opératoire

- Peser 1 g de 'huile dans un erlenmeyer ;
- Ajouter 10 mL de chloroforme, dissoudre rapidement l'huile en agitant ;
- Ajouter 15 ml d'acide acétique puis 1 mL d'iodure de potassium (KI) en bouchant rapidement et agitant pendant 1 min puis le laisser à l'abri de la lumière pendant 5 min ;
- Ajouter 75 mL d'eau distillée ;
- Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur coloré ;
- Effectuer l'essai à blanc dans les mêmes conditions.

### Méthode de calcul

$$IP = [(V - V_0) \times C \times 100] / P \quad (5)$$

Où :

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

**V** : Volume de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer l'échantillon.

**C** : Concentration exacte de la solution de thiosulfate de sodium utilisé (mol/l).

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

#### IV.2.2.2 Indice de saponification

##### Définition

L'indice de saponification se définit comme la masse en milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) pour saponifier un gramme de matière grasse. Ce paramètre a été déterminé suivant le protocole décrit par la norme NF T 60-206 [165].

##### Principe

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

**Mode opératoire**

- Peser 1 g de la matière grasse dans un ballon puis ajouter 25 mL de potasse alcoolique KOH 0.5 N ;
- On place le ballon dans bain Marie et on laisse bouillir pendant 45 à 60 min ;
- Ajouter 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine après refroidissement.
- Titrer l'excès de potasse par l'acide chlorhydrique HCl de normalité 0.5 N, en agitant jusqu'à décoloration de phénolphtaléine.
- On effectue dans les mêmes conditions un essai à blanc.

**Méthode de calcul**

L'indice de saponification se calcule selon l'équation (6) :

$$IS = [(V_0 - V) \times N \times 56.1] / P \quad (6)$$

Où :

$V_0$  : Volume de HCl en mL utilisé pour l'essai à blanc ;

$V$  : Volume de HCl en mL utilisé pour l'échantillon à analyser ;

$P$  : Prise d'essai en grammes.

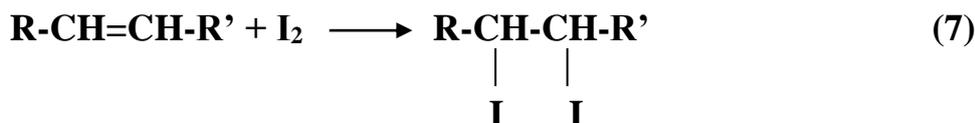
$N$  : Normalité de HCl à 0.5 N.

**IV.2.2.3 Indice d'iode****Définition**

L'indice d'iode se définit comme le nombre de grammes d'iode fixé par 100 g de matières grasses. Il a été déterminé suivant la méthode de Wijs' [166].

**Principe**

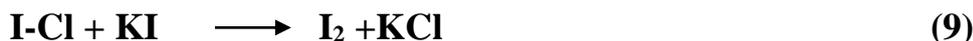
Les composés présentant une ou plusieurs doubles liaisons sont susceptibles d'entrer en jeu dans une réaction d'addition avec le di iode selon l'équation (7) :



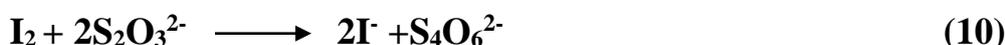
Comme  $I_2$  met du temps pour se fixer sur les doublets liaisons, on emploie du monochlorure d'iode ICl en solution dans de l'acide acétique (réactif de Wijs).



Après la réaction, on ajoute l'iodure de potassium KI. L'excès de réactif de Wijs transforme les ions iodure I<sup>-</sup> en diiode I<sub>2</sub> selon l'équation (9) :



Le diiode est dosé par les ions thiosulfates S<sub>2</sub>O<sub>3</sub><sup>2-</sup>, la réaction entre le diiode en excès et le thiosulfate de sodium est donnée dans l'équation (10) :



Dans cette étape, on ajoute quelques gouttes d'empois d'amidon qui colorent la solution en bleu foncé qui signifie la présence de diiode, à la fin de cette réaction, les déchets de réactif de Wijs sont détruits par l'eau suivant la réaction (11) :



### Mode opératoire

- Peser 2 g d'huile dans un flacon de 250 mL ;
- Ajouter 15 mL du tétrachlorure de carbone et 25 mL de réactif de Wijs, boucher la solution, l'agiter et l'envelopper avec du papier noir et la laisser une heure à l'abri de la lumière.
- Ajouter 20 mL d'iodure de potassium à 10% préparé instantanément et 150 mL d'eau distillée ;
- Titrer avec le thiosulfate de sodium à 0.1 N jusqu'à ce que la couleur jaune due au diiode ait presque disparu ;
- Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'à la disparition de la couleur bleu violette ;
- Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions.

### Méthode de calcul

L'indice d'iode se calcule selon la formule (12) :

$$I_i = [(V_0 - V) \times 126.9 \times N] / P \quad (12)$$

Où :

**V<sub>0</sub>** : Volume en mL de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

**V** : Volume en mL de thiosulfate de sodium nécessaire pour titrer l'échantillon d'huile.

**N** : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0.1 N.

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

### **IV.3 Analyses spectroscopiques**

#### **IV.3.1 Spectrophotométrie UV-Visible**

##### **Définition**

Etudes spectrophotométriques UV (exprimées en coefficient d'extinction). Plus précisément, il affiche en fournissant des informations sur l'état d'oxydation de l'huile d'olive, la qualité, les conditions de stockage et/ou les changements liés au processus technologiques [167-169]. L'oxygène atmosphérique dans l'huile provoque la dégradation de la chaîne des acides gras insaturés, sous l'influence de divers facteurs exogènes et endogènes initiateurs, accélérateurs ou inhibiteurs qui produisent des produits d'oxydation volatils ou non volatils [170-171], nous pouvons citer l'exemple des hydroperoxydes linoléique qui absorbent la lumière autour de 232 nm. Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires d'oxydation secondaires, en particulier des dicétones et des cétones insaturés qui absorbent la lumière autour de 270 nm [172]. Les valeurs maximales autorisées pour K232 et K270 sont respectivement de 2,50 et 0,22 pour l'huile d'olive extra vierge (annexes II et IX du règlement de la Communauté européenne CEE / 2568 /91).

##### **Principe**

Le spectrophotomètre UV-Visible est un appareil qui mesure l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée, il fait passer un rayon d'une longueur d'onde donnée à travers une cuve contenant la solution à étudier. Les molécules de la solution absorbent plus ou moins le rayon lumineux, et par cela on définit l'absorbance de cette longueur d'onde.

##### **Mode opératoire**

Dans une fiole de 10 mL, nous avons mis 0,1 g d'huile et complété avec du cyclohexane jusqu'au trait de jauge. Les absorbances des échantillons ont été mesurées à l'aide d'un spectrophotomètre à des longueurs d'ondes de 232 et 270 nm.



**Figure 17** : Spectrophotomètre UV-Visible.

### III.3.2 Spectroscopie Infrarouge

#### Définition

Les spectres infrarouges (IR) contiennent des informations importantes sur les composants individuels des mélanges complexes. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) peut grandement améliorer les capacités d'analyse quantitative de la Spectroscopie IR. Elle joue un rôle important dans l'analyse des huiles alimentaires, c'est une technique plus facile et plus rapide pour déterminer les paramètres de qualité d'huile et l'identification de la structure moléculaire provient du contenu d'informations élevé des spectres IR et pour attribuer des bandes d'absorption spécifiques aux groupes fonctionnels. La technique IRTF présente plusieurs avantages par rapport à la technique IR dispersive.

- Amélioration du rapport signal sur bruit, de la résolution et de la précision. Non seulement les avantages de la mesure de longueur d'onde, mais aussi les avantages en termes de stockage et manipulation de données. Pour ces raisons, l'application de la spectroscopie IRTF est devenue une préoccupation majeure dans l'étude des graisses et des huiles alimentaires.

#### Principe

Un faisceau infrarouge est dirigé vers un cristal transmettant l'IR (diamant, Ge, etc.) avec un indice de réfraction élevé. Le faisceau IR est réfléchi à l'interface avec l'échantillon de cristal et dirigé vers un détecteur. L'échantillon doit être en contact étroit avec le cristal pour que le détecteur reçoive le signal. A chaque réflexion, le faisceau pénètre de plusieurs microns dans l'échantillon et est partiellement absorbé. Il s'agit d'une réflexion interne totale.

atténuée. Les ondes évanescentes se désintègrent rapidement lorsqu'elles traversent l'échantillon.

Cette technique présente beaucoup d'avantages : Préparation minimale des échantillons, nettoyage rapide et facile des accessoires [173].

### Mode opératoire

Dans cette étude, nous avons utilisé un spectrophotomètre IR-ATR. Pour cette analyse, nous avons d'abord lavé la zone de dépôt avec de l'acétone, puis appliqué l'échantillon sur le cristal et enregistré le spectre résultant.



**Figure 18** : Spectrophotomètre IR-ATR.

# **CHAPITRE V**

## **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

Dans ce chapitre, nous exposons tout d'abord les résultats de l'extraction de l'huile essentielle de chia par différentes méthodes. De l'analyse physico-chimique et spectrale de cette huile essentielle et comme de grandes quantités d'huile de chia étaient nécessaires pour l'enrichissement de l'huile d'olive, plusieurs extractions ont été réalisées jusqu'à ce que la quantité souhaitée soit atteinte. Par la suite, les résultats de l'analyse physico-chimique des mélanges d'huiles sont présentés, suivis de l'analyse spectrale. L'effet de quelques paramètres sur l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de chia seront développés.

## V.1 Rendement

Pour l'extraction de l'huile de chia, deux méthodes ont été utilisées : l'hydrodistillation et le Soxhlet. À partir de 50 g des graines de chia, l'extraction par hydrodistillation a donné un rendement de 1,86 %, tandis que le rendement par Soxhlet était de 6,19 %. Il est bien évident que l'extraction de l'huile essentielle par le Soxhlet est meilleure d'où le choix de cette méthode pour l'extraction.

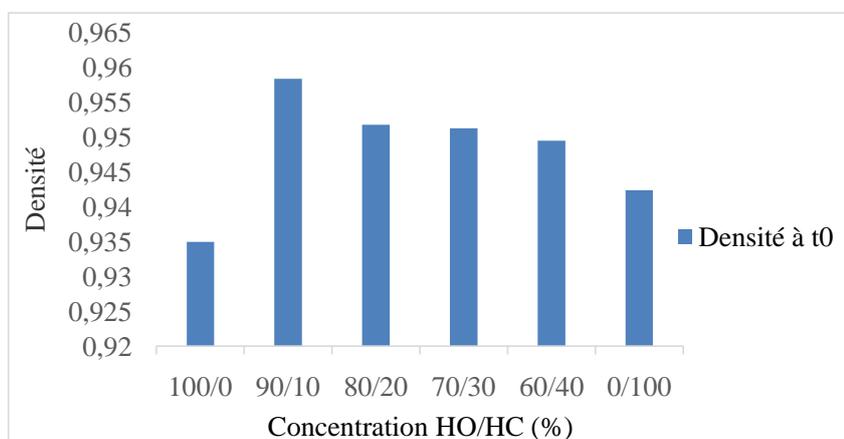
## V.2 Analyses physico-chimiques

### V.2.1. Effet de la concentration (%)

#### V.2.1.1 Analyses physiques

##### V.2.1.1.1 Densité

La densité est l'un des critères de pureté de l'huile. Elle dépend de la composition chimique de l'huile et de la température de stockage. Dans notre étude, ce paramètre a été déterminé à température ambiante. Les résultats obtenus pour l'huile d'olive ainsi que pour l'huile enrichie à  $t_0$  sont rapportés sur la figure 19.

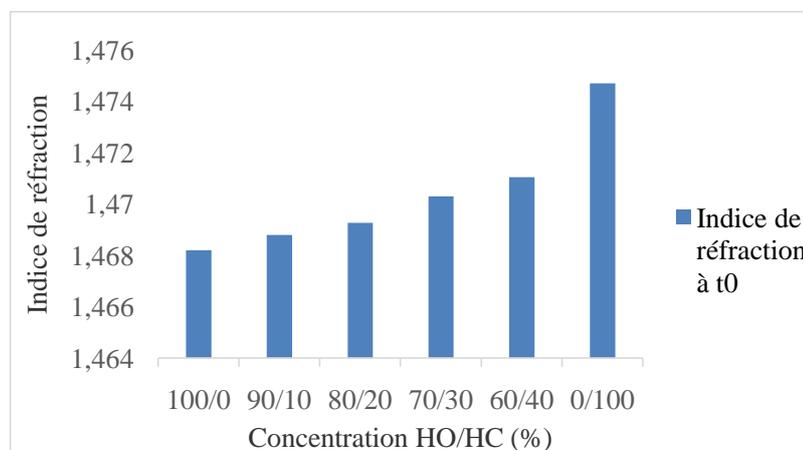


**Figure 19 :** Variation de la densité (HO/HC) en fonction de la concentration à  $t_0$ .

D'après la figure 19, la densité de l'huile d'olive utilisée dans notre étude est de 0,9349. 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 chia ajoutée, sa densité est de 0,9423. Il convient de souligner que cette valeur est inférieure à la densité de l'eau et est légèrement supérieure à la norme qui est de 0,9-0,935. L'allure des histogrammes montre une diminution de la densité au fur et à mesure que le pourcentage de chia augmente dans les mélanges étudiés. Cela nous permet de dire que l'incorporation de l'huile de chia dans l'huile d'olive affecte la densité de ce dernier.

### V.2.1.1.2 Indice de réfraction

Ce paramètre est principalement utilisé pour identifier l'huile et vérifier sa pureté. Elle est proportionnelle au poids moléculaire des acides gras et à leur degré d'insaturation. Les valeurs d'indice de réfraction pour l'huile d'olive, l'huile de chia et l'huile enrichie sont présentées dans la figure 20.



**Figure 20 :** Variation de l'indice de réfraction (HO/HC) en fonction de la concentration à t<sub>0</sub>.

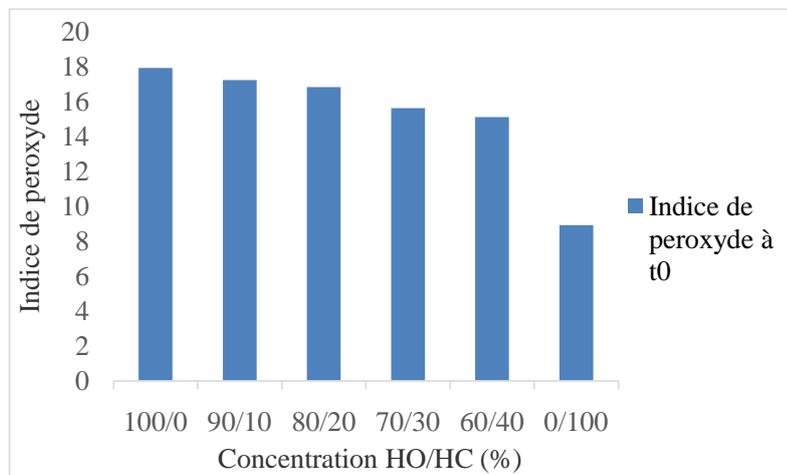
Selon le codex 1989, la norme de l'indice de réfraction de l'huile d'olive est comprise entre 1,4677-1,4705, la valeur mesurée pour notre huile est de 1,4682. Cette valeur s'intègre dans la norme. L'indice de réfraction de l'huile de chia utilisée dans notre étude est de 1,475 cette valeur est légèrement supérieure à la norme (1,450-1,470).

D'après l'allure des histogrammes, nous remarquons une augmentation de l'indice de réfraction de nos mélanges avec l'augmentation de la quantité de chia ajoutée par rapport à celle de l'huile d'olive. Donc on peut dire que les mélanges sont riches en acides gras insaturés.

### V.2.1.2 Analyses chimiques

#### V.2.1.2.1 Indice de peroxyde

Cet indice est un bon indicateur de l'état de conservation des corps gras. Il mesure la teneur totale en hydro peroxydes, premiers produits d'oxydation. L'analyse de l'indice de peroxyde de nos échantillons a donné les résultats illustrés sur la figure 21.



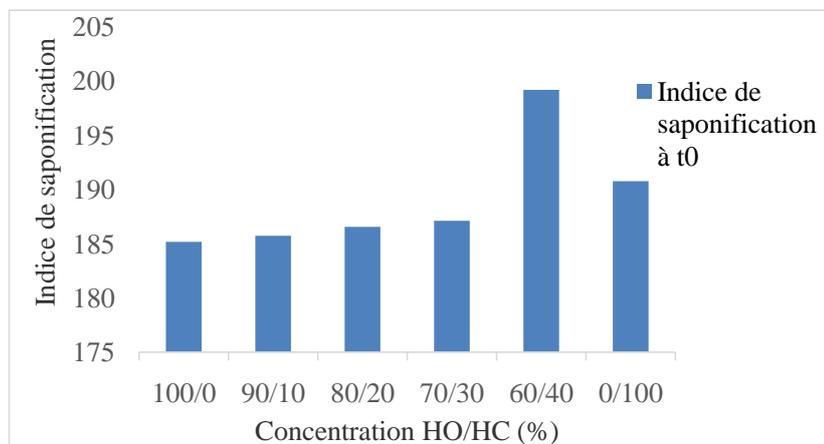
**Figure 21 :** Variation de l'indice de peroxyde (HO/HC) en fonction de la concentration à t<sub>0</sub>.

L'indice de peroxyde mesuré pour l'huile d'olive pure est de 17,9 méq de O<sub>2</sub>/ 1 kg d'huile, valeur comprise dans l'intervalle établi par la norme COI (< 20 méq d'O<sub>2</sub>/1 kg d'huile). L'indice de peroxyde de l'huile de chia relevé lors de notre analyse et qui est de 8,9 méq d'O<sub>2</sub>/ 1 kg d'huile, correspond à la norme donnée (15 méq d'O<sub>2</sub>/1 kg d'huile au max).

D'après la figure 21 nous constatons une baisse de l'indice de peroxyde avec l'augmentation du volume de chia ajouté au mélange, donc l'huile de chia ajoutée aide à empêcher et à ralentir l'oxydation de l'huile d'olive.

### V.2.1.2.2 Indice de saponification

L'indice de saponification nous renseigne sur la quantité de soude nécessaire pour saponifier une certaine quantité de matière grasse. L'analyse de l'indice de saponification de nos échantillons a donné les résultats illustrés sur la figure 22.



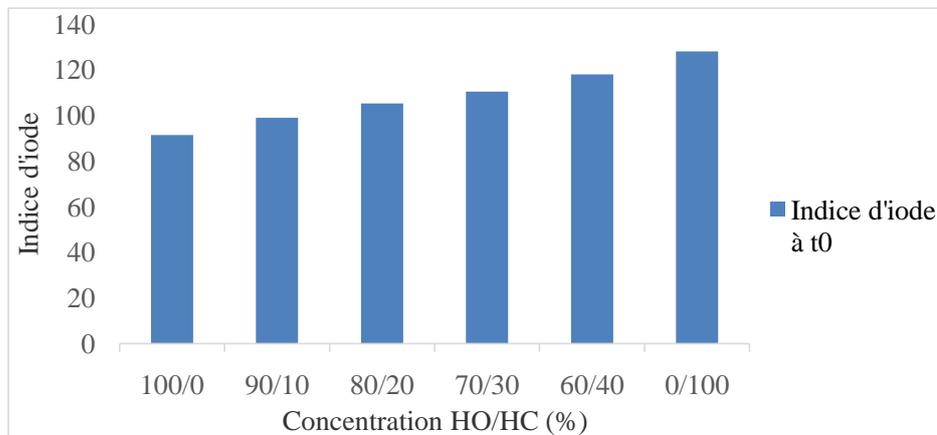
**Figure 22 :** Variation de l'indice de saponification (HO/HC) en fonction de la concentration à t<sub>0</sub>.

L'analyse de l'indice de saponification effectuée sur l'huile d'olive pure nous a donné la valeur 185,163 (mg de KOH/ 1 g d'huile), cette valeur est conforme à la norme codex 1989 (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 chia pure, le résultat obtenu pour l'indice de saponification est de 190,774 (mg de KOH/ 1 g d'huile), et cette valeur s'intègre dans l'intervalle de la norme (185-200).

L'examen des histogrammes sur la figure 22 montre une légère augmentation de l'indice de saponification pour les mélanges avec l'augmentation de la quantité de chia ajoutée. L'ajout de ce dernier à l'huile d'olive augmente la quantité d'acides gras polyinsaturés dans le mélange, ce qui signifie que la masse molaire des acides gras diminue ce qui conduit à une augmentation de l'indice de saponification.

### V.2.1.2.3 Indice d'iode

L'indice d'iode nous renseigne sur la quantité d'insaturation présente dans une matière grasse. L'analyse de l'indice d'iode de nos échantillons a donné les résultats illustrés sur la figure 23.



**Figure 23 :** Variation de l'indice d'iode (HO/HC) en fonction de la concentration à t<sub>0</sub>.

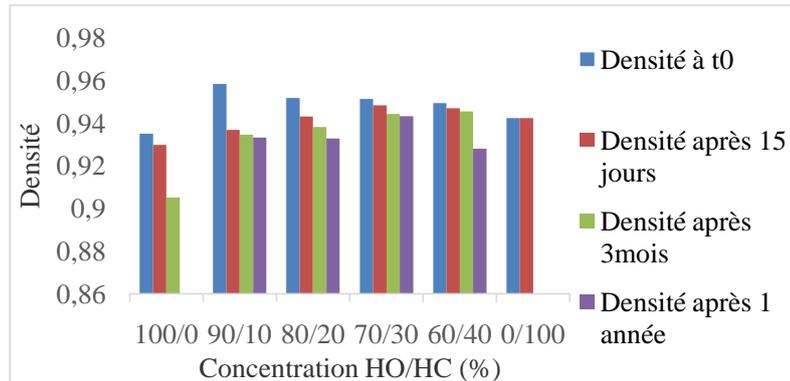
L'indice d'iode retrouvé pour l'huile d'olive pure dans notre expérience est de 91,368 ( $I_2/100$  gd'huile). Cette valeur s'intègre dans l'intervalle établi par la norme COI (74-94). Pour l'huile de chia, nous avons obtenu une valeur d'indice d'iode qui est égale à 128,169 ( $I_2/100$  gd'huile) et qui est inférieure à la norme (186-207  $I_2/100$  g d'huile).

On voit bien sur la figure 23 une augmentation de l'indice d'iode avec l'accroissement de la quantité d'huile de chia ajoutée à l'huile d'olive. Donc l'incorporation d'huile de chia, qui est riche en acides gras insaturés dans l'huile d'olive, pourrait potentiellement augmenter son indice d'iode

## V.2.2 Effet du temps de stockage

### V.2.2.1 Analyses physiques

#### V.2.2.1.1 Densité

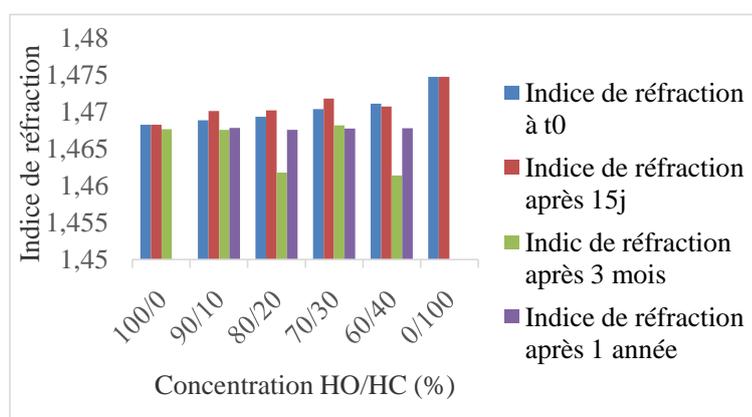


**Figure 24 :** Variation de la densité (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

Sur la figure 24 sont représentés les histogrammes de la densité des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage. On remarque que la densité de nos échantillons a diminué pour tous les pourcentages d'huile de chia incorporés étudiés, cela peut s'expliquer par l'augmentation de la masse des acides gras.

Donc, on peut dire que l'huile de chia a influencé la densité de l'huile d'olive après stockage.

#### V.2.2.2 Indice de réfraction



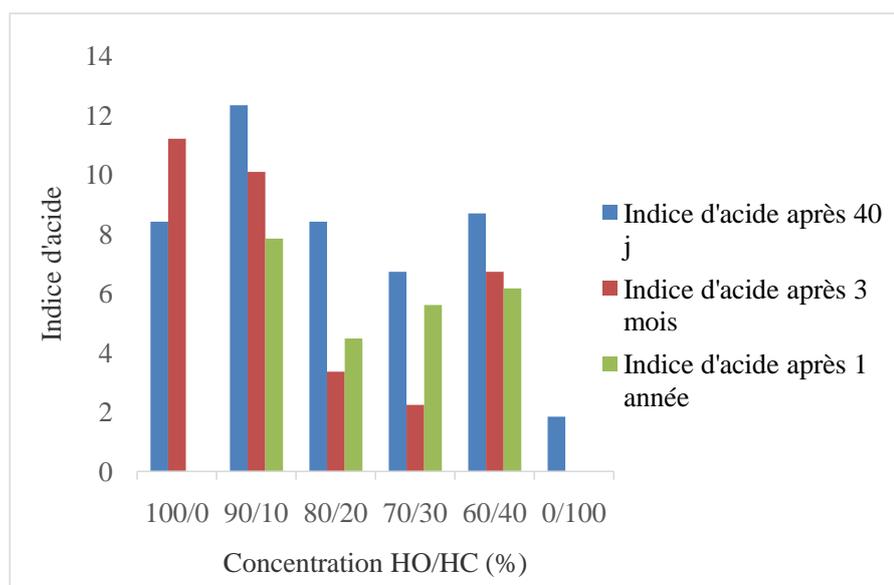
**Figure 25 :** Variation de l'indice de réfraction (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

D'après la figure 25, on constate une variabilité de l'indice de réfraction pour les mélanges étudiés. L'indice de réfraction diminue légèrement pour l'huile d'olive, alors que pour les pourcentages 90/10, 80/20, 70/30 et 60/40, on constate une diminution importante après 3 mois de stockage. Ce qui signifie qu'ils sont riches en acides gras insaturés ( l'indice de réfraction est en rapport avec la composition en acides gras insaturés).

### V.2.2.2 Analyses chimiques

#### V.2.2.2.1 Indice d'acide

Il permet d'évaluer l'état d'atteinte suite à l'altération du fruit, au stockage prolongé des olives ou suite à la non-maitrise des techniques de production de l'huile. Les résultats de l'indice d'acide sont présentés sur la figure 26.

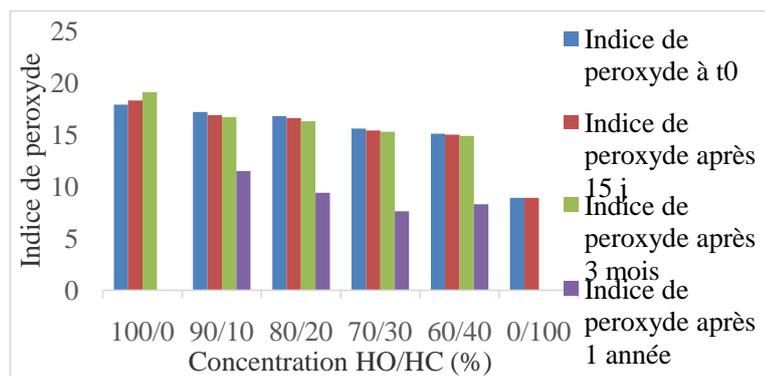


**Figure 26 :** Variation de l'indice d'acide (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

Sur la figure 27, on remarque pour les pourcentages 80/20 et 70/30 une diminution de l'indice d'acide, ce qui est dû à la formation de liaisons entre les acides gras de l'huile d'olive et huile de chia.

On constate que l'enrichissement de l'huile d'olive pure par l'huile de chia effectué avec ces pourcentages a influencé positivement l'indice d'acide après 3 mois de stockage.

### V.2.2.2.2 Indice de peroxyde

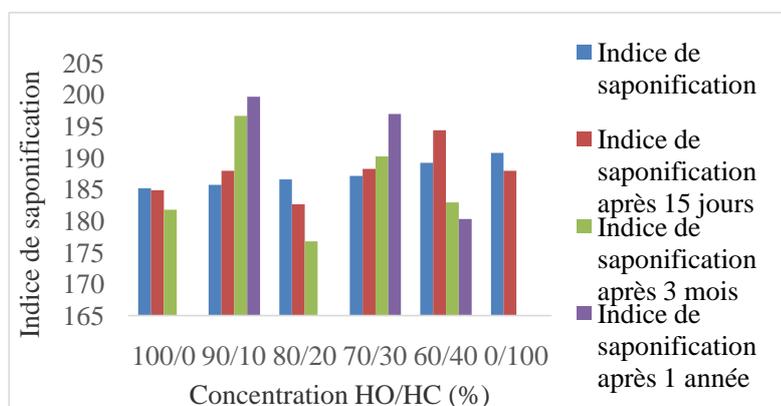


**Figure 27 :** Variation de l'indice de peroxyde (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

D'après la figure 27, l'indice de peroxyde de l'huile enrichie est légèrement réduit durant les 15 jours et 3 mois de stockage. Après une année de stockage, on remarque une diminution importante de l'indice de peroxyde. Ainsi plus la dose de chia augmente plus la différence entre les valeurs entre 70/30% et 60/40 diminuent laissant penser à une stabilité. Cela nous permet de dire que la présence d'antioxydants naturels dans l'huile de chia aide à protéger les acides gras de l'oxydation, ce qui peut conduire à une valeur d'indice de peroxyde plus faible dans le mélange d'huile d'olive et d'huile de chia que dans l'huile d'olive pure.

Dans des études antérieures par Bacha et Andjouh, il a été démontré que l'huile de lin ainsi que l'huile de sésame ont un même effet sur l'indice de peroxyde.

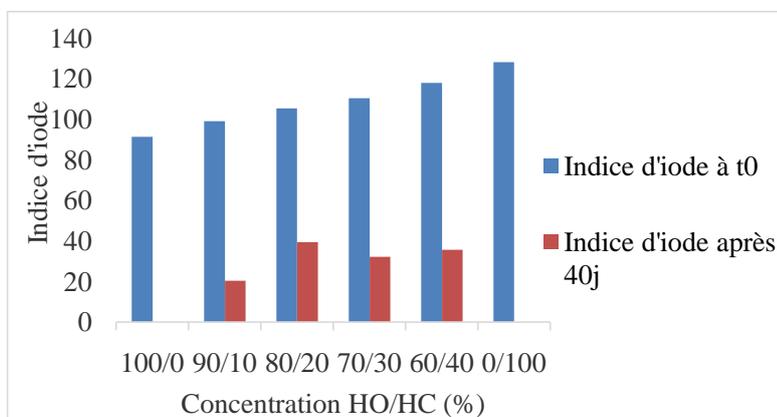
### V.2.2.2.3 Indice de saponification



**Figure 28 :** Variation de l'indice de saponification (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

D'après la figure 28, l'indice de saponification a diminué pour l'huile d'olive pure, huile de chia pure et les pourcentages 80/20 et 60/40. En revanche, pour les pourcentages 90/10 et 70/30, l'indice de saponification a augmenté après 3 mois et 1 année de stockage. On constate que le temps a influencé les chaînes carbonées de ces derniers en faisant augmenter leurs longueurs.

#### V.2.2.2.4 Indice d'iode



**Figure 29 :** Variation de l'indice d'iode (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

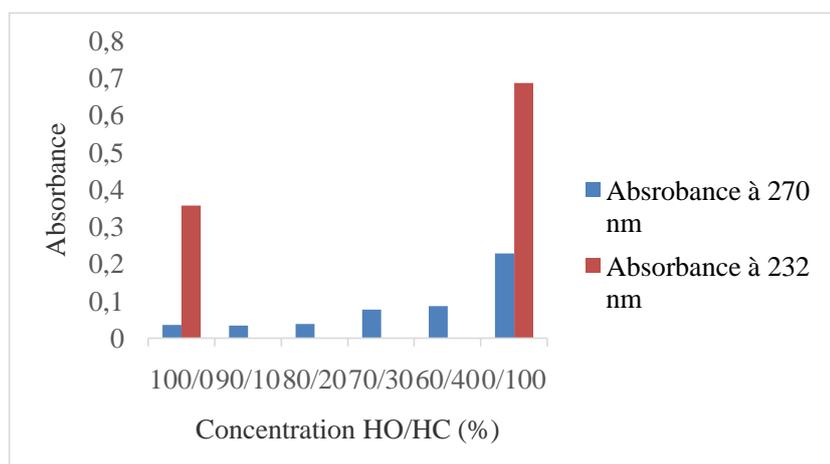
Il ressort de la figure 29 que l'huile de chia réduit l'indice d'iode de l'huile d'olive. Cette diminution est plus prononcée pour la concentration 90/10. Ce qui est dû probablement à la formation de liaisons entre les acides gras de l'huile d'olive et ceux de l'huile de chia. Il est clair que l'enrichissement de l'huile d'olive pure par l'huile de chia effectué avec ces pourcentages a influencé positivement l'indice d'iode après 40 jours de stockage.

### V.3 Analyses spectroscopiques

#### V.3.1 Spectrophotométrie UV-Visible

L'absorbance à 232 nm et 270 nm fournit des informations sur l'état d'oxydation de l'huile. Une valeur d'absorbance plus élevée à 232 nm indique que l'huile est plus peroxydée et une valeur d'absorbance plus élevée à 270 nm indique une absorbance de produits d'oxydation secondaires. En fait, les hydroperoxydes sont des composés qui se présentent dans leur premier état d'oxydation. Ils absorbent à 232 nm, tandis que les produits d'oxydation secondaires tels que les cétones insaturées et les dicétones absorbent autour de 270 nm.

### V.3.1.1 Effet de la concentration (%)

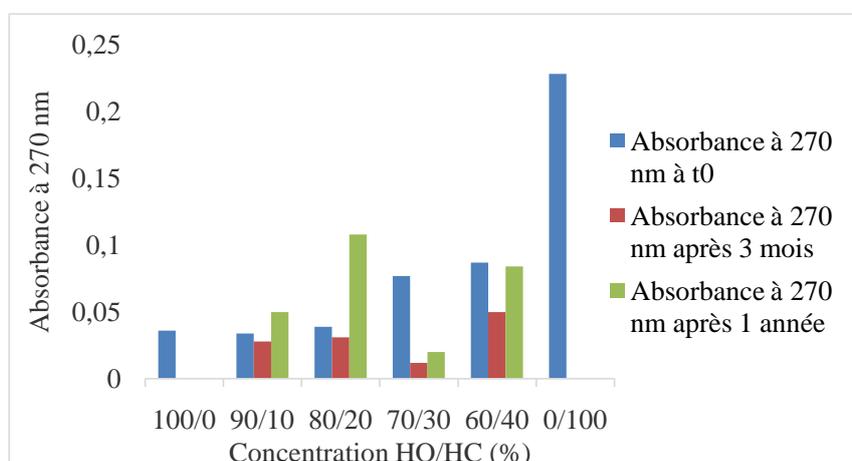


**Figure 30 :** Variation de l’Absorbance (HO/HC) en fonction de la concentration à 270 nm et 232 nm.

La valeur d’absorbance enregistrée pour l’huile d’olive pure est de 0,357 à 232 nm. Cette valeur est conforme à la norme COI (<2,25). Par contre à 270 nm, la valeur trouvée est de 0,036, cette dernière s’intègre dans la norme COI (<0,30).

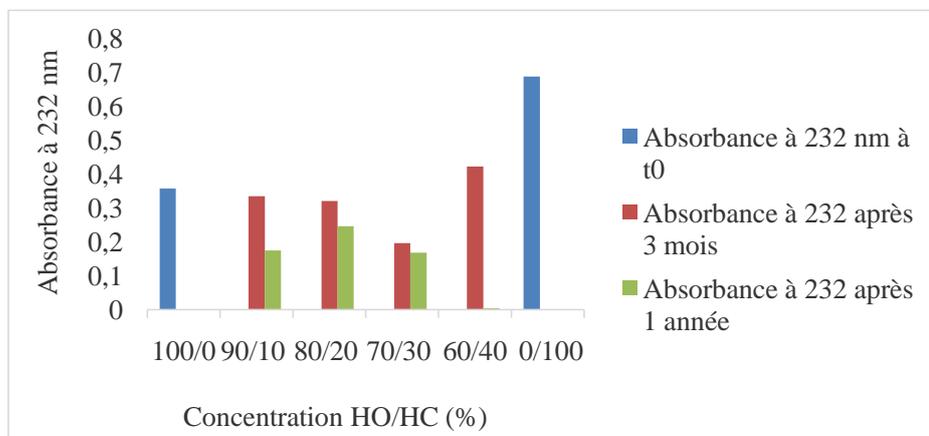
Les histogrammes sur la figure 30 montrent que les valeurs d’absorbance à 270 nm pour les mélanges d’huiles s’intègrent dans la norme pour les pourcentages 90/10, 80/20, 70/30 et 60/40 ce qui veut dire que la dégradation est lente. Donc on peut dire que cet enrichissement est bénéfique pour l’huile d’olive et que l’huile de chia présente un rôle antioxydant.

### V.3.1.2 Effet du temps de stockage



**Figure 31 :** Variation de l’Absorbance (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

D'après la figure 31, on constate que les valeurs d'absorbance enregistrées présentent une diminution après 3 mois de stockage pour tous les échantillons préparés. Ce qui signifie un ralentissement important de la formation des produits secondaires d'oxydation (dicétones et cétones insaturés). L'enrichissement procure une meilleure stabilité et une résistance à l'oxydation de l'huile d'olive.



**Figure 32 :** Variation de l'Absorbance (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

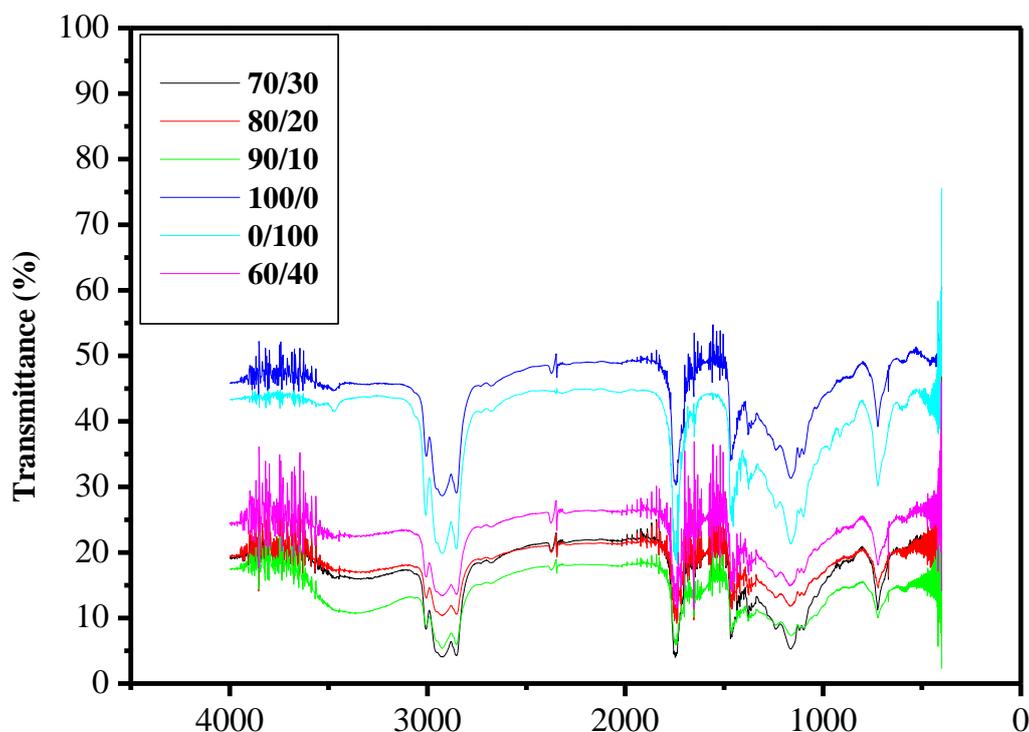
Il a été constaté que le stockage des échantillons d'huile réduisait les valeurs d'absorbance à 232 nm après une année de stockage. Cela peut indiquer une oxydation ou une dégradation des acides gras insaturés dans le mélange d'huiles.

### V.3.2 Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier

#### V.3.2.1 Effet de la concentration (%)

Pour identifier les groupements fonctionnels 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 la figure 33 et le tableau 9 respectivement.



**Figure 33 :** Spectres IR obtenus pour (HO/HC) en fonction de la concentration.

**Tableau 9 :** Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour les mélanges.

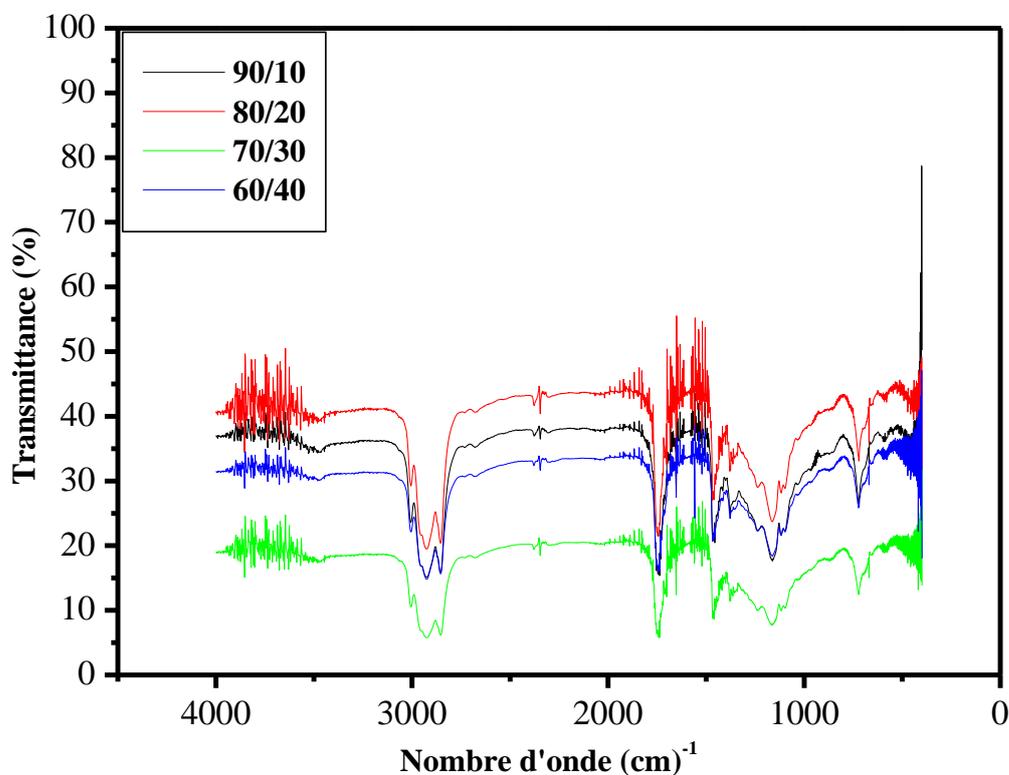
Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèce identifiée	Intensité
3390	Fonction (-OH) d'un alcool, ou phénol	Large bande
2932	Liaison (C-H) alcane Liaison (O-H) acide lié Liaison (R-CHO) aldéhyde	Bande intense
1744	Liaison (C=O) cétone Liaison (C=O) ester	Bande intense
1457	Liaison δ(CH <sub>2</sub> ) alcane Liaison (C=C) aromatique	Bande faible
1157	Liaison (C-O) alcool tertiaire &(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Moyenne
716	R-CH=CH-R	Bande faible

Il n'y a pas de différence entre les spectres des de l'enrichissement, les groupements fonctionnels sont presque les mêmes, sauf l'intensité des pics qui change, la différence dans le

pourcentage d'absorbance, peut être expliqué par la différence de concentration entre les huiles.

### V.3.2.1 Effet du temps de stockage

Les spectres IR obtenus pour les huiles pures et les mélanges d'huiles après 3 mois de stockage sont représentés dans la figure 34 et le tableau respectivement 10.



**Figure 34 :** Spectres IR obtenus pour (HO/HC) après 3 mois de stockage.

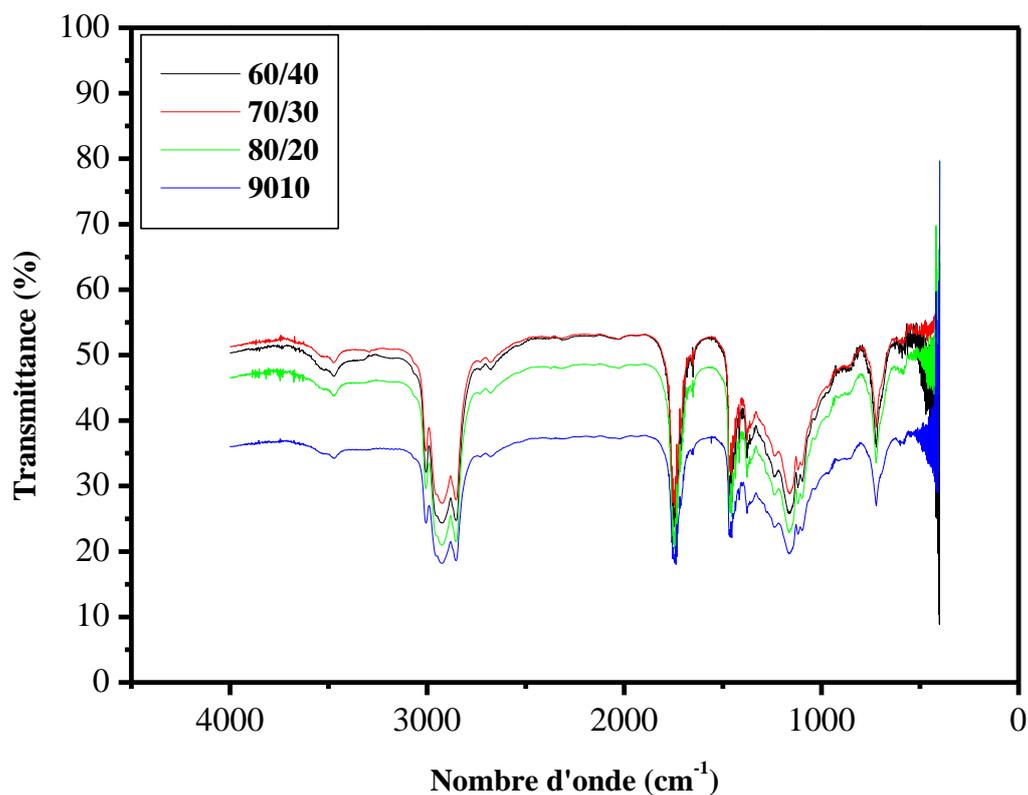
Les positions des pics obtenus pour l'huile d'olive pure, huile de chia pure et les mélanges d'huiles d'olive et chia sont rassemblées dans le tableau 10.

**Tableau 10 :** Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour les mélanges.

Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèce identifiée	Intensité
3390	Fonction (-OH) d'un alcool, ou phénol	Large bande
2932	Liaison (C-H) alcane Liaison (O-H) acide lié Liaison (R-CHO) aldéhyde	Bande intense

1744	Liaison (C=O) cétone Liaison (C=O) ester	Bande intense
1457	Liaison $\delta(\text{CH}_2)$ alcane Liaison (C=C) aromatique	Bande faible
1157	Liaison (C-O) alcool tertiaire &(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Moyenne
716	R-CH=CH-R	Faible

Les spectres IR obtenus pour les mélanges d'huiles après 1 année de stockage sont représentés dans la figure 35 et le tableau 11 respectivement.



**Figure 35 :** Spectres IR obtenus pour (HO/HC) après 1 année de stockage.

Les positions des pics obtenus pour l'huile d'olive pure, huile de chia pure et les mélanges d'huiles d'olive et chia sont rassemblées dans le tableau 11.

**Tableau 11** : Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour les mélanges.

Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèce identifiée	Intensité
3390	Fonction (-OH) d'un alcool, ou phénol	Large bande
2932	Liaison (C-H) alcane Liaison (O-H) acide lié Liaison (R-CHO) aldéhyde	Bande intense
1744	Liaison (C=O) cétone Liaison (C=O) ester	Bande intense
1457	Liaison δ(CH <sub>2</sub> ) alcane Liaison (C=C) aromatique	Bande faible
1157	Liaison (C-O) alcool tertiaire &(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Moyenne
716	R-CH=CH-R	Faible

#### V.4 Etude comparative

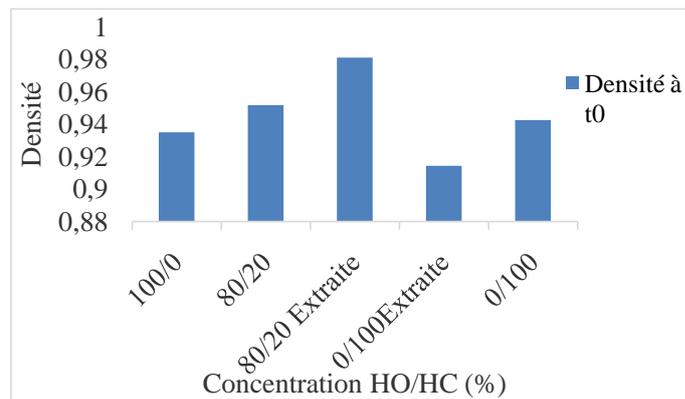
Des analyses physico-chimiques et spectrales sont effectuées sous l'influence de la concentration et de la durée de stockage pour comparer l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de chia extraite avec celui de l'huile commerciale.

##### V.4.1 Analyses physico-chimiques

###### V.4.1.1 Effet de la concentration (%)

###### V.4.1.1.1 Analyses physiques

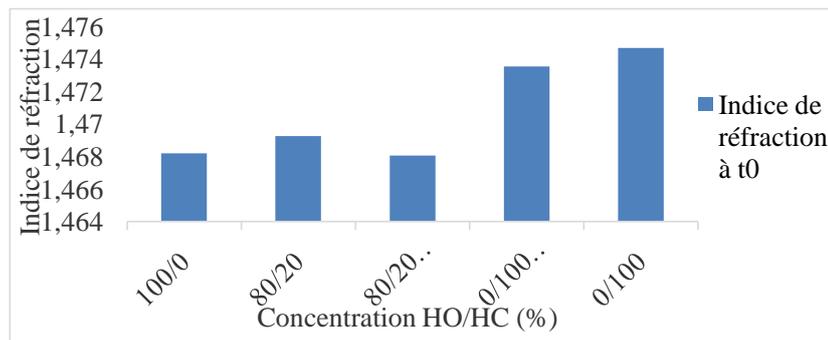
#### V.4.1.1.1 Densité



**Figure 36 :** Variation de la densité (HO/HC) en fonction de la concentration à t<sub>0</sub>.

La figure 36 montre que la densité de l'huile extraite est de 0,914, cette valeur s'intègre dans la norme (0,90-0,935). Elle est inférieure à celle de l'huile commerciale ainsi qu'au mélange enrichi par l'huile de chia extraite à un pourcentage 80/20. Aussi cette densité est plus élevée par rapport à celle enrichi par l'huile commerciale. Cela montre que l'inclusion de l'huile de chia extraite dans l'huile d'olive a un impact plus important que l'huile commerciale.

#### V.4.1.1.2 Indice de réfraction

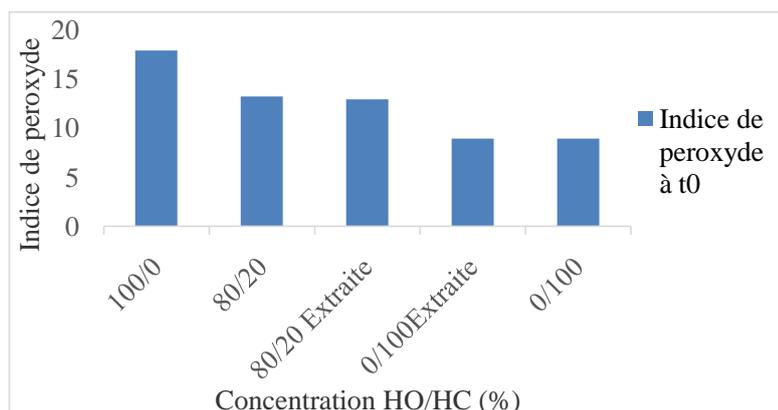


**Figure 37 :** Variation de l'indice de réfraction (HO/HC) en fonction de la concentration à t<sub>0</sub>.

Selon cette figure 37, l'indice de réfraction de l'huile de chia extraite est de 1,473; cette valeur est légèrement inférieure à celle de l'huile commerciale. Les valeurs d'indice de réfraction de l'huile de chia extraite et commerciale sont au dessus des normes (1,450-1,470). L'indice de réfraction du mélange 80/20 de l'huile extraite est légèrement inférieure au pourcentage 80/20. Donc, on peut dire que ce dernier est le plus riche en acides gras insaturés.

### V.4.1.1.1 Analyses chimiques

#### V.4.1.1.1.1 Indice de peroxyde

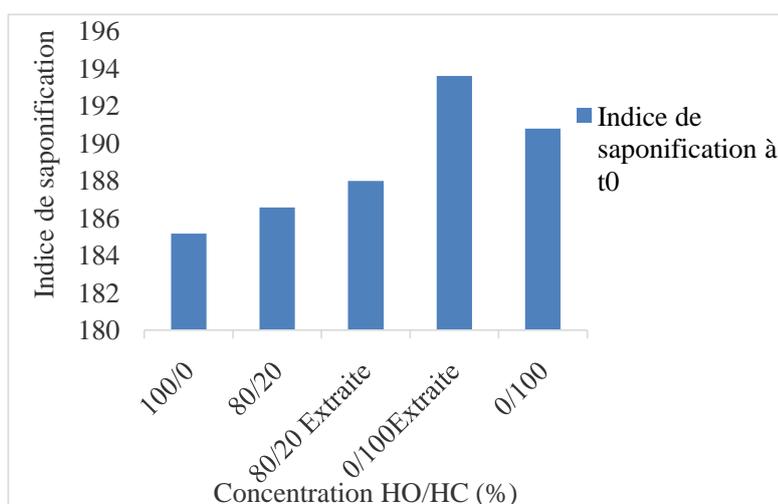


**Figure 38 :** Variation de l'indice de peroxyde (HO/HC) en fonction de la concentration à  $t_0$ .

D'après la figure 38, on remarque que l'indice de peroxyde de l'huile de chia extraite et commerciale sont équivalents. L'huile d'olive enrichie d'huile de chia extraite a un indice de peroxyde légèrement inférieur à celui de l'huile commerciale.

L'enrichissement de l'huile d'olive avec l'huile de chia a diminué l'indice de peroxyde de l'huile d'olive, indiquant l'efficacité des antioxydants naturels contenus dans l'huile de chia. Cet enrichissement a donc un effet positif sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive.

#### V.4.1.1.1.2 Indice de saponification



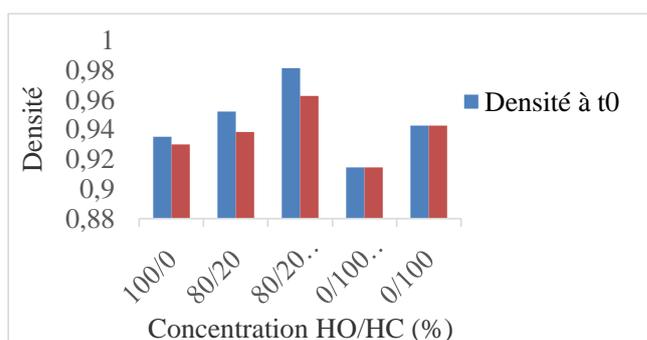
**Figure 39 :** Variation de l'indice de saponification (HO/HC) en fonction de la concentration à  $t_0$ .

L'indice de saponification de l'huile de chia extraite est de 193,5795, il est légèrement supérieur à celui de l'huile commerciale, les deux valeurs sont dans la norme (185-200 mg de KOH/1 g d'huile). L'indice de saponification de l'huile d'olive enrichie en huile de chia extraite est supérieur à celui enrichie en huile de chia commerciale. Cela indique que la quantité d'acides gras insaturés dans le mélange 80/20 Extrait est plus élevée que dans le mélange 80/20.

## V.4.1.2 Effet du temps de stockage

### V.4.1.2.1 Analyses physiques

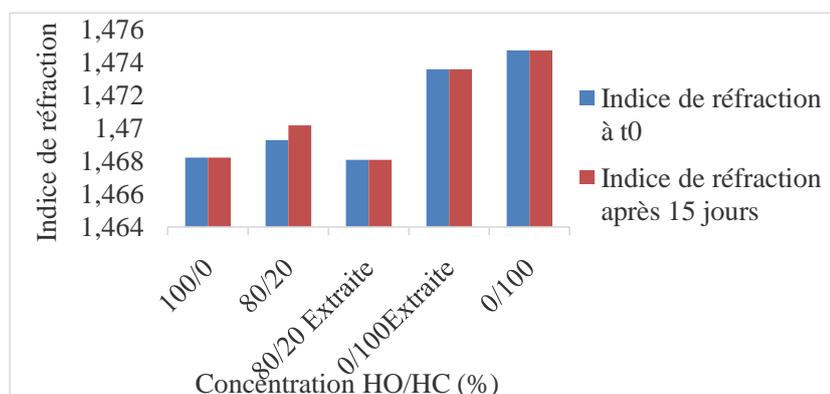
#### V.4.1.2.1.1 Densité



**Figure 40 :** Variation de la densité (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

La figure 40 montre que la densité de l'huile de chia (commerciale et extraite) est stable entre  $t_0$  et 15 jours de stockage. De plus, les pourcentages 100/0, 80/20 et 80/20 Extraite montrent une légère diminution de densité. Cela peut s'expliquer par une augmentation du poids des acides gras.

#### V.4.1.2.1.2 Indice de réfraction

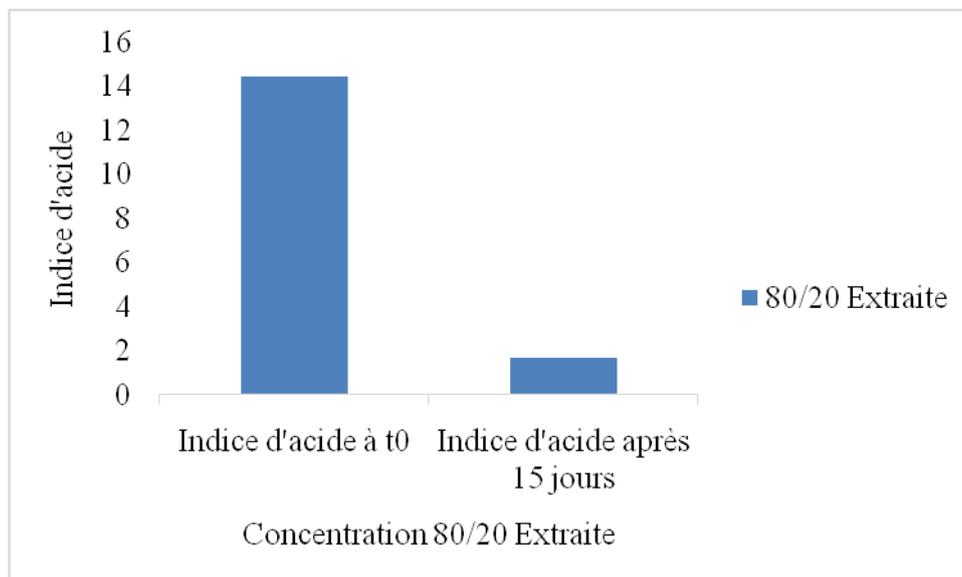


**Figure 41 :** Variation de l'indice de réfraction (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

Selon la figure 41, les valeurs d'indice de réfraction des pourcentages 100/0, 0/100 Extraite et 0/100 restent stables entre  $t_0$  et 15 jours de stockage. Le pourcentage 80/20 Extraite montre une légère diminution de l'indice de réfraction après 15 jours de stockage. Cela signifie que le mélange 80/20 est riche en acides gras insaturés.

#### V.4.1.2.2 Analyses chimiques

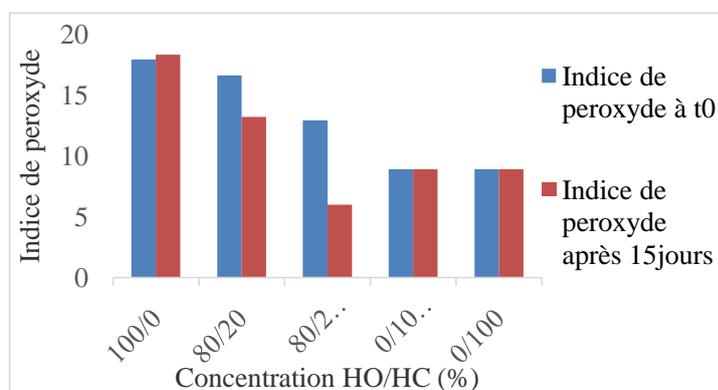
##### V.4.1.2.2.1 Indice d'acide



**Figure 42 :** Variation d'indice d'acide (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

Il ressort de la figure 42, on remarque que la valeur de l'indice d'acide à  $t_0$  est élevée. Après 15 jours, on observe une diminution de l'indice d'acide ce qui est dû à la formation de liaisons faibles entre les acides gras libérés par les huiles.

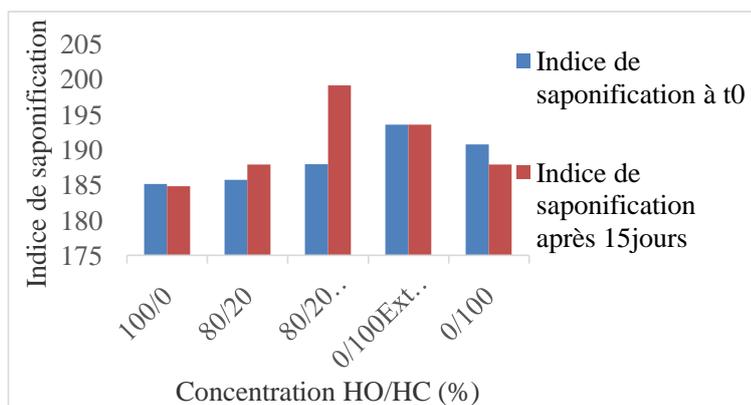
##### V.4.1.2.2.2 Indice de peroxyde



**Figure 43 :** Variation de l'indice de peroxyde (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

Sur la figure 43 sont représentées les histogrammes de l'indice de peroxyde des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage. L'indice de peroxyde de l'huile de chia (extraite et commerciale) reste stable après 15 jours de stockage, tandis que l'indice de peroxyde de l'huile d'olive pure augmente légèrement. Il y a une légère baisse dans le mélange 80/20, mais le pourcentage 80/20 enrichi d'huile de chia extraite montre une diminution importante de l'indice de peroxyde. Alors, on peut dire que l'ajout d'huile de chia à l'huile d'olive protège les acides gras de cette huile de l'oxydation.

#### V.4.1.2.2.3 Indice de saponification



**Figure 44 :** Variation de l'indice de saponification (HO/HC) en fonction du temps de stockage.

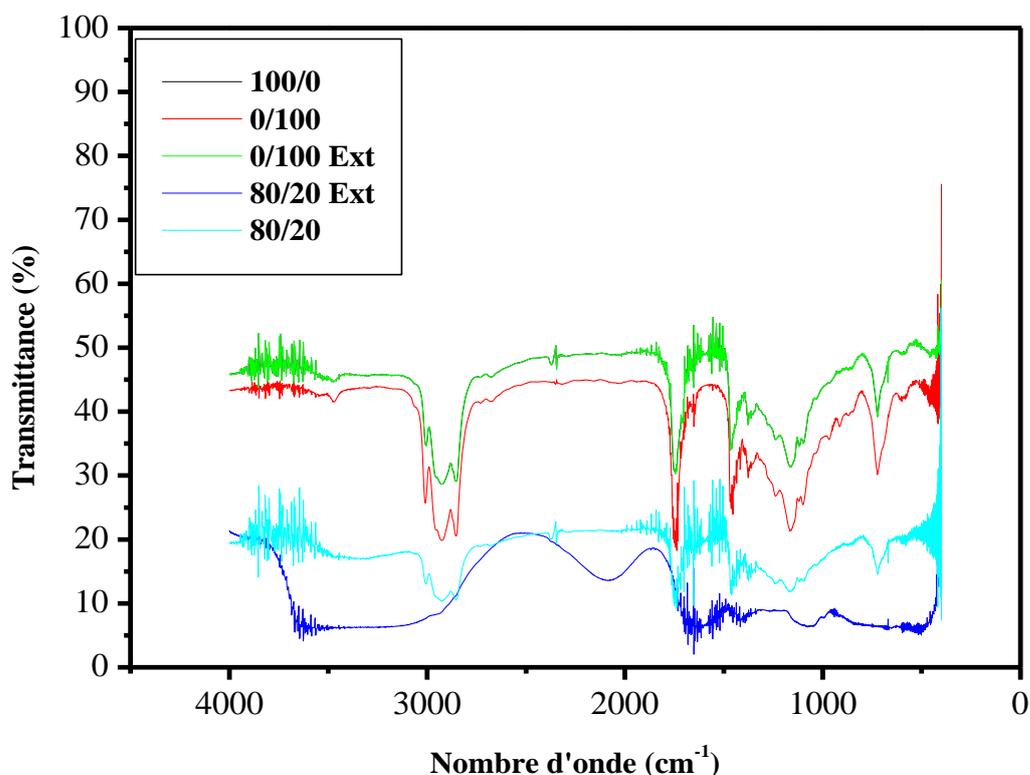
Sur la figure 44 sont représentées les histogrammes de l'indice de saponification des échantillons d'huiles en fonction du temps de stockage. Pour l'huile d'olive et l'huile de chia commerciale, on constate une légère diminution de l'indice de saponification et stabilité de ce dernier pour l'huile de chia commerciale. En revanche, une légère augmentation de l'indice de saponification pour le pourcentage 80/20 et une augmentation importante pour 80/20 Extraite. Alors, l'huile de chia extraite a influencé la chaîne carbonnée de l'huile d'olive en faisant augmenter sa longueur.

### V.4.2 Analyses spectroscopiques

#### V.4.2.1 Effet de la concentration

##### V.4.2.1.1 Spectroscopie Infrarouge a Transformée de Fourier

Les spectres IR obtenus pour les huiles pures et les mélanges d'huiles sont représentés dans la figure 45 et le tableau respectivement 12.



**Figure 45 :** Spectres IR obtenus pour (HO/HC) en fonction de la concentration.

Les valeurs des pics obtenus pour l'huile d'olive pure, huile de chia (commerciale et extraite) et les mélanges d'huiles d'olive et chia sont rassemblées dans le tableau 12.

**Tableau 12 :** Position et identification de bandes observées par l'analyse IR pour les huiles pures et les mélanges d'huiles.

Position des bandes (cm <sup>-1</sup> )	Espèce identifiée	Intensité
3390	Fonction (-OH) d'un alcool, ou phénol	Large bande
2932	Liaison (C-H) alcane Liaison (O-H) acide lié Liaison (R-CHO) aldéhyde	Bande intense
1744	Liaison (C=O) cétone Liaison (C=O) ester	Bande intense
1457	Liaison δ(CH <sub>2</sub> ) alcane Liaison (C=C) aromatique	Bande faible
1157	Liaison (C-O) alcool tertiaire &(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Moyenne
716	R-CH=CH-R	Bande faible

## **CONCLUSION**

## Conclusion

---

### Conclusion

Notre étude vise à améliorer la stabilité oxydative de l'huile d'olive, elle est consacrée à l'étude de l'enrichissement de l'huile d'olive par l'huile de chia (commerciale et extraite) dans différentes conditions de concentration et temps de stockage. Des techniques physico-chimiques (densité, indice de réfraction, indice d'acide, indice de peroxyde, indice de saponification et indice d'iode) et spectrales (UV-Visible et Infrarouge) ont été utilisées pour évaluer la stabilité oxydative de l'huile d'olive après enrichissement.

Ainsi, après analyse des différents résultats obtenus, nous sommes arrivés aux conclusions suivantes :

- ✓ Le rendement de l'huile extraite dépend considérablement du procédé utilisé. C'est ainsi que l'extraction au soxhlet présente un meilleur rendement que l'hydrodistillation. En effet, l'extraction par hydrodistillation a donné un rendement de 1,86 %, alors que le rendement par soxhlet était de 6,19 %.
- ✓ L'ajout d'huile de chia à différentes concentrations et temps de stockage a un effet sur la densité, l'indice de réfraction et l'indice de saponification.
- ✓ Les résultats de corrélation des analyses de l'indice d'acide et de l'indice d'iode confirme que l'ajout de l'huile de chia est bénéfique pour la stabilité oxydative de l'huile d'olive pure.
- ✓ Les pourcentages 90/10, 80/20, 70/30, 60/40 présentent un indice de peroxyde bénéfiques pour la stabilité oxydative de l'huile d'olive. Le pourcentage 80/20 se trouve optimale  
L'analyse par spectrophotométrie UV-Visible montre l'absence des produits secondaires d'oxydation à 270 nm.

L'enrichissement de l'huile d'olive indique que l'huile de chia améliore la stabilité oxydative de l'huile d'olive.

## **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

- [1]. Lucci, P., Bertoz, V., Pacetti, D., Moret, S., Conte, L. (2020). Effect of the Refining Process on Total Hydroxytyrosol, Tyrosol, and Tocopherol Contents of Olive Oil. *Foods*, 9 (3), 292.
- [2]. Veillet, S., Tomao, V., Chemat, F. (2010). Ultrasound assisted maceration: An original procedure for direct aromatisation of olive oil with basil. *Food Chemistry*, 123(3), 905-911.
- [3]. Markhali, F. S. (2021). Effect of Processing on Phenolic Composition of Olive Oil Products and Olive Mill By-Products and Possibilities for Enhancement of Sustainable Processes. *Processes*, 9, 953.
- [4]. Di Meo, F., Lemaur, V., Cornil, J., Lazzaroni, R., Duroux, J. L., Olivier, Y., Trouillas, P. (2013). Free radical scavenging by natural polyphenols: Atom versus electron transfer. *Journal of Physical Chemistry A*, 10, 2082-2092.
- [5]. 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*, 3 (1), 38-43.
- [6]. Deiana, M., Rosa, A., Cao, C. F., Pirisi, F. M., Bandino, G., Dessi, M. A. (2002). Novel approach to study oxidative stability of extra virgin oils: Importance of  $\alpha$ -tocopherol concentration. *Journal of Agricultural Food and Chemistry*, 50, 4342-4346.
- [7]. Krichene, D., Salvador, M., D., Fregapane, G. (2015). Stability of Virgin Olive Oil Phenolic Compounds during Long-Term Storage (18 Months) at Temperatures of 5-50 °C. *Journal of Agricultural Food Chemistry*. 5, 63 (30), 6779-6786
- [8]. Chimi H. (2006). Technologies d'extraction de l'huile d'olive et gestion de sa qualité. *Bulletin de transfert de technologie, MADRPM/DERD*, (141).
- [9]. Guiotto, EN, Ixtaina, VY, Tomás, MCM et Nolasco, SM (2013) Propriétés techniques dépendantes de l'humidité des graines de chia (*Salvia hispánica* L.). Dans : *Industrie alimentaire. INTECH*, 381-397.
- [10]. Ayerza, R. (1995) Teneur en huile et composition en acides gras du chia (*Salvia hispánica* L.) de cinq localités du nord-ouest de l'Argentine. *Journal de l'American Oil Chemists' Society*, 72, 1079-1081
- [11]. Sultana, C. (1996) Lin oléagineux. Dans : Karleskind, A. et Wolff, JP, Eds., *Oils and Fats Manual*, 157-160.

- [12]. Ayerza, R. et Coates, W. (2001) Les œufs enrichis en oméga-3 : l'influence de la combinaison de sources alimentaires d'acides gras linoléiques sur la production et la composition des œufs. *Journal canadien des sciences animales*, 81, 355-362.
- [13]. Gimeno E., Fitc M., LamuelaRaventós, R.M., Farre, M., (2002). Effect of ingestion of virgin olive oil on human low-density lipoprotein composition. *Eur. J. Clin. Nutr.* 56,114-120.
- [14]. Pouyet, B., Ollivier, V. (2014). Réglementation sur l'étiquetage et la représentation des huiles d'olive. *OCL Oilseeds and fats, Crops and Lipids* 21(5), D506.
- [15]. Conseil Oléicole International. COI. (2015). Norme Commercial applicable aux l'huiles d'olive et aux l'huiles de grignons d'olives conseil oléicole international, COI/T.15/NC n°3/ Rév. 8 février 2015.
- [16]. Conseil Oléicole International. COI (2001). Norme commerciale applicable à l'huile d'olive et à l'huile de grignons d'olive– COI/T.20/Doc.n°.19/Rév.1.
- [17]. Council of the European Union. Council Regulation (EC) No 1234/2007 of 22 October (2007) establishing a common organisation of agricultural markets and on specific provisions for certain agricultural products (Single CMO Regulation). *Official Journal of European communities. Union*, 299, 1-14.
- [18]. Lamani O., Ilbert H., & Khadari B. (2015). Stratégies de différenciation par l'origine des huiles d'olive en Méditerranée. *Cahier Agric*, 24(3), 145-150.
- [19]. Barjol J. L. (2014). L'économie mondiale de l'huile d'olive. *OCL*, 21(5), 1- 5.
- [20]. COI, (2017). Les données du COI pour la campagne oléicole 2017/18 montrent une augmentation interannuelle de la production d'huile d'olive. Conseil oléicole international. Publier le 27.03.2018. En ligne sur le site <https://www.internationaloliveoil.org/>, Consulté le 03/05/2018.
- [21]. Palma G., & Padilla M. (2012). Un produit emblématique la dérivées des continents et des consommateurs : l'huile d'olive. *OCL*, 19(5), 283-289.
- [22]. ONFAA, (2016). Observatoire national des filières agricoles et agroalimentaire Note de conjoncture n°4 : Le suivi de campagne de l'huile d'olive, p 7.
- [23]. Jimenez-Lopez, C., Carpena, M., Lourenço-Lopes, C., Gallardo-Gomez, M., Lorenzo, J. M., Barba, F. J., Prieto, M. A., Simal-Gandara, J. (2020). Bioactive Compounds and Quality of Extra Virgin Olive Oil. *Foods*. 9(8),1014.
- [24]. Boskou, D., Blekas, G., Tsimidou, M. (2006). *Olive Oil Composition*, 2nd ed. AOCS Press: Urbana, IL, USA, 2006; ISBN 9780128043547.

- [25]. Ghanbari, R., Anwar, F., Alkharfy, K. M., Gilani, A. H., Saari, N. (2012). Valuable nutrients and functional bioactives in different parts of olive (*Olea europaea* L.). *International Journal of Molecular Sciences*, 13, 3291-3340.
- [26]. Viola, P., Viola, M.(2009). Virgin olive oil as a fundamental nutritional component and skin protector. *Clinics in Dermatology*, 27(2), 159-65.
- [27]. Rustan, A. C., Drevon, C. A. (2005). Fatty Acids: Structures and Properties *ENCYCLOPEDIA OF LIFE SCIENCES*, John Wiley & Sons, Ltd.
- [28]. Walrand, S., Fisch, F.M., Bourre, J.M. (2010). Tous les acides gras saturés ont-ils le même effet métabolique ? *Nutrition Clinique et Métabolisme*, 24(2), 63-75.
- [29]. Molina-Garcia, L., Santos, C., Cunha, S., Casal, S., and Fernandes, J. (2017). Comparative fingerprint changes of toxic volatiles in low PUFA vegetable oils under deep-frying. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 94, 271-284.
- [30]. Borges T. H., Pereira, J. A., Cabrera-Vique, C., Lara, L., Oliveira A.F., Seiquer, I. (2017). Characterization of Arbequina virgin olive oils produced in different regions of Brazil and Spain: Physicochemical properties, oxidative stability and fatty acid profile. *Food Chemistry*, 215, 454-462.
- [31]. Abaza, L., Msallem, M., Daoud, D., Zarrouk, M. (2002). Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. *Oléagineux Corps gras Lipide*, 3, 174-179.
- [32]. Rouas, S., Rahmani, M., Antari, A. E., Baamal, L., Idrissi, D. J., Souizi, A., Maata. N. (2016). Effect of geographical conditions (altitude and pedology) and age of olive plantations on the typicality of olive oil in Moulay Driss Zarhoun. *Mediterranean Journal of Biosciences*. 1(3), 128-137.
- [33]. Boskou, D., Clodoveo, M.( 2020). Olive Oil: Processing Characterization, and Health Benefits. *Foods*. 9, 1612. 10.3390/foods9111612.
- [34]. Dupont, F., Guignard, J.L., (2007). *Botanique. Les familles de plantes*. Elsevier / Masson. 16ème édition. P 336.
- [35]. Kabaran, S. (2018). Olive Oil : Antioxidant Compounds and Their Potential Effects over Health. *Functional Food*.
- [36]. Foscolou, A., Critselis, E., Panagiotakos, D. (2018). Olive oil consumption and human health: A narrative review. *Maturitas*, 118, 60-66.
- [37]. Sánchez-Villegas A., Sánchez-Tainta A. (2018). *The Prevention of Cardiovascular Disease through the Mediterranean Diet*. Academic Press; Cambridge, MA, USA: Virgin olive oil; 59- 87.

- [38]. Fedeli, E. (1977). Lipids of olives. *Progress in the chemistry of fats and other lipids*,15 (1), 57- 74.
- [39]. Alu, M. H., Rababah, T., Alhamad, M.N. (2017). *Application of Olive Oil as Nutraceutical and Pharmaceutical Food: Composition and Biofunctional Constituents and Their Roles in Functionality, Therapeutic, and Nutraceutical Properties*; Elsevier Inc. Amsterdam, The Netherlands, ISBN 9780128114124.
- [40]. Beconcini, D., Felice, F., Fabiano, A., Sarmiento, B., Zambito, Y., Di Stefano, R.,(2020). Antioxidant and Anti-Inflammatory Properties of Cherry Extract: Nanosystems-Based Strategies to Improve Endothelial Function and Intestinal Absorption. *Foods* (Basel, Switzerland). 9, 10.3390/foods9020207.
- [41]. Visioli, F, Bellomo, G., Galli, C. (1998). Free radical-scavenging properties of olive oil polyphenols. *Biochemical Biophysical Research Communication*, 9, 247(1), 60-4.
- [42]. Brenes, M., Garcia, A., Rios, J., Garcia P., Garrido, A. (2002). Use of 1-acetoxypinoresinol to authenticate Picual olive oils. *International Journal of Food Science and Technology*. 37, 615-625.
- [43]. Sánchez de Medina, V., El Riachy, M., Priego-Capote, F., Dolores Luque de Castro, M. (2013). Mass spectrometry to evaluate the effect of the ripening process on phenols of virgin olive oils. *European Journal of Lipides Science and Technology*,115(9), 1053-1061
- [44]. Soler- Rivas, C., Espín, J. C. Wichers, H. (2000). Oleuropein and related compounds. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 80, 1013 - 1023.
- [45]. Presti, G, Guarrasi V, Gulotta E, et al. (2017). Bioactive compounds from extra virgin olive oils: Correlation between phenolic content and oxidative stress cell protection. *Biophysical Chemistry*, 230, 109-116.
- [46]. Bonechi, C., Donati, A., Tamasi, G., Pardini, A., Rostom, H., Leone, G., Rossi, C. (2019). Chemical characterization of liposomes containing nutraceutical compounds: Tyrosol, hydroxytyrosol and oleuropein. *Biophysical chemistry*, 246, 25-34.
- [47]. Talhaoui, N., Gómez-Caravaca, A. M., León, L., De la Rosa, R., Fernández-Gutiérrez, A., Segura-Carretero, A. (2016). From Olive Fruits to Olive Oil: Phenolic Compound Transfer in Six Different Olive Cultivars Grown under the Same Agronomical Conditions. *International Journal of Molecular Science*, 17, 337.
- [48]. Quintero-Florez, A. G., Pereira-Caro, C., Sanchez-Quezada et al., (2018). Effect of olive cultivar on bioaccessibility and antioxidant activity of phenolic fraction of virgin olive oil. *European Journal of Nutrition*, 57(5), 1925-1946.

- [49]. Murkovic M, Lechner S, Pietzka A, Bratacos M, Katzogiannos E. Analysis of minor components in olive oil. *Journal of Biochemical, biophysical and Biophyscal Methods*, 61(1-2), 155-60.
- [50]. Ocakoglu, D., Tokatli, F., Ozen, B., Korel, F. (2009). Distribution of simple phenols, phenolic acids and flavonoids in Turkish monovarietal extra virgin olive oils for two harvest years. *Food Chemistry*, 113, 401-410.
- [51]. García-Martínez, O., De Luna-Bertos, E., Ramos-Torrecillas, J., Ruiz, C., Milia, E., Lorenzo, M. L., Jimenez, B., Sánchez-Ortiz, A., Rivas, A. (2016). Phenolic Compounds in Extra Virgin Olive Oil Stimulate Human Osteoblastic Cell Proliferation. *PLoS One*, 11 (3).
- [52]. Liu, W. N., Shi, J., Fu, Y., Zhao, X. H. (2019). The Stability and Activity Changes of Apigenin and Luteolin in Human Cervical Cancer Hela Cells in Response to Heat Treatment and Fe<sup>2+</sup>/Cu<sup>2+</sup> Addition. *Foods*, 8(8), 346.
- [53]. Duncan, S. E., Chang, H., H. (2012). Implications of Light Energy on Food Quality and Packaging Selection. *Advances in Food and Nutrition Research*, 67, 25-73.
- [54]. Boskou, D. (2006). *Olive Oil, Chemistry and Technology*. AOACS Press, Champaign.
- [55]. Grigoriadou, D., A. Androulaki, A., Psomiadou, E., M.Z. Tsimidou, M. Z. Solid phase extraction in the analysis of squalene and tocopherols in olive oil, *Food Chemistry*, 105(2), 675- 680.
- [56]. Rodrigues, N., Dias, L. G., Veloso, A. C. A., Pereira, J. A., Peres, A. M. (2017). Evaluation of extra-virgin olive oils shelf life using an electronic tongue-chemometric approach. *European Food Research and Technology*, 243(4), 597-607.
- [57]. Psomiadou E, Tsimidou M, Boskou D. (2000). alpha-tocopherol content of Greek virgin olive oils. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 48(5), 1770-1775.
- [58]. Niki, E., Abe, K. (2019). Chapter: Vitamin E: Structure, Properties and Functions , in *Vitamin E: Chemistry and Nutritional Benefits*, 1-11. DOI: 10.1039/9781788016216-00001
- [59]. Smolarek, A.K.; Suh, N.(2011). Chemopreventive Activity of Vitamin E in Breast Cancer: A Focus on  $\gamma$ - and  $\delta$ -Tocopherol. *Nutrients*, 3, 962-986.
- [60]. Dilmi-Bouras AK. (2004). Lipides. In *Biochimie alimentaire*. Ed: Office des publications universitaires, Alger, PP 35-106
- [61]. Ryan D. et Robards K. (1998). Phenolics compounds in olives. *Analyst*, 123:41-44.
- [62]. Lazzez A, Cossentini M et Kanay B. (2006). Etude de l'évolution des stérols des alcools aliphatiques et des pigments de l'huile d'olive au cours du processus de maturation. *Journal de la société chimique de Tunisie*, 8 : PP 21-32.

- [63]. Ben Temime S , Taamalli W, Baccouri B, Abaza L, Daoud D et Zarrouk M. (2006). Changes In Olive Oil Quality of Chetoui Variety According to Origin of Plantation. *Journal of Food Lipide*, 13: 88–99.
- [64]. Granier G. (2006). Obtention d'une huile d'olive vierge extra de hautes qualités nutritionnelle et organoleptiques. *Domaine de Pierredon*, 42 : 1-14.
- [65]. Ouaouiche A et chimi H. (2007). Guide de producteur de l'huile d'olive. Ed. «Onud» Vienne, 1-34.
- [66]. Sanchez Casas J., Osorio Bueno E., Montaña Garcia A. M., Martinez Cano M. (2004). Sterols and erythrodiol + uvaol content of virgin olive oils from cultivars of Extremadura (Spain). *Food Chemistry*, 87, 225–230.
- [67]. López-López A., Montaña. A., Ruíz-Méndez M. V., Garrido-Fernández A. (2008). Sterols, fatty alcohols, and triterpenic alcohols in commercial table olives. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 85, 253–262.
- [68]. Rivera Del Álamo R.M., Fregapane G., Aranda F., Gómez-Alonso S., Salvador M.D., (2004). Sterols and alcohols composition of Cornicabra virgin olive oil: The campesterol content exceeds the upper limit of 4% established by the EU regulations. *Food Chemistry*, 84, 533–537.
- [69]. Yuan, C., Xie, Y., Jin, R., Ren, L., Zhou, L., Zhu, M., Ju, Y. (2017). Simultaneous Analysis of Tocopherols, Phytosterols, and Squalene in Vegetable Oils by High-performance Liquid Chromatography. *Food Anal. Methods*, 10, 3716-3722.
- [70]. Pacetti, D., Scortichini, S., Boarelli, M. C., Fiorini, D. (2019). Simple and Rapid Method to Analyse Squalene in Olive Oils and Extra Virgin Olive Oils. *Food Control*, 102, 240-244.
- [71]. Oueslati, I., Anniva, C., Daoud, D., Tsimidou, M. Z., Zarrouka, M. (2009). Virgin Olive Oil (VOO) Production in Tunisia: The Commercial Potential of the Major Olive Varieties from the Arid Tataouine Zone. *Food Chemistry*, 112, 733-745.
- [72]. Ambra, R., Natella, F., Lucchetti, S., Forte, V., Pastore, G. (2017).  $\alpha$ -Tocopherol,  $\beta$ -carotene, Lutein, Squalene and Secoiridoids in Seven Monocultivar Italian Extra-virgin Olive Oils. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, 68, 538-545.
- [73]. Lozano-Grande, M. A., Gorinstein, S., Espitia-Rangel, E., Dávila-Ortiz, G., Martínez-Ayala, A. L. (2018). Plant Sources, Extraction Methods, and Uses of Squalene", *International Journal of Agronomy*.
- [74]. Hatzakis, E., Koidis, A., Boskoi D., Dais, P. (2008). Determination of Phospholipids in Olive Oil by  $^{31}\text{P}$  NMR Spectroscopy. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 56 (15), 6232-6240.

- [75]. Guerfel, M., Baccouri, O., Boujnah, D., Chaïbi, W., Zarrouk, M. (2009). Impacts of water stress on gas exchange, water relations, chlorophyll content and leaf structure in the two main Tunisian olive (*Olea europaea* L.) cultivars. *Scientia Horticulturae*, 119(3), 257-263.
- [76]. Montealegre, C., Alegre, M., García-Ruiz, C. (2009). Traceability Markers to the Botanical Origin in Olive Oils. *Journal of agricultural and food chemistry*, 58, 28-38.
- [77]. Mousavi, S., Mariotti, R., Stanzione, V., Pandolfi, S., Mastio, V., Baldoni, L., Cultrera, N. (2021). Evolution of Extra Virgin Olive Oil Quality under Different Storage Conditions. *Foods (Basel, Switzerland)*, 10(8), 1945.
- [78]. Román, G. C., Jackson, R.E., Reis, J., Román, A.N., Toledo, J.B., Toledo, E. (2019). Extra-virgin olive oil for potential prevention of Alzheimer disease. *Revue Neurologique*, 175, 705-723.
- [79]. Gandul-Rojas, B., Roca, M., Gallardo-Guerrero, L. (2016). Chlorophylls and carotenoids in food products from olive tree. In *Products from Olive Tree; Books on Demand: McFarland, WI, USA*.
- [80]. Lazzerini, C., Cifelli, M., Domenici, V. (2017). Pigments in extra virgin olive oils produced in different Mediterranean countries in 2014: Near UV-vis spectroscopy versus HPLC-DAD. *Food Science and Technology*, 84, 586-594.
- [81]. Topallar H., Bayrak Y., Iscan M., (1997). A Kinetic Study on the autoxidation of sunflowerseed oil. *Journal of American Oil Chemist's Society*. 74 (10) pp 1323-1327.
- [82]. Veillet S. (2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation. Thèse/ Académie d'Aix-Marseille Université d'Avignon et des pays de Vaucluse–sciences des procédés – sciences des aliments.
- [83]. Food and Agriculture Organization (2001) Rapport du comité du codex sur les graisses et les huiles – Annexe IV : Projet de norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive. Archives de documents de la FAO.
- [84]. Codex alimentarius (1989) Norme codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée. Codex STAN 33-1981 (Rév. 1-1989).
- [85]. Gomez-Alonso S., Mancebo-Campos V., Salvador M. D. and Fregapane G. (2007). Evolution of major and minor components and oxidation indices of virgin olive oil during 21 months storage at room temperature. *Food Chemistry*, V. 100, 36-42.
- [86]. Mansouri, A., Ennbarek, G., Kokkalou, E. and Kefalas, P (2005). Phenolic profile and antioxidant activity of the Algerian ripe date palm fruit (*Phoenix dactylifera*). *Food Chemistry* V.89, 411-420.

- [87]. Chimi, H., Rahmani, M., Cillard, J. & Cillard, P. (1990). Autoxidation of olive oil : the role of phenols. *Revue Française des Corps Gras*, V.37, 363-367.
- [88]. Arslan D, Schreiner M. (2012). Chemical characteristics and antioxidant activity of olive oils from Turkish varieties grown in Hatay province. *Science Horticulturae*. V. 144, 141-152.
- [89]. Fernandez-Arroyo, S., Gomez-Martinez, A., Rocamora-Reverte, L., Quirantes-Piné, R., Segura-Carretero, A., Fernandez-Gutiérrez, A. & Ferragut, J.A. (2012) Application of nano LC-ESI-TOF-MS for the metabolomic analysis of phenolic compound from extra-virgin olive oil in treated colon-cancer cells. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*. V.63, 128-134.
- [90]. Ghanbari Shendi, E., Sivri Ozay, D., Mucahit Taha Ozkaya, TM., Nimeti, F. & Ustunel, H. (2018). Changes occurring in chemical composition and oxidative stability of virgin olive oil during storage. *Oil Seeds & Fats Crops and Lipids*. V.25, 602-610.
- [91]. Ficarra P., Ficarra R., De Pasquale A., Monforte M. T. et Calabro M. L., (1991). HPLC analysis of oleuropein and some flavonoids in leaf and bud of *Olea europaea* L. *II farmaco*. 46 (6) pp : 803-809.
- [92]. De Faveri, D., Aliakbarian, B., Avogadro, M., Perego, P., & Converti, A. (2008). Improvement of olive oil phenolics content by means of enzyme formulations : Effect of different enzyme activities and levels. *Biochemical Engineering Journal*, 41 (2), 149-156.
- [93]. Keramat, M., Golmakani, M.T., Aminlari, M. & Shekarforoush, S. (2017). Oxidative stability of virgin olive oil supplemented with *Zataria multiflora* Boiss. And *Rosmarinus officinalis* L. essential oils during accelerated storage. *Journal of Food Processing and Preservation*. V.41, 1-12.
- [94]. Nocella, C., Cammisotto, V., Fianchini, L., D'Amico, A.I., Novo, M., Castellani, V., Stefanini, L., Violo, F. & Carnevale, R., (2018). Extra Virgin Olive Oil and cardiovascular Diseases : Benefits for Human Health. *Endocrine, Metabolic & Immune Disorders-Drug Targets*. V.18, 4-13.
- [95]. Armstrong, D. (2003). Application for approval of whole chia (*Salvia hispanica* L) seed and ground whole chia as novel food ingredients. Northern Ireland.
- [96]. Punia, S., & Dhull, S. B. (2019). Chia seed (*Salvia hispanica* L.) mucilage (a heteropolysaccharide): Functional, thermal, rheological behaviour and its utilization. *International Journal of Biological Macromolecules*, 140, 1084–1090
- [97]. Cahill, J. P. (2003). Ethnobotany of chia, *Salvia hispanica* L. (Lamiaceae). *Economic Botany*, 57(4), 604–618.

- [98]. Dick, M., Costa, T., Gomaa, A. I., Subirade, M., Rios, A., & Flôres, S. H. (2015). Edible film production from chia seed mucilage: Effect of glycerol concentration on its physicochemical and mechanical properties. *Carbohydrate Polymers*, 130, 198–205.
- [99]. Kulczynski, B., Kobus-Cisowska, J., Taczanowski, M., Kmiecik, D., & Gramza-Michalowska, A. (2019). The chemical composition and nutritional value of chia seeds-current state of knowledge. *Nutrients*, 11(6), 1242.
- [100]. Ciau-Solís, N.; Rosado-Rubio, G.; Segura-Campos, M.R.; Betancur-Ancona, D.; Chel-Guerrero, L. (2014). Chemical and Functional Properties of Chia Seed (*Salvia hispanica* L.) Gum. *Int. J. Food Sci.* 1–5.
- [101]. Grancieri, M.; Martino, H.S.D.; Gonzalez de Mejia, E. (2019). Chia Seed (*Salvia hispanica* L.) as a Source of Proteins and Bioactive Peptides with Health Benefits: A Review. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf*, 18, 480–499.
- [102]. Ullah, R.; Nadeem, M.; Khalique, A.; Imran, M.; Mehmood, S.; Javid, A.; Hussain, J. (2016). Nutritional and therapeutic perspectives of Chia (*Salvia hispanica* L.): A review. *J. Food Sci. Technol.*, 53, 1750–1758.
- [103]. Campos, B.E.; Dias Ruivo, T.; da Silva Scapim, M.R.; Madrona, G.S.; Bergamasco, R.d.C. (2016). Optimization of the mucilage extraction process from chia seeds and application in ice cream as a stabilizer and emulsifier. *LWT-Food Sci. Technol*, 65, 874–883.
- [104]. Das, A. (2018). Advances in Chia Seed Research. *Adv. Biotechnol. Microbiol*, 5, 5–7.
- [105]. Mohd Ali, N.; Yeap, S.K.; Ho, W.Y.; Beh, B.K.; Tan, S.W.; Tan, S.G. (2012). The promising future of chia, *Salvia hispanica* L. *J. Biomed. Biotechnol*, 1–9.
- [106]. De Falco, B.; Amato, M.; Lanzotti, V. (2017). Chia seeds products: An overview. *Phytochem. Rev.* 2017, 16, 745–760.
- [107]. Gérard, F. (2006). Chia seed CO<sub>2</sub> extract: A revolutionary ingredient for food and cosmetics. *Wellness Foods Eur*, 5, 1–4.
- [108]. Grancieri, M.; Martino, H.S.D.; Gonzalez de Mejia, E. (2019). Chia Seed (*Salvia hispanica* L.) as a Source of Proteins and Bioactive Peptides with Health Benefits: A Review. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf*, 18, 480–499.
- [109]. O. di Sapio, M. Bueno, H. Busilacchi, M. Quiroga, and C. Severin (2012), “Morphoanatomical characterization of *Salvia hispanica* L. (LAMIACEAE) leaf, stem, fruit and seed,” *Boletín Latinoamericano Y Del Caribe De Plantas Medicinales Y Aromaticas*, vol. 11, no. 3, pp. 249–2268.
- [110]. Loreto A. Muñoz.; Angel Cobos ; Olga Diaz & José Miguel Aguilera. (2013). Chia seed

(*Salvia hispanica*): An ancient grain and a new functional food, *Food Rev. Int.* Vol.29 No.4 pp. 394-408.

[111]. Reyes-Caudillo, E.; Tecante, A.; Valdivia-Lopez, M.A. (2008). Dietary fibre content and antioxidant activity of phenolic compounds present in Mexican chia (*Salvia hispanica* L.) , *Food Chem.*, Vol.107, pp. 656-663.

[112]. Lu, Y., ; Foo, L. (2002). Polyphenolics of salvia - a review. *Phytochemistry*, Vol.59 No.2, pp 117–140.

[113]. Capitani, M. I., Spotorno, V., Nolasco, S., & Tomás, M. (2012). Physicochemical and functional characterization of by-products from chia (*Salvia hispanica* L.) seeds of Argentina. *LWT—Food Science and Technology*, 45(1), 94–102.

[114]. Ixtaina, V. Y., Nolasco, S. M., & Tomas, M. C. (2008). Physical properties of chia (*Salvia hispanica* L.) seeds. *Industrial Crops and Products*, 289(3), 286–293.

[115]. Vanessa, Y. I., Nolasco, S. M., & Mabel, C. T. (2008). Physical properties of chia seed. *Industrial Crops and Products*

[116]. Fernandes, S. S.; Tonato, D.; Mazutti, M. A.; De Abreu, B. R.; Da Costa Cabrera, D.; D’oca, C. D. R. M.; Prentice-Hernández, C.; Salas-Mellado, M. De Las M. Yield (2019). Quality of chia oil extracted via different methods. *Journal of Food Engineering*, v. 262, p. 200–208.

[117]. Julio, L. M.; Copado, C. N.; Crespo, R.; Diehl, B. W. K.; Ixtaina, V. Y.; Tomás, M. C. (2019). Design of microparticles of chia seed oil by using the electrostatic layer-by-layer deposition technique. *Powder Technology*, v. 345, p. 750–757.

[118]. Vuksan, V.; Whitham, D.; Sievenpiper, J. L.; Jenkins, A. L.; Rogovik, A. L.; Bazinet, R. P.; Vidgen, E.; Hanna, A. (2007). Supplementation of Conventional Therapy with the Novel Grain Salba (*Salvia hispanica* L.) Improves Major and Emerging Cardiovascular Risk Factors in Type 2 Diabetes. *Diabetes Care*, v. 30, n. 11, p. 2804 LP-2810.

[119]. USDA National Nutrient Database for Standard Reference, Release 28. (2018).

[120]. Jin, F.; Nieman, D.C.; Sha, W.; Xie, G.; Qiu, Y.; Jia, W. (2012). Supplementation of milled chia seeds increases plasma ALA and EPA in postmenopausal women. *Plant Foods Hum. Nutr.*, 67, 105–110.

[121]. Marineli, R.; Lenquiste, S.A.; Moraes, E.A.; Marostica, M.R., Jr. (2015). Antioxidant potential of dietary chia seed and oil (*Salvia hispanica* L.) in diet-induced obese rats. *Food Res. Int.*, 76, 666–674.

[122]. Reyes-Caudillo, E.; Tecante, A.; Valdivia-Lopez, M.A. (2008). Dietary fibre content and antioxidant activity of phenolic compounds present in Mexican chia (*Salvia hispanica*

L.) seeds. *Food Chem.*, 107, 656–663.

[123]. Ciftci, O.N.; Przybylski, R.; Rudzińska, M. (2012). Lipid components of flax, perilla, and chia seeds. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 114, 794–800.

[124]. Villanueva-Bermejo, D.; Calvob, M.V.; Castro-Gómez, P.; Fornaria, T.; Fontecha, J. (2019). Production of omega 3-rich oils from underutilized chia seeds. Comparison between supercritical fluid and pressurized liquid extraction methods. *Food Res. Int.*, 15, 400–407.

[125]. Grancieri, M.; Duarte Martino, H.S.; Gonzalez de Mejia, E. (2019). Chia seed (*Salvia hispanica* L.) as a source of proteins and bioactive peptides with health benefits: A review. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.*, 18, 480–499.

[126]. Nitrayova, S.; Brestensky, M.; Heger, J.; Patras, P.; Rafay, J.; Sirotkin, A. (2014). Amino acids and fatty acids profile of chia (*Salvia hispanica* L.) and flax (*Linum usitatissimum* L.) seed. *Potravinarstvo*, 8, 72–76.

[127]. Bushway, A.A.; Belyea, P.R.; Bushway, R.J. (1981). Chia seed as a source of oil, polysaccharide, and protein. *J. Food Sci.*, 46, 1349–1350.

[128]. Munoz, L.A.; Cobos, A.; Diaz, O.; Aguilera, J.M. (2013). Chia seed (*Salvia hispanica*): An ancient grain and new functional food. *Food Res. Int.*, 29, 394–408.

[129]. Oliveira-Alves, S.C.; Vendramini-Costa, B.D.; Baú Betim Cazarin, C.; Maróstica, M.R., Jr.; Ferreira, J.P.B.; Silva, A.B.; Prado, M.A.; Bronze, M.R. (2017). Characterization of phenolic compounds in chia (*Salvia hispanica* L.) seeds, fiber flour and oil. *Food Chem.*, 232, 295–305.

[130]. Rahman, M.J.; Costa de Camargo, A.; Shahidi, F. (2017) Phenolic and polyphenolic profiles of chia seeds and their in vitro biological activities. *J. Funct. Foods*, 35, 622–634.

[131]. Martínez-Cruz, O.; Paredes-López, O. (2014) Phytochemical profile and nutraceutical potential of chia seeds (*Salvia hispanica* L.) by ultra-high performance liquid chromatography. *J. Chromatogr. A*, 1346, 43–48

[132]. Coelho, M.S.; Salas-Mellado, M.M. (2014). Chemical characterization of Chia (*Salvia hispanica* L.) for use in food products. *J. Food Nutr. Res*, 2, 263–269.

[133]. <https://www.compagnie-des-sens.fr/huile-vegetale-chia/>

[134]. De Falco, B.; Amato, M.; Lanzotti, V. Chia seeds products: An overview. *Phytochem. Rev.* 2017, 16, 745–760.

[135]. Grancieri, M.; Martino, H.S.D.; Gonzalez de Mejia, E. Chia Seed (*Salvia hispanica* L.) as a Source of Proteins and Bioactive Peptides with Health Benefits: A Review. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* 2019, 18, 480–499.

- [136]. Brglez Mojzer, E.; Knez Hrncič, M.; Škerget, M.; Knez, Ž.; Bren, U. Polyphenols: Extraction Methods, Antioxidative Action, Bioavailability and Anticarcinogenic Effects. *Molecules* 2016, 21, 901.
- [137]. Ulbricht, C., Chao, W., Nummy, K., Rusie, E., Tanguay-Colucci, S., Ianuzzi, C., Plammoottil, J., Varghese, M., Weissner, W., (2009). Chia (*salvia hispanica*): A systematic review by the natural standard research collaboration. *Reviews on Recent Clinical Trials* 4 (3), 168–174.
- [138]. Mohd Ali, N., Yeap, S. K., Ho, W. Y., Beh, B. K., Tan, S. W., Tan, S. G., (2012). The promising future of chia, *Salvia hispanica* L. *Journal of Biomedicine & Biotechnology* 2012, id:171956.
- [139]. De Falco, B., Amato, M., Lanzotti, V., (2017). Chia seeds products: An overview. *Phytochemistry Reviews* 16 (4), 745–760.
- [140]. Toscano, L. T., Silva, C. S. O., Toscano, L. T., Almeida, A. E. M., Cruz Santos, A., Silva, A. S., (2014). Chia Flour Supplementation Reduces Blood Pressure in Hypertensive Subjects. *Plant Foods for Human Nutrition* 69 (4), 392–398.
- [141]. Vuksan, V., Jenkins, A. L., Dias, A. G., Lee, A. S., Jovanovski, E., Rogovik, 972 A. L., Hanna, A., (2010). Reduction in postprandial glucose excursion and 973 prolongation of satiety: possible explanation of the long-term effects of 974 whole grain Salba (*Salvia hispanica* L.). *European journal of clinical nutrition* 64 (4), 436–438.
- [142]. Salgado-Cruz, M. P., Calderón-Domínguez, G., Chanona-Pérez, J. J., Hernández-Alvarez, A. J., Díaz-Ramírez, M., Farrera-Rebollo, R. R., (2014). Chia seeds: A new nutraceutical option. In: Mora-Escobedo, R., Berrios, J. d. J., Gutiérrez-López, G. F. (Eds.), *Seeds as functional foods and nutraceuticals*. Food Science and Technology. Nova Science Publishers, Inc, Hauppauge, New York, pp. 173–190.
- [143]. Altamirano, E. B., Inaguazo Travez, J. J., Lozano, B. C., (2015). Effect of consumption of chia (*Salvia hispanica*) on constipation symptoms presented by students from a private university in lima este, 2014. *Revista Científica de Ciencias de la Salud* 8 (2).
- [144]. Jenkins, A. L., Brissette, C., Jovanovski, E., Au-Yeung, F., Ho, H. V. T., Zurbau, A., Sievenpiper, J., Vuksan, V., (2016). Effect of salba-chia (*salvia hispanica* l), an ancient seed, in the treatment of overweight and obese patients with type 2 diabetes: A double-blind, parallel, randomized controlled trial. *The FASEB Journal* 30 (1 Supplement), 126.2.
- [145]. Lahlou, M. (2004). Methods to study the phytochemistry and bioactivity of essential oils. *Phytotherapy Research: An International Journal Devoted to Pharmacological and Toxicological Evaluation of Natural Product Derivatives*, 18(6), 435-448.

- [146]. Richter, J., & Schellenberg, I. (2007). Comparison of different extraction methods for the determination of essential oils and related compounds from aromatic plants and optimization of solid-phase microextraction/gas chromatography. *Analytical and bioanalytical chemistry*, 387(6), 2207-2217.
- [147]. Kaloustian, J., & Hadji-Minaglou, F. (2012). *La connaissance des huiles essentielles: Qualitologie et aromathérapie: entre science et tradition pour une application médicale raisonnée*. Collection Phytothérapie pratique, Springer-Verlag, Paris, France.
- [148]. Bruneton, J. (1993). *Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes Médicinales*, Tec&Doc. Lavoisier, Paris, 2ème édition, p, 915.
- [149]. Paris, R.P.; Moyses, H. (1967). *Matière médicale*. Masson, Paris.
- [150]. Lucchesi, M. E. (2005). *Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles*. Thèse de Doctorat en Sciences, discipline ; Chimie. Université de la Réunion, Faculté des Sciences et Technologies.
- [151]. Meyer-Warnod B. (1984). Natural essential oils : extraction processes and applications to some major oils, 9, 93-103.
- [152]. Bassereau, M.; Chaintreau, A.; Druperrex, S.; Joulain, D.; Leïjs, H.; Loesing, G.; Owen, N.; Sherlock, A.; Schippa, C.; Thorel, P. J. ; Vey, M. (2007). GC-MS quantification of suspected volatile allergens in fragrances. Data treatment strategies and method performances. *J Agric Food Chem*, 55, 25-31.
- [153]. E. Vagi, B. Simandi, A. Suhajda, E. Hethelyi (2005). Essential oil composition and antimicrobial activity of *Origanum marjorana* L. Extracts obtained with ethyl alcohol and supercritical carbon dioxide. *Food research international*, 38, 51-57.
- [154]. R. Zarnowski, Y. Suzuki, (2004). Expedient Soxhlet extraction of resorcinolic lipids from wheat grains *Journal of Food Composition and analysis*, 17, 649-663.
- [155]. J.L. Luque-Garcia, M.D. Luque de Castro, *Talanta*, (2004). Focused microwave-assisted Soxhlet extraction : devices and applications, 64, 571-577.
- [156]. J.L. Luque-Garcia, M.D. Luque de Castro (2004). Ultrasound-assisted Soxhlet extraction: an expeditive approach for solid sample treatment. Application to the extraction of total fat from oleaginous seeds. *Journal of Chromatography A*, 1034, 237-242.
- [157]. Chaintreau, A.; Joulain D.; Marin, C.; Schmidt, C. O.; Yey, M. (2003). GC-MC. Quantitation of fragrance compounds suspected to cause skin reaction. *J Agric Food Chem*. 51, 398- 403.
- [158]. Mengal, P.; Behn Dm Bellido, M.; Monpon, B. (1993). VMHD: extraction of essential oil by microwave. *Parfums Cosmet Aromes*. 114, 66-67.

- [159]. Richard, H.; Multon, J. L. (1992). Les arômes alimentaires sciences et techniques agroalimentaires. Ed Lavoisier, Paris. p ,438.
- [160]. Proust, B. (2006). Petite Géométrie des Parfums. Éditions du Seuil. Paris. p, 126.
- [161]. Bruneton, J. (1999) Pharmacognosie, Phytochimie, Plantes médicinales, 3ème Ed. Ed. médicalesinternationales and Tec & Doc Lavoisier, Paris.
- [162]. Piochon, M. (2008). Etude des huiles essentielles d'espèces végétales de la flore Laurentienne :composition chimique, activités pharmacologiasues et hémi-synthèse. Mémoire, Université du Québec à Chicoutimi. Canada.
- [163]. Houmba GNR, GANDONOU CB, Houssou AP, Capo-Chichi M, Houngbeme A et Gbaguidi F. (2016). Evolution des caractéristiques physico-chimiques de la graine et de l'huile de pourghère (*Jatropha curcas*) en fonction du degré de maturité des fruits. *Int. J. Biol. Chem. Sci.* 10(2): 599-608.
- [164]. Conseil Oléicole International. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux l'huiles de grignons d'olive. (2011) ; T. 15/NC N° 3/Rév. 6.
- [165]. AFNOR (Association Française pour la Normalisation). (1984). Recueil des normes françaises : corps gras, graines oléagineuses et produits dérivés (3<sup>2</sup> eds.). AFNOR: Paris; 459 p.
- [166]. Wolff JP. (1968). Manuel d'Analyse des Corps Gras. Paris- Azoulay, 115 p.
- [167]. Fadda, C., Del Caro, A., Sanguinetti, AM., Urgeghe, PP., Vacca, V., Arca, PP., Piga, A., (2012). Changes during storage of quality parameters and in vitro antioxidant activity of extra virgin monovarietal oils obtained with two extraction technologies. *Food Chem.* 134, 1542–1548.
- [168]. Dais, P., Hatzakis, E., (2013). Quality assessment and authentication of virgin olive oil by NMR spectroscopy: A critical review. *Anal. Chim. Acta.* 765, 1–27.
- [169]. Conte, L., Milani, A., Calligaris, S., Rovellini, P., Lucci, P., Nicoli, MC., (2020). Temperature dependence of oxidation kinetics of extra virgin olive oil (EVOO) and shelf-life prediction. *Foods.* 9 (3), 295.
- [170]. Esposto, S., Taticchi, A., Urbani, S., Selvaggini, R., Veneziani, G., Di Maio, I., B, Sordini., M, Servili., (2017). Effect of light exposure on the quality of extra virgin olive oils according to their chemical composition. *Food Chem.* 229, 726–733.
- [171]. Alonso-Salces, M., Gallo, B., Collado, MI., Sasía-Arriba, A., Viacava, GE., García Gonzalez, DL., Toschi, TG., Servili, M., Berrueta , LA., (2021). H–NMR fingerprinting and supervised pattern recognition to evaluate the stability of virgin olive oil during storage. *Food Control.* 123, 107831.

[172]. Rovellini, P., Cortesi, N., 2004. Oxidative status of extra virgin olive oils: HPLC evaluation. *Ital. J. Food Sci.* 16, 335–344.

[173]. B. Dallila ; B. Sonia, Enrichissement de l'huile d'olive par un corps gras, Mémoire Master. Université de Bejaia, 2019.

## Résumé

L'huile d'olive est un produit largement connu pour effets bénéfiques sur la santé humaine. Le but de cette étude est de réaliser des analyses physico-chimiques et spectrales d'huile d'olive enrichie en huile de chia à température ambiante pendant 1 année de stockage à différentes concentration (100/0, 90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 0/100). Dans cette étude, les indices (indice d'acide, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de saponification, densité, indice de réfraction, UV-Visible et Infrarouge) des mélanges d'huile d'olive et d'huile de chia ont été déterminées. Les résultats suggèrent que l'enrichissement de l'huile d'olive avec de l'huile de chia a eu des résultats bénéfiques.

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

## Abstract

Olive oil is widely known for its beneficial effects on human health. The purpose of this study is to carry out physico-chemical and spectral analyses of olive oil enriched in chia oil at room temperature during 1 year of storage at different concentrations (100/0, 90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 0/100). In this study, the indices (acid index, peroxide index, iodine index, saponification index, density, refractive index, UV-Visible and infrared) of olive oil and chia oil mixtures were determined. The results suggest that enriching olive oil with chia oil has had beneficial results.

**Keywords:** Olive oil, chia oil, oxidative stability.

## موجز

يُعرف زيت الزيتون على نطاق واسع بآثاره المفيدة على صحة الإنسان. الغرض من هذه الدراسة هو إجراء تحليلات فيزيائية كيميائية وطيفية لزيت الزيتون المخصب بزيت الشيا في درجة حرارة الغرفة خلال سنة 1 التخزين بتركيزات مختلفة (100/0, 90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 0/100). في هذه الدراسة، تم تحديد المؤشرات (مؤشر الحمض، ومؤشر البيروكسيد، ومؤشر اليود، ومؤشر التصبغ، والكثافة، ومعامل الانكسار، والأشعة فوق البنفسجية والأشعة تحت الحمراء) لزيت الزيتون ومخاليط زيت الشيا. تشير النتائج إلى أن إثراء زيت الزيتون بزيت الشيا كان له نتائج مفيدة.

**الكلمات الرئيسية:** زيت الزيتون، زيت الشيا، استقرار الأكسدة