

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud MAMMARI de TIZI-OUZOU

Faculté des Sciences Biologiques et des Sciences Agronomiques



Département des Sciences Biologiques



Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'Obtention du Diplôme du Master académique en biologie

Option : Oléiculture et Oléotechnie

Thème

**Préparation et étude des mélanges
huile d'olive et huile de soja**

Présenté par :

M^{elle} FILALI FATIMA

M^{elle} AOUALI DJAMILA

Membre du Jury :

Président : M^r DOUFENE H.

Maître assistant à l'U.M.M.T.O.

Promoteur : P^r AMIR Y.

Professeur à l'U.M.M.T.O.

Examineur : M^r AMROUCHE T.

Maître de conférences à l'U.M.M.T.O.

M^r BENGANA M.

Maître assistant à l'U.M.M.T.O.

Année Universitaire
2015-2016

Remerciements

Nous tenons à remercier tout d'abord le BON DIEU le tout puissant qui a procuré du courage et la volonté pour mener à réaliser ce modeste travail.

Nous tenons à remercier :

- ☞ P^r AMIR Y. pour avoir dirigé ce travail ainsi que pour ses conseils et son aide précieux;*
 - ☞ M^r DOUFENE H. de nous avoir fait l'honneur de présider notre jury ;*
 - ☞ M^r AMROUCHE T. pour avoir accepté d'examiner notre mémoire ;*
 - ☞ M^r BENGANA M. pour avoir accepté d'examiner notre mémoire ;*
 - ☞ Un spécial remerciement à P^r KELLOUCHE responsable du master oléiculture et oléotechni ;*
 - ☞ Nos remerciements les plus vifs vont :*
- ☞ A ce qui nous ont aidé de près ou de loin à l'achèvement de ce travail particulièrement : nous parents ; KEBDI A ; M^{elle} AWCHICH N*
- ☞ Sans oublier l'ensemble des enseignants ayant contribué à notre formation durant notre cycle d'étude.;*

**« « DU FOND DU CŒUR
MERCÌ A TOUS » »**

DJAMILA

FATIMA

Dédicace

Au nom du Dieu le tout puissant

Je dédie ce travail à :

A ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour

A ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments difficiles

*Et ceux à qui je dois tant : Mes chers parents : FILALI A
et AMINI D et mes bons parents KEBDI M et SERKASTI F*

❧ *Mon cher époux : KEBDI A*

❧ *Mes chères sœurs et mes belles sœurs*

❧ *Mes chers frères et mon bon frère Mohamed*

❧ *Mes chers neveux*

❧ *Mes cousins, cousines et leurs familles*

❧ *Tous mes amis et amies surtout : Sonia,
Djamila, Nassima, Kafya, Djafar, Zakia, Selwa,
Lyes.*

❧ *La promotion 2015 des sciences Biologiques, surtout promotions Oléiculture
et Oléotechnie.*

Fatima



Dédicace

Au nom du Dieu le tout puissant

Je dédie ce travail à :

A ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour

A ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments difficiles

*Et ceux à qui je dois tant : Mes chers parents : AOUALI M
et MAHMOUDI W*

❧ *Mes chères sœurs : Siham ; Wassila et Liza*

❧ *Mes chers frères : Hocinne ; bilane ; Ghilas et Salim*

❧ *Mes chers tantes et oncles*

❧ *Mes cousins, cousines et leurs familles*

❧ *Tous mes amis et amies surtout : fatiha
, fatima , lamia , sadak , billy , Nassima, Kafia,
warda , abda*

❧ *La promotion 2015 des sciences Biologiques, surtout promotions Oléiculture
et Oléotechnie.*

Djamila



LISTE DES ABREVIATIONS

A.F.S.S.A.: Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments.

AG : Acide Gras.

AGE : Acide gras essentiel.

AGMI : Acide gras monoinsaturés.

AGPI : Acide gras polyinsaturés.

AGS : Acide gras saturé.

ANC : apport nutritionnel conseillé.

C.O.F.A.: Office fédéral de la santé publique.

C.O.I. : Conseil Oléicole International.

CPG : Chromatographie en Phase Gazeuse.

HO : Huile d'olive.

HS : Huile de soja.

I.S.S.F.A.L.: International Society for the Study of Fatty Acids and Lipids.

ISO : Organisation internationale de normalisation.

KOH : Hydroxyde de potassium.

L: l'acide linoléique.

méq : Milliéquivalent.

Na : Sodium.

O: l'acide oléique.

O2 : Dioxygène.

P: l'acide palmitique.

Ppm : Particule Par Million.

R• : Radical libre d'acide gras

R-H: Acide gras.

ROO•: Radical hydroperoxyde.

ROOH: Radical hydroperoxyde.

S: l'acide stéarique.

W₃: Oméga 3 (n-3).

W₆:oméga 6(n-6).

LISTE DE FIGURES

Figure 1 : Système discontinu d'extraction par presse (Chimi, 2006).....	8
Figure 2 : Système continu d'extraction avec centrifugation à trois phases (Chimi, 2006)	10
Figure 3 : Système continu d'extraction avec centrifugation à deux phases (Chimi, 2006).	12
Figure 4 : La graine de soja (<i>Glycine max</i> (L.) Merr.) (Hubert, 2006).	18
Figure 5 : Production mondiale de soja en 2004 (Millions de tonne) (Lipietz, 2007).	19
Figure 6 : teneur en composés phénolique des mélanges.	31
Figure 7 : teneur en caroténoïdes des mélanges.	33
Figure 8 : teneur en chlorophylles des mélanges.	33
Figure 9 : la teneur en acide gras libres des mélanges d'huile.	35
Figure 10 : la mesure de l'indice de peroxyde des échantillons d'huile.	38
Figure 11 : indice d'iode des huiles analysées.	39
Figure 12 : indice de saponification des mélanges.	40
Figure 13 : extinction à 232 nm.	42
Figure 14 : extinction à 270 nm.	42
Figure 15 : densité des huiles analysées.	43

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I : Classification des huiles d'olives (C.O.I., 2011)	4
Tableau II : Les principaux triglycérides de l'huile d'olive (Ryan et <i>al.</i> , 1998).....	13
Tableau III : Les principaux acides gras présents dans l'huile d'olive (Roehly, 2000).....	14
Tableau IV : Concentration en (mg/kg) de certains composés phénoliques hydrophiles de l'huile d'olive (Baldioli et <i>al.</i> , 1996)	15
Tableau V : Classification botanique du soja (ANONYME, 2008).	17
Tableau VI : Constituants principaux de la graine de soja (POUZET, 1992)	18
Tableau VII : Les principales constantes physiques et chimiques de l'huile de soja.....	19
Tableau VIII: Composition des acides gras de l'huile de soja (Pouzet, 1992).	20
Tableau IX: Composition en insaponifiables de l'huile de soja (Pouzet, 1992).....	21
Tableau X: préparation des mélanges d'huile.....	24

SOMMAIRE

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

INTRODUCTION GENERALE..... 13

Chapitre I : Synthèse bibliographique

1. L'olivier et l'huile d'olive	3
1.1. L'olivier.....	3
1.2. Huile d'olive	4
1.2.1. Définition	4
1.2.2. Classification des huiles d'olive	4
1.2.3. Extraction de l'huile d'olive	5
1.2.3.1. Système discontinu d'extraction par presse	7
1.2.3.2. Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases	9
1.2.3.3. Système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases	11
1.2.4. Composition chimique de l'huile d'olive	13
1.2.4.1. Fraction saponifiable	13
1.2.4.1.1. Les Triglycérides.....	13
1.2.4.2. La fraction insaponifiable.....	14
1.2.4.2.1. Les acides gras	14
1.2.4.2.2. Les composés phénoliques	15
1.2.4.2.2. Les tocophérols	15
1.2.4.2.3. Les pigments	15
1.2.4.2.4. Les stérols	16
1.2.4.2.5. Autres composés	16
2-Soja et l'huile de soja.....	16

SOMMAIRE

2-1-huile de soja	16
2.2. Composition de la gaine	17
2.3. La plante	18
2.4. Production mondiale de soja	19
2.5. Composition d'huile de soja	19
2.5.1. Les triglycérides	20
2.5.2. Les acides gras	20
2.5.3. Les insaponifiables	20
2.5.4. Les phosphatides	21
2.6. Qualité nutritionnelle de l'huile de soja	21
3. les lipides.....	22
3.1. Les acides gras	22
3.1.1. Les acides gras saturés AGS	22
3.1.2. Acides gras mono insaturés (AGMIS)	23
3.1.3. Les acides gras polyinsaturés (AGPI)	23

Chapitre II : Matériel et méthodes

2. Méthodes d'analyses	24
2.1. L'échantillonnage	24
2. Méthodes d'analyses	24
2.2.1. La composition chimique de l'huile.....	24
2.2.1.1. Détermination de la teneur en composés phénoliques	24
2.2.1.2. Dosage de la chlorophylle	25
2.2.1.3. Détermination de caroténoïdes.....	26
2.2. Autres analyses chimiques	26
2.2.1. Acidité	26
2.2.2. Indice de peroxyde	27

SOMMAIRE

2.2.3. L'indice d'iode	28
2.2.4. L'indice de saponification	29
2.3. Analyses physiques	30
2.3.1. Détermination de l'absorbance en ultraviolet	30
2.3.2. La densité	30

Chapitre III : Résultats et discussion

1. La composition chimique de l'huile	31
1.1. Les composés phénoliques	31
1.2. Analyse des pigments	33
2. Les paramètres chimiques	35
2.1. L'indice d'acidité	35
2.2. L'indice de peroxyde	36
2.3. Indice d'iode	39
2.4. Indice de saponification	40
3. Les paramètres physiques	41
3.1. L'absorbance à 232 nm et à 270 nm	41
3.2. La densité	43
Conclusion générale	45
Références bibliographiques	
Annexes	

INTRODUCTION GENERALE

Introduction

Les corps gras alimentaires comprennent les huiles et les graisses d'origine animale ou végétale (**GRAILLE, 2003**).

Les lipides jouent un rôle important dans l'alimentation humaine grâce à leur richesse en acides gras essentiels, en calories, en vitamines liposolubles et en sels minéraux (**DARBRE, 1982**).

Selon **POTIER et al., (2003)**, les lipides appelés corps gras ou matières grasses, constituent les éléments essentiels de notre alimentation. Ils sont consommés à l'état naturel ou bien ils sont présents dans un aliment. Les lipides sont considérés comme une source de saveur et de plaisir, en contribuant aussi au bon fonctionnement de l'organisme et à son développement. Les acides gras sont les principaux constituants des lipides, le plus fréquent est l'acide oléique qui se trouve dans beaucoup de corps gras et en grande quantité dans l'huile d'olive.

Les huiles d'origine végétale représentent pratiquement la moitié des corps gras utilisés dans le monde ; ils peuvent être extraits des graines, des noyaux ou des fruits des plantes oléagineuses. Près de 95 % des huiles brutes sont importées en Algérie pour la satisfaction des besoins en huile pour être raffinées avant d'être vendues. Ces traitements ont pour but d'éliminer une grande partie des composés indésirables (les mucilages, les acides gras libres, les pigments colorés...etc.) en vue de garantir aux consommateurs, un produit de qualité.

L'impact nutritionnel des huiles a toujours fait l'objet de beaucoup d'attention. La matière grasse constitue en effet l'une des sources énergétiques principales en alimentation humaine. Toutefois, les acides gras essentiels et autres constituants mineurs sont tous bénéfiques pour notre santé (**DE KOCK et al., 2005**).

Il existe pourtant une réalité amère et des phénomènes alarmants qui doivent interpeller les décideurs des pays industrialisés et ceux en voie de développement. Ces problèmes de santé publique préoccupants sont en relation avec l'alimentation et notre mode de vie. Il est donc légitime de vouloir comprendre le lien entre l'alimentation et l'apparition

des maladies, comme l'obésité. Pour permettre une lutte efficace contre ces affections, les bases d'une véritable prévention nutritionnelle, deviennent de plus en plus nécessaires. En effet certains nutriments peuvent contribuer en tant que molécules biologiquement actives à engendrer ou au contraire à prévenir les conséquences physiopathologiques de ces maladies. Les acides gras polyinsaturés sont particulièrement intéressants et sont actuellement considérés comme des alicaments.

Notre objectif dans cette étude est la recherche d'un meilleur mélange d'huile à partir de deux huiles de base (l'huile d'olive et l'huile de soja). Par la création de différents coupages suivis de mesures analytiques, nous voulons atteindre un double objectif nutritionnel et économique.

- obtenir un meilleur apport en AGI.
- améliorer la qualité d'huile.
- améliorer la stabilité oxydative de l'huile.
- utiliser un mélange idéal pour l'assaisonnement.
- vendre un produit de qualité avec un prix abordable.

Pour atteindre ces objectifs, nous avons accompli une recherche documentaire présentée dans la une partie théorique qui synthétisent la systématique, la composition chimique, les procédés technologiques et la qualité nutritionnelle des deux huiles (huile d'olive et huile de soja). Nous avons fait des coupages et des dosages présentés dans la partie expérimentale pour étudier les paramètres physicochimique des deux huiles et des mélanges.

Chapitre I :

Synthèse bibliographique

I. L'olivier et l'huile d'olive

I.1 L'olivier

La culture de l'olivier a poursuivi son expansion en dehors de la méditerranée avec la découverte de l'Amérique en 1492. En 1560, l'olivier, arbre typique des régions sèches et chaudes, constitue une composante familière des pays du bassin méditerranéen et représente pour beaucoup d'entre eux, une des principales cultures traditionnelles (**KARLESKIND, 1992**).

Le genre *Olea*, dont il fait partie, englobe quelque huit sous-espèces dont la variante *Olea europaea* qui comprend à son tour deux catégories : l'olivier sauvage (*Olea europaea Sylvestris*) qui produit des fruits inutilisables, et l'olivier cultivé (*Olea europaea Sativa*) qui est destiné à plusieurs fins selon le type d'arbre considéré (**VICAN, 2006**).

Dans le monde, plus de 32 millions d'individus cultivent l'olivier. Aujourd'hui il y a près d'un milliard d'oliviers (*Olea europaea* L.) cultivés, dont 95% sont localisés dans le bassin méditerranéen essentiellement en Espagne, en Italie et en Grèce. Dans certains pays comme la Tunisie ou la Palestine, il occupe une place majeure car 20 à 50% de la population vivent de cet arbre. Pourtant, tous ne sont pas agriculteurs (**VEILLET, 2010**) ; (**BRETON et BERVILLE, 2012**).

L'olivier se situe entre le 25^{ème} et le 45^{ème} degré de latitude Nord et Sud (**LEGER, 2003**). Elle appartient à la famille des Oleaceae et au genre *Olea* qui contient 30 espèces, qui sont toutes adaptées aux conditions pédoclimatiques difficiles, mais la seule espèce portant des fruits comestibles est l'*Olea europaea*, à laquelle appartient l'olivier cultivé (la systématique de l'olivier est donnée en annexe 1).

Selon le C.O.I. (2013), l'huile d'olive vierge est l'huile obtenue du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Elle comporte trois types d'huiles d'olive propres à la consommation en l'état : l'huile d'olive vierge extra (acidité inférieure ou égale à 0,8%), l'huile d'olive vierge (acidité inférieure ou égale à 2%) et l'huile d'olive vierge courante (acidité inférieure ou égale à 3,3%).

I.2 Huile d'olive

I.2.1 Définition

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea L.*) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature (C.O.I., 2003).

L'huile d'olive est la seule qui ne soit pas obtenue par raffinage mais seulement par des procédés mécaniques (BENHAYOUME et LAZZERI, 2006).

I.2.2 Classification des huiles d'olive

La classification des huiles en fonction des deux paramètres acidité et indice de peroxyde est représentée dans le tableau I, conformément à la norme internationale applicable à l'huile d'olive (C.O.I., 2011).

Tableau I: Classification des huiles d'olives (C.O.I., 2011)

Type de l'huile d'olive	Classification	Caractéristiques	
		Indice d'acidité (% acide oléique)	Indice de peroxyde (meq O2/KG)
Huile d'olive vierge apte à la consommation	Huile d'olive vierge extra	< 0.8%	< 20
	Huile d'olive vierge ou « fine »	< 2 %	< 20
	Huile d'olive vierge courante	3.3 % maximum	< 20
Huile d'olive vierge inapte à la consommation	Huile d'olive raffinée	< 0.3%	< 5
	Huile d'olive :couplage d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge apte à la consommation	>1%	<15
Huiles d'olive de grignon	Huile de grignon d'olives crue ou brute	-	-
	Huile de grignon d'olive raffinée	> 0.3%	<5
	Huile de grignon d'olive	> 1%	<15

3. Extraction de l'huile d'olive

3.1 Techniques d'extraction de l'huile d'olive vierge

Aperçu sur l'histoire de l'évolution de l'industrie oléicole

L'huile d'olive a été découverte très tôt par l'être humain, quand il a accidentellement écrasé les fruits d'olives, et il a remarqué la séparation de l'huile. Depuis 5000 avant JC, les gens ont collecté et pressé les olives dans des mortiers en pierre, mais les Romains ont réussi à accélérer l'opération de broyage avec un broyeur à meule, *le trapetum*, et l'amélioration du système de séparation avec l'introduction de presses. Après la chute de l'Empire romain, il n'y a pas eu des innovations dans le système d'extraction de l'huile d'olive pendant de nombreuses années, et qui continue à être basé sur la presse à vis. En 1795, le système de pressage hydraulique a été inventé. A partir de la seconde moitié du 20^e siècle de nombreuses améliorations et innovations technologiques ont eu lieu.

Les Séparateurs (décanteurs centrifuge) de l'huile d'olive ont remplacé les méthodes traditionnelles, et la productivité a augmenté avec l'adoption généralisée des systèmes de pressage hydrauliques. Le processus de pressage a été la méthode la plus répandue pour le traitement des fruits d'olive pour l'obtention de l'huile. L'utilisation de rouleaux ou des roues en pierre (meules) sur une dalle de pierre en granit perm et le broyage des olives et le malaxage de la pâte d'olive résultante. La pâte d'olive est ensuite placée dans des scourtins, puis mouillée avec de l'eau chaude afin de parvenir à une meilleure séparation de l'huile d'olive. En 1960, un nouveau procédé des séparations de l'huile à partir de pâte d'olive a été introduit, ce système est basé sur la différence de densité des constituants de la pâte d'olive (huile d'olive, l'eau et les matières solides). La séparation est réalisée par une centrifugeuse horizontale. Au même temps, les meules ont été remplacées par des broyeurs métalliques (broyeur à marteau et le broyeur à disque). Afin d'assurer l'opération de malaxage, qui est produit au même temps que le broyage dans le système traditionnel, une nouvelle machine a été introduite: le malaxeur. Ainsi, une nouvelle phase de processus a été introduite: **la phase de malaxage**.

La qualité sensorielle de l'huile d'olive vierge

La qualité sensorielle de l'huile d'olive vierge est strictement liée aux composés phénoliques et volatils. **Les composés phénoliques** sont directement responsables du goût amer et piquant

Synthèse bibliographique

de l'huile, et leur concentration affecte la durée de conservation du produit. Les **composés volatils**, en particulier les alcools aliphatiques, terpènes de bas poids moléculaire, les éthers, les dérivés de furanne et le thiophène, et, les plus importants, C5, C6etC9 des alcools saturés et insaturés et des aldéhydes, déterminent l'arôme de l'huile .La libération des phénols et la formation des substances volatiles sont deux facteurs déterminants de la qualité de l'huile d'olive vierge, et qui sont directement liées au processus d'extraction mécanique. L'activité des enzymes endogènes sur les composés phénoliques et les

Le contrôle de l'activité des enzymes endogènes des fruits d'olives ,au cours de l'extraction mécanique ,est le point le plus critique déterminant de la qualité de l'huile .En effet, l'activation des **galactosidases** des fruits d'olives est responsable de l'augmentation de la concentration des Secoiridoïdes (le groupe de composés phénoliques le plus dominant)dans l'huile d'olive vierge, tandis que le **soxydo-réductases** tels que **polyphénoloxydase** (PPO) et la **peroxydase** (POD) peuvent catalyserleuroxydation et baisser ainsi leur teneur dans l'huile et déclencher le mécanisme d'auto-oxydation.

Les procédés mécaniques utilisés pour extraire l'huile d'olive de fruits d'olive comprennent le broyage des olives, malaxage de pâtes et la séparation de la phase huile use essentiellement par pression ou centrifugation. Toutes ces opérations s'affectent la qualité de l'huile d'olive vierge. Afin d'obtenir les meilleures qualités de l'huile d'olives vierges, les olives doivent être traitées aussi rapidement que possible après la récolte sur arbres. Normalement, les olives devraient être livrés à l'usine dans un à deux jours après la cueillette, afin de garder un niveau très bas d'oxydation et d'acidité. Lors de l'extraction de l'huile, il est très important de nettoyer correctement les olives au début de la chaîne d'extraction, afin d'assurer un niveau d'hygiène pour une huile d'olive de haute qualité.

1. Le broyage :

Une fois nettoyés, les olives sont broyées en utilisant un broyeur à meules traditionnel ou au moyen d'un broyeur à marteau ou à disque.

1.1. Types de broyeurs

Le broyeur à meules : (en ligne discontinue). Le broyeur à meules se compose de trois rouleaux ou roues de pierre, qui roulent (en mouvement circulaire) sur une dalle de granit pour broyer les olives et obtenir une pâte.

Synthèse bibliographique

Les broyeurs marteaux : ont un rotor (partie mobile) à trois ou quatre lobes (coupe arrondie) de plaques métallique résistant à l'usure écrasent les olives contre une grille fixe. Le diamètre des trous de la grille détermine l'épaisseur de la pâte.

Les broyeurs à disque écrasent les olives entre deux disques dentés—un fixe et un autre tourne.

L'extraction de l'huile d'olive se fait par pression ou bien par système centrifugation.

- **Système discontinu d'extraction par presse :**

Ce système utilise des presses métalliques à vis ou, le cas échéant des presses hydrauliques. La pâte issue du broyage est empilée sur des scourtins, à raison de 5 Kg par scourtin. L'application de la pression sur la charge des scourtins doit être réalisée de manière progressive. L'opération de pressage dure au moins 45 mn. Les scourtins doivent être lavés selon la norme internationale en vigueur et à raison d'une fois par semaine pour éviter l'augmentation de l'acidité de l'huile.

Le système dont le processus d'extraction est illustré dans la **figure 1** utilise des presses à vis ou le cas échéant des presses hydraulique.

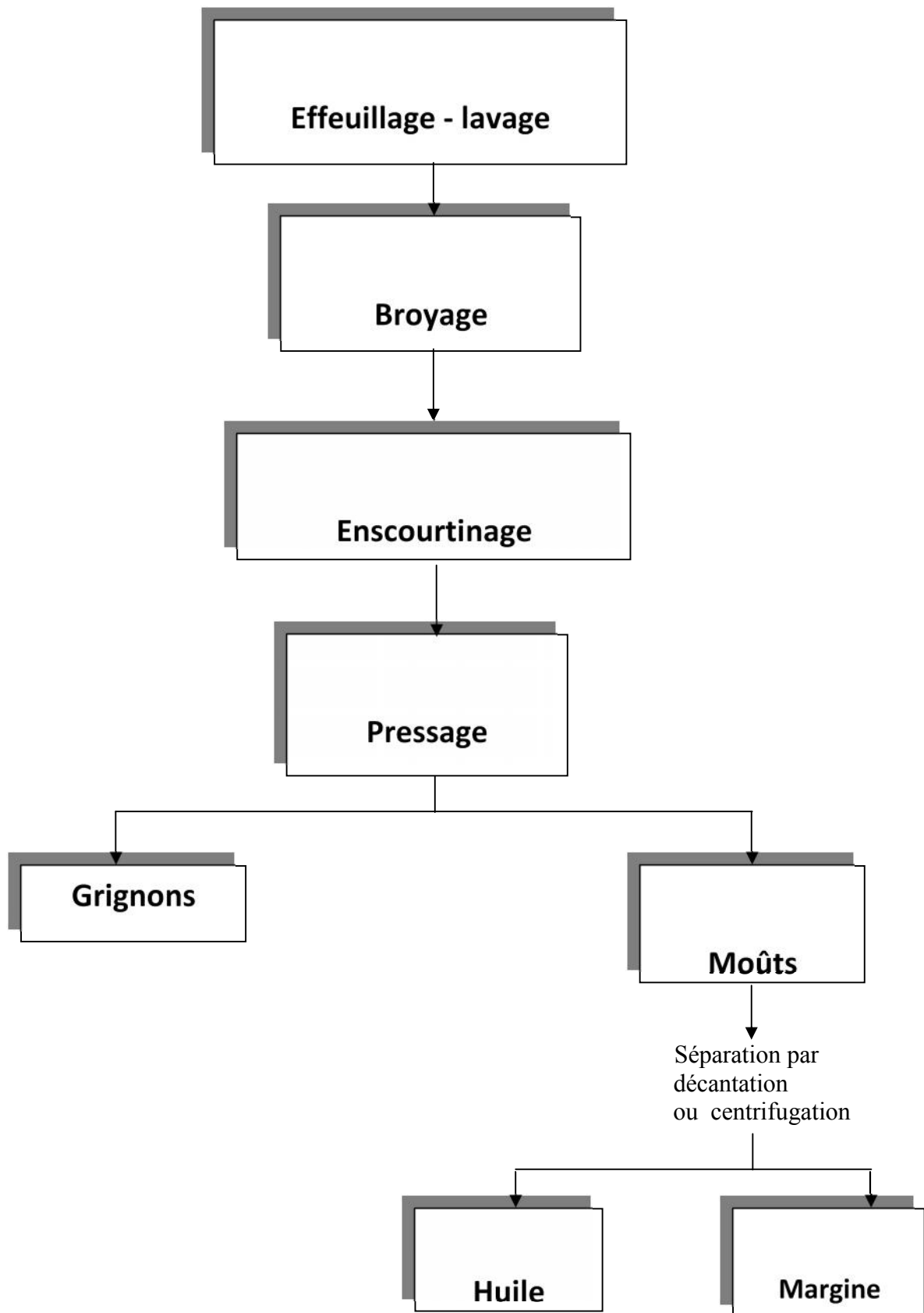


Figure 1: Système discontinu d'extraction par presse (Chimi, 2006)

Synthèse bibliographique

- Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases :

Les trois phases sont : l'huile, margines et grignon l'introduction de ces installations a permis de réduire les coûts de transformation et la durée de stockage des olives avec comme conséquence une production oléicole de moindre acidité. Le système continu d'extraction avec centrifugation à trois phases est représenté par la **figure 2** (BEN HASSINE, 2009).

Cependant étant donnée les apports élevé en eaux chaudes (40 à 60%) du poids de la pâte l'huile extraite se trouve appauvrie en composés aromatiques en composé phénolique, une résistance plus faible à l'oxydation.

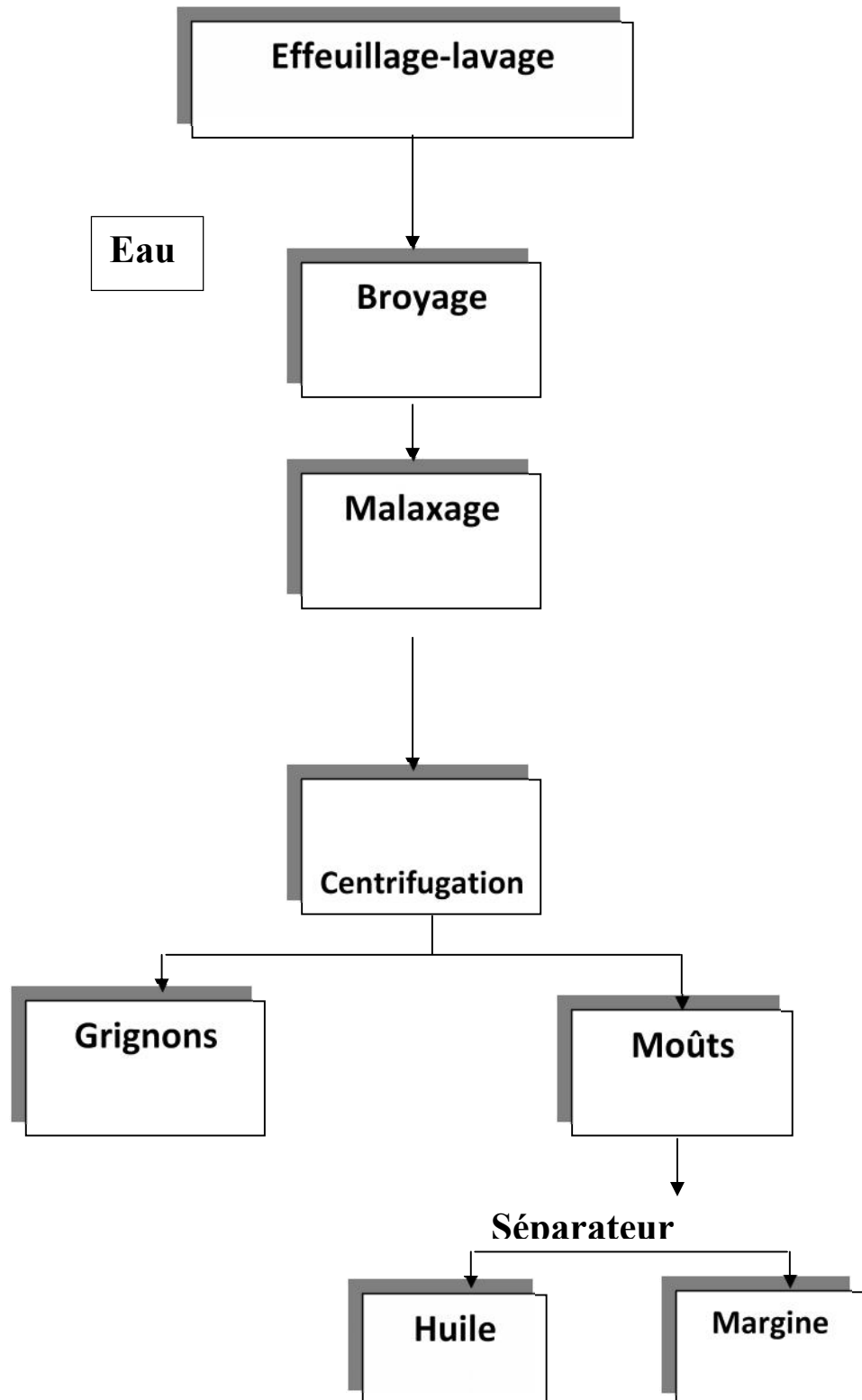


Figure 2 : Système continu d'extraction avec centrifugation à trois phases
(Chimi, 2006)

-Système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases :

Le procédé technologique d'extraction des huiles d'olive fonctionne avec un nouveau décanteur avec centrifugation à deux phases (huile et grignon) qui nécessite pas l'ajout d'eau pour la séparation des phases huileuse et solide contenant le grignon et les margines .le système continu d'extraction avec centrifugation à deux phases est présenté par la **figure 3**.

Les avantages de ce système sont :

- Le rendement en huile légèrement plus élevé que les autres.
- Le décanteur à deux phases permet d'obtenir une huile riche en polyphénols totaux.

-Ce système est plus respectueux de l'environnement car il ne procède pas à l'augmentation du volume d'effluent liquide (margine).

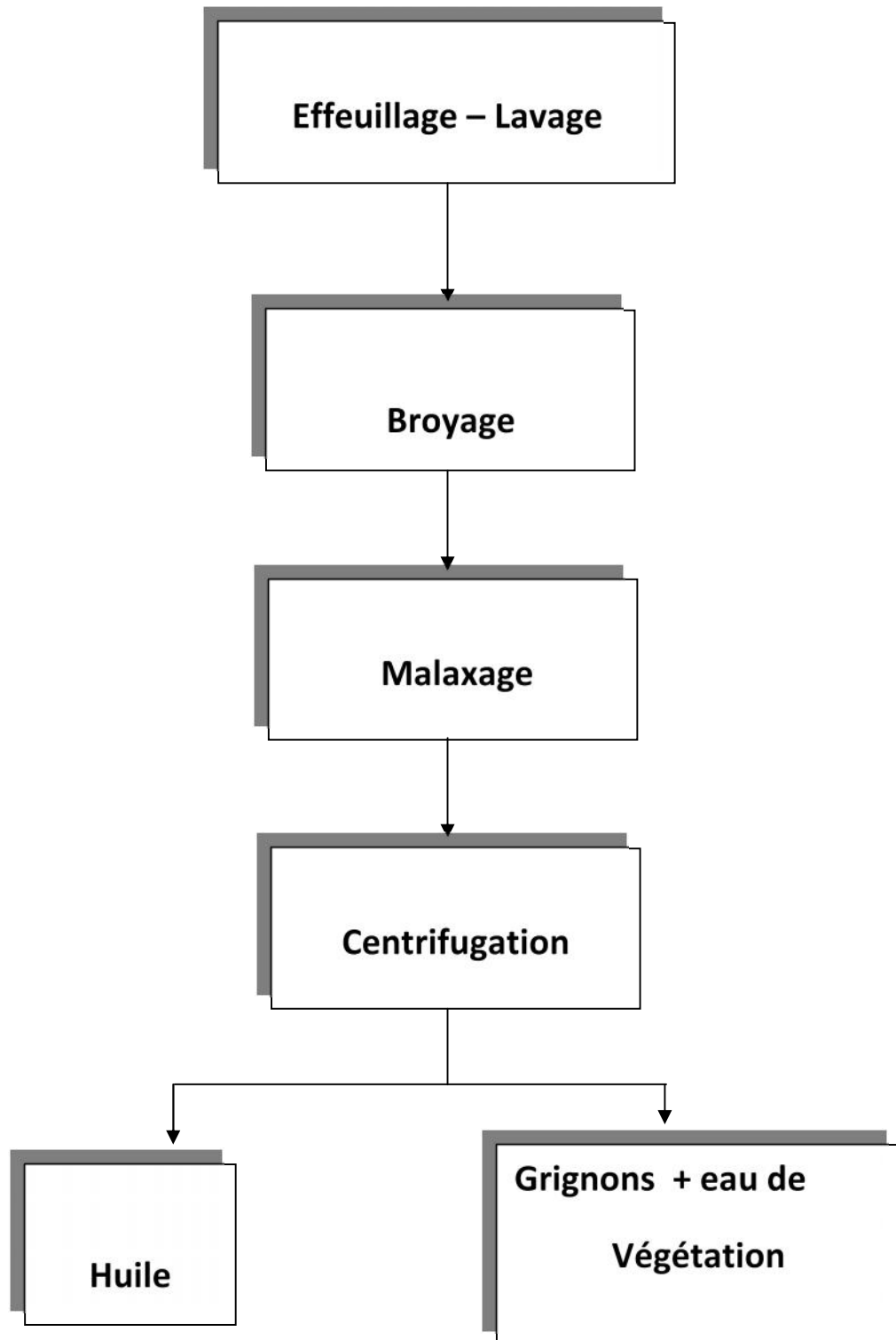


Figure 3 : Système continu d'extraction avec centrifugation à deux phases (chimi, 2006)

1.2.4 Composition chimique de l'huile d'olive :

L'huile d'olive est composée principalement de triglycérides et d'une quantité mineure d'acides gras libres, glycérols, pigments composés aromatiques, stéroles, tocophérols, phénols, et substances résineuses non identifiées (**Kiristakis, 1998**).

Les constituants de l'huile d'olive peuvent être divisés en fraction saponifiable et insaponifiable (**Alar Cón De Lastra et al., 2001**).

1.2.4.1 Fraction saponifiable

Comme chez la majorité des huiles végétales la fraction saponifiable représente 98.5 à 99 % de l'huile (**Roehly, 2000**).

Cette fraction se compose essentiellement de :

1.2.4.1.1 Les Triglycérides

Les triglycérides constituent la principale composante de l'huile d'olive (98%) (**Ryan et al., 1998**).

Les acides gras polyinsaturés et monoinsaturés se situent en position 2 des triglycérides et les acides gras restants se répartissent sur la position 1 et 3 (**Christakis et al., 1989**).

Tableau II : Les principaux triglycérides de l'huile d'olive (Ryan et al., 1998)

Nature	% des glycérides
OOO	40-60
POO	10-20
OOL	10-20
POL	5-7
SOO	5-7

O: Acide oléique

L: Acide linoléiques

P : Acide palmitique

Synthèse bibliographique

1.2.4.1.2 Les acides gras

L'huile d'olive est caractérisée par la prédominance des acides gras monoinsaturés, l'acide oléique qui représente 55 à 83 % des acides gras totaux (Jacotot, 1997).

Elle est constituée aussi d'un pourcentage modéré des acides gras polyinsaturés essentiels, notamment l'acide linoléique (8-10%) et l'acide linoléique (0.7- 0.9%), et des acides gras saturés comme les acides palmitique et stéarique (Calabresse, 2002) qui représentent 10 à 16 % des acides gras totaux (Roehly, 2000).

Les principaux acides gras de l'huile d'olive sont représentés dans le tableau ci-dessous.

Tableau III : Les principaux acides gras présents dans l'huile d'olive (Roehly, 2000)

Acides gras	Longueur de la chaîne et nombre d'insaturation	Teneur en %
-Acide oléique	C 18: 1	55-83
-Acide linoléique	C 18: 2	3,5-21
-Acide palmitique	C 16: 0	7,5-20
-Acide stéarique	C 18: 0	0,5-5
-Acide palmitoléique	C 16: 1	0,3-3,5
-Acide linoléique	C 18: 3	≤0,9
-Acide arachidique	C 20: 0	≤0,6
-Acide gadoleique	C 20: 1	≤0,4
-Acide héptadécanoïque	C 17: 0	≤0,3
-Acide héptadécénoïque	C 17: 1	≤0,3
-Acide béhenique	C 22: 0	≤0,2
-Acide lignocérique	C 24: 0	≤0,2
-Acide myristique	C 14: 0	≤0,05

1.2.4.2 La fraction insaponifiable

Cette fraction renferme une variété de composés représentant 1 à 2% de l'huile vierge (Visioli et Galli, 1998).

1.2.4.2.1 Les composés phénoliques

L'huile d'olive vierge contient des composés phénoliques caractérisés par leur parfum et saveur particulière, et ils contribuent également à la stabilité oxydante de l'huile (Cladoveo et al., 2007).

Tableau IV : Concentration en (mg/kg) de certains composés phénoliques hydrophiles de l'huile d'olive (Baldioli et al., 1996)

Composés phénoliques	Teneur en mg/kg
-Hydroxytyrosol (3,4 -HYTY)	0,0 – 25,4
-Tyrosol (TY)	0,1 – 123,1
-Acide vanillique	0,0 – 0,8
-Acide caféique	0,0 – 1,0
-Acide syringique	0,0 – 2,3
-Acide coumarique	0,0 – 0,6

1.2.4.2.2 Les tocophérols

Ils sont présents sous la forme α et β et γ dans l'huile d'olive, le α - tocophérol en représente 88 % parmi les autres. En plus de leur rôle biologique, ils sont aussi des protecteurs de l'huile contre l'oxydation (Kiristaskis, 1999).

1.2.4.2.3 Les pigments

Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les pigments responsables de la couleur de l'huile d'olive. Ces substances ont aussi une utilité biologique tel l'effet antioxydant et provitaminique (provitamine A) (Roca et Minguez-Mosquera, 2001).

En effet, le β caractène est un puissant inhibiteur de la photo-oxydation de l'huile alors que la chlorophylle agit comme prooxydant en présence de la lumière (Velasco et al., 2002).

1.2.4.2.4 Les stérols

Les stérols sont les constituants principaux de la fraction insaponifiable, sa concentration varie entre 100 et 220mg/100g de l'huile (**Alar Cón De Lastra et al., 2001**).

Ce sont des composants importants pour la stabilité de l'huile car à haute température ils agissent en tant qu'inhibiteurs des réactions de polymérisation.

La recherche a montré que chaque huile a un profil caractéristique de stérols qui détermine ou vitrifie l'authenticité de l'huile (**Matos et al., 2007**).

1.2.4.2.5 Autres composés

L'huile d'olive contient de nombreux autres composants qui sont:

- ♦ Les substances aromatiques (hexanal, 2- hexenal, 1-hexanol et 3- methylbutan, 1-hexanol) (**Campéol et al., 2001**) ;
- ♦ Les hydrocarbures (Squalène : 2500 – 9250 µg/g (**Alar Cón De Lastra et al., 2001**);
- ♦ Les alcools terpéniques (Cycloarténol, favorisant l'excrétion fécale du cholestérol (**Baldioli et al., 1996**).
- ♦ Les phospholipides (phosphatidylcholine et phosphatidyléthanolamine) (**Baldioli et al., 1996**).

2. Soja et l'huile de soja

2.1 Origine et définition

Le soja ou « soya » est une plante grimpante de la famille des fabacées ; elle est genre Glycine, proche du haricot ; elle est largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde ; ces graines constituent des aliments naturels les plus riches.

Le soja est originaire des régions chaudes du sud-est de l'Asie, mais 45% des surfaces cultivées se trouvent aux Etats-Unis et 55% de la production mondiale provient de Brésil, Argentine, Chine et l'inde (**JULIEN, 2005**).

Synthèse bibliographique

Ce n'est qu'au cours de ce dernier siècle que le soja s'est développé comme culture en Europe et en Amérique du sud (POUZET, 1992). La classification botanique du soja est représentée dans le tableau ci-dessous:

Tableau V : Classification botanique du soja (ANONYME, 2008).

Classification classique	
Règne	Plantae
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Rosidae
Ordre	Fabales
Famille	Fabaceae
Genre	Glycine
Nom binominal	
Glycine max (L.) Merr., 1917	
Classification phylogénétique	
Ordre	Fabales
Famille	Fabaceae

2.2 Composition de la graine

Les graines de soja constituent une excellente source de protéines de haute valeur nutritive.

Les protéines du soja sont constituées principalement de globulines (90 % des protéines et 36% du poids de la graine). Une protéine est également importante au plan qualitatif : il s'agit de la lipoxygénase, dont le rôle est important pour la stabilité de l'huile et pour la saveur des produits.

Enfin, la graine de soja contient des hydrates de carbone non structurels, pour environ 10% du poids de la graine, avec principalement des sucres solubles (sucrose, stachyose et raffinose) et un peu d'amidon (moins de 3% du poids des graines). (Pouzet, 1992)

Tableau VI : Constituants principaux de la graine de soja (POUZET, 1992)

Composants	Taux(%)
L'eau	7.5
Glucide	15 à 35
Protéines	35 à 40
Lipides	15 à 20
Phospholipides	2 à 3
Minéraux	5

2.3 La plante

Le soja, *Glycine max* (L.) Merr. est une plante de la famille des légumineuses, sous-famille des papilionoïdeae, tribu des Phaseoleae.

Le soja [*Glycine max* (L.) Merr.] est cultivé depuis plus de deux millénaires en Extrême Orient, où il représente l'une des bases essentielles de l'alimentation et de la diététique.

Sa culture s'est développée dans les pays occidentaux à partir du XIX^{ème} siècle, et il constitue aujourd'hui le principal oléoprotéagineux produit et échangé au monde. Le soja est cultivé dans 47 pays mais la majorité des cultures intensives reste localisée aux Etats-Unis, au Brésil, en Argentine et en Chine (Hubert, 2006).



Figure 4 : La graine de soja (*Glycine max* (L.) Merr.) (Hubert, 2006).

2.4 Production mondiale de soja

Monde: 185 millions de tonnes.

USA : 66 millions de tonnes. Brésil : 50 millions de tonnes. Argentine : 32 millions de tonnes. (Soit 36 millions d'hectares de terres cultivées en Amérique, nord et sud, en 1999, soit 80% de la production mondiale).

Chine : 16 millions de tonnes. Inde : 7 millions de tonnes.

Union Européenne: 640 000 tonnes. (Lipietz, 2007).

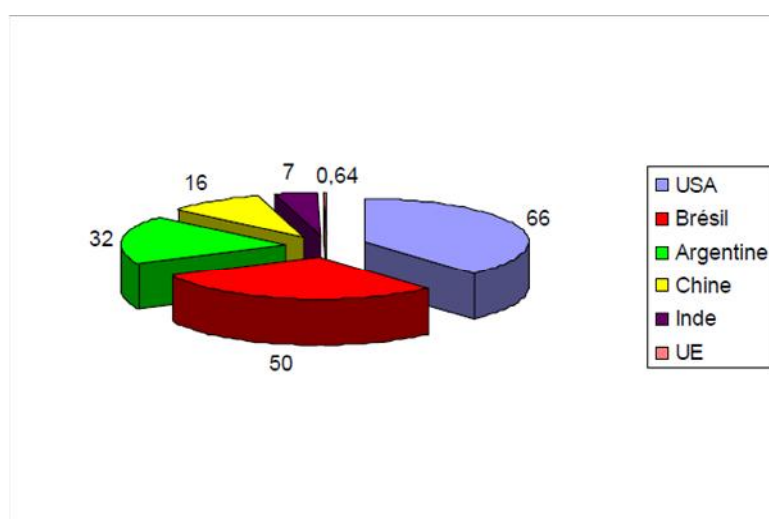


Figure 5 : Production mondiale de soja en 2004 (Millions de tonne) (Lipietz,2007).

2.5 Composition d'huile de soja

Les principales constantes physiques et chimiques de l'huile de soja sont représentées dans le tableau 7. (Pouzet, 1992).

Tableau VII : Les principales constantes physiques et chimiques de l'huile de soja.

D₂₀ Densité 20⁰ C	0.921 -0.924
V₂₀ Viscosité à 20⁰ C	53 - 58
N_D²⁰ Indice de réfraction à 20⁰ C	1,473 – 1,477
II Indice d'iode	125 – 128 (g d'I₂ /100 g d'huile
IS Indice de saponification	188 – 195 (mg KOH /g d'huile)

2.5.1 Les triglycérides

Les triglycérides constituent plus de 95% des composés lipidiques de la graine de soja, les autres composés étant les phospholipides et les diacylglycéroles (**Pouzet, 1992**).

2.5.2 Les acides gras

La teneur en acides gras insaturés de l'huile de soja étant très élevée, les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés et les glycérides di et tri-saturés sont pratiquement absents ou en très faible quantités. L'huile de soja est donc très sensible à l'oxydation (**Platon, 1988**).

Tableau VIII: Composition des acides gras de l'huile de soja (**Pouzet, 1992**).

Acide gras	% Acides gras totaux
Acides gras saturés	
C14:0	< 0,2
C16:0	8 – 13
C18:0	2 – 5
C20:0	< 1,2
C22:0	< 0,5
Acides gras monoinsaturés	
C16:1	< 0,2
C18:1	17 – 26
C20:1	< 0,4
Acides gras polyinsaturés	
C18:2	50 – 62
C18:3	4 – 10

2.5.3 Les insaponifiables

La partie insaponifiable de l'huile de soja présente 1.6% dans l'huile brute et de 0.6 à 0.7% dans l'huile raffinée. Elle se compose essentiellement de stérols et de tocophérols.

Synthèse bibliographique

Tableau IX: Composition en insaponifiables de l'huile de soja (**Pouzet, 1992**).

Insaponifiable 0.5 – 1.6%			
Stérols (en mg/100g)	250-418	Hydrocarbures (mg/100g)	
Composition des stérols (en % des stérols totaux)		Tocophérols (mg/100g)	80-167
Cholestérol	<1	Composition des tocophérols (en % des tocophérols totaux)	
Brassicastérol	-	Alpha-tocophérol	5-10
Compastérol	19-23	Beta- tocophérol	2-3
Stigmastérol	17-19	Gamma- tocophérol	44-60
β Sitostérol	47-59	Delta- tocophérol	30-43
Δ 5 Avinastérol	2-4	Tocotriénols	-
Δ 7 Stigmastérol	1-3	Alcools triterpéniques (en mg/100g)	
Δ 7 Avinastérol	1-2		
Ergostérol	< 3		

2.5.4 Les phosphatides

Ils se présentent dans l'huile sous deux formes :

- Hydratables: ce sont en particulier la phosphatidylcholine (30%) et la phosphatidyléthanolamine (30%).
- Non hydratables : ce sont des sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques et des phosphatidylinositol (40%).

Les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds comme le fer (Fe) et le cuivre (Cu) qui sont de puissants catalyseurs d'oxydation (**Platon, 1988**).

2.6 Qualité nutritionnelle de l'huile de soja

Le soja est une légumineuse riche en de nombreux nutriments qui sont extrêmement intéressants pour la santé. Cette légumineuse apporte des protéines de bonne qualité (38%). Elle apporte également davantage de fibres (15%) que toutes les autres légumineuses. Le rôle des fibres a été largement démontré au niveau de la prévention de certaines maladies (certains cancers, les troubles intestinaux, les maladies cardiovasculaires, ...) (**Collomb et Mayor, 2007**).

Le soja contient des isoflavones et des phytostérols qui pourraient jouer un rôle favorable dans la réduction du cholestérol sanguin. Le soja est également riche en nutriments tels que les minéraux (4%) comme le calcium et le fer.

La lécithine de soja est très riche en acides gras essentiels OMEGA 3, intervient efficacement pour prévenir ou lutter contre l'hyper cholestérolémie. Prévenir les calculs biliaires et les éliminer; la lécithine de soja contient de la vitamine E, puissant antioxydant et hypolipémiant (Joyce, 1983).

3. les Lipides

Les acides gras sont des molécules organiques qui se distinguent les unes de l'autre en fonction du nombre d'atomes de carbone, et de la nature des liaisons entre eux. (FABIOLA et al., 2005).

3.1 Les acides gras

D'après Larguir, Noel (1978), les AG sont des mono carboxyliques, généralement à chaîne linéaire et à nombre pair d'atome de carbone. Ils peuvent être saturés ; insaturés ou poly insaturés :

3.1.1 Les acides gras saturés AGS

Ce sont des AG ayant des atomes de carbones totalement saturés en hydrogène.

Le mécanisme de biosynthèse des acides gras saturés, par fixation et élongation à deux atomes de carbone, permet de distinguer la formule générale $C_nH_{2n}O_2$ ou $CH_3(CH_2)_n COOH$ $4 < n < 30$

Les acides gras saturés (AGS) sont constituants des phospholipides (riches en acide stéarique $C_{18} : 0$), des sphingolipides, et des triglycérides de réserve. Ils assurent une partie importante de la dépense énergétique. Ils sont en partie convertis par désaturation en acides gras mono-insaturés (LEGRAND, 2007).

Il est maintenant bien démontré que les acides stéarique ($C_{18} : 0$), palmitique ($C_{16} : 0$) et myristique ($C_{14} : 0$), voire laurique ($C_{12} : 0$), ont des métabolismes différents qu'on ne doit surtout pas les considérer en bloc (HUGHES et al., 1996).

3.1.2 Acides gras mono insaturés (AGMIS)

Leur synthèse endogène est réalisée par la $\Delta 9$ désaturase qui introduit une double liaison sur l'acide palmitique et sur l'acide stéarique conduisant respectivement à l'acide palmitoléique ($C_{16} : 1 \text{ n-7}$) et à l'acide oléique ($C_{18} : 1 \text{ n-9}$). L'acide oléique représente l'élément majeur des acides gras mono-insaturés, précisons que l'acide palmitoléique est faiblement synthétisé par rapport à l'acide oléique et quasiment absent dans l'alimentation. L'acide oléique est activement synthétisé par les cellules et très abondant.

Des indices issus d'études épidémiologiques suggèrent qu'une proportion élevée des lipides mono-insaturés dans l'alimentation réduit le risque des maladies cardio-vasculaires.

3.1.3 Les acides gras polyinsaturés (AGPI)

Les principaux acides gras polyinsaturés sont issus de l'acide oléique, par une suite de réactions d'élongation et de désaturation. Ces dernières sont les plus limitantes et certaines sont spécifiques du règne végétal ou du règne animal. Parmi les acides gras polyinsaturés, il existe deux familles d'acides gras essentiels, respectivement nommées n-6 ou oméga-6 ($\omega 6$) et n-3 ou oméga-3 ($\omega 3$), sans transformation métabolique de l'une à l'autre, et sans substitution fonctionnelle possible de l'une à l'autre.

Chapitre II :

Matériel et méthodes

II. Matériels et méthodes d'analyse

II.11'échantillonnage :

Notre travail expérimental a été réalisé au niveau du laboratoire de technologie alimentaire (D11) du département des sciences agronomiques et du laboratoire commun 1 du département de biologie, où nous avons effectué les différents analyses physico-chimiques.

Les huiles sélectionnées pour cette étude sont l'huile d'olive et l'huile de soja.

L'échantillon d'huile d'olive, utilisé dans notre étude, a été prélevé dans la région de Ouadhia (daïra de Ouadhia, wilaya de Tizi-Ouzou). L'huile provient de la variété chemlal. Ces échantillons d'huile ont été introduits dans des bouteilles en plastique (PET) de 2 litre enfermées et placées à l'abris de la lumière.

L'échantillon de soja de Cévital a été achetée en niveau d'une superette, elle est contenue dans une bouteille en plastique de 2 litre.

Le choix des échantillons a été fait d'une façon aléatoire.

Nous avons préparé 7 mélanges d'huiles de soja et d'huile d'olive dans des proportions différentes, comme le montre le tableau (01), les huiles ont été conservées à l'abris de la lumière à la température ambiante.

Tableau X: préparation des mélanges d'huile

	HO	M1	M2	M3	M4	M5	HS
Huile d'olive (HO)	100%	10%	20%	30%	40%	50%	0%
Huile de soja (HS)	0%	90%	80%	70%	60%	50%	100%

II.2 Méthodes d'analyses

II.2.1 La composition chimique de l'huile

II.2.1.1 Détermination de la teneur en composés phénoliques

La technique utilisée pour l'extraction des composés phénoliques est celle utilisée par **VASQUEZ RONCERO et al., 1973**. Celle –ci consiste en une extraction par une solution aqueuse à 40% de méthanol.

La concentration en composés phénoliques est déterminée en utilisant le réactif de Folinciocalteu. Ce dernier est constitué de phosphomolybdique et d'acide phosphorique qui sont réduits par les composés phénoliques pour donner une coloration bleue ; et ceci en milieu alcalin. L'intensité de la coloration est directement proportionnelle à la concentration des polyphénols dans la solution.

La courbe d'étalonnage, ainsi que les valeurs des absorbances à 750 nm obtenues par spectrophotomètre UV-Visible des solutions analysées, nous permettent de déterminer leur teneur en composés phénoliques (annexe 6).

II.2.1.2 Dosage de la chlorophylle

Les chlorophylles jouent un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile d'olive, grâce à leur activité antioxydante dans l'obscurité et pro-oxydante dans la lumière.

En raison de ce dernier effet, elles sont considérées comme étant non désirables à des teneurs élevées dans l'huile (**TAN et al., 1994**).

Principe :

La méthode de dosage de la chlorophylle est basée sur l'existence d'une bande d'absorption spécifique pour ce composé donné par un spectrophotomètre visible.

La méthode utilisée est décrite par (**MINGUEZ MOSQUERA et GANDUL-ROJAS, 1996**) qui consiste à dissoudre 7,5g d'huile d'olive dans le cyclohexane jusqu'à un volume final de 25ml. (Annexe 7).

Expression des résultats :

$$\text{Chlorophylle(mg/Kg)} = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 \times 100 \times d}$$

Où

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

d : épaisseur de la cuve en cm.

II.2.1.3 Détermination de caroténoïdes

Les caroténoïdes, en particulier le β -caroténoïdes, sont des antioxydants efficaces en raison de leur capacité à éteindre les espèces radicalaires de l'oxygène (**VAN DEN BERG et al.**, 2000).

Principe :

La méthode de dosage des caroténoïdes est basée sur l'existence d'une bande d'absorption pour ce composé donné par le spectrophotomètre visible.

La méthode est décrite par **MINGUEZ MOSQUERA et GANDUL-ROJAS**, (1996). Elle consiste à dissoudre 7.5g d'huile d'olive dans du cyclohexane jusqu'à un volume fin de 25 ml (Annexe 9).

Expression des résultats :

$$\text{Caroténoïdes (mg/Kg)} = \frac{A_{470} \times 10^6}{2000 \times 100 \times d}$$

Où

A : absorbance à la longueur d'onde indiquée ;

d : épaisseur de la cuve en cm.

II.2.2 Autres analyses chimiques

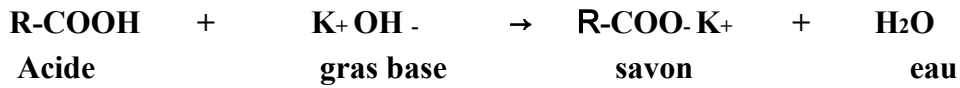
II.2.2.1 Acidité

L'acide libre, exprimée en pourcentage d'acide oléique, permet de contrôler le niveau de dégradation hydrolytique, enzymatique ou chimique des glycérides au cours des différents procédés de la production de l'huile d'olive (**CHIMI, 2001**) par la dosage des acides gras libres produits lors de ces dégradations.

Le contenu en acides gras libres est un indicateur de l'activité de la lipase ainsi que la qualité et la fraîcheur du fruit, du temps de stockage et de la stabilité d'huile (**RAYAN et al, 1998**).

(Annexe 2)

C'est une réaction de neutralisation dont le schéma réactionnel est le suivant :



Expression des résultats :

$$\text{Acidité(\%)} = \frac{\mathbf{N \times V \times M}}{\mathbf{10m}}$$

Où

N : normalité de KOH.

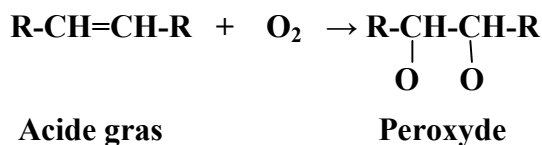
V : volume en ml de la chute dans la burette.

M : poids moléculaire de l'acide oléique (282,5g /mole).

m : la masse en gramme de la prise d'essai.

II.2.2.2 Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde (IP) est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode (**ADRIAN et al.,1998**).l'oxygène actif est l'oxygène existant sous forme de peroxyde, d'hydroperoxyde ou d'époxyde dans une matière grasse. IL est déterminé conformément à la norme A.O.C.S. méthode off cd 8-53 réadaptée en 1992.



Le mode opératoire est détaillé à l'annexe 3

L'indice de peroxyde est exprimé par la formule suivante :

$$\text{IP}(\text{meqd O}_2 / \text{Kg}) = \frac{(V - V_0) \times N}{P} \times 10^3$$

Soit :

IP : L'indice de peroxyde ;

V : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour la prise d'essai ;

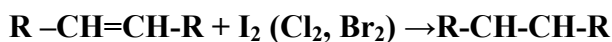
V₀ : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc ;

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01N) ;

P : poids en g de la prise d'essai utilisée.

II.2.2.3 L'indice d'iode

L'indice d'iode est le nombre en gramme d'iode fixé par 100 g de corps gras. Cette réaction d'addition est utilisée pour déterminer qualitativement l'insaturation des corps gras (ADRIAN et *al*, 1998).



Pour cette mesure nous avons procédé selon la norme A.O.C.S. méthode off cd 1-25 révisée 1992.

Le mode opératoire est détaillé à l'annexe 3.

L'indice d'iode est exprimé par la formule suivante :

$$\text{II} = \frac{V_0 - V}{P} \times 1.269 \text{g d'iode}/100 \text{g d'huile}$$

Où :

I : L'indice d'iode

V₀ : volume en ml de la solution Na₂S₂O₃ utilisé pour l'essai à blanc.

V : volume en ml de la solution Na₂S₂O₃ utilisée (titration).

P : poids en gramme de la prise d'essai.

II.2.2.4 L'indice de saponification

L'indice de saponification **IS** est la quantité de potasse exprimée en mg nécessaire pour saponifier les acide gras libre et lies contenus dans un gramme de corps gras. Il est déterminé suivant la norme NF T60 – 206 de novembre 1975 dont le principe est le suivant : L'échantillon mis dans la solution éthanoïque de KOH, est soumis à ébullition sous réfrigérant a reflex pendant une heure. L'excès d'alcalis est ensuite titré avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique. (Annexe 5)

Expression des résultats :

$$I_s(\text{mg} / \text{g}) = \frac{(V_0 - V_1) \times N \times E_g \text{KOH}}{P}$$

Où

I_s : L'indice de saponification.

V₀: volume en ml de HCL utilisé pour l'essai blanc.

V₁ : volume en ml de HCL utilisé pour le titrage de la prise d'essai.

N : normalité de HCL (0,5).

E_g KOH : équivalent gramme de KOH (56 ,1 g/mol).

P : poids en g de la prise d'essai.

II.2.3 Analyses physiques

II.2.3.1 Détermination de l'absorbance en ultraviolet

Mesure de l'absorbance dans un domaine spécifique de longueur d'onde (232-270 nm) d'un échantillon d'huile dissout dans l'hexane pour spectrophotométrie (annexe 10).

L'extinction spécifique à une longueur d'onde est donnée par la relation suivante :

$$E_{1\text{cm}}(\lambda) = \frac{A_\lambda}{C \times D}$$

Où :

$E_{1\text{cm}}(\lambda)$: extinction spécifique à la longueur d'onde ;

A_λ : densité optique à la longueur d'onde λ ;

D : épaisseur de la cuve en cm;

C : concentration de la solution en g /100ml.

II.2.3.2 La densité

Cela consiste à peser, à l'aide d'une éprouvette, un volume connu de l'huile homogène par rapport à la masse de même volume en eau distillée (Annexe 9)

Expression des résultats

$$\text{La densité} = \frac{\text{poids de l'huile}}{\text{poids de l'eau distillée}}$$

Chapitre III :

Résultats et discussion

III.1 La composition chimique de l'huile

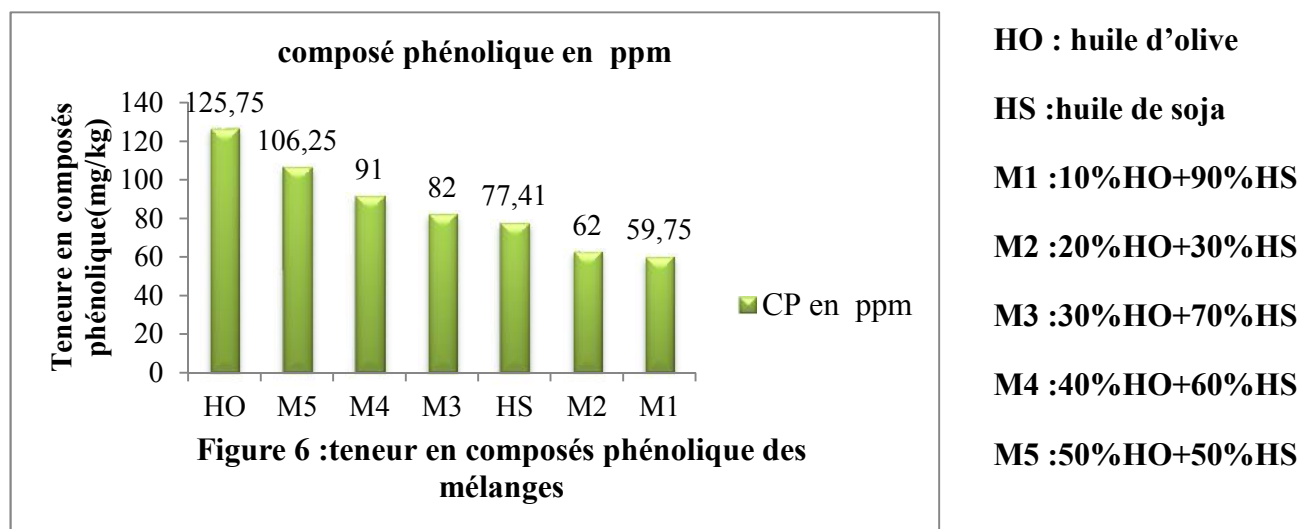
III.1.1 Les composés phénoliques

Selon **SIFI et al.**, (2001), les composés phénoliques jouent un rôle important comme antioxydants, ils contribuent à la bonne stabilité de l'huile d'olive. Le choix de quantifier les polyphénols parmi les différentes substances, résulte du fait qu'ils ont des activités biologiques très importantes. De même pour les flavonoïdes qui sont considérés comme la classe la plus importante des polyphénols (**MEDDOUR et al.**, 2013). Chimiquement, les polyphénols sont un grand groupe hétérogène de composés se distinguant par leur structure chimique et leur complexité (**CARDONA**, 2013).

Cependant, le pouvoir antioxydant des composés phénoliques vis-à-vis de l'auto-oxydation des huiles est plus élevé que celui observé dans le cas de la photo-oxydation. Les polyphénols se dégradent plus rapidement en photo-oxydation avec une vitesse de réaction beaucoup plus forte que celle de l'auto-oxydation (**JANATI IDRISSEI et al.**, 2012).

La quantification des composés phénoliques totaux n'est pas une mesure absolue des quantités de composés phénoliques réelles, mais elle est basée sur leur capacité de réduction chimique relative à l'acide gallique (**YE-JI et al.**, 2013).

La Figure 6 présente les résultats de détermination de la teneur en composés phénoliques dans les mélanges d'huiles.



Résultats et discussion

D'après les résultats obtenus, la valeur moyenne de la teneur en composés phénoliques de l'huile d'olive est forte, soit 125.75mg/kg. Selon **C.O.I.**, (2009), l'huile d'olive extra vierge doit contenir 153 à 694 mg/kg.

Cette valeur de la teneur en composés phénoliques serait attribuée :

- à la variété d'olive (**CHIMI**, 2006).
- au stade de maturité (**DUGO** *et al.*, 2004).
- au système d'extraction (**RYAN** *et al.*, 1998; **EL ANTARI** *et al.*, 2003), la plupart des phénols sont des composés polaires, l'addition de l'eau à la pâte réduit donc la qualité (composition) de l'huile produite.
- Les conditions de stockage avant et après trituration.

Selon **MONTERRAT** *et al.*, (2007), des expérimentations réalisées sur des animaux et des humains volontaires (études cliniques) ont démontré le rôle joué par les composés phénoliques dans l'inhibition de l'enzyme impliqué dans le développement du cancer et l'effet anti-inflammatoire.

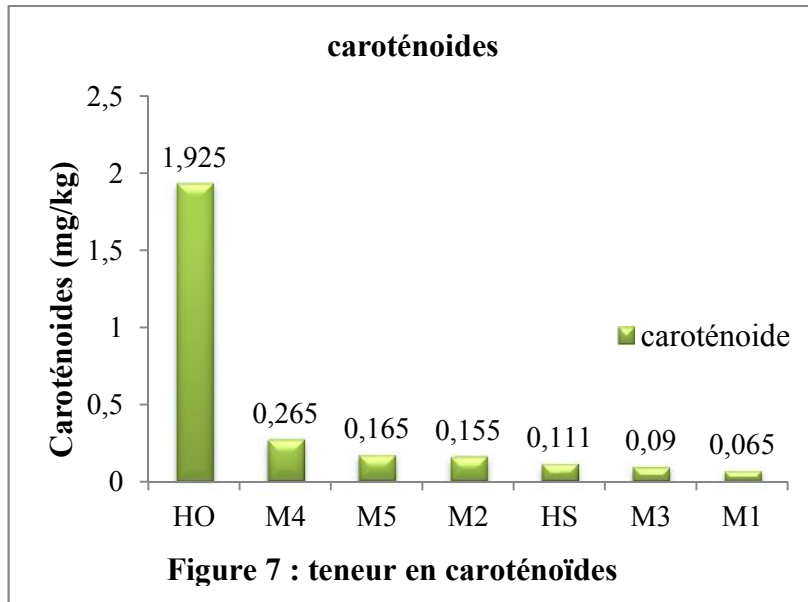
Beaucoup d'autres études ont été effectuées *in vitro* pour élucider les mécanismes par lesquels les composés phénoliques peuvent agir positivement sur la santé. En effet, il a été démontré que les composés phénoliques possèdent une forte activité antiradicalaire empêchant l'action des radicaux libres qui contribuent à l'apparition des maladies coronariennes et le cancer. De nombreuses études ont montré que les composés phénoliques préviennent l'oxydation des LDL (**MANNA** *et al.*, (1997); **VISIOLI** *et al.*, (1998); **BEECHER** *et al.* (1999).

Concernant les Cinq mélanges d'huiles réalisés M₅, M₄, M₃, M₂ et M₁, la teneur en composés phénoliques diminue selon les proportions de l'huile d'olive, elle est estimée respectivement à 106.25mg/kg, 91mg/kg, 82mg/kg, 62mg /kg et 59.75mg /kg. Cela est lié à la faible teneur en composés phénoliques de l'huile de soja.

III.1.2 Analyses des pigments

Les caroténoïdes et la chlorophylle sont responsables de la couleur caractéristique de l'huile d'olive. Les pigments sont des paramètres de qualité de l'huile, ils sont corrélés avec la couleur et la stabilité oxydative de l'huile d'olive (SALVADOR *et al.* 1998).

Les résultats d'évaluation de la teneur en pigments (caroténoïdes et chlorophylle) sont présentés dans les Figures 7 et 8.



HO : huile d'olive

HS : huile de soja

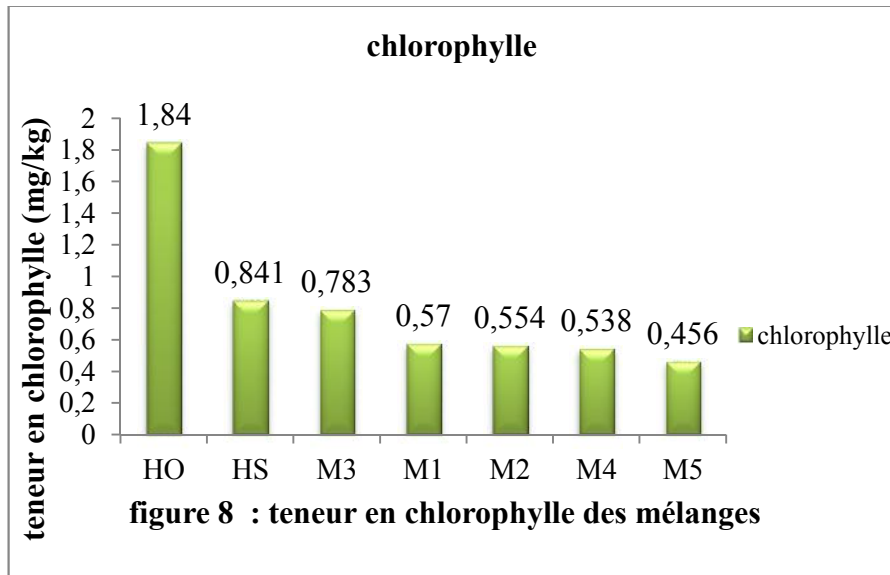
M1:10%HO+90%HS

M2:20%HO+80%HS

M3:3%HO+70%HS

M4:40%HO+60%HS

M5:50%HO+50%HS



HO : huile d'olive

HS : huile de soja

M1:10% HO+90% HS

M2:20%HO+80%HS

M3:30%HO+70%HS

M4:40%HO+60%HS

M5:50%HO+50%HS

Résultats et discussion

D'après les résultats présentés dans la figure7, nous pouvons relever une tendance vers la baisse de la teneur en caroténoïdes des mélanges d'huile analysés.

En se basant sur la figure7, la teneur en caroténoïde de l'huile d'olive se caractérise par une moyenne de 1.925 mg/kg, ce qui indique que cette huile est pauvre en caroténoïdes.

Selon **BERLENIH** et **GHANAM.**, (2012), l'huile d'olive extra vierge doit contenir une teneur comprise entre 0.33 ppm et 4.0 ppm. et cela est due à la variété et le degré de maturation (**GANDUL** et *al.*, 1996).

En effet, nous remarquons la présence d'une petite quantité de caroténoïdes dans l'échantillon de l'huile de soja ayant échappé au processus de raffinage (décoloration).

Toutefois, les résultats enregistrés par les mélanges d'huiles M₄, M₅, M₂, M₃ et M₁ présentent une diminution progressive de la teneur en caroténoïdes indiquée par leurs valeurs respectives de 0.265, 0.165, 0.155, 0.09 et 0,065 mg/kg.

Selon **RAHMANI** et *al.*, (1989) et **GRATI KAMMOUN** et *al.*, (1999), les β -carotènes, ainsi que d'autres caroténoïdes présents dans l'huile d'olive vierge sont bien connus comme désactivant de l'oxygène et sont donc des inhibiteurs très efficaces de la photo-oxydation, induite par les pigments chlorophylliens. L'addition du carotène, à des concentrations supérieures à 1mg /kg d'huile, réduit l'effet photo sensibilisateur.

Selon la figure8, une diminution successive de la teneur en chlorophylle des huiles mélangées et analysées est constatée. Toutefois, la teneur en chlorophylle est faible dans l'échantillon de l'huile d'olive, dont la valeur est de 1.84 mg/kg. Selon **GIUFFRIDA** et *al.*, (2006), elle doit être de 0 à 20 ppm.

Pour cela, cette teneur en chlorophylle dépendra de :

- du degré de maturation des olives.
- la récolte et des conditions de stockage des olives.

La concentration en chlorophylle peut dépasser 80ppm pour les huiles obtenues à partir des olives récoltées à un stade de maturité précoce.

En effet, une petite quantité qui n'a pas été éliminée lors du processus de raffinage est enregistrée pour l'HS, elle est de l'ordre de 0.84 ppm.

Résultats et discussion

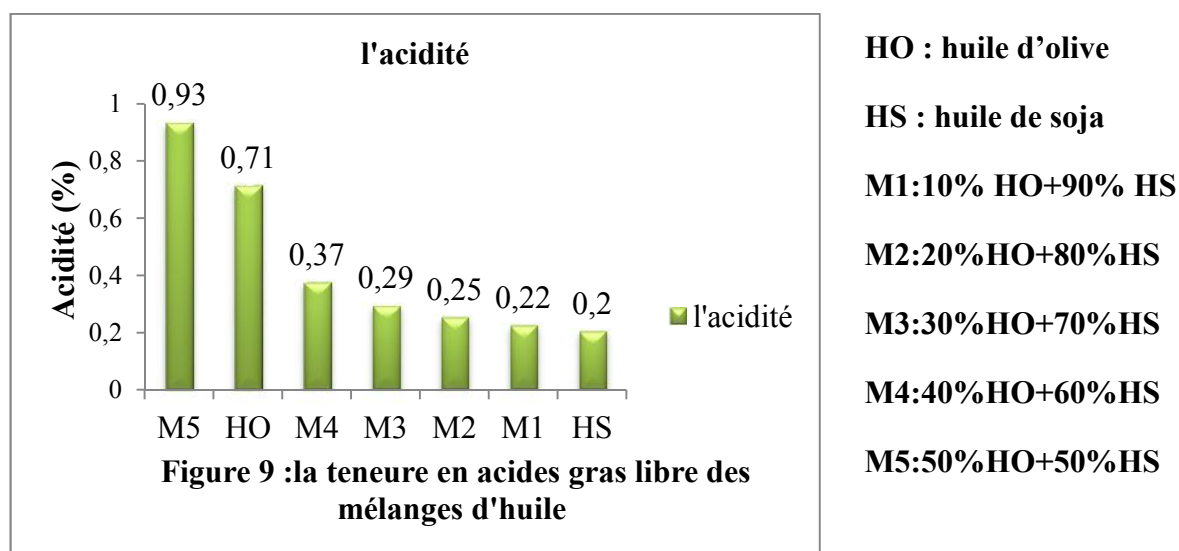
Pour les mélanges M₃, M₁, M₂, M₄ et M₅, une diminution de la teneur en chlorophylle indiquée par les valeurs respectives de 0.78, 0.57, 0.55, 0.53 et 0.45 ppm.

III.2 Les paramètres chimiques

III.2.1 L'indice d'acidité

L'indice d'acidité est un indicateur qui permet d'évaluer l'altération de la matière grasse suite à un mauvais traitement ou à une mauvaise conservation, il est exprimé en pourcentage d'acide oléique (DIEFFENBACHER, 1998; CLAVÉ, 2008).

Les valeurs moyennes de l'indice d'acidité des huiles étudiées sont présentées dans la Figure 9.



Les résultats rapportés dans la figure 9 montrent que l'huile d'olive est une huile extra vierge ayant une acidité de 0.71 % (propre à la consommation), elle est conforme aux normes de C.O.I., (2013) indiquant une acidité inférieure à 0.8% pour ce type d'huile. Ces résultats s'expliquent par un court durée de stockage des olives avant trituration qui ne dépasse pas 15 jours. Toutefois, cette huile est considérée une huile de bonne qualité en tenant compte de l'acidité des autres huiles de cette région habituellement trop élevée.

Cette acidité relativement faible pourrait être attribuée au :

- Stade de maturation (stade 4).

Résultats et discussion

- Bon état des olives, récolte directement à partir de l'arbre.
- Extraction par centrifugation (Système à trois phases).
- Conservation d'huile dans de bonnes conditions (à l'abri de la lumière et au froid).

Selon **SEKOUR**, (2012), la qualité de l'huile produite est liée à la qualité des olives triturées. Les huiles exposées à l'air et à la lumière subissent rapidement des réactions d'hydrolyse et d'oxydation. Ainsi, selon **CHIMI**, (2006), l'utilisation des installations d'extraction par centrifugation à 3 phases permet de réduire la durée de stockage des olives, avec comme conséquence une production oléicole de moindre acidité. Cette capacité élevée de traitement permet ainsi la réduction considérable de la durée de chômage des olives dans l'attente de leur transformation, ce qui se traduit par la diminution de l'acidité des huiles produites.

Concernant l'huile de soja, son acidité a été estimée à 0.2 % une valeur conforme à la norme **CEVITAL**, (2013), selon laquelle une valeur de 0.6 mg KOH/g MG confirme la bonne pratique de processus de raffinage. Ainsi l'opération de neutralisation par la soude élimine presque la totalité des acides gras libres ainsi que la désodorisation qui les transforme de l'état liquide à l'état volatile sous l'effet d'une température très élevée pouvant atteindre 260°C et leur aspiration par le vide.

En effet, l'huile d'olive est une huile brute extraite avec un procédé mécanique, et l'huile de soja est une huile raffinée qui a subi un traitement de neutralisation et de désodorisation.

L'acidité des mélanges M₅, M₄, M₃, M₂ et M₁ est estimée respectivement à 0.93 % , 0.37% , 0.29 , 0.25et 0.22 %. Ces résultats sont obtenus du fait que l'huile de soja de faible acidité a été incorporée en proportions plus importantes contrairement à l'huile d'olive ajoutée en quantité réduite.

III.2.2. L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde constitue un paramètre important dans l'appréciation de la qualité des huiles alimentaires (C.O.I., 2009). Selon (**KHLIF et al.**, 2000), l'indice de peroxyde est le nombre d'hydroperoxydes formés dans un corps gras au cours de sa

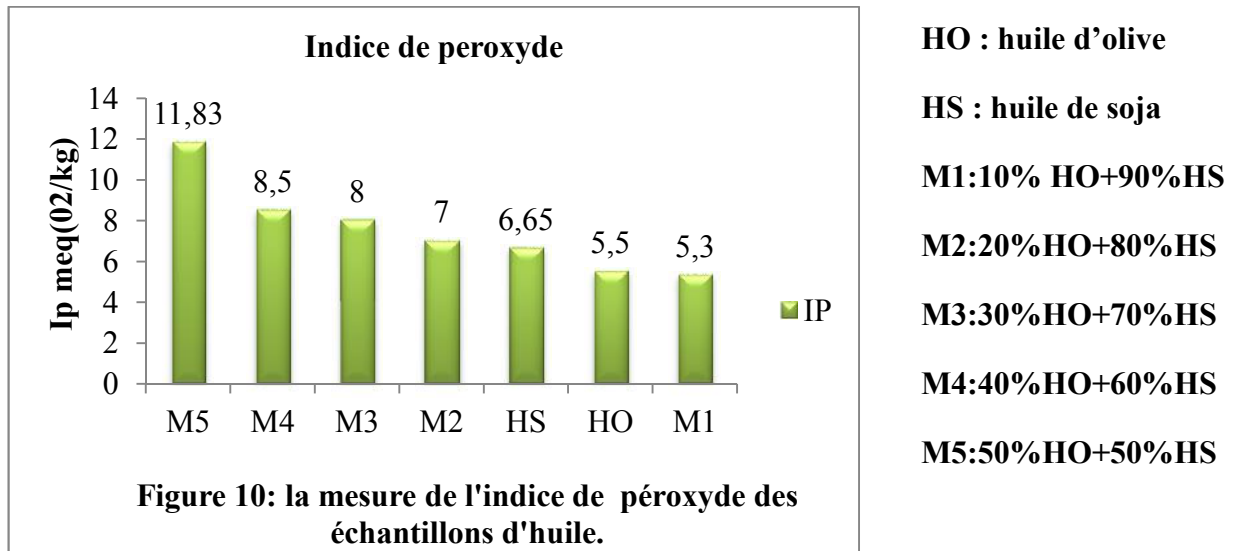
Résultats et discussion

conservation, il renseigne sur l'état de son oxydation exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile (meq O₂ /kg d'huile).

La majorité des AG insaturés sont libérés par hydrolyse et par conséquent, partiellement oxydés en peroxydes, produits primaires d'oxydation chimiquement instables visant à stabiliser leur énergie par l'arrachement d'un proton d'une molécule d'AG insaturé (**BONNEFIS, 2005**)

Résultats et discussion

Les valeurs moyennes d'indice peroxyde des mélanges analysés sont présentées dans la Figure10.



Selon les résultats obtenus, il y a lieu de constater une diminution accentuée des valeurs moyennes d'indice de peroxyde lorsque la proportion d'huile d'olive ajoutée dans le mélange diminue. .

En effet, l'échantillon d'huile d'olive ne présente pas un indice de peroxyde élevé, soit 5.5meq O₂/kg, mais grâce à cette valeur nous remarquons la présence d'une faible quantité d'hydroperoxydes dans cette huile. Selon C.O.I. (2013), l'indice de peroxyde d'une huile d'olive non oxydée est inférieur à 20 meq O₂/kg. Ainsi, l'extraction de l'huile en une courte durée après la récolte des olives et son stockage dans de bonnes conditions conduit à l'obtention d'indices de peroxyde bas, ceci laisse penser que l'huile ne s'oxyde pas prématurément et se conserve en cours du temps.

De même pour l'huile de soja, son indice de peroxyde est faible, soit 6.65 meq O₂/kg, cette valeur demeure inférieure à la norme établie par **CEVITALE(2013)**, soit 15 meq O₂/kg. Cette faible valeur de l'indice de peroxyde de l'huile de soja est possiblement due au fait que cette huile a subi un bon traitement de raffinage (élimination des impuretés), cela reste à confirmer par les analyses de l'absorbance à 232 nm et 270 nm.

Résultats et discussion

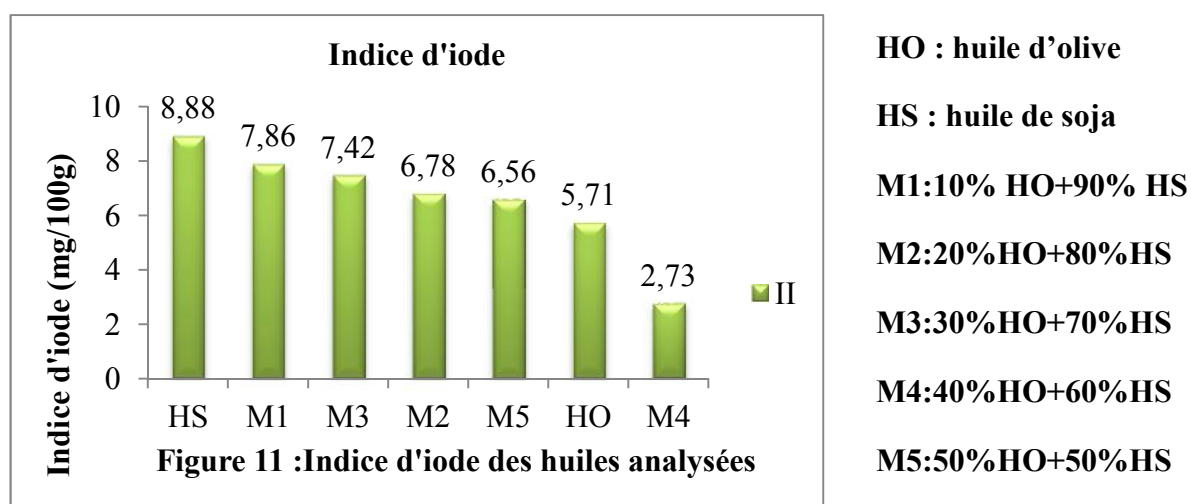
En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorables comme la température élevée, les photosensibilisateurs, l'eau, l'enzyme etc. (TANOUTI *et al.*, 2011).

Concernant les mélanges d'huiles M₅, M₄, M₃, M₂ et M₁, leurs indices de peroxyde respectifs sont de l'ordre de 11.83 , 8.5, 8, 7, et 5.3 meq O₂/kg respectivement. Ces valeurs demeurent élevées devant celles des huiles non mélangées. Néanmoins, les indices de peroxyde des mélanges d'huiles étudiés restent inférieurs à 20 meq O₂ /kg.

III.2.3. Indice d'iode :

La détermination de l'indice d'iode permet de renseigner sur le degré d'insaturation globale des huiles (BAILLEY, 1947),

L'évaluation de l'indice d'iode a conduit à l'obtention des résultats illustrés dans la figure 11.



Les résultats obtenus (Figure 11) montrent une tendance vers la baisse de l'indice d'iode des mélanges d'huile analysés. L'indice d'iode de l'huile d'olive est de 5.71g/100g, cette valeur est non conforme à la norme indiquée par le C.O.I. (80 à 88 g/100g). Ainsi, nous pouvons constater que l'huile étudiée est probablement très pauvre en acide gras monoinsaturés et acide gras polyinsaturés

Selon le codex alimentaire (2009), l'indice d'iode d'une huile alimentaire doit être compris entre 118 et 141 g/100g.

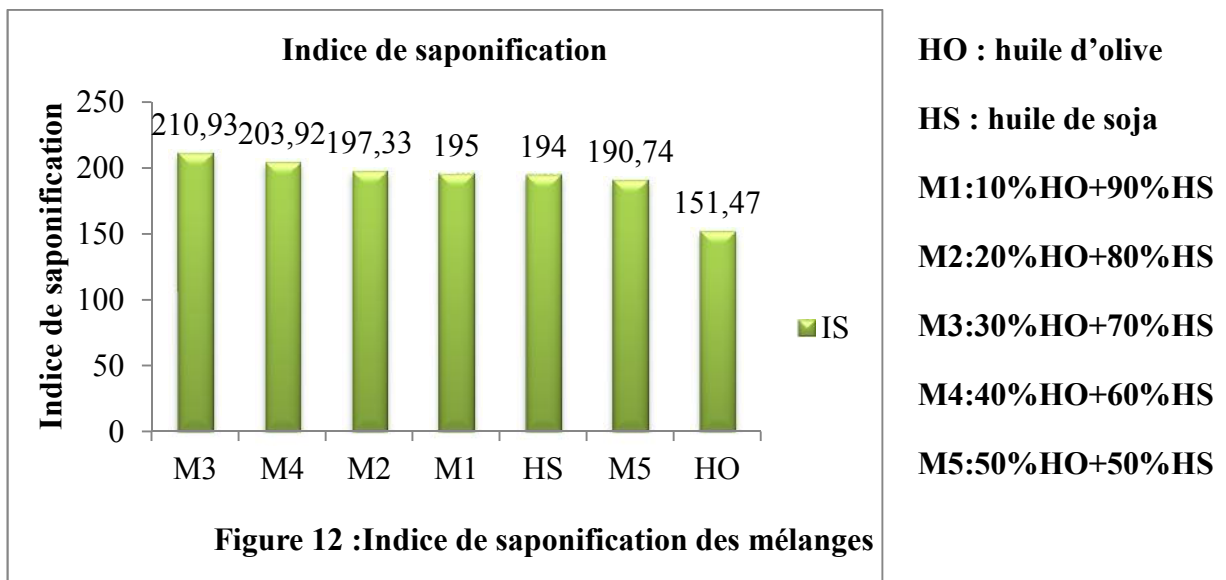
Résultats et discussion

Les valeurs de l'indice d'iode de nos mélanges M_1 , M_3 , M_2 , M_5 et M_4 , de l'ordre de 7.86, 7.42, 6.78, 6.56 et 2.73g/100g respectivement, indiquent une diminution progressive du degré d'insaturation des huiles dû à la variation de la composition en acides gras insaturés des mélanges d'huiles.

III.2.4. Indice de saponification :

La saponification est une réaction chimique transformant un ester en un ion carboxylate et un alcool. Il s'agit en fait de l'hydrolyse en milieu basique d'un ester. Elle nous renseigne sur la longueur des chaînes des acides gras ou de leur poids moléculaire moyen. Cet indice est exprimé par la quantité en mg de KOH fixé par 1g de corps gras (ADRIAN et *al.*, 1998).

Les valeurs moyennes de l'indice de saponification de nos échantillons sont indiquées dans l'histogramme illustré dans la figure 12.



L'examen des résultats rapportés dans la figure 12 permet de relever une augmentation des valeurs moyennes de l'indice de saponification des mélanges (M3, M4, M2) d'huiles analysées.

En effet, nous remarquons une valeur faible de l'indice de saponification pour l'échantillon de l'huile d'olive, soit une moyenne de 151.47. Selon C.O.I., (2012), l'indice de saponification de l'huile d'olive doit être compris entre 184 et 196 mg/g. Il faut mentionner

Résultats et discussion

que ce paramètre est influencé par la composition en acides gras de l'huile, particulièrement par la présence d'acides à courte chaîne.

Par contre, l'huile de soja a montré un indice de saponification dans les normes, soit une valeur de 194 mg/g. Selon le **codex alimentarius**, (1999), la fourchette de l'indice de saponification de l'huile doit être comprise entre 188 et 194mg/g.

D'après les valeurs obtenues par les mélanges M3, M4, M2, M1et M5 soit respectivement 210.93 ; 203.92 ; 197.33 ; 195 ; 190.75mg/g, il y a une augmentation progressive des valeurs moyennes de l'indice de saponification.

Selon **DUGO et al.**, (2004), l'augmentation de l'indice de saponification est attribuée à la durée de stockage prolongée et le mode de récolte inadéquat, ces facteurs affectent la lipoperoxydation excessive des acides gras polyinsaturés avec formation d'acides gras à chaîne réduite.

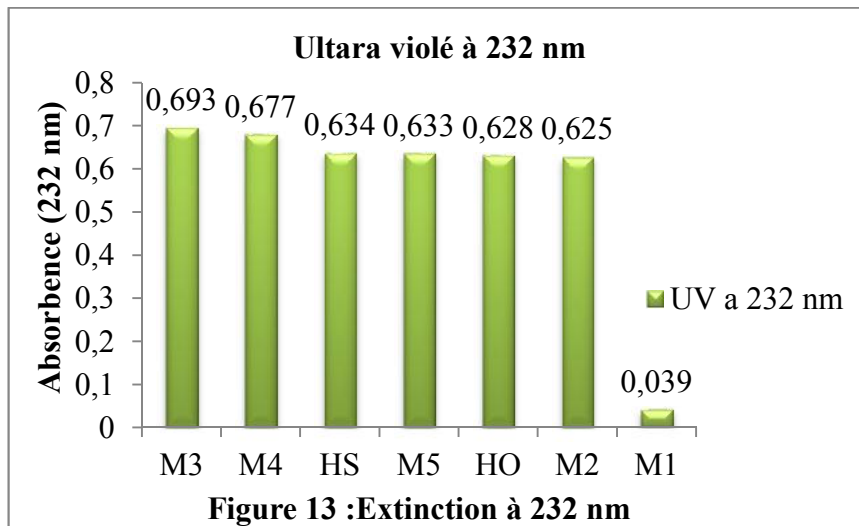
III.3. Les paramètres physiques

III.3.1. L'absorbance à 232 nm et à 270 nm

L'absorbance à 232 nm et à 270 nm d'un corps gras nous renseigne sur le degré d'oxydation. Les hydroperoxydes absorbés au voisinage de 232nm et les produits secondaires d'oxydation tels que les aldéhydes et les cétones sont mesurés à 270nm. L'absorbance nous permet donc de suivre l'auto-oxydation et le degré de stabilité de l'huile au cours du stockage (**SIFI et al.**, 2001).

Les valeurs moyennes des extinctions à 232 nm et 270 nm des échantillons d'huiles analysés sont illustrées dans les Figures 13et 14.

Résultats et discussion



HO : huile d'olive

HS : huile de soja

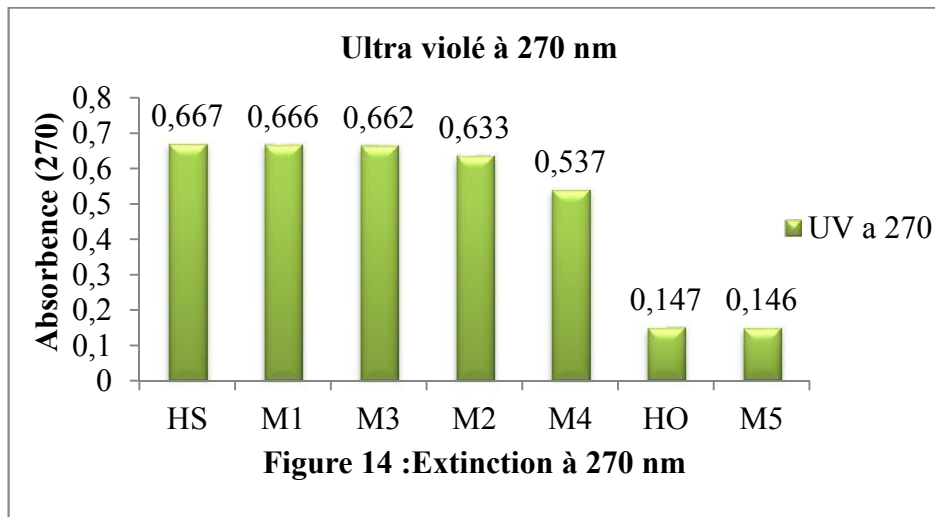
M1:10% HO+90% HS

M2:20%HO+80%HS

M3:30%HO+70%HS

M4:40%HO+60%HS

M5:50%HO+50%HS



HO : huile d'olive

HS : huile de soja

M1:10%HO+90%HS

M2:20%HO+80%HS

M3:30%HO+70%HS

M4:40%HO+60%HS

M5:50%HO+50%HS

D'après les résultats rapportés dans les figures 13 et 14, les valeurs moyennes de l'absorbance à 232 nm sont proches à part M1 ; et à 270 nm les valeurs aussi sont proches à part HO et M5.

Cependant, l'huile d'olive présente une absorbance de 0.628 à 232nm et de 0.147 à 270nm. Ces valeurs sont conformes à la norme. Selon **TEROUZI et al.**, (2011), l'huile vierge courante doit présenter une valeur inférieure ou égale à 0,30 pour l'absorbance à 270 nm, elle est indéterminée pour l'absorbance à 232nm (**C.O.I.**, 2012).

Concernant l'huile de soja, les deux indices ont montré des valeurs élevées par rapport à celles de l'huile d'olive dont les valeurs de l'absorbance à 232nm et à 270nm sont respectivement de l'ordre de 0.634 et 0.667. Cela indique une forte présence de composés primaires et secondaires de l'oxydation, dû à l'état d'oxydation des acides gras instaurés

Résultats et discussion

provoqué par la durée et les conditions de stockage de cette huile. Selon **MENDEZ et al.**, (2007), l'oxydation des lipides croit avec l'augmentation de la concentration des composés résultant de la dégradation des hydroperoxydes. Cela est confirmé par l'augmentation des valeurs de l'absorbance à 270 nm.

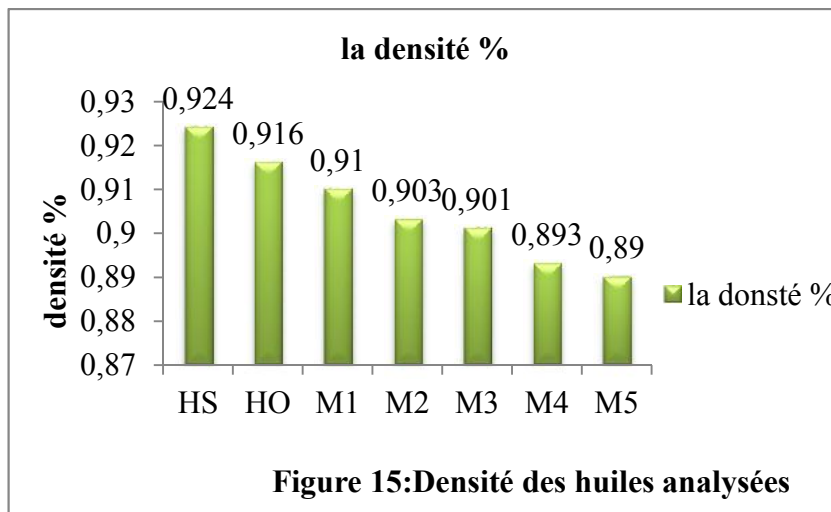
Pour les mélanges M₁, M₂, M₃, M₄ et M₅ dont les valeurs de l'absorbance à 232nm et à 270 nm sont respectivement de l'ordre de 0.39 ,0.625, 0.693, 0.677 , 0.633et 0.666, 0.633, 0.662, 0.537, 0.146 nous avons remarqué une augmentation de l'absorbance à 232 nm et 270 nm suivant la diminution de la concentration de l'huile d'olive.

III.3.2.La densité

Les acides gras ont une densité inférieure à celle de l'eau (densité de référence), ce qui explique pourquoi l'huile remonte à la surface de l'eau (ou du vinaigre) quand l'émulsion n'est pas stabilisée (**ACHOURI et CHARIKH**, 2007).

La densité des huiles végétales varie entre 0,915 et 0,964, elle est un des caractères le plus souvent employés pour reconnaître la fraude (**THEODORE et al.**, 1862).

La figure 15 illustre les résultats de mesure de la densité des mélanges d'huiles étudiés.



HO : huile d'olive

HS : huile de soja

M1 :10%HO+90%HS

M2:20%HO+80%HS

M3:30%HO+70%HS

M4:40%HO+60%HS

M5:50%HO+50%HS

Les résultats de la figure 10 indiquent que la densité des échantillons d'huiles analysés est variable. La densité de l'huile d'olive est estimée à une valeur de 0,916, cette valeur est proche de celle rapportée par **LAMBERT**, (2005), soit une densité de 0,91.

Résultats et discussion

Par contre, la densité de l'huile de soja est de l'ordre de 0,924. Cette valeur est proche de celle rapporté de **Codex alimentarius**, (1999), fixant la densité de l'huile à des valeurs comprises entre 0,921 et 0.924.

Selon **UZZAN**, (1992), la densité des huiles diminue au fur et à mesure que le poids moléculaire des AG diminue et que leur insaturation augmente.

Les résultats enregistrés pour les mélanges M1, M2, M3, M4, M5 sont respectivement de l'ordre 0.91,0.903,0.901,0.893 et 0.89.

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GÉNÉRALE

A travers cette étude, nous avons essayé de déterminer le mélange le plus stable, le plus équilibré et le plus économique grâce à des analyses physico-chimiques.

Le mélange est composé de :

-Huile d'olive vierge courante.

-Huile de soja raffinée (la belle).

Il ressort de notre étude que :

Le meilleur mélange des deux huiles d'olive et soja est présenté par l'échantillon M₅ à des proportions respectivement 50% et 50%.

Selon les analyses physico-chimiques, les échantillons Ho, Hs, M₅, M₄, M₃, M₂ et M₁ marquent une baisse de l'acidité, d'indice peroxyde, des polyphénols, d'indice de saponification et de la teneur en chlorophylle et en caroténoïde.

Une forte diminution de l'indice d'iode et une légère augmentation de l'absorbance à 232 nm et 270 nm et une stabilité de la densité.

Les deux mélanges ont une teneur moyenne en composés phénoliques qui sont des antioxydants par excellence, ils donnent une protection contre les peroxydations biologiques.

Toutefois, l'aspect économique pour les deux mélanges est abordable pour une large gamme de consommateurs, ce qui pourrait favoriser leur commercialisation.

En perspective, ce travail pourra être approfondi par une étude économique plus profonde si cette nouvelle huile- mélange est appelée à être commercialisée. Ainsi cette nouvelle huile peut être renforcée par l'ajout des huiles d'autre nature telle que (tournesol, colza...) avec différentes proportions et son enrichissement par des polyphénols et des huiles essentielles extraites d'autres plantes telles que (coriandre, lentisque). Son stockage à différentes températures et dans différents emballages ferait l'objet d'une recherche intéressante.

Références bibliographiques

Références bibliographiques



❖ **ACHOURI Y. et CHARIKH K., (2007)**-*Analyses physico-chimiques de deux huiles finies (Soja et Tournesol) au niveau de CO.G.B-Labelle / UP 07*. Thèse d'ingénieur, Université Abderrahmane Mira, Bejaia, p36.

❖ **ADRIAIN J., POTUS J., POIFFAIT A. et DAUVILLIER P., (1998)**-Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Ed Tec &Doc Lavoisier Paris. p : 53.



❖ **BEECHER G., WARDERN B. et MERKEN H.,(1999)**-Analysis of tea polyphenols. *Proc. Soc. Exp. Biol. Med.* 220: 267–270.

❖ **BEISSON M.G. et MARTINEZ M.V., (2005)**- Groupe permanent d'étude des marchés de denrées alimentaires. Spécification technique relative aux huiles végétales alimentaires. GPEM/DA. France, n° E4-05.p 29.

❖ **BEN HASSIN K., BOUCHOUCHA S., KAMOUN N., (2009)**-*Impacte de la variété et du système d'extraction de l'huile d'olive sur les préférences consommateur*. Institut de l'olivier de Sfax et Institut nationale agronomique de Tunisie.

❖ **BONNEFIS C.S., (2005)** - *Effets biologiques des peroxydes et approche de la participation des aliments composés à leur apport chez le chien et le chat*. Thèse de doctorat, Université Paul-Sabatier de Toulouse, France, P75.

❖ **BRETON C. et BERVILLE A., (2012)**- histoire de l'olivier. édquae. France, p210.



- ❖ **C.O.I., (2008)**- Conseil Oléicole International. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.
 - ❖ **C.O.I., (2009)**- Conseil Oléicole International. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive *coi/t.15/nc n° 3/rév. 4.*
 - ❖ **C.O.I., (2012)**- Conseil Oléicole International. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. *coi/t.15/nc n° 3/rév. 7.*
 - ❖ **C.O.I., (2013)**- Conseil Oléicole International. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.
-
- ❖ **CARDONA F., ANDRES-LACUEVA C., TULIPANI S., J. TINAHONES F. ET QUEIPO-ORTUÑO M. I., (2013)**-Benefits of polyphenols on gut microbiota and implications in human health. *Reviews: current topics, Journal of Nutritional Biochemistry 24:1415–1422.*
 - ❖ **CHIMI H ., (2006)**-technologie d'extraction de l'huile d'olive et gestion d'olive et gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA, *transfert de technologie en Agriculture. N°3 :20-31.*
-
- ❖ **CODEX STAN, (1999)**-Norme générale pour les graisses et huiles comestibles non visées par des normes individuelles (ftp://ftp.fao.org/codex/standard/fr/CXS_019f.pdf).
-
- ❖ **COLLOMB V., ET MAYOR M. (2007)**. Le soja, la reine des légumineuses. *Haute école de santé Genève, Filière Diététique. p: 1 - 4.*
-
- ❖ **Codex (2013)**- programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires comité du codex sur les graisses et les huiles. *Vingt-troisième session, Langkawi (Malaisie), 25 février – 1^{er} mars 2013, 21p.*

D

❖ **DE KOCK J., DE GREYT W., GIBON V. et KELLENS M., (2005)**- Développements récents en matières de raffinage et de modifications : élimination des contaminants dans les huiles alimentaires et réduction du taux d'acides gras trans. *Oléagineux Corps gras Lipides (OCL)*. Vol 12. n°5-6. p : 378-384.

❖ **DIEFFENBACHER A. BUXTORF U. P. DERUNGS R. FRIEDLI R. GROB K. ZÜRCHER, K., (1998)**- Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. *In Manuel suisse des denrées alimentaires*. Ed MSDA. , p 149.

G

❖ **GIUFFRIDA D., SALVO F., SALVO A., LA PERA L. et DUGO G., (2006)**- Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various sicilian olive varieties. *J. Food Chemistry*, Vol. 101: 833–837.

❖ **GRATI KAMMOUN N., KHLIF M., AYADI M., REKIK H., REKIK B. et HAMDI M.T., (1999)**- Evolution des caractéristiques chimiques de l'huile au cours de la maturation des olives, *Revue Ezzaitouna* 5, éd Institut de l'Olivier, Sfax, :30-46.

H

❖ **HUBERT J. (2006)**. Caractérisation biochimique et propriétés biologiques des micronutriments du germe de soja – Etude des voies de sa valorisation en nutrition et santé humaines. Thèse présentée pour obtenir le titre de docteur de l'institut national polytechnique de Toulouse, France. Spécialité: Qualité et Sécurité des Aliments. 174p.

J

- ❖ **JANATI IDRISSE I., RAHMANI M., SOUIZI A., 2012** Etude du mécanisme de désactivation de l'oxygène singulet par les polyphénols lors de la photooxydation de l'huile d'olive. Revue al awamia125-126, éd Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II et Université Ibn Tofail, Maroc: 43-56.
- ❖ **JOYCE J., 1983.** Le rôle des corps gras dans notre organisme - suivi de toutes les huiles existantes. La famille des OMEGAS. p : 1-34. disponible sur le site : <http://www.josyanejoyce.com/TOUTES%20LES%20HUILES.pdf>, consulté le: 07/04/2008.

K

- ❖ **KARLESKIND, 1992** Manuel des corps gras .Technique et documentation
- ❖ **KHLIF M., AYADI M., GRATI KAMMOUN N., HAMDI M.T., REKIK H. et REKIK B., 2000** Effet du système d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive en cours de stockage ou conservation. Revue Ezzaitouna: 21-32.
- ❖ **KRISTAKIS A., 1990** - Olive oil. American oil chemists society. champaign. Illinors, p.62-74

L

- ❖ **LAMBERT J., 2005** Les huiles végétales : 2 000 plantes oléagineuses répertoriées, Ed IFHVP, p23.
- ❖ **LEGRAND P., 2007** Les acides gras : structures, fonctions, apports nutritionnels conseillé. *In huiles et santé*. Ed INRA Rennes, France, pp 1-12.
- ❖ **LIPIETZ A., 2007** Du soja et de quelques autres plantes «agro-industrielles», 14p.



❖ **MINISTERE DE L'AGRICULTURE ET DE DEVELOPPEMENT RURAL(MADR), 2013**

❖ **MEDDOUR A., YAHIA M., BENKIKI N. ET AYACHI A., 2013** Etude de l'activité antioxydant et antibactérienne des extraits d'un ensemble des parties de la fleur du *capparisspinosa* L. *Lebanese Science Journal, Vol. 14, No. 1 : 49-60.*

❖ **MENDEZ A.I., FALIQUE E., 2007** Effect of storage time and container type on the quality of extra virgin olive oil *.food control, Volume 18, Issue 5: 521–529.*

❖ **POUZET A., 1992** Source et monographies des principaux corps gras. In : "Manuel des corps gras".Tome 1. éd : Tec. et Doc-Lavoisier, Paris, p : 131 – 136. ISBN : 2- 85206-662-9.

❖ **PLATON J.F.,1988** Raffinage de l'huile de soja. ASA – USB. p : 1-30, disponible sur le site : www.asaim-europe.org/pdf/raffinage.pdf , consulter le 09/03/2008.



❖ **RAYAN D.; ROBARDAS K.ET LAVEE S., 1998** Evaluation de la qualité de l'huile d'olive. *olivae, N°72: 23-38.*



❖ **SALVADOR M.D., ARANDA F. et FREGAPANE, G., (1998)** - Chemical composition of commercial cornicabra Virgin olive oil from 1995/1996 and 1996/1997 crops. *Food chem, Vol 75, N° 10:1035-1311.*

❖ **SEKOUR B., 2012** phytoprotection de l'huile d'olive vierge (HOV) par ajout des plants végétales (thym, ail, romarin), thèse d'ingénieur, université M'Hemed Bougara, boumerdes, p116.

❖ **SIFI S., BEN HAMIDA J. et AMAMOU T., 2001** Impact du système de trituration des olives sur la qualité d'huile d'olive obtenue *.Olivae, 2001, N°84 : 33-38.*

T

- ❖ **TANOUDI K., SERGHINI-CAID H., CHAIEB E BENALI A., HARKOUS M. et ELAMRANI A., 2011** Amélioration qualitative d’huiles d’olive produites dans le Maroc oriental. *Les technologies de laboratoires. Volume 6, N°22: 1-12.*
- ❖ **THEODORE C., 1862** Traité complet des corps gras industriels, Paris, p.102

U

- ❖ **UZZAN A.,1992** Olive et huile d’olive. *In Manuel des corps gras .Ed Tec &Doc, Lavoisier, paris .pp221-228.*
- ❖ **VEILLET S., 2010** *Enrichissement nutritionnel de l’huile d’olive entre tradition et innovation.* Thèse de doctorat, Université d’Avignon et des Pays de Vaucluse. France, p130.
- ❖ **VISIOLI F., BELLOMO, G. et GALLI, C., 1998** Free radical-scavenging properties of olive oil polyphenols. *Biochem. Biophys. Res. Commun. 247: 60–64.*

Y

- ❖ **YE-JI L., MUTHU., ILL-MIN C.et PRAVEEN N., (2013)** - Polyphenol composition and antioxidant activity from the vegetable plant *Artemisia absinthium* L. *AJCS 7(12):1921-1926.*

ANNEXES

Annexe

Annexe 1. La classification botanique de l'olivier selon GUIGNARD., (2004) est :

Embranchement	: Spermaphytes
Sous embranchement	: Angiospermes
Classe	: Dicotylédones
Sous classe	: Astéridées
Ordre	: Lamiales
Famille	: Oléacées
Genre	: Oléa
Espèce	: <i>Olea europaea</i>
Sous espèce	: <i>Olea europaea</i> ssp <i>sativa</i> (olivier cultivé)
<i>SSP</i> : <i>europaea</i> du bassin méditerranéen avec ses variétés <i>Europaea</i> (les cultivars) et <i>Sylvestris</i> (les oliviers sauvages : les oléastres).	

Annexe 1 : Classification botanique du soja (ANONYME, 2008)

Classification classique	
Règne	Plantae
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Rosidae
Ordre	Fabales
Famille	Fabaceae

Annexe

Genre	Glycine
Nom binominal	
Glycine max (L.) Merr., 1917	
Classification phylogénétique	
Ordre	Fabales
Famille	Fabaceae

Annexe

Analyses chimiques

Annexe 2 : mesure de l'acidité

Matériels :

- Balance analytique
- Erlen –Meyer
- Burette de 25ml

Réactifs :

- Ethanol à 96%
- Solution de KOH à 0,1N
- Phénophtaléine, solution à 10g/L dans l'éthanol à 96%

Mode opératoire :

- Dans un Erlen Meyer 1, mettre 25ml d'éthanol+0.5ml de phénophtaléine, porté à ébullition.
- A température encore élevée, neutraliser avec précaution tout en agitant l'Erlen Meyer avec la solution à 0.1ml/I DE KOH jusqu'à apparition d'une couleur rose persistant pendant au moins 10 secondes.
- Dans un Erlyne Meyer 2, peser 2.5g d'huile.
- Ajouter l'éthanol neutralisé (contenu de l'Erlyen Meyer 1).Mélanger soigneusement.
- Porter le contenu à ébullition et titrer avec la solution de KOH, en agitant vigoureusement le contenu pendant le titrage.
- Arrêter le titrage quand la coloration rose persiste pendant au moins 10 secondes.
- Noter la chute de burette (volume de KOH).

Annexe

Annexe 3 : Indice de peroxyde

Réactifs :

- Chloroforme
- Acide acétique
- Iodure de potassium KI (solution aqueuse saturée préparée juste avant son emploi (0,5g→ 1ml)
- Empois d'amidon à 1%
- Solution de thiosulfate de sodium($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01%

Mode opératoire :

- Peser 2g d'huile dans un ballon ;
- Ajouter 10ml de chloroforme ; puis 15ml d'acide acétique ;
- Additionner 1ml d'iodure de potassium KI (solution aqueuse saturée préparée juste avant son emploi (0,5g→ 1ml)
- Boucher aussitôt le ballon ;
- Agiter le mélange pendant 1mn, le laisser à l'abri de la lumière pendant 5mn ;
- Ajouter 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon à 1% la coloration bleu noirâtre apparaît ;
- Titre l'iode libéré jusqu'à la décoloration complète avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N, soit V ce volume ;

Faire en parallèle un essai à blanc sans matière grasse.

Annexe

Annexe 4 : Indice d'iode

Réactifs :

- Alcool éthylique à 96%
- Iode alcoolique (0,2N)
- Solution thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,1N
- Amidon à 1%

Mode opératoire :

- Peser 0,2g d'huile introduite dans un ballon ;
- Ajouter 10ml d'éthanol à90%; puis 10ml d'iode alcoolique (0,2N) ; et 30ml d'eau distillée ;
- Agiter énergiquement pendant 5mn ; puis le laisser à l'abri de la lumière 30mn environ ;
- Titrer l'iode libéré par la solution de thiosulfate de sodium($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,1N jusqu'à l'apparition de la coloration jaune ;
- Ajouter 1ml de la solution d'amidon à 1%pour avoir une coloration bleu foncée ;
- Poursuivre le titrage avec la solution de thiosulfate de sodium jusqu'à la disparition de la couleur bleu
- Noter le volume de titration
- Effectue un essai blanc, au même temps et dans les mêmes conditions (mais sans matière grasse).

Annexe 5 : Indice de saponification

Réactifs :

- Acide chlorhydrique HCL à 0,5N
- Potasse alcoolique (KOH) à 0,5N
- Phénophtaléine à 1N

Mode opératoire :

- Peser 2g d'huile et les introduire dans un ballon à col rodé ;
- Ajouter 25ml de potasse alcoolique (KOH) à 0,5N ;

Annexe

- Porter à ébullition sous réfrigérant à reflux (avec un régulateur d'ébullition), pendant une heure, en agitant temps en temps ;
 - Titrer à chaud l'excès d'alcalis de KOH avec l'acide chlorhydrique HCl (0,5N) en présence de phénophtaléine jusqu'à la décoloration complète ;
- Effectuer l'essai à blanc dans les mêmes conditions.

Annexe 6 : Dosage de la teneur en composés phénoliques

Réactifs :

- Hexane
- Solution méthanol/eau (60/40)
- Eau distillée
- Folin ciocalteu
- Solution de bicarbonate de sodium à 35%
- Acide gallique

Préparation de la gamme étalon de l'acide gallique :

- Préparer une solution mère d'acide gallique à une concentration de 100ppm (0.01g d'acide gallique dans 100g de la solution méthanol/eau 60/40).
- Préparer à partir de la solution mère, des solutions diluées de 5 ml aux concentrations suivantes : 100ppm, 80ppm, 60ppm, 40ppm, 20ppm.
- Ajouter à chaque solution 0.5ml du Folin-ciocalteu.
- Ajouter 5ml d'eau distillée et 1 ml de la solution de bicarbonate de sodium à 35%.
- Laisser à l'obscurité pendant 2 heures, ensuite mesurer l'absorbance à 725nm.
- Réaliser en parallèle un essai à blanc.

Extraction des composés phénoliques à partir de l'huile d'olive

Le dosage des phénols totaux se faisant en milieu aqueux, ceux-ci doivent tout d'abord être extraits des huiles d'olive avant d'être dosés par le réactif de Folin-Ciocalteu (Box, 1983).

- Peser 2.5g d'huile d'olive, ajouter 5ml d'hexane et 5ml de la solution méthanol/eau (60/40).

Annexe

- Agiter vigoureusement pendant 2 mn et laisser reposer jusqu'à séparation de deux phases (environ 5 minutes).
- Récupérer 5ml de la phase aqueuse, à l'aide d'une pipette, dans laquelle se trouvent les composés phénoliques.
- Ajouter 0.5ml du réactif de folin-ciocalteu, 5ml d'eau distillée et 1ml de la solution de bicarbonate de sodium.
- Laisser reposer pendant 2 heures à l'abri de la lumière.

Mesurer l'absorbance à 725nm

Analyses physiques :

Annexe 7 : Détermination de la chlorophylle

Mode opératoire :

- Peser 7,5g d'huile d'olive le dissoudre dans 25 ml de cyclohexane.

Mesurer l'absorbance à 670 nm.

Annexe 8 : Détermination de caroténoïdes

Mode opératoire :

- Peser 7,5g d'huile d'olive le dissoudre dans 25ml de cyclohexane.

Mesurer l'absorbance à 470 nm.

Annexe 9 : Mesure de la densité d'huile d'olive et de soja :

• Matériels et réactifs

Balance de précision

Pipette graduée de 10 ml (2) et béchers de 40ml (2)

• Mode opératoire

Prélever à l'aide d'une pipette graduée 10ml d'huile d'olive (ou de soja). Les verser dans

Un bécher de 50 ml de poids connu. Mettre le bécher sur balance de précision et noter le poids de l'échantillon d'huile.

Refaire de nouveau l'expérience avec de l'huile de soja.

Refaire de nouveau l'expérience avec de l'eau distillée.

Résultats : Calculer les densités d_1 et d_2 des deux huiles végétales.

Annexe

Annexe 10 : Détermination de l'absorbance en ultraviolet

- Spectrophotomètre pour mesurer des extinctions dans l'ultraviolet entre 220 et 360 nm, avec possibilité de lecture pour chaque unité nanométrique.
- Cuve en quartz prismatique, avec couvercle, de parcours optique de 1cm.

Réactifs :

- Hexane pur.

Mode opératoire :

- Dissoudre 0,1 g d'huile dans 10ml d'hexane pur ;
- Réglage de spectrophotomètre à 232 nm et à 270 nm ;
- Introduire les cuves à spectrophotomètre remplies, le blanc (hexane pur) puis les échantillons préparés un par un ;

Annexe

Annexe 11 : Courbe d'étalonnage relative à l'acide gallique.

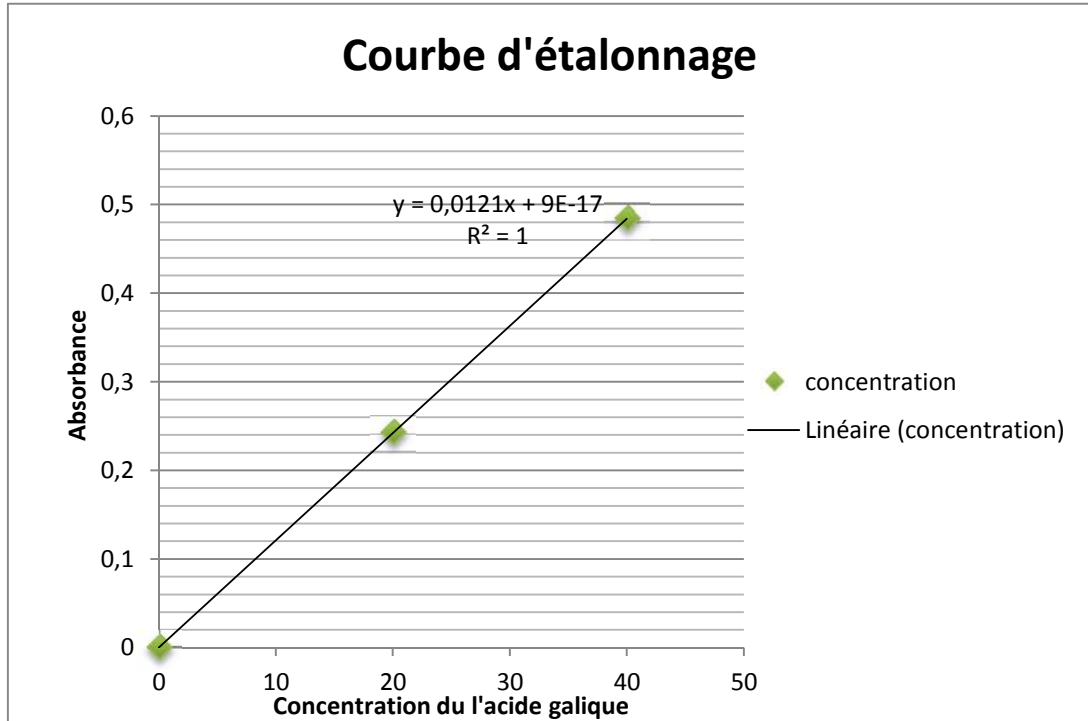


Figure 2 : Courbe d'étalonnage relative à l'acide gallique.

Annexe

Annexe 12: Analyse de variance (Acidité %)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1,187	20	0,059				
VAR.FACTEUR 1	1,132	6	0,189	48,01	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,055	14	0,004			0,063	16,35%

Annexe 13 : Comparaisons de moyennes (Acidité %)

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
6.0	m6	0,833	A		
1.0	m1	0,633		B	
5.0	m5	0,333			C
4.0	m4	0,267			C
3.0	m3	0,233			C
2.0	m2	0,2			C
7.0	m7	0,183			C

Annexe 14 : Analyse de variance (Indice de peroxyde)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	20,56	20	1,028				
VAR.FACTEUR 1	16,673	6	2,779	10,01	0,00025		
VAR.RESIDUELLE 1	3,887	14	0,278			0,527	21,08%

Annexe 15 : Comparaisons de moyennes (Indice de peroxyde)

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
6.0	m6	3,867	A		
4.0	m4	3,3	A	B	
5.0	m5	2,7		B	
2.0	m2	2,567		B	
3.0	m3	2,5		B	
7.0	m7	1,433			C
1.0	m1	1,133			C

Annexe 16 : Analyse de variance (Indice de saponification)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	36,638	20	1,832				
VAR.FACTEUR 1	33,345	6	5,557	23,625	0		
VAR.RESIDUELLE 1	3,293	14	0,235			0,485	10,08%

Annexe

Annexe 17 : Comparaisons de moyennes (Indice de saponification)

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
1.0	m1	7,7	A		
6.0	m6	4,9		B	
7.0	m7	4,667		B	C
2.0	m2	4,533		B	C
3.0	m3	4,433		B	C
5.0	m5	3,967		B	C
4.0	m4	3,467			C

Annexe 18 : Analyse de variance (Ultra violé à 270 nm)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	1,052	20	0,053				
VAR.FACTEUR 1	1,049	6	0,175	839,191	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0,003	14	0			0,014	2,92%

Annexe 19 : Comparaisons de moyennes (Ultra violé à 270 nm)

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES		
7.0	m7	0,667	A		
2.0	m2	0,666	A		
4.0	m4	0,662	A		
3.0	m3	0,633	A		
5.0	m5	0,538		B	
6.0	m6	0,148			C
1.0	m1	0,147			C

Annexe 20 : Analyse de variance (Ultra violé à 232 nm)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,979	20	0,049				
VAR.FACTEUR 1	0,978	6	0,163	29784,84	0		
VAR.RESIDUELLE 1	0	14	0			0,002	0,41%

Annexe 21 : Comparaisons de moyennes (Ultra violé à 232 nm)

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES					
4.0	m4	0,693	A					
5.0	m5	0,677		B				
3.0	m3	0,652			C			
7.0	m7	0,634				D		
6.0	m6	0,633				D		
1.0	m1	0,628					E	
2.0	m2	0,039						F

Annexe

Annexe 22: Analyse de variance (La densité %)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,54	20	0,027				
VAR.FACTEUR 1	0,271	6	0,045	2,348	0,08812		
VAR.RESIDUELLE 1	0,269	14	0,019			0,139	1,57%

Annexe 23 : Analyse de variance (La Chlorophylle)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,018	20	0,001				
VAR.FACTEUR 1	0,015	6	0,003	15,348	0,00003		
VAR.RESIDUELLE 1	0,002	14	0			0,013	26,23%

Annexe 24: Comparaisons de moyennes (chlorophylle)

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES
1.0	m1	0,113	A
7.0	m7	0,052	B
4.0	m4	0,048	B
3.0	m3	0,036	B
2.0	m2	0,036	B
5.0	m5	0,033	B
6.0	m6	0,028	B

Annexe 25 : Analyse de variance (Caroténoïde)

	S.C.E	DDL	C.M.	TEST F	PROBA	E.T.	C.V.
VAR.TOTALE	0,017	20	0,001				
VAR.FACTEUR 1	0,015	6	0,002	14,793	0,00003		
VAR.RESIDUELLE 1	0,002	14	0			0,013	33,84%

Annexe 26 : Comparaisons de moyennes (Caroténoïde)

F1	LIBELLES	MOYENNES	GROUPES HOMOGENES
1.0	m1	0,095	A
5.0	m5	0,054	B
6.0	m6	0,034	B C
3.0	m3	0,031	B C
7.0	m7	0,023	C
4.0	m4	0,019	C
2.0	m2	0,011	C