

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

**République Algérienne Démocratique et
Populaire**

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة أمحمد بوقرة بومرداس

Université M'hamed Bougara de Boumerdès



Faculté des Sciences - Département de Chimie

Domaine : Science de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie Analytique

Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Présenté et soutenu par

STITI Fatma

ARAR Leticia

Thème

**Caractérisation de deux variétés d'huiles d'olive par des
méthodes analytiques et application.**

Le 04 Juillet 2023

Devant les membres de jury :

Mme HAMMADOU Souad	Maitre de conférences A	FS-UMBB	Président
Mme DRIDI Feriel	Maitre de conférences B	FS-UMBB	Examinateur
Mme BENOUDJIT Fouzia	Maitre de conférences A	FS-UMBB	Promoteur

Remerciements

Nous remercions le bon Dieu le tout puissant de nous avoir donné la force, le courage, la volonté et l'amour de la connaissance et surtout la patience pour mener à bien cet humble travail.

Nous tenons à adresser notre gratitude à **Madame HAMMADOU Souad** d'avoir accepté de présider le jury de soutenance. Nous remercions également **Madame DRIDI Ferial** d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Nous remercions notre promotrice et enseignante **Madame BENOUDJIT Fouzia** qui a su nous transmettre tout son savoir. Nous avons eu le privilège de travailler avec vous et apprécions vos qualités et vos valeurs. Vos compétences et votre dévouement nous ont énormément marquées. Ce travail est pour nous l'occasion de vous exprimer notre profonde gratitude. Vous nous avez toujours réservées le meilleur accueil, malgré vos obligations professionnelles. Vos encouragements immuables, votre bienveillance, votre gentillesse méritent toute admiration. Sans votre aide ce travail n'aurait jamais vu le jour. Veuillez trouver ici l'expression de notre respectueuse considération et notre profonde admiration pour toutes vos qualités scientifiques et humaines.

Nous tenons à **remercier les ingénieurs du CRD de SONATRACH Mr BADJOU Mahdi, Mme TERIAKI Mounia, Mr BEN YEKHLEF Boualam, Mr DJENANE Mohamed et Kamel** qui nous ont aidées à effectuer les différentes analyses et qui étaient toujours présents malgré leurs obligations professionnelles.

Nous tenons également à remercier le département de **biologie** qui nous ont fournis les matières premières et les produits dont nous avons besoin.



Dédicaces

En premier lieu je remercie Allah le tout puissant de m'avoir donné la volonté, la santé et le courage pour réaliser ce travail.

Je dédie ce travail :

À mes chers parents

Mon cher Père Rachid,

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation le long de ces années.

A ma tendre Mère Ouahiba,

Tu représentes pour moi la source de tendresse et l'exemple de dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager. Tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leur étude. J'espère que ce travail soit à tes yeux le fruit de tes efforts et n témoignage de ma profonde affection.

A mon frère Massi et mon oncle Cherif pour leurs soutiens permanent, vos encouragements.

Que dieu vous protège et vous offre la chance et le bonheur.

A toutes personnes ayant contribué de près ou de loin, je vous dis merci.

Fatma



Dédicaces

Je remercie tout d'abord le bon DIEU tout puissant qui m'a donnée la force et le courage pour terminer ce travail.

Je dédie ce modeste travail :

A mon cher papa qui a su se montrer patient, compréhensif et encourageant, sa chaleur paternelle a été et sera toujours pour moi d'un grand réconfort.

A ma chère maman que j'aime très fort et qui a toujours espérée ma réussite.

A mes chers frères : Mohamed, Nadjib et Moncef.

A tous mes amies, camarades et enseignants.

A tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Leticia

Sommaire

Introduction générale.....	1
I.1. Introduction.....	3
I.2. Généralités sur l'olivier (<i>Olea europaea</i>).....	3
I.2.1. Historique et origine	3
I.2.2. Description et classification botanique	3
I.2.2.1. Classification botanique.....	3
I.2.2.2. Description botanique	4
I.2.3. Répartition géographique.....	5
I.2.3.1. Dans le monde	5
I.2.3.2. En Algérie	6
I.2.3.3. Principales variétés en Algérie.....	7
I.2.4. Olive.....	8
I.2.4.1. Définition	8
I.2.4.2. Composition.....	9
I.2.4.3. Développement et maturation	10
I.3. Généralité sur l'huile d'olive	10
I.3.1. Définition	10
I.3.2. Classification.....	10
I.3.2.1. Huile d'olive	11
I.3.2.2. Huile d'olive raffinée	11
I.3.2.3. Huile d'olive composée d'huile d'olive vierge et raffinée	11
I.3.3. Etapes d'obtention de l'huile d'olive.....	11
I.3.3.1. Récolte et stockage	11
I.3.3.2. Effeillage et lavage	12
I.3.3.3. Broyage et malaxage.....	13
I.3.3.4. Séparation des phases (ou décantation).....	14
I.3.3.5. Procédés d'extraction de l'huile.....	14
I.3.4. Production et consommation en Algérie.....	16
I.3.5. Critères de qualités.....	17
I.3.5.1. Acidité.....	17
I.3.5.2. Indice de peroxyde.....	17
I.3.5.3. Absorption dans le rayonnement ultraviolet	17

I.3.6. Facteurs influençant la qualité	18
1.3.7. Composition chimique	18
1.3.7.1. Fraction saponifiable	18
1.3.7.2. Fraction insaponifiable	19
1.3.8. Effets et bienfaits.....	22
1.3.8.1. Effets antimicrobiens.....	22
1.3.8.2. Effets antioxydants	22
1.3.8.3. Bienfaits diététiques et nutritionnels	23
I.4. Notions sur les formulations	23
I.4.1. Emulsion	23
I.4.1.1. Définition	23
I.4.1.2. Classification selon la nature de la phase dispersante.....	24
I.4.1.3. Propriétés	24
I.4.2. Filtres et écrans de protection solaire.....	25
I.4.2.1. Définition	25
I.4.2.2. Classification.....	25
I.4.2.3. Facteur de protection solaire	25
I.5. Conclusion	26
II.1. Introduction.....	27
II.2. Présentation des zones d'étude	27
II.3. Information sur le matériel végétal et les huiles d'olive obtenues	28
II.4. Essais effectués sur les olives	29
II.4.1. Indice de maturité	29
II.4.2. Rendement industriel	29
II.5. Caractérisation des huiles d'olives	30
II.5.1. Caractéristiques organoleptiques	30
II.5.2. Caractéristiques physiques.....	30
II.5.2.1. Densité relative à 20°C	30
II.5.2.2. Indice de réfraction	32
II.5.2.3. Miscibilité dans les solvants	33
II.5.2.4. Teneur en eau et en matières volatiles	33
II.5.2.5. Cendre totale.....	34
II.5.2.6. Point de fumée	34
II.5.2.7. Point de solidification et de fusion	35

II.5.2.8. Viscosité dynamique.....	35
II.5.2.9. Colorimétrie	36
II.5.2.10. Centrifugation	36
II.5.3. Caractéristiques chimiques	37
II.5.3.1. Potentiel d'hydrogène (pH)	37
II.5.3.2. Conductivité électrique (CE)	37
II.5.3.3. Indice d'acide et acidité	38
II.5.3.4. Indice de saponification	39
II.5.3.5. Indice d'ester	40
II.5.3.6. Pourcentage d'impureté ou pourcentage de l'altération	40
II.5.3.7. Indice de peroxyde.....	41
II.5.4. Analyses spectrophotométriques.....	42
II.5.4.1. Extinction spécifique dans l'UV.....	43
II.5.4.2. Dosage des pigments	43
II.5.4.3. Indice d'amertume	43
II.5.4.4. Détermination du SPF	44
II.5.4.5. Indice de couleur photométrique	44
II.5.5. Spectroscopie Infra Rouge à transformée de FOURIER.....	45
II.5.6. Observations microscopiques	45
II.6. Incorporation des huiles d'olives dans des formulations et étude de stabilité.....	46
II.6.1. Formulation des crèmes solaires.....	46
II.6.1.1. Matières premières	47
II.6.1.2. Composition des crèmes.....	48
II.6.1.3. Protocole de préparation.....	49
II.6.1.4. Conservation des formulations	49
II.6.2. Caractérisation des crèmes solaires	49
II.6.2.1. Teneurs en eau et en matières volatiles, et teneurs en cendres	49
II.6.2.2. Caractérisation macroscopique	51
II.6.2.3. Potentiel d'hydrogène.....	51
II.6.2.4. Test au bleu de méthylène	51
II.6.2.5. Test de dilution	51
II.6.2.6. Conductivité électrique (CE)	52
II.6.2.7. Indice de réfraction	52
II.6.2.8. Essais de centrifugation	53

II.6.2.9. Densité apparente	54
II.6.2.10. Observations microscopiques	54
II.6.2.11. Détermination de l'SPF	54
II.6.2.12. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	54
II.7. Conclusion	55
III.1. Introduction	56
III.2. Rendement industriel (RI)	56
III.3. Résultat des essais effectués sur le matériel végétal : indice de maturité	56
III.4. Caractérisation des huiles végétales	57
III.4.1. Caractéristiques organoleptiques	57
III.4.2. Caractéristiques physiques	58
III.4.2.1. Densité relative à 20 °C	58
III.4.2.2. Indice de réfraction.....	59
III.4.2.3. Miscibilité dans les solvants.....	59
III.4.2.4. Teneurs en eau et en matière volatiles.....	60
III.4.2.5. Cendre totale	60
III.4.2.6. Point de fumée.....	60
III.4.2.7. Points de solidification et de fusion	61
III.4.2.8. Viscosités	61
III.4.2.9. Colorimétrie.....	62
III.4.2.10. Centrifugation.....	63
III.4.3. Caractéristiques chimiques.....	63
III.4.3.1. Potentiel d'hydrogène (pH)	64
III.4.3.2. Conductivité électrique (CE).....	64
III.4.3.3. Indice d'acide (I _A)	64
III.4.3.4. Acidité	64
III.4.3.5. Indice de saponification (I _S).....	65
III.4.3.6. Indice d'ester (I _E)	65
III.4.3.7. Pourcentage d'impureté ou pourcentage de l'altération (P _A).....	65
III.4.3.8. Indice de peroxyde (I _P).....	65
III.4.4. Analyse spectrophotométrique	66
III.4.4.1. Extinction spécifique dans l'UV	66
III.4.4.2. Dosage des pigments	67
III.4.4.3. Indice d'amertume (K ₂₂₅).....	67

III.4.4.4. SPF	67
III.4.4.5. Indice de couleur photométrique (PCI)	68
III.4.5. Spectroscopie Infra Rouge à transformée de FOURIER (FTIR)	68
III.4.6. Observations microscopiques	72
III.5. Caractérisation des émulsions formulées	72
III.5.1. Caractérisations organoleptiques et observations macroscopiques	72
III.5.2. Caractérisation physico-chimique	73
III.5.2.1. Potentiel d'hydrogène (pH)	73
III.5.2.2. Conductivité électrique (CE).....	74
III.5.2.3. Indice de réfraction.....	74
III.5.2.4. Densité.....	75
III.5.2.5. Teneurs en eau et en matières volatiles	76
III.5.2.6. Sens de l'émulsion.....	76
III.5.2.7. Essais de centrifugation	77
III.5.3. Analyse spectrale.....	77
III.5.3.1. SPF des formulations.....	77
III.5.3.2. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de FOURIER (FTIR)	78
III.5.4. Observations microscopiques	91
Conclusion générale	93
Références bibliographiques	95

Listes des figures

Chapitre I : Rappel bibliographique

Figure I.1. Feuille d'olivier.	4
Figure I.2. Fleurs d'olivier.	5
Figure I.3. Olive (a : non mures ; b : mures)	5
Figure I.4. Carte des principales régions de production d'olivier dans le monde	6
Figure I.5. Carte oléicole d'Algérie.....	7
Figure I.6. Constituants du fruit de l'olivier	9
Figure I.7. Effeuilage et lavage des olives	12
Figure I.8. Broyage des olives avec un broyeur à roues.....	13
Figure I.9. Malaxeur à lames hélicoïdales	13
Figure I.10. Pressage des olives	14
Figure I.11. Schématisation du procédé d'extraction discontinu de l'huile d'olive.....	15
Figure I.12. Schématisation du procédé d'extraction continu de l'huile d'olive	15
Figure I.13. Système de centrifugation à deux phases	16
Figure I.14. Structure de l' α -tocophérol	20
Figure I.15. Structure du β -carotène.....	20
Figure I.16. Structure du squalène.....	21
Figure I.17. Composition d'un phospholipide	22
Figure I.18. Composition des cires.....	22
Figure I.19. Représentation d'une émulsion.	23
Figure I.20. Types d'émulsions simples et multiples.....	24

Chapitre II : Matériel et méthodes

Figure II.1. Localisation des zones de prélèvement des quatre échantillons d'HOs (Google maps).	28
Figure II.2. Echantillons d'HOs étudiés (de gauche à droite : HODEM, HOAL, HOR et HOK).	29
Figure II.3. Détermination des Caractéristiques organoleptiques des HOs.....	30
Figure II.4. Etapes de la mesure de densité (a : fiole vide ; b : fiole remplie d'eau ; c : fiole remplie d'HO).....	30

Figure II.5. Densimètre numérique RUDOLPH RESEARCH ANALYTICAL	32
Figure II.6. Réfractomètre digitale Bellingham & Stanley RFM 340.	32
Figure II.7. Etapes de détermination de la teneur en eau et en matières volatiles (a : pesage des HOs ; b : séchage dans l'étuve ; c : refroidissement dans le dessiccateur).	33
Figure II.8. Four à moufle de la marque Stnart	34
Figure II.9. Viscosimètre PAC HERZOG HVM 472.....	35
Figure II.10. Spectrocolorimètre Lovibond PFX-i Série.....	36
Figure II.11. Centrifugeuse NCP TECH NORMALAB (a : appareil ; b : porte tubes).	36
Figure II.12. Papier pH.....	37
Figure II.13. pH-mètre.....	37
Figure II.14. Conductivimètre INOLAB 740.....	38
Figure II.15. Couleur de la solution à titrer (a : avant équivalence ; b : après équivalence). ..	39
Figure II.16. Couleur de la solution à titrer (a : avant équivalence ; b : après équivalence). ..	40
Figure II.17. Couleur de la solution à titrer (a : avant équivalence ; b : après équivalence). ..	41
Figure II.18. Spectrophotomètre UV-1800 SHIMADZU et SAFAS UV MC2 respectivement.	42
Figure II.19. Spectrophotomètre FTIR Perkin Elmer Spectrum Two.	45
Figure II.20. Microscope optique Olympus BX43.....	46
Figure II.21. Crèmes commerciales (a : Venus, b : Zorah).	47
Figure II.22. Matière premières utilisées pour les formulations.....	47
Figure II.23. Crèmes formulées.....	49
Figure II.24. Conductimètre Inolab WTW	52
Figure II.25. Centrifugeuse HETTICH EBA 20.	53

Chapitre III : Résultats et discussions

Figure III.1. RI des HOs étudiées	53
Figure III.2. I.M des HOs étudiées.....	53
Figure III.3. Photos des HOs.....	53
Figure III.4. Résidus après combustion totale des HOs	60
Figure III.5. Viscosités cinématiques des HOs étudiées	62
Figure III.6. Résultats des essais de centrifugation des HOs	63
Figure III.7. SPF des HOs étudiées.....	68

Figure III.8. Spectre infrarouge des HOs étudiée	71
Figure III.9. Observations microscopiques des HOs (a : HOAL, b : HODEM, c : HOK, d : HOR).	72
Figure III.10. pH des formulations et des références	74
Figure III.11. Conductivité électrique des formulations	74
Figure III.12. Indice de réfraction des formulations et des références.....	75
Figure III.13. Masses volumiques apparentes des formulations et des références.....	75
Figure III.14. Teneurs en eau et en matières volatiles et teneurs en cendre des formulations.....	76
Figure III.15. Résultats du test au bleu méthylène des formulations	76
Figure III.16. Résultats du test de centrifugation des formulations	77
Figure III.17. Valeurs des SPF des formulations et des crèmes de références.....	78
Figure III.18. Spectre infrarouge de F1.....	83
Figure III.19. Spectre infrarouge de F2.....	84
Figure III.20. Spectre infrarouge de FT1	85
Figure III.21. Spectre infrarouge de F3.....	86
Figure III.22. Spectre infrarouge de F4.....	87
Figure III.23. Spectre infrarouge de FT2	88
Figure III.24. Spectre infrarouge de la référence Venus.....	89
Figure III.25. Spectre infrarouge de la référence Zorah	90
Figure III.44. Observations microscopiques des formulations sans TiO ₂ (a : F1, b : FT1, c : F2).....	91
Figure III.45. Observations microscopiques des formulations avec TiO ₂ (a : F3, b : F4, c : FT2).	91
Figure III.46. Observations microscopiques des crèmes de références (a : Venus, b : Zorah).	92

Liste des Tableaux

Chapitre I : Rappel bibliographique

Tableau I.1 : Classification botanique de l'olivier	3
Tableau I.2 : Variétés d'oliviers cultivées en Algérie.....	8
Tableau I.3 : Composition chimique de l'olive	9
Tableau I.4 : Etapes du cycle végétatif annuel de l'olivier.....	10
Tableau I.5 : Critères de qualité des différentes catégories d'huile d'olive	17
Tableau I.6 : Composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse (% m/m d'esters méthyliques).....	19

Chapitre II : Matériel et méthodes

Tableau II.1 : Information sur le matériel végétal et les HOs étudiées	28
Tableau II.2 : Valeurs de $EE(\lambda) \times I$ aux différentes longueurs d'ondes.....	44
Tableau II.3 : Nom INCI, rôle et incorporation des matières premières utilisées dans la formulation.	48
Tableau II.4 : Composition des crèmes solaires formulées.....	48

Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau III.1 : Caractéristiques organoleptiques des HOs étudiées.....	58
Tableau III.2 : Caractéristiques physiques des HOs étudiées	58
Tableau III.3 : Miscibilités dans les solvants des HOs étudiées	59
Tableau III.4 : Résultats obtenus par l'analyse spectrocromimètre.....	62
Tableau III.5 : Propriété chimiques des HOs étudiées.....	63
Tableau III.6 : Résultats d'analyse spectrophotométriques des HOs étudiées	66
Tableau III.7 : Fonctions chimiques de l'HOAL.....	69
Tableau III.8 : Fonctions chimiques de l'HODEM	69
Tableau III.9 : Fonctions chimiques de l'HOK	70
Tableau III.10 : Fonctions chimiques de l'HOR.....	70
Tableau III.11 : Caractéristiques organoleptiques et observations macroscopiques des formulations... ..	73
Tableau III.12 : Fonctions chimiques de F1	78
Tableau III.13 : Fonctions chimiques de F2	79
Tableau III.14 : Fonctions chimiques de FT1	79
Tableau III.15 : Fonctions chimiques de F3	79

Liste des tableaux

Tableau III.16: Fonctions chimiques de F4	80
Tableau III.17: Fonctions chimiques de FT2	80
Tableau III.18: Fonctions chimiques de la référence Venus	81
Tableau III.19: Fonctions chimiques de la référence Zorah.....	82

Liste des abréviations

meq O₂/kg	Milliéquivalent d'O ₂ actif dans un kilogramme.
UV	Ultraviolet
COI	Conseil Oléicole International
FAO	Organisation pour l'alimentation et l'agriculture.
ISO	Organisation internationale de normalisation
CODEX STAN	Codex Alimentarius : normes alimentaires internationales
ASTM	Norme de l'American Society for Testing Material
ha	Hectare
t	Tonne
Rpm	Rotation par minute.
AG	Acide gras
TG	Triglycérides
H/E	Huile dans l'eau
E/H	Eau dans l'huile
E/H/E	Eau dans l'huile dans l'eau
H/E/H	Huile dans l'eau dans l'huile
SPF	Facteur de protection solaire.
IP	Indice de protection.
g	Gramme
Mg	Milligramme
Kg	Kilogramme
Cm	Centimètre
d²⁰	Densité relative à 20 °C
Min	Minutes
HOs	Huiles d'olive
HOR	Huile d'olive de Redjaouna
HODEM	Huile d'olive de Draâ el Mizan
HOAL	Huile d'olive d'Ait Laziz
HOK	Huile d'olive de Kadiria
I.M	Indice de maturité
RI	Rendement industriel
Ir	Indice de réfraction

V	Volume
H	Humidité
pH	Potentiel d'hydrogène
CE	Conductivité électrique
I_A	Indice d'acide
I_S	Indice de saponification
I_E	Indice d'ester
P_A	Pourcentage de l'altération.
I_P	Indice de peroxyde
K	Extinction spécifique
K₂₃₀	Extinction spécifique à 230 nm
K₂₇₀	Extinction spécifique 270 nm
K₂₂₅	Indice d'amertume
λ	Longueur d'onde
ΔK	Variation de l'extinction spécifique
PCI	Indice de couleur photométrique
FTIR	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
FT1	Formulation témoin sans TiO ₂
FT2	Formulation témoin avec TiO ₂
F1	Formulation à base de HOAL sans TiO ₂
F2	Formulation à base de HODEM sans TiO ₂
F3	Formulation à base de HOAL avec TiO ₂
F4	Formulation à base de HODEM avec TiO ₂
TiO₂	Dioxyde de titane
INCI	International Nomenclature of Cosmetic Ingredients

Introduction générale

L'olivier est le compagnon de vie des hommes et l'huile dont elle est extraite (i.e. huile d'olive) est la plus ancienne huile alimentaire connue. L'huile d'olive est un élément essentiel du régime méditerranéen. Sa qualité ne dépend pas seulement des pratiques de culture, de l'époque de récolte et des techniques de récolte et post-récolte utilisées mais également de la variété [1]. En effet, ce sont les caractères génétiques qui déterminent de près la qualité de l'huile d'olive [2]. L'huile d'olive se caractérise par sa richesse en vitamines, en acides gras essentiels et en d'autres substances à propriétés antioxydantes qui participent aux vertus nutritionnelles spécifiques et à l'utilisation thérapeutique de cette huile.

Dans le monde, 98 % de la production d'huile d'olive est concentrée dans la région méditerranéenne, dont 75 % sont produits par les États méditerranéens membres de l'Union européenne [3]. Ces dernières années, de nouveaux pays producteurs ont commencé à cultiver des olives et de l'huile d'olive.

L'Algérie est reconnue comme un nouvel exportateur d'huile d'olive extra vierge. En effet, la superficie de la forêt nationale d'oliviers est de plus de 400 000 hectares et le nombre d'oliviers est de 6 200 000 arbres [4]. La filière oléicole est localisée dans une région montagneuse (Kabylie, 55 %), où l'autoconsommation est privilégiée [5]. Depuis quelques années, l'Algérie tend à développer l'oléiculture dans certaines régions et travaille à son introduction au Sahara.

La composition ainsi que les divers usages (alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques) des huiles d'olive ne cessent de susciter l'intérêt des chercheurs. C'est pourquoi, l'objectif de ce mémoire est d'extraire quatre huiles d'olive issues de deux variétés différentes afin de les caractériser, de les comparer et de les introduire dans des formulations cosmétiques.

Ce manuscrit s'articule en trois chapitres :

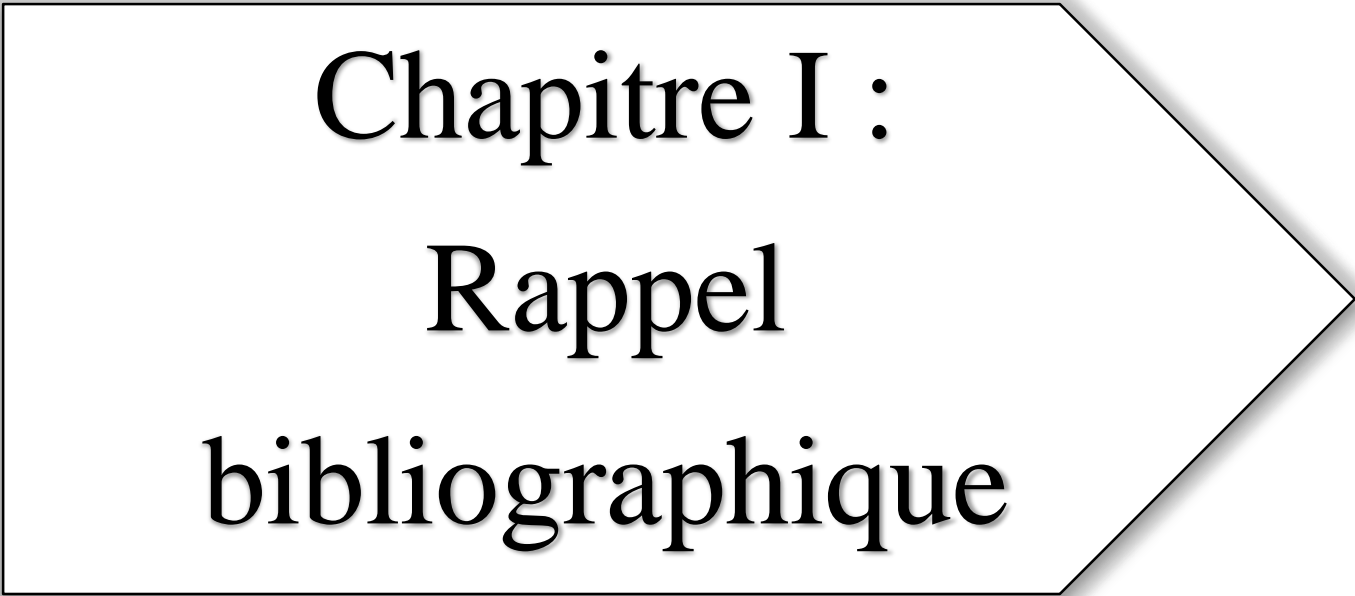
- Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique qui introduit les connaissances nécessaires à la compréhension de ce travail, notamment des généralités sur les oliviers, les olives et l'huile d'olives. Ce chapitre se termine par quelques notions sur les formulations.
- Le deuxième chapitre est consacré au matériel et méthodes utilisées dans la réalisation des différentes expériences, notamment, la présentation du matériel végétal utilisé, la

caractérisation des huiles d'olives, la formulation de crèmes solaires à base de ces huiles et leurs caractérisations.

- Le troisième et dernier chapitre regroupe tous les résultats obtenus aussi bien pour la caractérisation des huiles d'olive que pour la caractérisation des crèmes formulées qui sont accompagnées de leurs interprétations respectives.

Enfin, ce mémoire se termine par une conclusion générale et quelques perspectives.

Le présent mémoire est le fruit de notre expérience enrichissante au sein du centre de recherche et du développement (CRD) Sonatrach de Boumerdès et des laboratoires pédagogiques du département de chimie, où on a pu mettre en pratique nos connaissances théoriques et nous confronter aux réalités du terrain.



Chapitre I :
Rappel
bibliographique

I.1. Introduction

Ce premier chapitre est un rappel bibliographique sur l'olivier et les principales variétés d'olivier, l'olive et l'huile d'olive. Les huiles d'olive, leurs cultures, les différentes méthodes de leurs extractions, leurs propriétés et compositions ainsi que leurs bienfaits et diverses applications ont été développés.

I.2. Généralités sur l'olivier (*Olea europaea*)

I.2.1. Historique et origine

L'olivier (*Olea europaea*) est un arbre emblématique d'origine très ancienne dont la culture remonte à la plus haute antiquité. Il apparaît dans l'histoire et les mythes comme symbole de force, de longévité, de paix, foi et fertilité.

L'olivier est originaire de la région méditerranéenne dont les archéologues ont découvert les preuves de culture il y a plus de 6 000 ans. La culture de l'olivier en Algérie est connue depuis l'Antiquité. Importé par les Phéniciens et développée par les Berbères, la culture de l'olivier est associée à l'importance socio-économique et environnementale de la région méditerranéenne [6].

L'olivier est présent en Algérie un peu partout sur le territoire national mais c'est la zone centre représentée par les régions de Bejaïa, Bouira, Tizi-ouzou et Boumèrdes qui abritent les plus grands vergers oléicoles [7].

I.2.2. Description et classification botanique

I.2.2.1. Classification botanique

D'après Khobzi [8], la classification botanique de l'olivier est comme le résume le **Tableau 1.1** ci-dessous.

Tableau I.1 : Classification botanique de l'olivier [8].

Règne	Plantae
Embranchement	<i>Spermaphyta</i>
Sous-embranchement	<i>Angiospermae</i>
Classe	Dicotylédones
Sous classe	Astéridées
Ordre	Lamiales
Famille	Oleaceae
Genre	<i>Olea</i>
Espèce	<i>Olea europaea</i> (Linné, 1753)

I.2.2.2. Description botanique

a) Feuilles

Les feuilles de l'olivier sont toutes portées par des branches partant du tronc (**Figure I.1**). Elles sont simples, lisses, tannées, lancéolées et pointues. La face supérieure de la feuille d'olivier est de couleur vert foncé et brillante, quant à la face inférieure, elle est recouverte de poils, d'une couleur cendrée plus ou moins blanche selon les variétés. Les feuilles mesurent de 2 à 8 cm de long et de 0,5 à 1,5 cm de largeur.



Figure I.1. Feuille d'olivier.

b) Tronc

Un jeune olivier dispose d'un tronc rectiligne, cylindrique et lisse. Son écorce maigre est grise verdâtre. En vieillissant, le tronc se déforme, se tord et se fissure. Parfois même son intérieur se détériore et disparaît. L'écorce se change en gris presque noir, de temps en temps couvert de mousse, de lichen ou de champignons.

c) Racines

L'olivier présente normalement des racines fasciculées. En effet, la germination d'une graine, est une racine pivotante, à partir de laquelle nous distinguerons de petites racines secondaires.

d) Fleurs

Les fleurs de l'olivier sont de petites tailles et de couleurs blanchâtres (**Figure I.2**).



Figure I.2. Fleurs d'olivier.

e) **Fruit**

L'olive est une drupe dont le mésocarpe représente environ deux tiers du fruit. Elle est très riche en lipides. Sa forme n'est pas constante car ils existent plusieurs variétés. Il y a ceux qui sont pratiquement sphériques et d'autres allongés et légèrement courbés. La taille de l'olive varie entre 1 et 3 cm selon les variétés. Sa couleur est d'abord verte puis devient noire à maturité complète (**Figure I.3**).



(a)



(b)

Figure I.3. Olive (a : non mures ; b : mures)

I.2.3. Répartition géographique

I.2.3.1. Dans le monde

En 2013, le Conseil Oléicole International (COI) [9], estimait 1,5 milliard d'oliviers sur une superficie de 10,3 millions d'hectares. Ils sont répartis principalement dans le bassin méditerranéen ce qui représente presque 98 % de la récolte mondiale d'oliviers produisant 90% d'huiles d'olive [10]. L'Europe représente plus de 65% de la production mondiale d'olives, essentiellement dans les pays méditerranéens : Espagne, Italie, Grèce, Turquie, Portugal et France (**Figure I.4**). La part de l'Afrique du Nord entre l'Algérie, le Maroc, la Tunisie et l'Égypte n'est que de 17 %. En Asie, la Syrie est le plus grand producteur, suivie de la Jordanie.

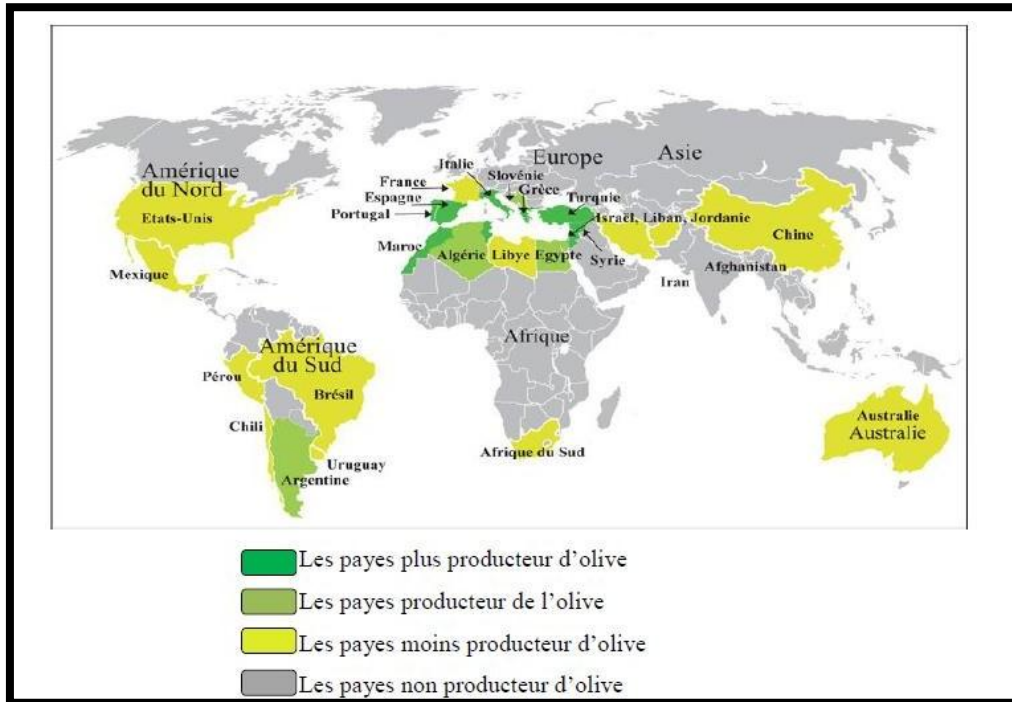


Figure I.4. Carte des principales régions de production d'olivier dans le monde [11].

I.2.3.2. En Algérie

L'olivier occupe plus de 50% de la surface arboricole [12]. Actuellement, 16 millions d'arbres sont dénombrés sur tout le territoire national, en particulier au nord de l'Algérie, couvrant une superficie d'environ 1,67 million d'hectares (ha). Avec une production annuelle moyenne d'huile d'olive comprise entre 10 000 et 80 000 tonnes (t), l'Algérie se classe au huitième rang des producteurs mondiaux [13]. L'oliveraie algérienne est divisée en trois grandes régions oléicoles (Figure I.4).

a) Région ouest

Elle représente 31 400 ha répartis entre cinq wilayas : Tlemcen, Ain Timouchent, Mascara, Sidi Belabas et Relizane. Cette superficie représente 16,4 % des oliveraies nationales [14].

b) Région centrale

La région centrale est la plus importante. Elle couvre une superficie de 110 200 ha répartie entre les wilayas d'Ain Defla, Blida, Boumerdès, Tizi Ouzou, Bouira et Bejaia. Cette zone représente 57,5 % des oliveraies du pays.

c) Région est

Elle est représentée par des oliveraies de 49 900 ha, soit 26,1% du patrimoine national. Cette région est répartie entre les wilayas de Jijel, Skikda, Mila et Guelma [14].

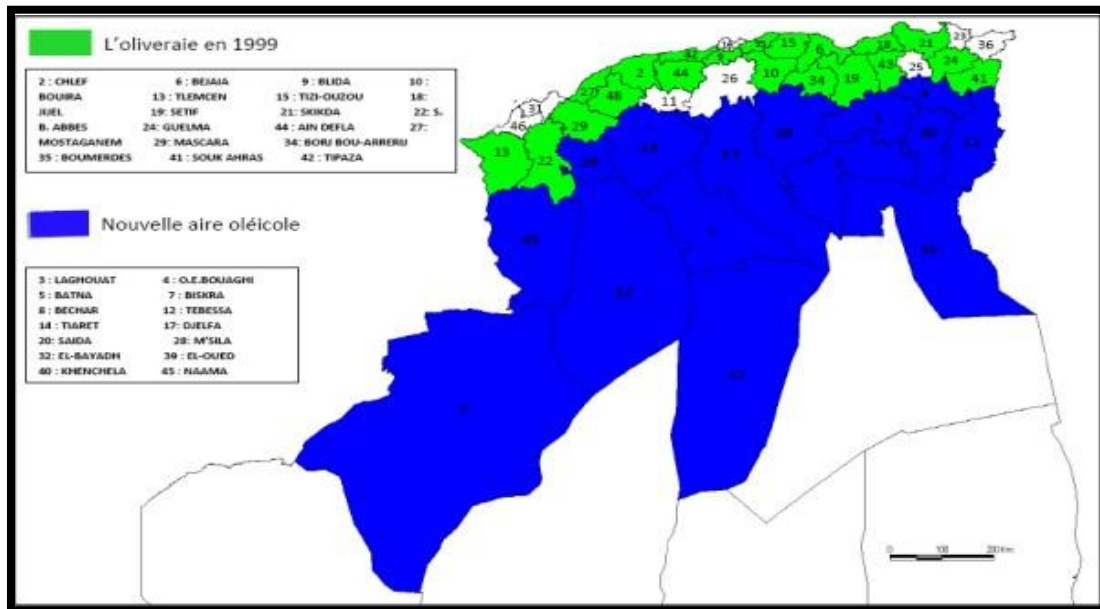


Figure I.5. Carte oléicole d'Algérie [15].

I.2.3.3. Principales variétés en Algérie

L'Algérie possède plusieurs types d'oliviers qui constituent la base de la vie dans les communautés rurales. Son profil de cultivar se compose principalement de deux variétés plus dominantes, Chemlal et Sigoise, ainsi que d'autres variétés comme le résume le **Tableau I.2** ci-dessous.

Tableau I.2 : Variétés d'oliviers cultivées en Algérie [16].

Variétés et synonymes	Origines et diffusion	Rendement en huile
Azeradj	Petite Kabylie (oued Soummam) Occupe 10% de la surface oléicole nationale	24 à 28%
Blanquette de Guelma	Origine : Guelma Diffusion : nord-est constantinois, Skikda et Guelma	18 à 22%
Bouricha ou olive d'El-Arrouch	El-Harrouch, Skikda	18 à 22%
Chemlal ou Achemlal	Présent surtout en Kabylie (du mont Zekkar à l'ouest aux Bibans à l'est) Occupe 40% du verger oléicole national	18 à 22%
Ferkani ou Ferfane	Origine : Ferfane (Tebessa) Diffusion : région des Aurès	28 à 32%
Grosse de Hamma ou Quel Ethour	Hamma (Constantine)	16 à 22%
Hamra ou rougette ou rousette	Origine : Jijel Diffusion : nord constantinois	18 à 22%
Limli	Origine : Sidi-Aïch (Bejaïa) Occupe 8% de la surface oléicole nationale	20 à 24%
Longue de Maliana	Origine : Maliana Diffusion : El-Khemis, Cherchell et littoral de Ténés	16 à 20%
Rougette de Mitidja	Plaine de Mitidja	18 à 20%
Souidi	Vallée d'Oued Arab Cherchar (Khenchela)	16 à 20%
Sigoise ou olive de Tlemcen ou olive du Tell	Depuis Oued Rhiou (ghelizane) jusqu'à Tlemcen	18 à 22%

I.2.4. Olive

I.2.4.1. Définition

L'olive est le fruit de l'olivier. C'est une drupe à mésocarpe charnue ayant une forme plus ou moins ovoïdale ou ellipsoïdale, à peau lisse. Riche en lipide les dimensions de l'olive varient d'une variété à une autre. L'olive est constitué de l'extérieur vers l'intérieur de trois parties (**Figure I.6**) : l'épicarpe « la cuticule », le mésocarpe « la pulpe » et l'endocarpe « le noyau ». Une olive mûre est essentiellement composée d'eau. Plus l'olive mûrit, plus elle s'enrichit en huile qui représente en fin de maturité un petit tiers du poids du fruit [17].

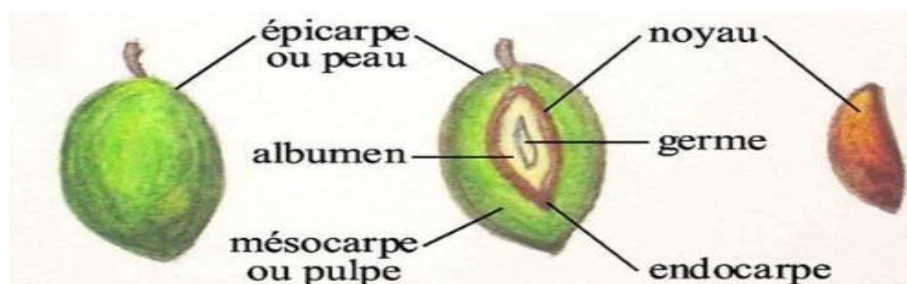


Figure I.6. Constituants du fruit de l'olivier [18].

I.2.4.2. Composition

Les principaux composants des olives sont l'eau, les polysaccharides et les triglycérides, ainsi que d'autres constituants présents en faibles quantités. C'est ce qui confèrent à l'huile une partie de sa saveur et de ses qualités nutritionnelles d'une part, et sa stabilité oxydative d'autre part. Cette composition est influencée par la variété, les conditions agronomiques et la maturité des fruits [19,20]. Les principaux composants des olives sont regroupés dans le

Tableau I.3.

Tableau I.3 : Composition chimique de l'olive [21,22].

Constituants	Teneurs (pour 100g de matière fraîche)
Eau	68 g (70 à 75%)
Lipides	20 g (17 à 30%)
Glucides	10 g (12%)
Protéines	1 g (1%)
Acides organiques	Traces
Sels minéraux (mg)	
- Sodium (Na)	128
- Fer (Fe)	2,9
- Calcium (Ca)	122
- Magnésium (Mg)	2
- Soufre (S)	27
- Manganèse (Mn)	2
- Phosphore (P)	14
- Cuivre (Cu)	0,2
- Chlore (Cl)	4
Vitamines (mg)	
- Vitamine E	238 - 352
- Vitamine B ₁	0,54 - 11
- Vitamine A	0,15 - 0,23

I.1.5.3. Développement et maturation

En suivant la diversité des oliviers, la maturation peut s'étaler d'octobre à février. Pendant ce temps, les parties comestibles de l'olive, la pulpe et la peau change de couleur, passent du vert au noir et, selon les variétés, elles passent aussi par le jaune, le rouge, le violet ou le brun. Le cours annuel du cycle végétatif de l'olivier et les conditions climatiques de sa zone d'adaptation sont caractérisés par un climat méditerranéen [23], Les étapes du cycle végétatif annuel de l'olivier sont expliquées et résumées dans le **Tableau I.4**.

Tableau I.4 : Etapes du cycle végétatif annuel de l'olivier [24].

Phases végétatives	Période	Durée
Repos végétatif	Novembre - février	1 – 4 mois
Réveil végétatif	Février - mars	20 – 25 jours
Inflorescence (apparition de boutons floraux)	Mars – avril	18 – 23 jours
Floraison	Mai – 10 juin	7 jours
Fructification	Fin mai – juin	/
Développement du fruit	Juillet – aout	3 – 5 semaines
Croissance des fruits	Aout – septembre	1,5 – 2 mois
Début de maturation	mi-septembre – décembre	/
Maturation complète	Fin octobre - février	/

I.3. Généralité sur l'huile d'olive

I.3.1. Définition

Selon le COI [9], l'huile d'olive désigne l'huile obtenue exclusivement à partir des fruits de l'olivier (*Olea Europaea* L) à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec les huiles d'autre nature.

I.3.2. Classification

L'huile d'olive peut être classée en différentes catégories selon ses propriétés. Elle peut être extraite des olives ou des grignons d'olive. Dans cette partie ne sera développée que la classification des huiles d'olives qui est l'objet de ce mémoire.

I.3.2.1. Huile d'olive

a) Huile d'olive vierge

Cette huile est obtenue à partir du fruit de l'olivier exclusivement par des procédés mécaniques ou physiques dans des conditions qui ne les altèrent pas et qui n'ont subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration (voir partie I.3.3).

b) Huile d'olive extra vierge

Cette huile est produite en utilisant des méthodes de pressage à froid et ne contient aucun additif chimique. Elle est également la plus naturelle et la plus saine des huiles d'olive

I.3.2.2. Huile d'olive raffinée

C'est une huile d'olive obtenue à partir d'huiles d'olive vierges en utilisant des méthodes de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure originale des glycérides. Son acidité libre, exprimée en acide oléique, est au maximum de 0,3 g/100 g.

I.3.2.3. Huile d'olive composée d'huile d'olive vierge et raffinée

C'est une huile constituée d'un mélange d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge. La teneur en acides libres exprimée en acide oléique ne doit pas dépasser 1 g/100 g.

I.3.3. Etapes d'obtention de l'huile d'olive

I.3.3.1. Récolte et stockage

La récolte a lieu lorsque les oliviers atteignent leur onctuosité maximale. Le moment optimal de la récolte des oliviers, par diverses techniques, est celui où la production maximale d'huile avec les meilleures propriétés (goût, odeur...) est atteinte [25].

a) Cueillette

La cueillette est une récolte manuelle qui peut être effectuée sur des plantes basses bien taillées et plantées à plat.

b) Peignage

Les fruits sont retirés des branches avec une sorte de peigne, qui peut également être utilisé mécaniquement, et tombent au sol dans des filets étendus.

c) Gaulage

Les rameaux sont secoués par des bâtons plus ou moins long pour provoquer la chute des olives. Il existe des bâtons avec des extrémités qui sont actionnées mécaniquement. En revanche, cela abîme la feuille et les rameaux.

d) Stockage

Les olives peuvent être stockées soit dans des boîtes en plastique d'une capacité de 20-25 kg, ouvertes pour permettre la circulation de l'air, soit en les plaçant en couches minces (20-30 cm) recouvertes dans une pièce ventilée et fraîche. Dans ces conditions, la conservation des olives limitée à 1 ou 2 jours n'entraîne qu'une légère dégradation de la qualité de l'huile, qui peut cependant être plus importante si la durée de l'opération est plus longue [26].

I.3.3.2. Effeillage et lavage

Les olives sont généralement pelées par aspiration, suivies d'un lavage pour éliminer les corps étrangers (saleté, moisissure, etc.). Le lavage est une opération importante pour éliminer les corps étrangers (feuilles, branches, terre, etc.) et/ou les traitements à base de produits biopharmaceutique [26]. Cette opération est effectuée par une machine effeuilleuse-laveuse en même temps (Figure I.7)

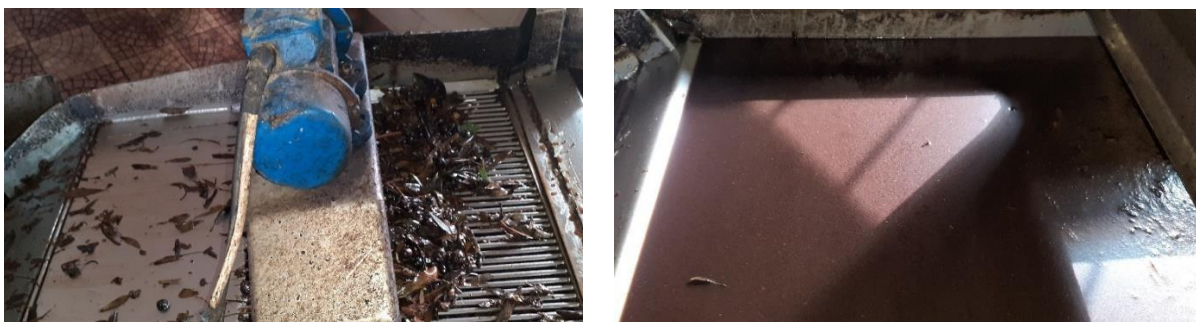


Figure I.7. Effeillage et lavage des olives.

I.3.3.3. Broyage et malaxage

Le but du broyage est de casser les parois cellulaires des olives et de libérer les gouttelettes d'huile contenues dedans. Le système de pression utilise des roues (meules) en granit (2-3 roues) (**Figure I.8**). Selon la norme du COI [11], le temps de broyage ne doit pas dépasser 20-30 minutes.



Figure I.8. Broyage des olives avec un broyeur à roues.

Le malaxage se déroule dans un malaxeur, une cuve en acier où des lames en spirale rotatives qui maintiennent un mouvement lent de la pâte (**Figure I.9**). C'est une procédure qui vise à briser l'émulsion eau-huile et à ce que les particules d'huile s'accumulent en gouttelettes plus grosses, qui sont libérées spontanément de l'eau de la plante. Pour obtenir une huile de haute qualité, le processus de mélange ne doit pas durer plus de 30 minutes dans un système sous pression et pas plus de 60 minutes dans le système de centrifugation à 2 ou 3 phases (voir I.3.3.5). La température de la pâte d'olive ne doit en aucun cas dépasser 27 °C pour pouvoir étiqueter l'huile d'olive par le nom « extraction à froid ».



Figure I.9. Malaxeur à lames hélicoïdales.

I.3.3.4. Séparation des phases (ou décantation)

a) Séparation des phases liquides – solides

À la suite du broyage et du malaxage, une pâte contenant des substances solides et liquides se forme. La matière solide appelée grignon est constituée de noyaux, d'épiderme, de parois cellulaires, etc., tandis que la partie liquide est l'eau de la végétation appelée margine [27].

b) Séparation des phases liquides – liquides

La séparation de la phase aqueuse et de la phase huileuse se fait essentiellement par simple décantation ou centrifugation, basée sur la différence de densité entre l'huile d'olive et la margine [27].

I.3.3.5. Procédés d'extraction de l'huile

a) Extraction discontinue par pression

Ce système utilise des presses métalliques ou hydrauliques (**Figure I.10**). La pâte produite lors du broyage est déposée sur des scourtins, 5-10 kg/scourtins, elle-même posées les unes sur les autres autour d'un pivot central mont sur un petit chariot, placé sur un piston de presse hydraulique qui permet de presser la pâte sous une pression d'ordre de 100 kg/cm. La phase liquide s'écoule dans un bac. L'opération de pressage dure au moins 45 min, le grignon reste dans les scourtins, ensuite l'huile est séparée des margines par décantation naturelle ou centrifugation verticale. La procédure de l'extraction discontinue par pression est représentée dans la **Figure I.11**.



Figure I.10. Pressage des olives.

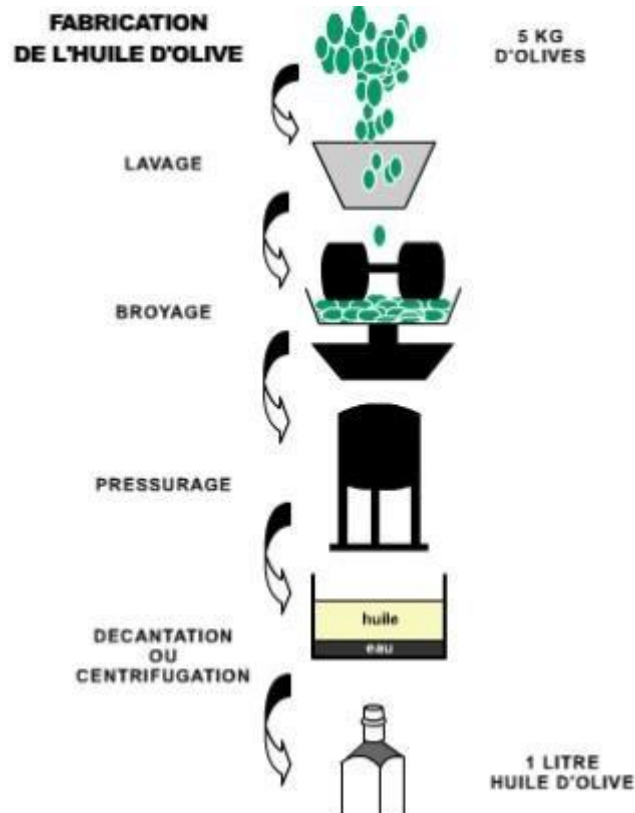


Figure I.11. Schématisation du procédé d'extraction discontinu de l'huile d'olive.

b) Extraction continue par centrifugation

Ce processus utilise des machines appelées centrifugeuses horizontales pour séparer les solides des liquides (Figure I.12). Cette technologie est relativement nouvelle et est basée sur la différence entre le poids spécifique de l'huile, de l'eau et du grignon. Les solides sortent séparément et sont évacués, tandis que les huileux sont collectés par une centrifugeuse verticale qui les sépare.

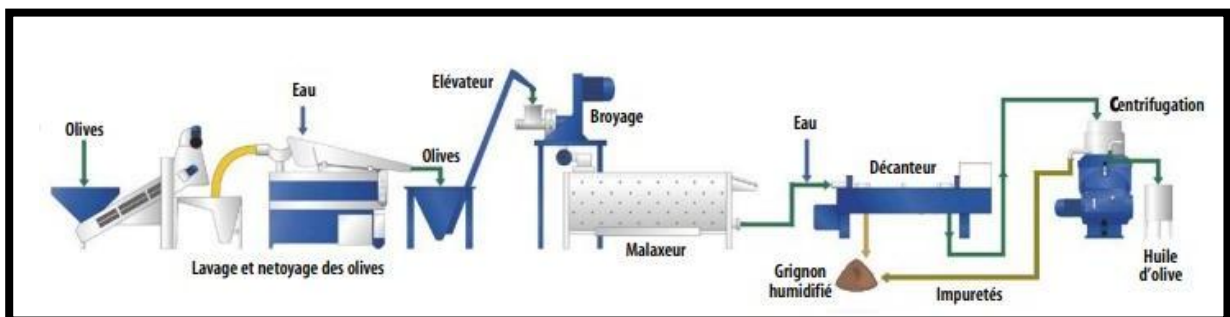


Figure I.12. Schématisation du procédé d'extraction continu de l'huile d'olive.

- **Centrifugation à trois phases**

Ce système exige deux centrifugations. La première sépare des phases solide – liquide et la seconde sépare des phases liquide – liquide (huile de margine). Avec ce système, il est nécessaire de diluer la pulpe d'olive avec 50 – 70 % d'eau à une température de 25 – 35 °C [28].

- **Centrifugation à deux phases**

Dans ce cas, une seule centrifugation est suffisante pour séparer l'huile du grignon humecté de margine sans fluidifier l'olive [29]. C'est un système de centrifugation à deux phases réalisées dans une centrifugeuse verticale (**Figure I.13**) à une vitesse de rotation de 3000 - 4000 tours/min pendant 1 heure. Lorsque le temps est écoulé, l'huile est collectée et stockée dans un récipient en plastique opaque.



Figure I.13. Système de centrifugation a deux phases.

I.3.4. Production et consommation en Algérie

Au cours de la campagne oléicole 2021/2022, la production d'huile d'olive à Tizi-Ouzou a été estimée à plus de 11,9 millions de litres, contre 7,4 millions de litres en 2020/2021 selon les données communiquées à l'Agence de Presse Publique Algérienne par le chef de la division oléicole du service agricole local [13]. La quantité d'huile d'olive produite représente 723 368 quintaux d'olives récoltées et pressées, avec un rendement moyen de 16 litres par quintal. À Bouira, selon les données de la Direction des Services Agricoles, la superficie totale oléicole dans la province est de 37 000 ha, dont plus de 28 000 ha sont en production [13].

La consommation d'huile d'olive en Algérie est d'environ 3 litres par habitant par an [11].

I.3.5. Critères de qualités

Le COI [30] et le Codex Alimentarius [31] ont défini la qualité des différentes catégories d'huile d'olive et qui est basée sur différents paramètres (**Tableau I.5**).

Tableau I.5 : Critères de qualité des différentes catégories d'huile d'olive [31].

Types d'huile d'olive	Acidité (%)	Indice de peroxyde (méq O ₂ /Kg)	Matières volatiles (% m/m)	Impuretés insolubles (% m/m)	Absorbance UV K232	Absorbance UV K270
Extra vierge	≤ 0,8	≤ 20	0,2	0,1	≤ 2,50	≤ 0,25
Vierge	≤ 2	≤ 20	0,2	0,1	≤ 2,60	≤ 0,25
Vierge courante	≤ 3,3	≤ 20	0,2	0,1	/	≤ 0,3
Raffinée	≤ 0,3	≤ 5	0,1	0,05	/	≤ 1,10
Huile de grignon d'olive	≤ 1,5	≤ 15	0,1	0,05	/	≤ 1,70

I.3.5.1. Acidité

Les triglycérides contenus dans l'huile d'olive subissent une hydrolyse naturelle, qui augmente à mesure que les olives mûrissent. Ce phénomène peut être renforcé par de mauvaises conditions de récolte ou de stockage des olives entraînant une teneur inhabituellement élevée en acides gras libres et donne finalement à l'huile une odeur désagréable.

I.3.5.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde de l'huile d'olive est une mesure de la quantité d'hydroperoxydes et peroxydes présente dans l'huile d'olive. Les peroxydes sont des composés oxydants qui se forment naturellement dans l'huile d'olive lorsqu'elle est exposée à l'oxygène de l'air. Plus l'indice de peroxyde est élevé, plus l'huile d'olive est oxydée et de moins bonne qualité.

En général, les huiles d'olive de haute qualité ont un indice de peroxyde inférieur à 20 meq O₂/kg, tandis que les huiles de qualité inférieure peuvent avoir un indice de peroxyde supérieur à 30 meq O₂/kg

I.3.5.3. Absorption dans le rayonnement ultraviolet

L'absorption du rayonnement ultraviolet (UV) de l'huile peut donner des indications sur la qualité des graisses, leur conservation et les modifications résultant des procédés

technologiques. L'oxydation de l'huile engendre une dégradation en chaîne des acides gras insaturés par l'oxygène de l'air entraînant la formation de produits d'oxydation volatils ou non volatils qui absorbent la lumière à proximité de 232 nm. Au fur et à mesure de l'oxydation, des produits d'oxydation secondaires se forment, tels que les cétones insaturées, qui absorbent la lumière à environ 270 nm [32].

I.3.6. Facteurs influençant la qualité

Les caractéristiques de l'huile d'olive sont fortement liées à sa qualité, elle-même influencée par plusieurs facteurs, tels que :

- la variété ;
- la région d'origine de l'olive (sol, climat, etc.) ;
- la technique de culture ;
- l'irrigation ;
- les modalités de récolte et le stade de maturation ;
- les conditions de stockages ;
- la technologie d'extraction, etc.

1.3.7. Composition chimique

1.3.7.1. Fraction saponifiable

a) Acides gras

Les acides gras (AG) sont les principaux composants de la fraction saponifiable (**Tableau I.6**). La teneur en AG monoinsaturés dans l'huile d'olive, principalement en acide oléique, représente 55 à 85 % des AG totaux. Les principaux AG saturés sont l'acide stéarique et l'acide palmitique. La composition en AG d'une huile d'olive varie considérablement et dépend de la variété d'olive, de la région de production et de l'année de récolte [33].

Tableau I.6 : Composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse (% m/m d'esters méthyliques) [34].

Acides gras	Formule brute	Teneur en %
Acide myristique	C14:0	< 0,03
Acide palmitique	C16:0	7,00 - 20,00
Acide palmitoléique	C16:1 n-7	0,30 - 3,50
Acide heptadécanoïque	C17:0	≤ 0,40
Acide heptadécénoïque	C17:1	≤ 0,60
Acide stéarique	C18:0	0,50 - 5,00
Acide oléique	C18 :1 n-9	55,00 - 85,00
Acide linoléique	C18:2 n-6	2,50 - 21,00
Acide α-linolénique	C18:3 n-3	≤ 1,00
Acide arachidique	C20:0	≤ 0,60
Acide gadoléique (eicosénoïque)	C20:1 n-9	≤ 0,50
Acide béhénique	C22:0	≤ 0,20
Acide lignocérique	C24:0	≤ 0,20

b) Triglycérides

Les triglycérides sont les constituants majoritaires de l'huile d'olive. Ils représentent environ 98% de l'huile d'olive et sont pour la plupart monoinsaturés [35]. Ils contiennent 98-99% de triacylglycérides ou triglycérides, 2-3% de diacyl-glycérols et 0,1-0,25% de monoacylglycéryles [36].

I.3.7.2. Fraction insaponifiable

c) Stérols

Ce sont des hydrocarbures cycliques à quatre cycles (tétracycliques) contenant majoritairement 27, 28 ou 29 atomes de carbone avec au moins une fonction alcool et de multiples doubles liaisons. La quantité totale de stérols dans l'huile d'olive extra vierge est de 1000 mg/kg [30]. Le principal stérol de l'huile d'olive est le β-sitostérol, qui représente jusqu'à 90-95% du contenu total [37]. Le campestérol et le stigmastérol constituent 1-3 % du total.

d) Tocophérols

Les tocophérols (vitamine E) sont des vitamines liposolubles ayant un fort effet antioxydant. Ils protègent également contre l'oxydation des acides gras polyinsaturé et bloquent l'accumulation des radicaux libres. La teneur totale en tocophérols des huiles d'olive est très variable. L'α-tocophérol (**Figure I.14**) représente 90 % de tous les tocophérols [38] et c'est la

forme qui a l'activité vitaminique la plus élevée et la plus active. La vitamine E prévient le rancissement et la polymérisation de l'huile et protège contre les mécanismes athérogènes [39]. Les β et γ -tocophérols sont également présents, tandis que le Δ -tocophérol n'est présent qu'à l'état de traces.

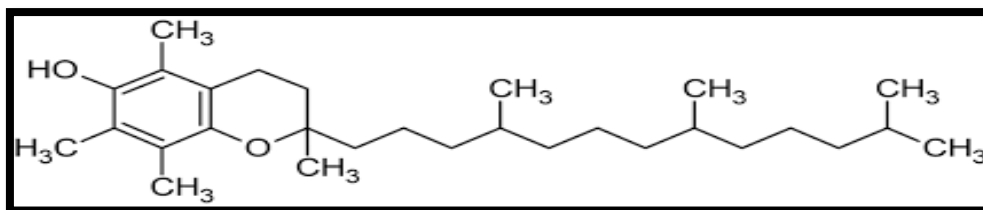


Figure I.14. Structure de l' α -tocophérol

e) Pigments

La couleur de l'huile d'olive dépend de sa composition pigmentaire. Elle est considérée comme un paramètre de qualité [40]. La couleur verte à jaune est principalement due à la présence de chlorophylle et de caroténoïdes dont le changement dépend de leurs concentrations respectives.

- Caroténoïdes

Ce sont des tétraterpènes à activité antioxydante [41]. Le principal pigment caroténoïde présent dans l'huile d'olive est le β -carotène (Figure I.15) dont la teneur varie de 1 à 100 ppm selon la variété et la maturité du fruit [42]. Les caroténoïdes ont tendance à se dégrader au cours de la maturation.

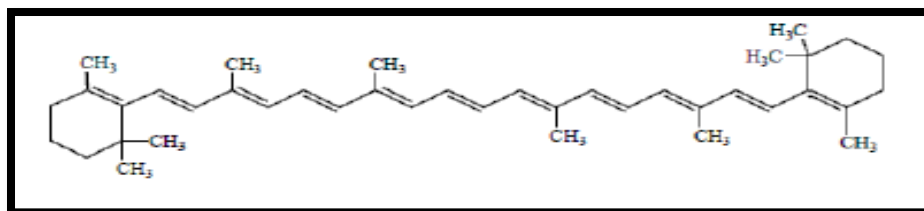


Figure I.15. Structure du β -carotène.

- Chlorophylles

Ce sont des substances colorantes de l'huile d'olive. Elle joue également un rôle important dans l'activité oxydante du produit. Elles sont antioxydantes dans l'obscurité et pro-oxydantes à la lumière. La présence des chlorophylles dans l'huile d'olive dépend de la variété, de la maturité des fruits, du procédé d'extraction et des conditions de stockage [43].

f) Composés phénoliques

Les principaux composés phénoliques présents dans l'huile d'olive sont l'oléuropéine, qui est le plus abondant et responsable de l'amertume dans l'huile, la lignane, le tyrosol et l'hydroxytyrosol. Les composés phénoliques ont eux aussi des effets antioxydants.

g) Composés aromatiques

Les composés aromatiques sont définis par des molécules de faible poids moléculaire, présents dans l'huile d'olive à des proportions variables. Ce sont généralement des alcools (ex : hexanol), aldéhydes (ex : hexanal, octanal), esters (ex : hexylacétate), cétone (ex : cis-2-pentyl- 2-pyrone), etc.

h) Squalène

Le squalène est l'hydrocarbure principale de l'huile d'olive (**Figure I.16**). Il représente plus de 90% de la teneur en hydrocarbures et varie de 1250 à 7500 mg/kg d'huile et est considéré comme partiellement responsable des effets bénéfiques de l'huile d'olive contre certains cancers

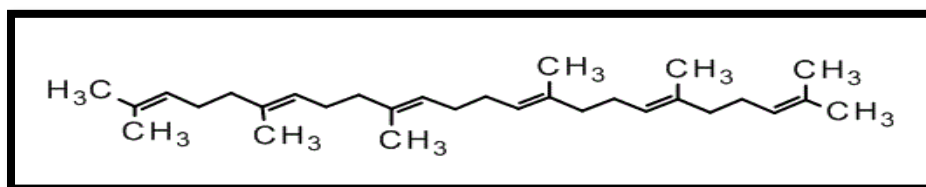


Figure I.16. Structure du squalène.

i) Phospholipides

Une molécule de phospholipide est constituée de quatre composants : les AG, le substrat auquel les AG sont attachés, un phosphate et un alcool lié au phosphate (**Figure I.17**). Le substrat sur lequel les phospholipides sont construits peut-être le glycérol, un alcool à trois carbones ou un alcool plus complexe

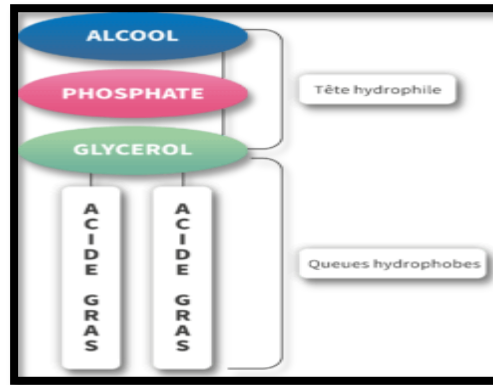


Figure I.17. Composition d'un phospholipide.

j) Cire

Les cires naturelles sont des esters d'AG et d'un monoalcool aliphatique (Figure I.18). Les cires se trouvent dans les lipides animaux et végétaux.

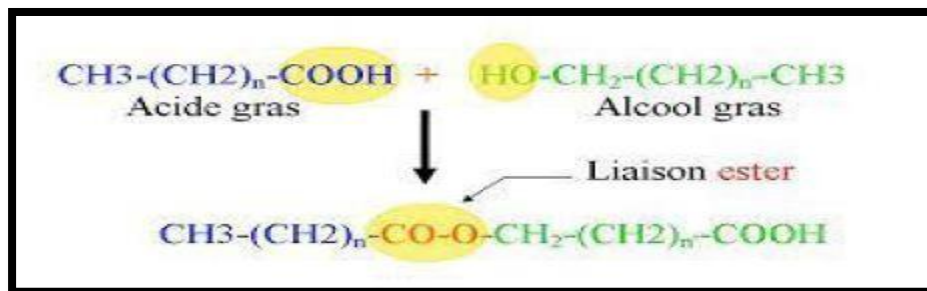


Figure I.18. Composition des cires.

1.3.8. Effets et bienfaits

1.3.8.1. Effets antimicrobiens

Une étude de l'activité antimicrobienne de l'huile d'olive vis-à-vis des huiles végétales (huile de tournesol, huile de maïs, huile de coton, huile d'olive) a montré qu'aucune des huiles comestibles étudiées n'avait cette capacité sauf l'huile d'olive [44]. Bien qu'il ait été rapporté que les AG ont une activité antimicrobienne, le fait que seule l'huile d'olive ait cette activité suggère que cette propriété biologique devrait être liée à des composants mineurs dans l'huile [44].

1.3.8.2. Effets antioxydants

L'huile d'olive est une excellente source d'antioxydants naturels, à savoir les tocophérols, les composés phénoliques, les caroténoïdes et contribuent différemment à sa stabilité. Certains

auteurs estiment leurs contributions de 51 % pour les composés phénoliques, 11 % pour l' α -tocophérol et 6 % pour les caroténoïdes [45].

1.3.8.3. Bienfaits diététiques et nutritionnels

L'huile d'olive est l'une des huiles les plus appréciées des consommateurs pour des raisons organoleptiques et de santé humaine comme agent préventif. Sa richesse en substances antioxydantes lui permettent de contribuer à la protection contre le vieillissement [46] et contre certaines maladies : maladies cardiovasculaires, certains cancers, maladies d'Alzheimer, Parkinson, athérosclérose [47].

I.4. Notions sur les formulations

I.4.1. Emulsion

I.4.1.1. Définition

Les émulsions sont des systèmes à deux phases préparés en mélangeant deux liquides non miscibles (**Figure I.19**). Le liquide dispersé en petites gouttelettes est appelé phase dispersée, phase interne ou phase discontinue. Le second liquide est le milieu de dispersion, phase externe ou phase continue.

Lorsque l'huile est la phase dispersée et la solution aqueuse est la phase continue, le système est appelé émulsion huile dans l'eau (H/E) (**Figure I.19**). Inversement, lorsque l'eau ou une solution aqueuse est la phase dispersée et que l'huile ou la graisse est la phase continue, le système est appelé émulsion eau dans l'huile (E/H).

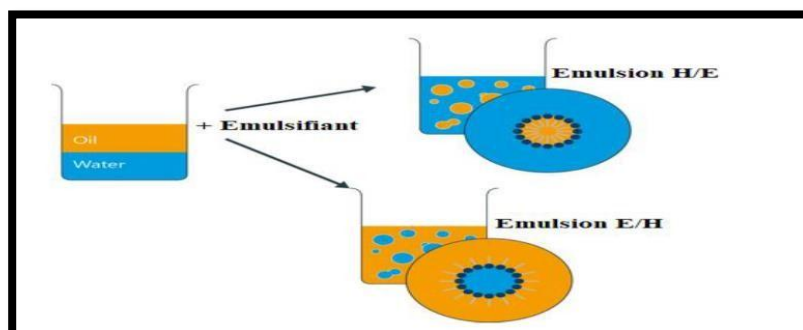


Figure I.19. Représentation d'une émulsion.

I.4.1.2. Classification selon la nature de la phase dispersante

Les émulsions sont classées selon la nature de la phase dispersante comme suit.

a) Emulsion simple

C'est une émulsion consistant en une phase hydrophile, une phase lipophile et un agent émulsionnant. Les émulsions simples sont huile dans l'eau (H/E) ou eau dans l'huile (E/H) (**Figure I.20**).

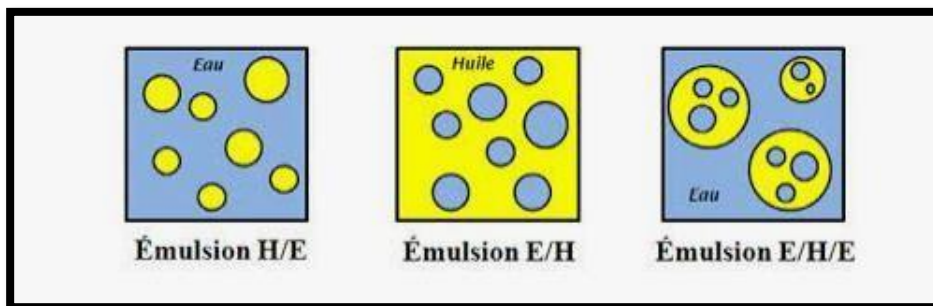


Figure I.20. Types d'émulsions simples et multiples.

b) Emulsion multiple

Ce sont de simples émulsions dispersées de façon séquentielle dans une phase continue extérieure. Les multiples émulsions sont eau dans l'huile dans l'eau (E/H/E) (**Figure I.20**) et huile dans l'eau dans l'huile (H/E/H).

I.4.1.3. Propriétés

Parmi les propriétés des émulsions les suivantes :

a) Viscosité

L'émulsion peut avoir une consistance plus épaisse ou plus fluide selon la taille et la concentration des gouttelettes.

b) Stabilité

Elle dépend de la capacité des émulsifiants à empêcher les gouttelettes de se regrouper et de coalescer. Les émulsions peuvent être stables à court terme ou à long terme.

c) Texture

L'émulsion peut être crémeuse, onctueuse, légère ou aqueuse en fonction de la taille et de la concentration des gouttelettes.

d) Aspect

L'émulsion peut être translucide, opaque ou colorée en fonction de la nature des liquides et des ingrédients.

e) Propriétés sensorielles

L'émulsion peut avoir un goût, une odeur et une sensation spécifiques en fonction des ingrédients utilisés.

I.4.2. Filtres et écrans de protection solaire

I.4.2.1. Définition

Les filtres optiques sont des substances chimiques de synthèse qui absorbent l'énergie de la lumière selon leur spectre d'absorption. Les écrans sont des poudres inertes, naturelles, qui réfléchissent et diffusent les rayons UV, visibles et infrarouges.

I.4.2.2. Classification

En fonction de la nature des filtres et de leur fonctionnement, il y a deux catégories principales de produits solaires :

- **Filtres organiques ou chimiques** : ce sont des composés de synthèse qui absorbent les rayons UV (ex : oxybenzone, octocrylene, etc.).
- **Filtres inorganiques ou minéraux (écrans)** : ils réfléchissent la lumière UV. Ils sont au nombre de deux : le dioxyde de titane (TiO_2) et l'oxyde de zinc (ZnO).

I.4.2.3. Facteur de protection solaire

Le facteur de protection solaire (SPF) ou indice de protection (IP) évalue l'efficacité des filtres ou écrans solaires par rapport aux effets à court terme des rayons UV. Ce nombre indique le

niveau de protection UVB assuré par le produit. Il est mesuré au laboratoire et déterminé à l'aide d'essais. Le SPF peut varier en fonction de plusieurs facteurs comme suit.

a) Caractéristiques personnelles

Elles englobent l'âge, le type de peau, la teneur en mélanine de la peau et le niveau de bronzage déjà atteint, la température de la peau, le degré d'hydratation, la transpiration, la partie du corps exposée et l'épaisseur de la peau.

b) Conditions environnementales

Elles regroupent l'intensité du rayonnement UV, la température et l'humidité de l'air, le jour et l'année, le lieu d'exposition, la couverture nuageuse, le niveau d'ozone ou l'intensité de réflexion de la lumière.

c) Qualité du produit solaire lui-même

La qualité du produit solaire est en rapport avec le fait qu'il soit résistant à l'eau ou non, la quantité utilisée, la fréquence d'utilisation ou encore le spectre du filtre.

I.5. Conclusion

Ce chapitre donne un aperçu sur l'olivier, développe l'importance, l'extraction, la composition et les propriétés de l'huile d'olive, et aborde des généralités sur les formulations. Du fait que la qualité de l'huile d'olive dépend de plusieurs facteurs impliqués tout au long du développement de la plante (i.e. l'olivier) et s'étendent jusqu'à l'extraction et le stockage de celle-ci, il est nécessaire de la caractériser afin d'identifier les différentes alternatives de son application. Par conséquent, ce mémoire s'est porté sur l'étude de quatre huiles d'olive extraites de deux variétés d'olivier différentes afin de les caractérisées par des méthodes, principalement analytiques, et de les incorporer dans des crèmes solaires à usage cosmétique.



Chapitre II :
Matériel et méthodes

II.1. Introduction

L'étude des propriétés physico-chimiques et microbiologiques des huiles d'olives étudiées est une étape indispensable afin d'évaluer leurs qualités et de leurs associés une application adéquate. Elle nécessite la mise en œuvre de multiples techniques qui sont exposés dans ce chapitre. Dans un premier temps, des données sur les zones d'étude, la matière végétale, les huiles d'olives, ainsi que le procédé d'extraction de ces dernières, seront fournies. Dans un second temps, les techniques de caractérisations physico-chimiques et spectroscopiques seront décrites. La composition et les modalités de formulation de crèmes solaire à base des huiles d'olives ayant les meilleures propriétés seront également décrites. Enfin, seront présentées les différentes analyses réalisées pour caractériser les crèmes formulées.

II.2. Présentation des zones d'étude

Dans ce mémoire, notre étude s'est concentrée sur quatre échantillons d'huiles d'olive (HOs) provenant de quatre huileries dans quatre régions oléicoles. Le premier échantillon HOR provenait du village de Redjaouna, wilaya de Tizi-Ouzou. Le deuxième échantillon HODEM provient de la commune de Draâ El Mizan, wilaya de Tizi Ouzou. Le troisième échantillon HOAL provient de la commune d'Ait Laziz, wilaya de Bouira. Quant au quatrième échantillon HOK, il provient de la ville de Kadiria, wilaya de Bouira (**Figure. II.1**).

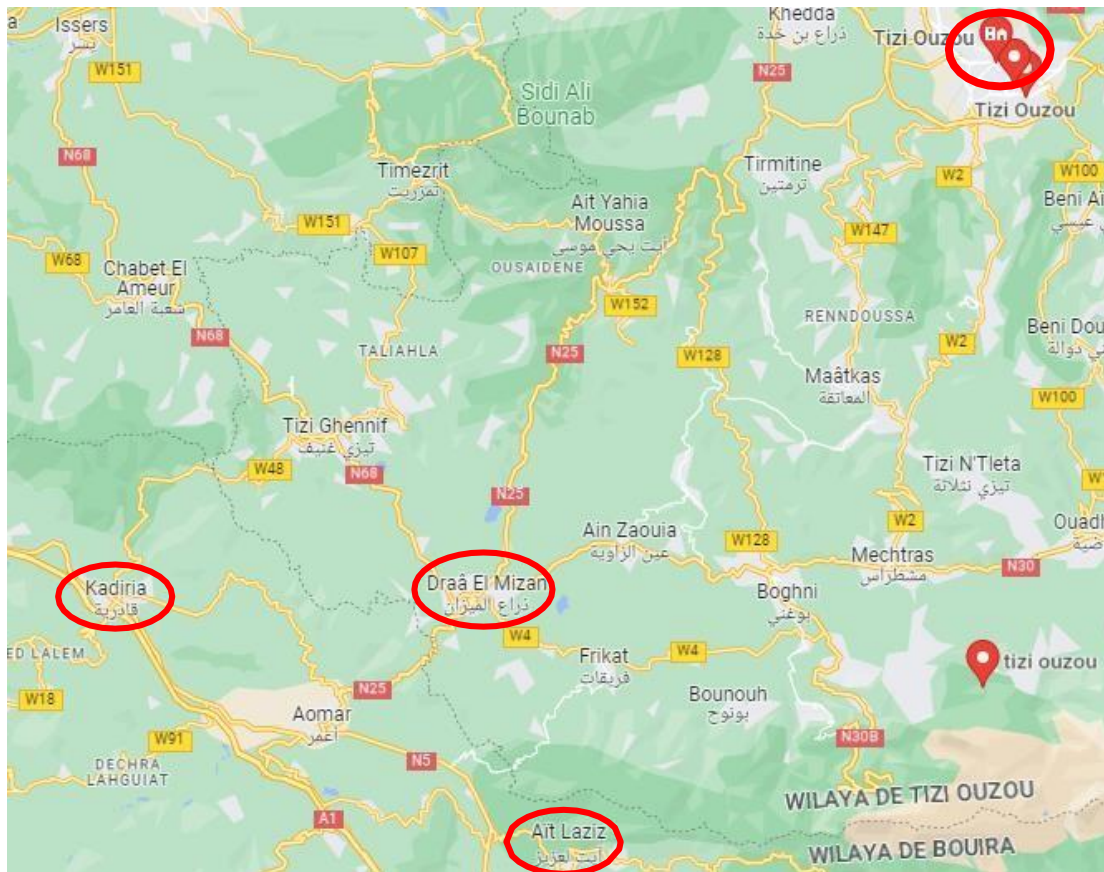


Figure II.1. Localisation des zones de prélèvement des quatre échantillons d’HOs (Google maps).

II.3. Information sur le matériel végétal et les huiles d’olive obtenues

Le Tableau II.1 suivant regroupe les informations relatives au matériel végétal.

Tableau II.1 : Information sur le matériel végétal et les HOs étudiées.

Variétés d’oliviers	Chemlal	Sigoise	Sigoise	Chemlal
Période de récolte des olives	Fin janvier – début février	Début janvier	Janvier	Fin décembre – début janvier
Mode de récolte des olives	Manuel	Manuel	Manuel	Manuel
Huiles d’olive	HOR	HOAL	HOK	HODEM

Les HOs sont extraits à partir des olives récoltées par pression à froid dans des huileries traditionnelles dans les quatre régions oléicoles précédemment cités (i.e. Redjaouna, Draâ el Mizan, Ait Laziz et Kadiria).

La Figure II.2 illustre les quatre échantillons d'HOs obtenues.



Figure II.2. Echantillons d'HOs étudiés (de gauche à droite : HODEM, HOAL, HOR et HOK).

II.4. Essais effectués sur les olives

II.4.1. Indice de maturité [48]

L'indice de maturité est déterminé sur la base de l'évaluation de la couleur de 100 olives sélectionnées au hasard dans un échantillon de 1 kg. Ces olives sont réparties en 8 catégories, allant de celles à peau vert foncé ou vert jaunâtre à celles à peau noire et à chair complètement noire comme suit :

- Classe 0 : peau vert intense.
- Classe 1 : peau vert jaunâtre.
- Classe 2 : peau verte avec des taches rougeâtres sur moins de la moitié du fruit : début de la véraison.
- Classe 3 : peau rougeâtre ou violette sur plus de la moitié du fruit : fin de la véraison.
- Classe 4 : peau noire et pulpe blanche.
- Classe 5 : peau noire et pulpe violette sans atteindre le centre de la pulpe.
- Classe 6 : peau noire et pulpe violette sans atteindre le noyau.
- Classe 7 : peau noire et pulpe violette sur toute la pulpe jusqu'au noyau.

L'indice de maturité (I.M) est le résultat de la formule suivante :

$$I.M = \frac{A0+B1+C2+D3+E4+F5+G6+H7}{100}$$

Où A, B, C, D, E, F, G et H sont le nombre de fruits des classes 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6 et 7 respectivement (de A à H sont le nombre de fruits dans chaque classe).

II.4.2. Rendement industriel [48]

Le rendement industriel (RI) est la fraction d'huile contenue une masse d'olive sonnée et qui est directement issue du processus d'extraction. Le RI se calcule comme suit :

$$RI (\%) = \frac{m_{huile}}{m_{olive}} \times 100$$

II.5. Caractérisation des huiles d'olives

II.5.1. Caractéristiques organoleptiques

Les caractéristiques organoleptiques (aspect, couleur, odeur) des quatre HO étudiées sont évaluées par les organes de sens.

- **Mode opératoire**
 - Introduire une quantité de chaque HO dans des tubes à essais propres et secs à l'aide d'une pipette graduée (**Figure II.3**).
 - Noter l'aspect, l'odeur et la couleur de chaque échantillon.



Figure II.3. Détermination des Caractéristiques organoleptiques des HO.

II.5.2. Caractéristiques physiques

II.5.2.1. Densité relative à 20°C

C'est le rapport entre la masse d'un volume d'huile et la masse du même volume d'eau à la même température.

a) Mesure à la fiole jaugée

Cette mesure a été réalisée au sein du laboratoire du département de chimie de la faculté des sciences de l'Université de Boumerdès (**Figure II.4**).

- **Mode opératoire [49]**
 - Peser une fiole jaugée de 5ml vide bien nettoyée et séchée et noter sa masse (a).
 - Remplir la fiole jaugée d'eau distillé jusqu'au trait de jauge puis la peser (b).
 - Vider, nettoyer et bien sécher la fiole jaugée puis la remplir avec l'HO jusqu'au trait de jauge (c). Noter sa masse.

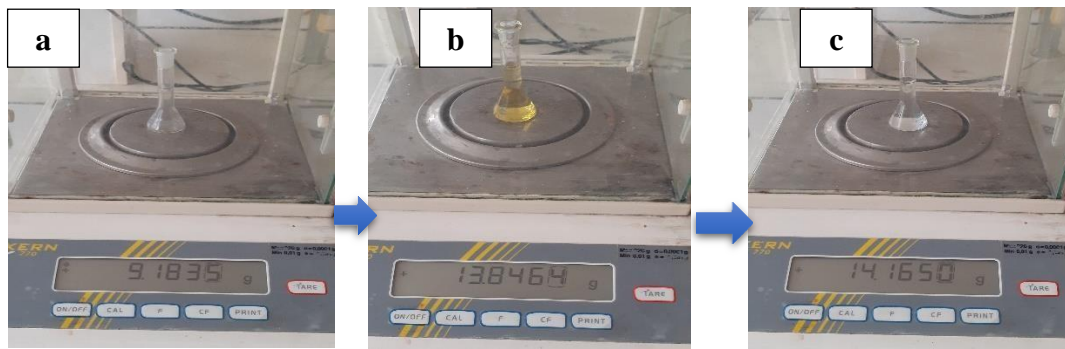


Figure II.4. Etapes de la mesure de densité (**a** : fiole vide ; **b** : fiole remplie d'eau ; **c** : fiole remplie d'HO).

La densité est calculée par la formule ci-dessous :

$$d^{20} = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)}$$

Où :

d^{20} : densité relative.

m_0 : masse de la fiole jaugée vide (g).

m_1 : masse de la fiole jaugée remplie d'eau (g).

m_2 : masse de la fiole jaugée remplie d'HO (g).

b) Mesure au densimètre

Cette mesure a été réalisée au sein à l'aide d'un densimètre numérique de la marque *RUDOLPH RESEARCH ANALYTICAL* qui se trouve au Centre de Recherche et de Développement (CRD) SONATRACH, Boumerdès (**Figure II.5**).

- **Mode opératoire**

- Allumer le densimètre.
- Injecter un solvant (dans notre cas le n-heptane) à l'aide d'une seringue puis cliquer sur *AIR PUMP* qui s'affiche sur l'écran pour nettoyer et éliminer les bulles d'air dans les tubes.
- Une fois les bulles d'air éliminées, prendre une seringue remplie d'échantillon d'HO et l'injecter dans le densimètre.
- Définir la température (20°C) puis cliquer sur *START* et attendre l'affichage de la valeur de la densité et la masse volumique.



Figure II.5. Densimètre numérique *RUDOLPH RESEARCH ANALYTICAL*.

II.5.2.2. Indice de réfraction

La mesure de l'indice de réfraction des HOs a été effectuée à l'aide d'un réfractomètre digitale *Bellingham & Stanley RFM 340* (Figure II.6) au niveau de CRD-SONATRACH qui affiche la valeur à 20°C.

- **Mode opératoire**

- Allumer le réfractomètre en appuyant sur le bouton d'allumage.
- Verser quelques gouttes d'eau distillée sur la cellule de mesure.
- Appuyer sur le bouton READ (la valeur 0 s'affiche sur l'écran si la cellule est bien nettoyée).
- Nettoyer la cellule à l'aide d'un papier absorbant.
- Déposer quelques gouttes d'HO sur la cellule de mesure.
- Appuyer sur le bouton READ puis noter la valeur affichée ;
- Rincer la cellule avec de l'eau distillée et du n-heptane puis nettoyer avec du papier absorbant.



Figure II.6. Réfractomètre digitale *Bellingham & Stanley RFM 340*.

II.5.2.3. Miscibilité dans les solvants

La miscibilité dans un solvant est déterminée par le volume de solvant nécessaire pour former avec 1 ml d’HV une solution limpide. La miscibilité a été effectuée dans les solvants suivants : éthanol 96%, hexane, cyclohexane, chloroforme, méthanol et n-heptane.

- **Mode opératoire**

- A l’aide d’une pipette introduire 1 ml d’HO dans un tube à essai et lui ajouter un volume (V) de solvant par fractions de 1 ml.
- Agiter le mélange après chaque ajout.
- Noter le volume de solvant additionné une fois que la solution devient limpide.

II.5.2.4. Teneur en eau et en matières volatiles

La méthode consiste à sécher le produit après l’avoir chauffé à une température de 103°C dans une étuve à température constante à pression atmosphérique jusqu’à obtention d’une masse constante.

- **Mode opératoire [50] (Figure II.7)**

- Peser, environ 3 g d’HO dans un creuset sec (a) et le placer dans l’étuve de la marque *BINDER* pendant 24 heures à température de 103°±2 C (b).
- Retirer l’échantillon de l’étuve et le laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu’à température ambiante (c) puis le peser.

L’humidité « H », exprimée en % massique, est calculée selon la formule suivante :

$$H (\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

m₀ : masse du creuset vide (g).

m₁ : masse du creuset et de la prise d’essai avant séchage (g).

m₂ : masse du creuset et de la prise d’essai après séchage (g).

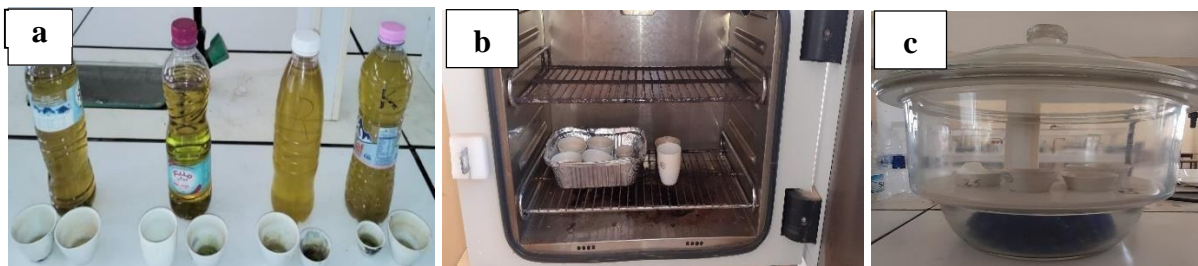


Figure II.7. Etapes de détermination de la teneur en eau et en matières volatiles (a : pesage des HO ; b : séchage dans l’étuve ; c : refroidissement dans le dessiccateur).

II.5.2.5. Cendre totale

La teneur en cendres est le pourcentage en masse du résidu incombustible recueilli après la calcination complète de l'échantillon.

- **Mode opératoire**
 - Reprendre les échantillons séchés à $103\pm 2^{\circ}\text{C}$ avec les creusets et les introduire dans un four à moufle de la marque *Stnart* (**Figure II.8**).
 - Porter le four à 550°C pendant 2 heures.
 - Après calcination, retirer les creusets du four et les mettre dans un dessiccateur.
 - Dès que les creusets ont atteint la température ambiante peser les rapidement en raison du caractère hygroscopique des cendres.



Figure II.8. Four à moufle de la marque Stnart.

Le taux de cendres est calculé selon la formule suivante :

$$\text{Cendres (\%)} = \frac{m_c - m_v}{m_s - m_v} \times 100$$

Où :

m_s : la masse du creuset après séchage et refroidissement (g).

m_v : la masse du creuset vide (g).

m_c : la masse du creuset après calcination (g).

II.5.2.6. Point de fumée

- **Mode opératoire [51]**
 - Verser un volume de 5ml d'HO dans un creuset et le placer sur une plaque chauffante.
 - Chauffer l'échantillon jusqu'à ce que la fumée devienne visible. À ce moment, enlever le creuset et mesurer avec un thermomètre la température de l'huile d'olives qui sera approximativement le point de fumée ;

II.5.2.7. Point de solidification et de fusion

- **Mode opératoire**

- Verser dans un tube à essai un volume d'HO et le placer au réfrigérateur en vérifiant l'évolution de l'abaissement de la température à l'aide d'un thermomètre jusqu'à l'obtention d'un solide. Noter la température de solidification.
- Le même tube à essai est ensuite mis dans un bain-marie à 20-30°C pour la détermination du point de fusion au cours du réchauffement.

II.5.2.8. Viscosité dynamique

La mesure de la viscosité dynamique a été réalisée à l'aide d'un viscosimètre de la marque *PAC HERZOG HVM 472* (Figure II.9) qui se trouve au niveau du CRD-SONATRACH.

- **Mode opératoire [52]**

- Allumer l'appareil ainsi que l'ordinateur et ouvrir le logiciel de mise en réseau HLIS® basé sur Windows.
- Verser respectivement une quantité de chaque échantillon d'HO dans des petits béchers et placez les échantillons préparés dans le chargeur d'échantillons l'un après l'autre.
- À partir de l'ordinateur avec le logiciel de mise en réseau HLIS® saisir le nom de chaque échantillon ainsi que la température d'analyse (20°C).
- Après 90 min la valeur de la viscosité cinématique de chaque échantillon sera affichée sur l'écran.



Figure II.9. Viscosimètre *PAC HERZOG HVM 472*.

II.5.2.9. Colorimétrie

Le spectrophotomètre utilisé pour la mesure est de la marque *Lovibond PFX-i Série* qui se trouve au sein du CRD-SONATRACH (**Figure II.10**).

- **Mode opératoire**
 - Remplir la cuve à faces parallèles avec de l'eau distillée pour remettre à zéro l'appareil.
 - Remplir la cuve à faces parallèles aux trois quarts avec de l'HO.
 - Fermer le couvercle et appuyer sur Read.
 - Lire la valeur de l'absorbance (A) ainsi que la description de la couleur affichée et les noter.



Figure II.10. Spectrophotomètre *Lovibond PFX-i Série*.

II.5.2.10. Centrifugation

La centrifugeuse utilisée pour effectuer ce test est de la marque *NCP TECH NORMALAB* (**Figure II.11**). Cette dernière se trouve au sein du CRD.

- **Mode opératoire**
 - Verser 100 ml de chaque huile dans des tubes à centrifugeuse.
 - Placer les tubes dans les portes tubes de la centrifugeuse (**b**).
 - Régler le temps de rotation à 30 min et la vitesse à 3500 tour/min à l'aide de l'écran de l'appareil.



Figure II.11. Centrifugeuse *NCP TECH NORMALAB* (a : appareil ; b : porte tubes).

II.5.3. Caractéristiques chimiques

II.5.3.1. Potentiel d'hydrogène (pH)

a) Mesure au papier pH (Figure II.12)

- **Mode opératoire**
 - Mettre une goutte de chaque HO sur un bout de papier pH ;
 - Attendre un instant jusqu'au changement de la couleur du papier ;
 - Déduire le pH approximatif en comparant la couleur révélée avec les couleurs affichées sur la boîte.



Figure II.12. Papier pH.

b) Mesure au pH-mètre (Figure II.13)

- **Mode opératoire**
 - Allumer le pH-mètre (marque *Hach SensION⁺ PH3*) qui se trouve au niveau du CRD-SONATRACH et rincer l'électrode en verre avec de l'eau distillée.
 - Plonger l'électrode dans un bécher contenant l'HO et noter la valeur du pH affichée.
 - Rincer l'électrode avec de l'eau distillée.



Figure II.13. pH-mètre *Hach SensION⁺ PH3*.

II.5.3.2. Conductivité électrique (CE)

Le conductimètre utilisé pour mesurer la conductivité électrique (CE) des HOs est un modèle *INOLAB 740* (Figure II.14) qui se trouve dans un des laboratoires du département biologie de

l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Cette mesure a été effectuée afin d'évaluer la qualité de l'huile (présence ou absence d'impuretés).

- **Mode opératoire**

- Allumer le conductimètre et rincer la sonde avec de l'eau distillée et la plonger dans un bécher contenant l'HO.
- Noter la valeur de la CE affichée.
- Rincer la sonde avec de l'eau distillée.



Figure II.14. Conductivimètre *INOLAB 740*.

II.5.3.3. Indice d'acide et acidité

L'indice d'acide (I_A) est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser l'acide libre contenu dans 1 g d'HO. La teneur en acides libres des corps gras augmente avec le temps. Par conséquent, l'indice d'acide peut juger de l'état de détérioration de l'huile. Le dosage a été effectué, deux fois pour chaque échantillon, au sein d'un laboratoire du département de chimie.

- **Mode opératoire [53]**

- Peser 2 g d'HO dans un bécher à l'aide d'une balance analytique.
- Introduire dans ce bécher 5 ml d'éthanol à 95% neutralisé et 2 à 3 gouttes de phénolphthaléine jusqu'à coloration rose clair persistante (a) (**Figure II.15**).
- Agiter le mélange formé puis le chauffer pendant un moment.
- Les acides gras sont titrés par une solution de KOH éthanolique (0,1 N) contenue dans une burette jusqu'à l'apparition d'une couleur rose persistante qui dure environ 15 secondes (b).
- Noter le volume de la solution de KOH utilisée.

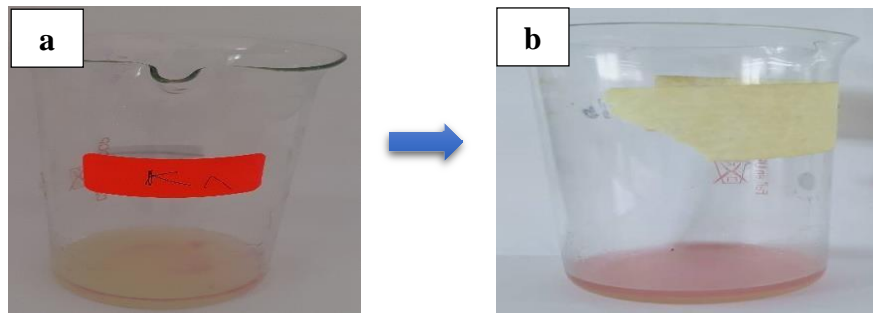


Figure II.15. Couleur de la solution à titrer (a : avant équivalence ; b : après équivalence).

L'indice d'acide se calcule par la formule suivante :

$$I_A = \frac{56,1 \times C \times V}{m}$$

V : volume de KOH utilisé pour le dosage (ml).

C : concentration de la solution de KOH (0,1 N).

m : masse de la prise d'essai (g).

L'acidité, exprimée en pourcentage d'acide oléique, est calculée par la formule suivante :

$$\text{Acidité} = I_A/2$$

II.5.3.4. Indice de saponification

L'indice de saponification (Is) est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides libres et saponifier les esters présents dans un gramme d'HO. Les essais ont été réalisés deux fois pour chaque échantillon.

- **Mode opératoire [54]**

- Peser 2g d'HO et les introduire dans un ballon de 250ml à fond rond.
- Ajouter 25ml d'une solution éthanolique de KOH (0,5 N) ainsi que 2 à 3 pierres ponce.
- Porter le mélange à ébullition sous un réfrigérant à reflux pendant 1h30.
- Récupérer la solution chaude sans les pierres ponce dans un bécher et ajouter à cette dernière 1ml de phénolphthaléine (a) et titrer la par une solution d'HCl (0,5M) jusqu'à la disparition de la couleur rose (b) (**Figure II.16**).
- Noter le volume de HCl ajouté.
- Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions.

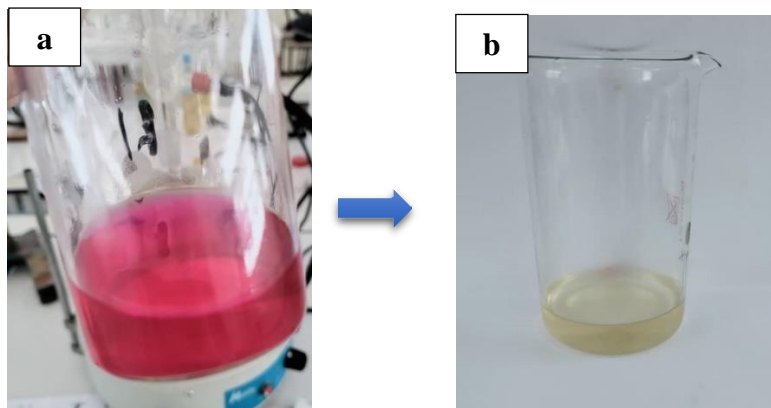


Figure II.16. Couleur de la solution à titrer (a : avant équivalence ; b : après équivalence).

L'indice de saponification (I_s) est donné par la formule suivante :

$$I_s = \frac{(V_0 - V_1) \times C \times 56.1}{m}$$

m : masse de la prise d'essai (g).

V_0 : volume d'HCl pour l'essai à blanc (ml).

V_1 : volume d'HCl utilisé dans l'essai avec l'huile (ml).

C : concentration molaire de la solution d'HCl (0,5 mol/l).

M : masse molaire de KOH (56,1 g/mol).

II.5.3.5. Indice d'ester

L'indice d'ester (I_E) désigne le nombre de milligrammes de sel de potassium nécessaires pour saponifier l'ester contenu dans un gramme de matière grasse. L'indice d'ester n'est pas mesurable mais calculé à partir de l'indice d'acide (I_A) et de l'indice de saponification (I_s).

$$I_E = I_s - I_A$$

II.5.3.6. Pourcentage d'impureté ou pourcentage de l'altération

L'altération d'un corps gras peut être estimée par la formule suivante :

$$\% P_A = \frac{I_A}{I_s} \times 100$$

$\% P_A$: pourcentage de l'altération.

I_A : indice d'acide.

I_s : indice de saponification.

II.5.3.7. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est une mesure de la quantité de peroxydes dans une huiles, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile (meq d'O₂/Kg). La détermination de la teneur en peroxyde de l'huile permet d'évaluer les niveaux d'oxydation primaire. Les essais ont été réalisés deux fois pour chaque échantillon.

- **Mode opératoire [55]**

- Peser 2 g d'HO puis mettez-les dans une fiole et lui ajouter 10ml de chloroforme tout en agitant afin de dissoudre l'huile. Ajouter à cette dernière 15ml d'acide acétique glaciale et 1ml d'iodure de potassium saturé (3g/ml), boucher rapidement puis agitée vigoureusement pendant 1 minute.
- Couvrir bien la fiole avec du papier aluminium et laisser là à l'obscurité pendant 5min à température ambiante.
- Après l'écoulement de 5 min, ajouter à la solution 75 ml d'eau distillée ainsi que 3 à 4 gouttes d'empois d'amidon (1g/100ml), la solution devient violette (a) (**Figure II.17**).
- Titrer le contenu de la fiole par une solution de thiosulfate de sodium à 0,01N jusqu'à la disparition de la couleur violette (b).
- Noter le volume du thiosulfate de sodium ajouté.
- Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions.

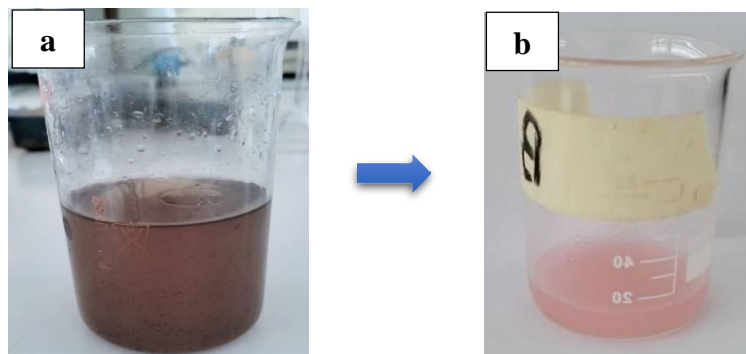


Figure II.17. Couleur de la solution à titrer (a : avant équivalence ; b : après équivalence).

L'indice de peroxyde (I_P) est donné par la formule ci-après :

$$I_P \text{ (meq d'O}_2\text{/Kg)} = N (V - V_0) \times \frac{1000}{m}$$

N : normalité Na₂S₂O₃ (0,01 N).

V , V_0 : volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ nécessaire pour le titrage de l'échantillon et de l'essai à blanc respectivement (ml).

m : masse de la prise d'essai (g).

II.5.4. Analyses spectrophotométriques

Les mesures des extinctions spécifiques, des indices d'amertume et ainsi que des SPF ont été réalisées à l'aide d'un spectrophotomètre ultraviolet (UV) de marque *UV-1800 SHIMADZU* (Figure II.18). Le dosage des pigments et l'indice de couleur photométrique ont été effectués à l'aide d'un spectrophotomètre modèle *SAFAS UV MC2* (Figure II.18). Ces mesures ont été accomplies au CRD-SONATRACH.



Figure II.18. Spectrophotomètre UV-1800 SHIMADZU et SAFAS UV MC2 respectivement.

II.5.4.1. Extinction spécifique dans l'UV

L'extinction spécifique de l'huile d'olive est considérée comme étant une image de son état d'oxydation. Dans le but d'évaluer la qualité des huiles étudiées, on a déterminé les coefficients d'extinction spécifique K_{232} et K_{270} .

- **Mode opératoire [56]**
 - Allumer le spectrophotomètre UV une heure avant d'effectuée la mesure.
 - Diluer 0,1g d'HO dans 10 ml de cyclohexane.
 - Effectuer la lecture des absorbances dans une cuve en quartz aux longueurs d'onde 232 nm et 270 nm par rapport à celle du solvant (i.e. cyclohexane).
 - Noter la valeur de l'absorbance affichée sur le spectrophotomètre UV.
 - Répéter chaque mesure 3 fois.

L'extinction spécifique K est calculée par la formule suivante :

$$K = \frac{A(\lambda)}{c}$$

K : coefficient d'extinction molaire.

(λ) : absorbance à la longueur d'onde λ .

C : concentration de la solution (g/100ml).

Afin de déterminer la variation de l'extinction spécifique (ΔK), les absorbances des échantillons d'HO aux longueurs d'onde 232 nm, 264 nm et 274 nm ont été mesurées :

$$\Delta K = K_{270} - \frac{1}{2} (K_{264} + K_{274})$$

K_{270} , K_{264} et K_{274} : extinctions spécifiques aux longueurs d'onde 270 nm, 264 nm et 274 nm respectivement.

II.5.4.2. Dosage des pigments

L'HO vierge contient essentiellement deux pigments colorés qui sont responsables de sa couleur caractéristique. Ce sont la chlorophylle et les caroténoïdes. Leur détection est basée sur le dosage de la phéophytine et de la lutéine, représentant respectivement la chlorophylle et les caroténoïdes.

- **Mode opératoire [57]**

- Diluer 7,5 g d'HO dans 25 ml de cyclohexane et bien agiter le mélange.
- Effectuer la lecture de l'absorbance à 670 nm pour la chlorophylle et à 470 nm pour le caroténoïde par rapport au blanc (i.e. cyclohexane).
- Noter les valeurs des absorbances obtenues à chaque longueur d'onde.
- Répéter chaque mesure 3 fois.

Les taux des pigments sont calculés par les formules suivantes :

$$\text{Chlorophyll(mg kg}^{-1}\text{)} = \frac{A_{670} \times 10^6}{613 \times 100 \times d}$$
$$\text{Carotenoid(mg kg}^{-1}\text{)} = \frac{A_{470} \times 10^6}{2000 \times 100 \times d}$$

d : épaisseur de la cuve (1 cm).

613 : coefficient d'extinction de la chlorophylle.

2000 : coefficient d'extinction de caroténoïde.

II.5.4.3. Indice d'amertume

L'indice d'amertume de l'HO consiste en l'extraction des composés amers d'un échantillon d'OH et en la mesure d'absorbance à 225 nm.

- **Mode opératoire [58]**

- Dissoudre 1 g d'huile d'olives dans 4 ml d'hexane.
- À un 01 ml de ce mélange ajouter 25 ml de méthanol.
- Mesurer l'absorbance au spectrophotomètre à 225 nm et noter la valeur.
- Répéter chaque mesure 3 fois.

II.5.4.4. Détermination du SPF

- **Mode opératoire**

- Diluer 1g d'HO dans 100 ml d'hexane et mesurer les absorbances de 290 nm à 320 nm par intervalle de 5 nm.
- Effectuer les lectures dans des cuves en quartz par rapport à celle du solvant.
- Noter toutes les valeurs d'absorbances affichées pour chaque longueur d'onde ;
- Répéter chaque mesure 3 fois.

L'SPF est calculé par la formule suivante :

$$SPF = CF \times \sum_{290}^{320} EE(\lambda) \times I(\lambda) \times ABC(\lambda)$$

CF : facteur de correction (=10).

$(\lambda) \times I$: constantes (**Tableau II.2**)

(λ) : absorbance de l'échantillon à la longueur d'onde λ .

Tableau II.2 : Valeurs de $EE(\lambda) \times I$ aux différentes longueurs d'ondes.[59]

$\lambda(\text{nm})$	$EE(\lambda) \times I(\lambda)$
290	0,0150
295	0,0817
300	0,2874
305	0,3278
310	0,1864
315	0,0839
320	0,0180

II.5.4.5. Indice de couleur photométrique [60]

- **Mode opératoire**

- Chauffer l'échantillon d'HO à 25-30 °C
- Noter les absorbances à 460, 550, 620, et 670 nm contre l'air.
- Répéter chaque mesure 3 fois.

L'indice de couleur photométrique (PCI) est calculé en appliquant la formule ci-dessous.

$$PCI = 1,29 \times (A_{460}) + 69,7 \times (A_{550}) + 41,2 \times (A_{620}) - 56,4 \times (A_{670})$$

A : absorbance.

II.5.5. Spectroscopie Infra Rouge à transformée de FOURIER (FTIR)

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) utilisant la technologie ATR (Attenuated Total Reflectance) a été employée pour l'analyse des HOs. L'appareil utilisé est un *Perkin Elmer Spectrum Two* utilisant le logiciel *PerkinElmer Spectrum* pour l'analyse des données qui se trouve au niveau du CRD-SONATRACH (**Figure II.19**).

- **Mode opératoire**

- Mettre du KBr dans l'étuve à 105°C une heure, puis le laisser refroidir dans un dessiccateur.
- Préparer une pastille de KBr et la faire passer dans l'équipement pour avoir la ligne de base (background).
- Verser quelques gouttes d'HO à analyser sur la pastille préparée et la placer sur le support pour analyse.
- Fermer le couvercle de l'équipement et analyser l'échantillon.



Figure II.19. Spectrophotomètre FTIR *Perkin Elmer Spectrum Two*.

II.5.6. Observations microscopiques

Les HOs ont été examinées par un microscope droit de la marque *Olympus BX43*, du CRD-SONATRACH, muni d'un objectif 40x et équipé d'une caméra numérique *Olympus SC180* et d'un adaptateur *Olympus U-CMAD3* (**Figure II.20**). Les observations s'affichent sur l'écran de l'ordinateur avec un logiciel *Olympus cellSens Entry* avec 02 types de lumière « lumière normale et lumière polarisée ». Ce dernier se trouve au sein du CRD-SONATRACH.

- **Mode opératoire**

- Déposer une goutte d'HO entre une lame et une lamelle.
- Placer la préparation de manière que la lamelle soit orientée vers le haut et fixer la lame sur la platine avec les valets.
- Sélectionner l'objectif de grossissement 40x au-dessus de la préparation en faisant pivoter la tourelle.
- Regarder dans l'oculaire et ajuster l'objectif puis procéder à la capture d'écran.



Figure II.20. Microscope optique *Olympus BX43*.

II.6. Incorporation des huiles d'olives dans des formulations et étude de stabilité

L'objectif de cette partie est d'incorporer les huiles d'olives de Draâ el Mizan (HODEM) et de Ait Laziz (HOAL) en raison de leur SPF élevées dans des crèmes solaires et de les caractériser.

II.6.1. Formulation des crèmes solaires

Les crèmes ont été formulées au sein du laboratoire de département de Chimie (FS-UMBB).

Au total, six crèmes ont été formulées :

- 02 crèmes témoins sans HO : une sans TiO_2 (FT1) et une avec TiO_2 (FT2).
- 02 crèmes contenant HOAL : une sans TiO_2 (F1) et une avec TiO_2 (F3).
- 02 crèmes contenant HODEM : une sans TiO_2 (F2) et une avec TiO_2 (F4).

Deux crèmes solaire commerciales ont été prises comme référence (**Figure II.21**) :

- Crème solaire commerciale « VENUS »

- Crème solaire « Zorah ».



(a)



(b)

Figure II.21. Crèmes commerciales (a : Venus, b : Zorah).

II.6.1.1. Matières premières

Les matières utilisées dans les crèmes formulées sont illustrées dans la **Figure II.22**. Le Tableau II.3 ci-dessous regroupe les rôles de chaque produit.



Figure II.22. Matière premières utilisées pour les formulations.

Tableau II.3 : Nom INCI, rôle et incorporation des matières premières utilisées dans la formulation.

Matière première	Nom INCI	Rôle	Incorporation
Huile d'olive	<i>Olea europaea fruit oil</i>	Hydratante	Phase huileuse
Eau distillée	<i>Aqua</i>	Hydratante	Phase aqueuse
Lanette O	<i>Cetearyl alcohol</i>	Emulsifiant	Phase huileuse
Vitamine E	<i>Tocophérol</i>	Anti oxydant	Emulsion
Glycérine	<i>Glycerin</i>	Hydratante	Phase aqueuse
Tween 80	<i>Polysorbate 80</i>	Emulsifiant	Phase aqueuse
Acide stéarique	<i>Stearic Acid</i>	Emollient	Phase huileuse
Dioxyde de titane	<i>Titanium dioxide</i>	Filtre solaire	Phase aqueuse
Carbopole	<i>Carbomer</i>	Emulsifiant	Phase aqueuse
Sorbate de potassium	<i>Potassium Sorbate</i>	conservateur	Phase aqueuse
Acide Benzoïque	<i>Benzoic Acid</i>	conservateur	Phase aqueuse
parfum	/	Agent parfumant	Emulsion

II.6.1.2. Composition des crèmes

Les compositions des six formulations sont résumées dans le **Tableau II.4**.

Tableau II.4: Composition des crèmes solaires formulées.

	Matière première	FT1	F1	F2	FT2	F3	F4	Masse (g)
Phase aqueuse	Eau distillée	+	+	+	+	+	+	35,9
	Glycérine	+	+	+	+	+	+	1,5
	TiO ₂	-	-	-	+	+	+	2
	Tween 80	+	+	+	+	+	+	1,5
	Carbopol	+	+	+	+	+	+	0,25
	Sorbate de potassium	+	+	+	+	+	+	0,05
	Acide benzoïque	+	+	+	+	+	+	0,15
Phase huileuse	Lanette O	+	+	+	+	+	+	1
	Acide stéarique	+	+	+	+	+	+	1
	Huile de vaseline	+	-	-	+	-	-	7,5
	HO	-	+	+	-	+	+	7,5
Additifs	Parfum	+	+	+	+	+	+	1
	Vitamine E	+	+	+	+	+	+	0,15

(+) : présence ; (-) : absence.

II.6.1.3. Protocole de préparation

Les crèmes formulées (**Figure II.23**) sont composées de deux phases, une phase huileuse et une phase aqueuse :

a) Préparation des deux phases huileuses et aqueuse

- Peser les ingrédients de la phase huileuse et mettre cette dernière dans un bain marie.
- Peser les ingrédients de la phase aqueuse et mettre cette dernière dans un bain marie.

b) Mélange de deux phases

- Une fois que les deux phases atteignent la température 70-75°C, les mélanger jusqu'à homogénéisation.

c) Ajout des additifs

- Lorsque l'émulsion atteint la température de 35°C, ajouter la vitamine E et le parfum.
- Continuer l'agitation jusqu'à homogénéisation.



Figure II.23. Crèmes formulées.

II.6.1.4. Conservation des formulations

Les formulations sont transférées dans des boîtes appropriées est conservée à température ambiante.

II.6.2. Caractérisation des crèmes solaires

Les crèmes formulées ont été caractérisées après leurs stabilisations.

II.6.2.1. Teneurs en eau et en matières volatiles, et teneurs en cendres

a) Teneurs en eau et en matières volatiles

- **Mode opératoire**

- A l'aide d'une balance analytique peser un creuset vide et noter sa masse (m_0).
- Verser une quantité de la formulation dans le creuset, peser et noter la masse (m_1).
- Placer le creuset dans l'étuve à 105°C pendant 24 heures (**Figure II.8**).
- Retirer le creuset et le laisser refroidir dans un dessiccateur.
- Peser le creuset après refroidissement et noter sa masse (m_2).

La teneur en humidité est calculée par la formule suivante :

$$(\%) \text{ H} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Avec :

m_0 : masse du creuset vide en g.

m_1 : masse du creuset rempli avec la crème avant séchage en g.

m_2 : masse du creuset rempli avec la crème après séchage en g.

- b) Teneur en cendres**

- **Mode opératoire**

- Remettre le creuset séché dans un four à moufle à 550°C pendant 2 heures.
- Retirer le creuset et le laisser refroidir dans le dessiccateur.
- Peser le creuset après refroidissement (m_3)

La teneur en cendres est calculée par la formule suivante :

$$(\%) \text{ Cendres} = \frac{m_3 - m_0}{m_2 - m_0} \times 100$$

Avec :

m_0 : masse du creuset vide en g.

m_2 : masse du creuset rempli avec la crème après séchage en g.

m_3 : masse du creuset rempli après calcination en g.

II.6.2.2. Caractérisation macroscopique

- a) Caractéristiques organoleptiques**

Les paramètres organoleptiques (aspect, odeur, couleur) ont été examinés par analyse sensorielle.

b) Observations macroscopiques

b.1) Test d'homogénéité

- **Mode opératoire**
 - Frotter la formulation sur un objet en verre.
 - La formulation doit être homogène et sans grumeaux.

b.2) Test de lavabilité

- **Mode opératoire**
 - Appliquer une quantité de la crème sur la peau.
 - Laver la peau avec l'eau du robinet pendant 10 min.
 - Le temps de l'élimination complète de la crème est noté.

II.6.2.3. Potentiel d'hydrogène

Les mesures du pH des formulations ont été effectuées à l'aide du pH mètre *HACH LANGE* (Figure II.13).

- **Mode opératoire**
 - Peser 0,5 g d'échantillon.
 - Ajouter 50 ml d'eau distillée.
 - Agiter le mélange pendant 15 jusqu'à obtention d'une solution homogène.
 - Mesurer le pH de la solution.

II.6.2.4. Test au bleu de méthylène

Le test au bleu de méthylène a été réalisé pour but de déterminé le sens de l'émulsion.

- **Mode opératoire**
 - Mettre une petite quantité de chaque crème sur des lames en verre.
 - Ajouter quelques gouttes de solution de bleu de méthylène sur chaque crème et mélanger.
 - Noter les observations.

II.6.2.5. Test de dilution

Le test de dilution a été réalisé pour but de déterminé le sens de l'émulsion.

- **Mode opératoire**

- Peser 0,5 g d'échantillon
- Ajouter 50 ml d'eau distillée et agiter le mélange jusqu'à obtention d'une solution homogène.
- Noter les observations

II.6.2.6. Conductivité électrique (CE)

La CE des crèmes a été mesurée par le conductimètre de la marque *Inolab WTW* au niveau du laboratoire de département de chimie (FS-UMBB) (**Figure II.24**). la mesure de la conductivité a été faite afin de vérifier s'il y a inversion de phase au cours du temps.



Figure II.24. Conductimètre *Inolab WTW*.

- **Mode opératoire**

- Peser 0,5 g d'échantillon
- Ajouter 50 ml d'eau distillée et agiter le mélange jusqu'à obtention d'une solution homogène.
- Allumer le conductimètre et rincer la sonde avec de l'eau distillée
- Mettre la sonde dans le bécher contenant la solution préparée.
- Noter la valeur de la conductivité électrique affichée.
- Rincer la sonde avec de l'eau distillée.

II.6.2.7. Indice de réfraction

Les indices de réfraction des crèmes ont été mesurés au sein du laboratoire de CRD avec le réfractomètre *Bellingham Stanley* (**Figure II.6**).

- **Mode opératoire**

- Allumer le réfractomètre en appuyant sur le bouton d'allumage.
- Verser quelques gouttes d'eau distillée sur la cellule de mesure.
- Appuyer sur le bouton READ
- Nettoyer la cellule à l'aide d'un papier absorbant.
- Déposer une petite quantité de la crème à analyser dans la cellule de mesure.
- Appuyer sur le bouton READ puis noter la valeur affichée.
- Rincer la cellule avec de l'eau distillée puis la nettoyer en utilisant du papier absorbant.

II.6.2.8. Essais de centrifugation

Le test de centrifugation est effectué au niveau du laboratoire de département de chimie (FS-UMBB), la centrifugeuse utilisée est de la marque *HETTICH EBA 20* (**Figure II.25**).

- **Mode opératoire**

- Prendre les tubes secs et propres adaptés à la centrifugation.
- Remplir la moitié de chaque tube par une formulation.
- Placer les tubes dans la centrifugeuse.
- Allumer la centrifugeuse et régler le temps de rotation à 10 min et la vitesse à 3500 tour/min.



Figure II.25. Centrifugeuse *HETTICH EBA 20*.

II.6.2.9. Densité apparente

- **Mode opératoire**
 - Peser une éprouvette graduée vide.
 - Remplir l'éprouvette avec une des formulations.
 - Taper 10 fois sur un torchon plié.
 - Peser l'éprouvette remplie et noter le volume.

II.6.2.10. Observations microscopiques

Les observations microscopiques des formulations ont été effectuées au niveau du laboratoire du CRD-SONATRACH en utilisant le microscope optique de la marque *Olympus BX43* (Figure II.20).

- **Mode opératoire** (voir la partie II.5.6)

II.6.2.11. Détermination de l'SPF

Les SPF des crèmes formulées ont été mesurés par le Spectrophotomètres *UV-1800 SHIMADZU* (Figure II.18).

- **Mode opératoire**
 - Préparer une solution (eau/éthanol).
 - Diluer 1 g d'échantillon dans une fiole jaugée de 100ml avec le solvant préparé.
 - Agiter le mélange jusqu'à obtention d'une solution homogène et filtrer la solution.
 - Transférer une aliquote 5 ml de la solution filtrée dans une fiole jaugée de 50 ml et ajouter le solvant jusqu'au trait de jauge.
 - Transférer une aliquote 5 ml de la solution précédente dans une fiole jaugée de 25 ml et ajouter le solvant jusqu'au trait de jauge.
 - Utiliser la solution éthanol/eau comme blanc.
 - Mesurer les absorbances de 290 nm à 320 nm

II.6.2.12. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ont été effectuées au niveau du CRD-SONATRACH, l'appareil utilisé est un *Perkin Elmer Spectrum Two* utilisant le logiciel *PerkinElmer Spectrum* (Figure II.19).

- **Mode opératoire** (voir la partie II.5.5)

II.7. Conclusion

Dans ce chapitre ont été abordées les différentes méthodes d'analyse des huiles et des crèmes cosmétiques formulées. Tout d'abord, les méthodes de caractérisation des propriétés organoleptiques et physico-chimiques des huiles ont été établies puis leurs analyses par la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier ainsi que leurs observations microscopiques. Ensuite ont été décrites les matières premières entrant dans la composition des crèmes solaires formulées ainsi que le protocole de formulation de celle-ci. Ce chapitre s'est terminé, enfin, par la caractérisation organoleptique, physico-chimique et la spectrométrie FTIR ainsi que les observations microscopiques de ses dernières.



Chapitre III :
Résultats et discussions

III.1. Introduction

Le présent chapitre se divise en deux parties, la première sera consacrée pour les résultats accompagnés de leurs interprétations des analyses organoleptique, physico-chimiques, spectroscopiques et microscopiques des HOs. La deuxième partie sera dédiée au traitement des résultats obtenus lors de la formulation de crèmes solaires ainsi que les résultats des différentes analyses effectués sur ses dernières.

III.2. Rendement industriel (RI)

Le rendement en HO varie considérablement en fonction de la variété d'olive utilisée. La **Figure III.1** montre que la variété Chemlal (HOR et HODEM) présente le meilleur RI en HO (>70%) par rapport à la variété Sigoise (HOK et HOAL) dont le RI varie entre 60% et 70%. Cette différence peut être justifiée par la période de récolte, le climat, la zone géographique et la variété.

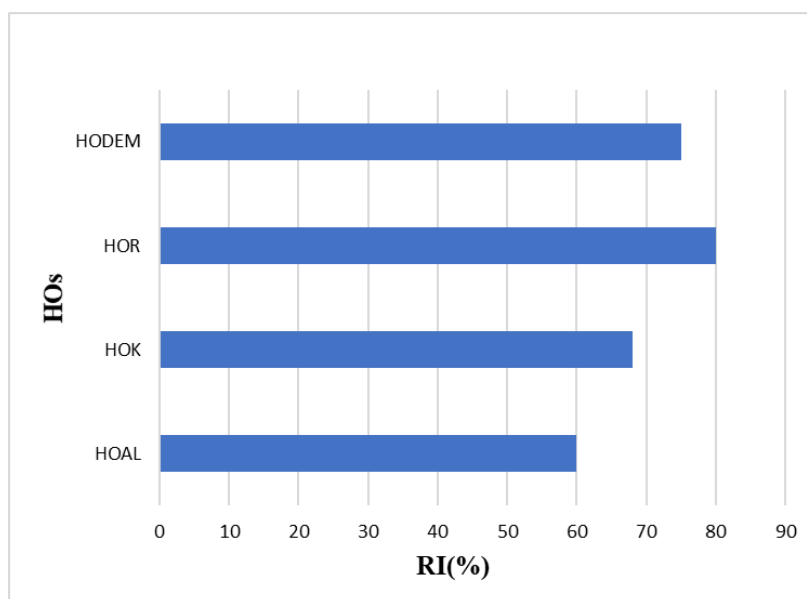


Figure III.1. RI des HOs étudiées.

III.3. Résultat des essais effectués sur le matériel végétal : indice de maturité

L'IM varie d'une variété à l'autre et est un indicateur de la maturité des fruits (i.e. olives) [61]. En effet, ce paramètre augmente avec le temps.

Les résultats obtenus au cours de cette étude (**Figure III.2**) ont montré que les olives de la variété Sigoise (HOK et HOAL) avaient un I.M relativement élevé (4,3 et 3,9 respectivement) par rapport à la variété Chemlal (HOR et HODEM dont les I.M sont de 3,5 et 2,90 respectivement).

Les différentes variétés d'olives ont des périodes de maturation différentes, ce qui signifie que certaines variétés peuvent atteindre leur pleine maturité plus tôt que d'autres. Cela peut être influencé par des facteurs génétiques propres à chaque variété ainsi que par des facteurs environnementaux tels que le climat et les conditions de croissance. Il est donc possible que la variété Sigoise mûrisse avant la variété Chemlal, ce qui expliquerait le fait que la variété Sigoise ait un indice de maturité supérieur à celui de la variété Chemlal.

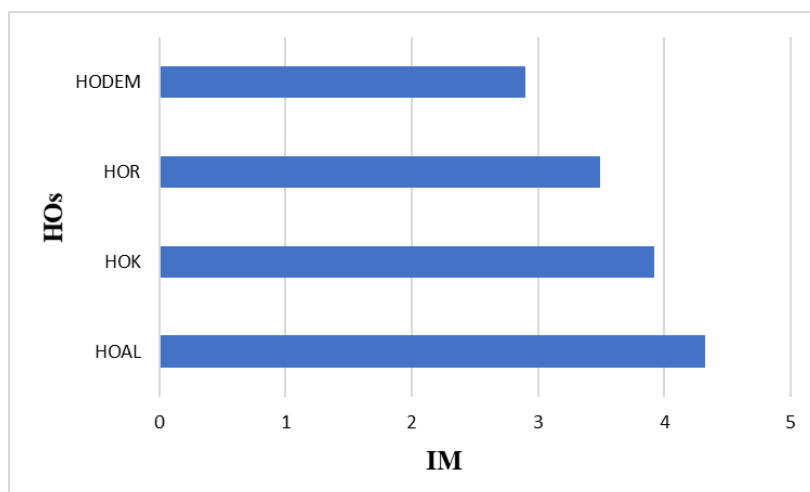


Figure III.2. I.M des HOs étudiées.

III.4. Caractérisation des huiles végétales

III.4.1. Caractéristiques organoleptiques

La couleur, l'odeur, l'aspect et le goût sont les quatre paramètres qui donnent la première impression sur la durée de vie et la conservation d'une huile. Les HOs étudiées sont illustrées sur la **Figure III.3** alors que les résultats de leurs propriétés organoleptiques sont regroupés dans le **Tableau III.1**.

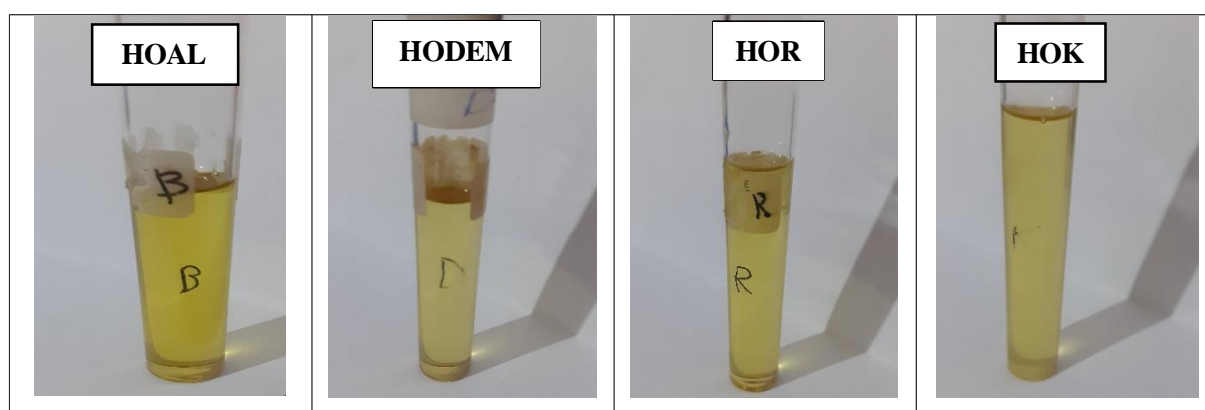


Figure III.3. Photos des HOs.

Il apparaît que les HOs étudiées sont des liquides mobiles allant du jaune pâle au jaune vert. Seule l'HOR est légèrement limpide. La variation de la nuance de la couleur de ces huiles est due à l'abondance ou au manque d'eau qu'elles contiennent. Les HOs dégagent d'agréables odeurs spécifiques dont les intensités varient. Le goût de ces huiles varie entre le fruité pour HOAL et HODEM et la légère amertume de HOK et HOR. Ce paramètre est en rapport avec la variété des olives et leur degré de maturité.

Tableau III.1 : Caractéristiques organoleptiques des HOs étudiées.

	HOAL	HOK	HOR	HODEM
Aspect	Liquide mobile	Liquide mobile	Liquide mobile légèrement limpide	Liquide mobile
Couleur	Jaune	Jaune vert	Jaune pale	Jaune vert
Odeur	Agréable et forte	Agréable et forte	Agréable et très faible	Agréable et faible
Gout	Fruité douce	Amer léger	Amer léger	Fruité douce

III.4.2. Caractéristiques physiques

Tableau III.2 : Caractéristiques physiques des HOs étudiées.

	HOAL	HOK	HOR	HODEM
Densité relative	0,921030	0,917006	0,916714	0,917222
Indice de réfraction	1,4707	1,4687	1,4688	1,4688
Teneur en eau et matière volatiles (%)	1,016	1,009	1,012	1,004
Cendre totale (°C)	1,143	1,004	1,065	1,218
Point de fumée (°C)	182,2	184,8	182,9	184,1
Point de solidification (°C)	5,8	6,5	6,3	5,5
Point de fusion (°C)	3,06	3,16	4,1	3,66
Viscosité (Cp)	78,249	76,592	77,855	78,632

III.4.2.1. Densité relative à 20 °C

La densité d'une HO est un critère très important pour évaluer sa qualité dans différents domaines. Elle donne un aperçu facile de la naturalité du produit [62].

Le **Tableau III.2** montre que la d^{20} de l'HOR (0,916) est conforme à la norme de qualité des HOs dont l'intervalle des valeurs est compris entre 0,910-0,916 [30].

Les d^{20} des trois autres HO sont légèrement supérieures à la norme mais restent néanmoins très proches à la norme précédemment citée. Les d^{20} de l'HOK et l'HODEM sont similaires à l'HO de Mimouni et Djeridi (2019) de la région de Tizi Ouzou [63]. Quant à la d^{20} de HOAL, elle est similaire à la valeur mesurée par Boughendja et Kabbaz (2020) qui ont étudiés une HO de la région de Bouira [64].

III.4.2.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction (Ir) est souvent un critère particulier pour l'identification des huiles. Son augmentation est directement liée à la longueur de chaîne des acides gras et à leur insaturation [65]. Le caractère génotypique, les conditions environnementales et les méthodes de stockage sont d'autres facteurs qui affectent les changements de l'Ir d'une huile. L'indice de réfraction est également affecté par l'acidité, la dilution, l'oxydation et la polymérisation [66].

D'après le **Tableau III.2**, les valeurs de l'Ir oscillent entre 1,469 et 1,471 pour l'ensemble des HO étudiées. L'HOAL est légèrement supérieure à la norme du Codex Stan 33-1981 [31] où l'Ir est compris entre 1,4677 et 1,4705. Cependant les trois autres HO étudiées sont conformes à cette norme. De plus, des valeurs similaires (1,467–1,470) ont également été obtenues par Tanelgan et al. (2007) qui ont étudié des HO du sud et de l'ouest de l'Anatolie (partie asiatique de la Turquie) [67].

III.4.2.3. Miscibilité dans les solvants

Le **Tableau III.3** regroupe les résultats et les constats obtenus pour l'étude de la miscibilité dans les solvants des HO. Les résultats révèlent la miscibilité des HO étudiées dans l'hexane, le cyclohexane, le chloroforme et le n-heptane d'un volume d'HO pour un volume de solvant, tandis qu'aucune miscibilité n'a été observée ni dans l'éthanol ni dans le méthanol.

Tableau III.3 : Miscibilités dans les solvants des HO étudiées.

	HOAL	HOK	HOR	HODEM
Miscibilité dans l'éthanol 96 %	Non-miscible	Non-miscible	Non-miscible	Non-miscible
Miscibilité dans l'hexane	Miscible	Miscible	Miscible	Miscible
Miscibilité dans le cyclohexane	Miscible	Miscible	Miscible	Miscible
Miscibilité dans le méthanol	Non-miscible	Non-miscible	Non-miscible	Non-miscible
Miscibilité dans le chloroforme	Miscible	Miscible	Miscible	Miscible
Miscibilité dans le n-heptane	Miscible	Miscible	Miscible	Miscible

III.4.2.4. Teneurs en eau et en matière volatiles

Les teneurs en eau et en matières volatiles (H) des huiles HOAL, HOR, HOK et HODEM varient entre 1 et 1,02% (**Tableau III.2**). Ces valeurs sont élevées par rapport à la norme établie par le COI 2022 qui fixe une concentration maximale de 0,2% [33]. Ceci pourrait être dû au système d'extraction des HOs. En effet, l'ajout de grandes quantités d'eau lors du pressage (40 à 60% du poids de la pâte), rend la séparation complète et totale de l'eau impossible [68].

III.4.2.5. Cendre totale

Les teneurs en cendres des HOs font référence à la quantité de résidus minéraux qui reste après la combustion complète des HOs (**Figure III.3**). Le **Tableau III.2** indique que les teneurs en cendres des HOs étudiées sont comprises entre 1% et 1,22%. Ces valeurs sont élevées par rapport à la limite fixée par l'Union européenne qui est de 0,1% [69]. Cette augmentation peut être attribuée à la présence des sédiments et de résidu de la margine dans les échantillons d'HOs en raison d'une centrifugation insuffisante.

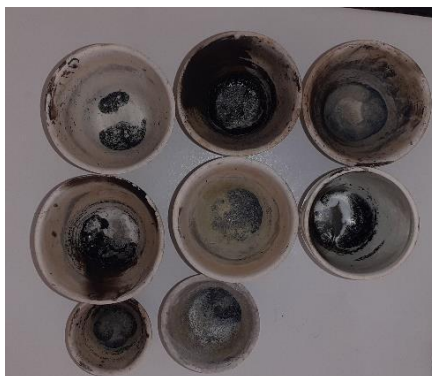


Figure III.3. Résidus après combustion totale des HOs.

III.4.2.6. Point de fumée

L'huile chauffée au-dessus de son point de fumée (nommé également point de craquage), s'oxyde et forme des radicaux libres nocifs pour la santé humaine. En effet, ses composants se dégradent, formant des composés toxiques et l'huile dégage une odeur âcre en fumant. Par conséquent il est nécessaire, de déterminer la température de fumée de chaque échantillon à laquelle la transformation oxydative de chaque huile commence [70]. C'est la température à laquelle l'huile ne doit pas être chauffée.

Les points de fumée des HOs étudiées sont illustrés sur le **Tableau III.2**. Des différences ont été observées entre les résultats obtenus qui varient de 182°C à 185°C. Ces valeurs sont dans les normes exigées par le COI dont le point de fumée doit être compris entre 180 et 210° [48].

Il peut être déduit que les HO étudiées sont adaptées à la cuisson à haute température jusqu'au point de fumée de chaque huile.

III.4.2.7. Points de solidification et de fusion

Le **Tableau III.2** montre les résultats des points de solidification et de fusion des 4 échantillons d'HO. Les points de fusion des échantillons varient entre 3 et 4 °C alors que les points de solidifications sont compris entre 5,5 et 6,5°C. En général, les points de fusion et de solidification sont compris entre 3 et 4 °C et entre 5 et 7 °C respectivement [71] et les résultats obtenus sont en accord avec ces intervalles.

La différence des valeurs entre les 4 échantillons peut être liée à leurs compositions en acides gras. En effet, selon Ghotra et al. (2002) [72], les graisses et les huiles contenant des acides gras saturés à longue chaîne ont des points de fusion plus élevés que les acides gras polyinsaturés ou les acides gras à chaîne courte. De plus, Zhang et al. (2005) [73], rapportent que le point de fusion estimé donne le comportement rhéologique et dépend fortement de la composition en corps gras et triglycérides.

III.4.2.8. Viscosités

La viscosité est la résistance de l'huiles à l'écoulement. Elle diminue en fonction de l'insaturation ainsi qu'avec le chauffage et augmente avec l'oxydation. Ainsi, la mesure de la viscosité peut être un bon indicateur de l'état d'altération de l'huile [74].

Les résultats du **Tableau III.2** indiquent que les viscosités dynamiques à 20°C des HO sont comprises entre 76 et 78 cp et sont ainsi conformes à la norme du COI (75-79 cp) [33]. L'HODEM présente la viscosité la plus élevée suivie de l'HOAL, l'HOR et l'HOK. Cela peut être dû à la richesse de l'HODEM en acides gras insaturés [75].

La viscosité cinématique des HO étudiées, qui est le quotient de la viscosité dynamique par la masse volumique, varie entre 0,078 et 0,085 m²/s (**Figure III.4**).

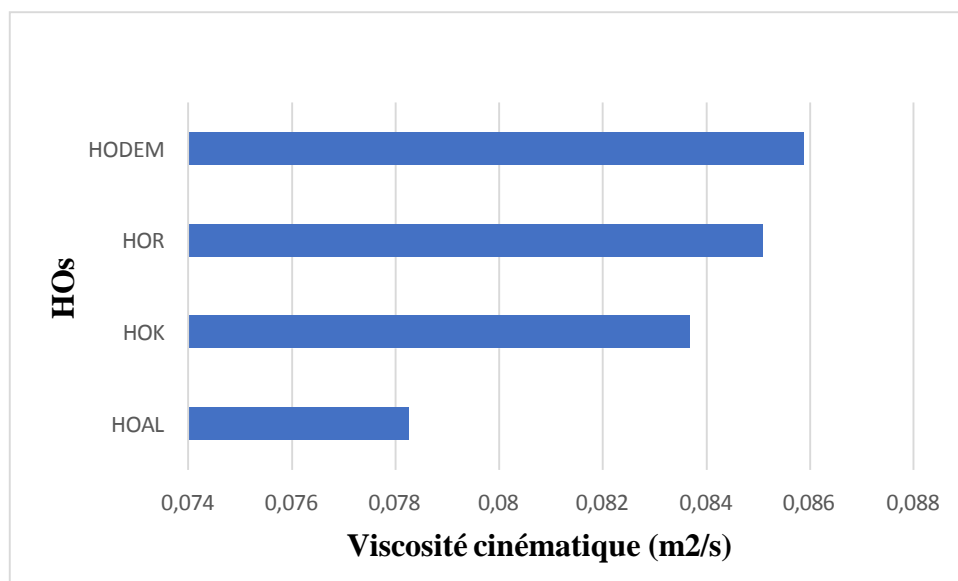


Figure III.4. viscosité cinématique des HOs étudiées.

III.4.2.9. Colorimétrie

La colorimétrie joue un rôle essentiel dans la caractérisation d'une HO, car elle permet l'évaluation objective et la quantification de sa couleur. Elle est utilisée pour évaluer la qualité et détecter les altérations. La couleur peut être associée à différents facteurs, tels que le stade de maturité des olives utilisées, le traitement post-récolte, l'exposition à la lumière ou encore l'oxydation de l'huile [57].

Selon les résultats du **Tableau III.4**, les huiles HODEM, HOAL et HOK ont la même couleur avec très peu de différence dans l'indice ASTM. Ceci indique que ces huiles ont des profils de couleur similaires avec une légère variation dans l'intensité ou la teinte spécifique de ses HOs. L'HOR a l'indice ASTM le plus élevé ce qui indique que cette huile a une couleur jaune plus intense par rapport aux autres échantillons

Tableau III.4 : Résultats obtenus par l'analyse spectrocolorimètre.

	HOK	HOAL	HODEM	HOR
Indice ASTM	1,6	1,9	1,8	2
Aspect	Plus vert, plus fort, plus claire	Plus vert, plus fort, plus claire	Plus vert, plus fort, plus claire	Plus jaune, plus fort, plus claire

III.4.2.10. Centrifugation

Le test de centrifugation est une méthode courante pour évaluer la qualité de l'huiles d'olive. Il permet de déterminer le degré de pureté et les éventuelles impuretés présentes dans l'huile. Il faut savoir qu'une huile de haute qualité doit avoir une faible teneur en eau.

La **Figure III.5** montre que l'HOR a la teneur en eau la plus élevée suivie de HOK. HOAL et HODEM ne contiennent pratiquement pas d'eau. Ces résultats sont en accord avec les colorations respectives de ces échantillons (**Tableau III.1**). De petites quantités de sédiments ont été constatés dans l'HODEM et HOAL qui pourraient être des résidus de pulpe ou des résidus végétaux. Compte tenu de la quantité négligeable des résidus les échantillons d'HOs étudiés sont purs.

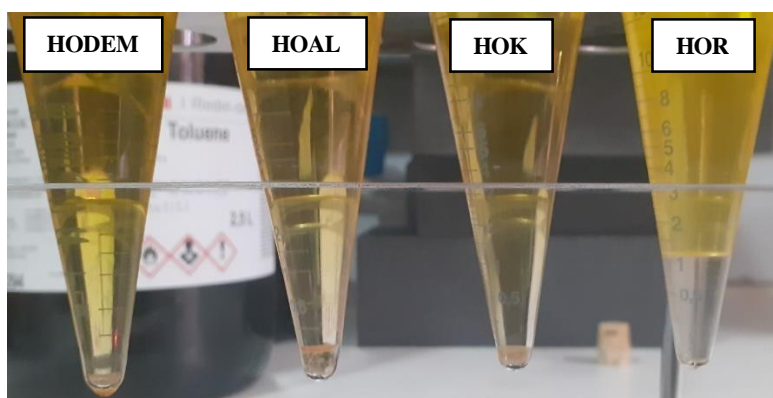


Figure III.5. Résultats des essais de centrifugation des HOs.

III.4.3. Caractéristiques chimiques

Tableau III.5 : Propriétés chimiques des HOs étudiées.

	HOK	HOAL	HODEM	HOR
pH	5,71	6,23	5,60	6,21
CE (μS)	/	/	/	/
I_A (mg de KOH/g d'huile)	2,3807	2,8977	3,0704	1,7018
Acidité (%)	1,5503	1,4488	1,5351	0,8509
I_S (mg de KOH/g d'huile)	184,505	190,175	189,91	192,935
I_E	182,12	187,275	186,835	191,225
P_A (%)	1,289	1,524	1,616	0,881
I_P (meq d'O₂/kg d'huile)	10,4370	13,3432	16,1066	11,3942

III.4.3.1. Potentiel d'hydrogène (pH)

La mesure du pH de l'huile d'olive est importante car elle permet d'évaluer son acidité et de déterminer sa qualité. D'après le **Tableau III.5**, le pH des HOs étudiées est compris entre 5,5 et 6,5. Ces valeurs de pH impliquent que les HOs étudiées ne sont pas très acides et conviennent pour des usages pharmaceutiques [76].

III.4.3.2. Conductivité électrique (CE)

La CE de l'HO est une mesure de sa capacité à conduire l'électricité. Cette mesure peut être utilisée comme indicateur de la pureté de l'huile, puisqu'une conductivité élevée peut indiquer une contamination ou une détérioration de l'huile. La CE est ainsi affectée par divers facteurs, tels que l'humidité, la présence d'ions dans l'huile, notamment des ions minéraux tels que le sodium, le potassium et le calcium, ou d'autres impuretés qui augmente la CE de l'huile.

Les mesures de CE des HOs étudiées (**Tableau III.5**) n'ont montré aucune CE signifiant des niveaux très faibles ou l'absence d'impuretés et/ou d'ions.

III.4.3.3. Indice d'acide (I_A)

L'I_A indique la susceptibilité de l'huile à subir des altérations, notamment l'oxydation, et il caractérise sa pureté et sa stabilité [77]. D'après les résultats illustrés sur le **Tableau III.5**, toutes les valeurs d'I_A pour tous les échantillons d'HOs étudiés varient entre 1,7 et 3,07 mg KOH/g d'HO. Ces valeurs sont largement inférieures au maximum autorisé par le CODEX STAN 19-1981 qui recommande des valeurs inférieures à 4 mg KOH/g d'huile pour les huiles végétales [31]. Sachant que l'huile ayant une faible valeur d'I_A est de haute qualité, l'HODEM est de meilleure qualité que les trois autres HOs.

III.4.3.4. Acidité

L'acidité d'une huile représente le pourcentage d'acides gras libres, généralement exprimé en acide oléique dans le cas de l'HO. C'est un critère important pour apprécier les propriétés alimentaires de l'HO et constitue une caractéristique essentielle de sa qualité commerciale [34]. C'est également un indicateur de la fraîcheur des fruits et de la stabilité de l'huile pendant le stockage.

Le **Tableau III.5** montre que les HOs analysées ont des acidités comprises entre 0,85% et 1,55% inférieurs à la valeur indiquée dans le COI 2022 [34] qui préconise des valeurs inférieures à 3,3%.

III.4.3.5. Indice de saponification (I_s)

D'après les résultats regroupés sur le **Tableau III.5**, les I_s varient entre 184 et 193 mg de KOH/g d'huile. Ces valeurs sont non seulement situées dans l'intervalle exigée par le COI 2022 (184-196 mg de KOH/g d'huile) [34] mais rendent aussi ces HO très intéressantes pour la fabrication du savon [31].

III.4.3.6. Indice d'ester (I_E)

L' I_E est une mesure qui indique la quantité d'esters d'acides gras présents dans l'huile[78]. Il est utilisé pour évaluer la qualité de l'huile d'olive et sa fraîcheur. Les I_E des HO étudiées sont compris entre 182 et 191 mg KOH/g d'HO (**Tableau III.5**). Les valeurs des I_E des HO étudiées sont largement supérieures à celle de l'HO analysée par Alajtal et al (2018) [79] dont la valeur est de 14,92 mg KOH/g d'HO et sont supérieures à celle de l'HO étudiée par Lotfy et al (2014) [80] qui ont obtenu une valeur de 142,5 mg KOH/g d'HO.

III.4.3.7. Pourcentage d'impureté ou pourcentage de l'altération (P_A)

Le P_A de l'HO est une mesure qui indique sa quantité d'impuretés ou d'altérations. Il est utilisé pour évaluer la pureté et la qualité de l'HO. Les impuretés peuvent inclure des particules solides, des résidus végétaux, des matières étrangères ou d'autres contaminants indésirables présents dans l'huile. L'oxydation de l'huile et les conditions de stockage inappropriées peuvent entraîner la détérioration d'une huile.

Le Tableau III.5 permet de constater que l'HOR a le P_A le plus bas (0,88%) suivie de l'HOK et de l'HOAL. L'HODEM est celle qui a le P_A le plus élevé de 1,52%. Ces résultats permettent de déduire que l'HOR est l'HO la moins altérée et qui contient le moins d'impuretés. Il faut savoir que la présence d'impuretés peut affecter la qualité et le goût de [81].

III.4.3.8. Indice de peroxyde (I_p)

L' I_p est lié aux conditions de stockage et aux méthodes d'extractions. Il permet d'apprécier d'éventuelles oxydations dans l'HO. Plus l'indice de peroxyde est élevé plus la substance contient des composés oxygénés [82]. De plus, la qualité de l'HO est meilleure lorsque l'indice de peroxyde est faible [83].

Selon les résultats regroupés dans le **Tableau III.5**, l' I_p de l'HODEM, égale à 16,11 meq d' O_2 /kg d'HO, est le plus élevé par rapport aux autres HO. Ceci est probablement dû à la richesse de HOAL en composés oxygénés. L'HOK a le I_p égale à 10,44 meq d' O_2 /kg d'huile

qui est le plus bas. Les I_p des HOs étudiées restent néanmoins inférieures au maximum autorisé par le CODEX STAN 19-1981 qui recommande moins de 20 meq d'O₂/kg d'huile [31]. Il peut être conclu par la mesure de ce paramètre que l'HOK est de meilleure qualité que les autres HOs.

III.4.4. Analyse spectrophotométrique

Tableau III.6 : Résultats d'analyse spectrophotométrique des HOs étudiées.

	HOAL	HOK	HOR	HODEM
K232	2,342	2,170	2,497	2,590
K270	0,765	0,251	0,288	0,232
K225	0,300	0,756	0,388	0,445
Chlorophylles	6,310	9,290	5,130	7,120
Caroténoïdes	1,850	1,650	2,830	2,475
ΔK	0,005	0,028	0,089	0,009
PCI	9,5719	3,1895	17,3993	56,1922

III.4.4.1. Extinction spécifique dans l'UV

L'extinction spécifique des huiles dans l'ultraviolet (K_{232} et K_{270}) constitue un paramètre important de leur qualité qui renseigne sur la présence ou l'absence de produits d'oxydation primaires ou secondaires dans l'huile [43].

a) Extinction spécifique à 232 nm

Les résultats illustrés sur le Tableau III.6 permettent de constater que toutes les extinctions spécifiques K_{232} des HOs étudiées sont inférieures à 2,6 et sont ainsi conformes aux normes établies par le COI [34]. L'HOK possède la valeur minimale de K_{232} qui est probablement due à une faible teneur en produits d'oxydation primaires par rapport aux trois autres [43].

b) Extinction spécifique à 270 nm

D'après le Tableau III.6 les huiles HODEM, HOK et HOR présentent des extinctions spécifiques K_{270} à la valeur maximale admise par le COI qui est ($\leq 0,30$) [34]. La valeur maximale de K_{270} a été notée pour l'HOAL qui dépasse la norme. Ceci pourrait être attribué à la formation de produits d'oxydation secondaires (dicétones et cétones insaturés, aldéhydes, alcools).

c) Variation de l'extinction spécifique (ΔK)

Le Tableau III.6 révèle que les ΔK des huiles HOAL et HODEM sont conformes à la norme du COI qui est $\leq 0,01$ indiquant leurs bonnes qualités [34]. La ΔK de l'HOR et HOK est, par contre, égale à 0,028 et 0,089 respectivement.

III.4.4.2. Dosage des pigments

L'huile d'olive contient des oligo-éléments qui lui confèrent des qualités organoleptiques et nutritionnelles. Parmi ces composés mineurs, les pigments dont les teneurs sont affectées par la variété, l'indice de maturité, l'origine, le système d'extraction et les conditions de stockage [84].

a) Teneur en caroténoïde

Le Tableau III.6 montre que les teneurs en caroténoïdes des HOs étudiées varient entre 2,8 et 1,65 mg/kg. La valeur la plus élevée a été obtenue pour l'HOR. A noter que les caroténoïdes sont connus pour être impliqués dans le retardement des phénomènes photooxydants et le maintien des paramètres de qualité de l'huile au cours du stockage [85].

Ces valeurs sont dans l'intervalles des résultats obtenus par Psathas et al. (2022) [86].

b) Teneur en chlorophylle

Les chlorophylles jouent un rôle important dans l'activité oxydante du produit, due à leur nature antioxydante dans l'obscurité et oxydante dans la lumière. Une faible teneur en chlorophylles permet de diminuer les risques d'oxydation des différentes huiles [87].

Les teneurs en chlorophylles des HOs étudiées sont comprises entre 5,1 et 9,3 mg/kg et dont la teneur est maximale est celle de l'HOK suivie de l'HODEM, l'HOAL et de l'HOR (Figure III.18). Ces valeurs sont dans l'intervalles des résultats obtenus par Psathas et al. (2022) [85].

III.4.4.3. Indice d'amertume (K_{225})

L'HOK s'avère être la plus amer des HOs Tableau III.6 Elle enregistre l'indice d'amertume le plus élevé de 0,76. Tandis que l'HOAL a l'indice d'amertume le plus bas de 0,3.

Selon Baccouri *et al.* (2008) [88], l'intensité de l'indice d'amertume est liée à l'activité de certaines enzymes telles que les glucosidases et les estérases responsables de l'hydrolyse de l'oleuropéine durant l'extraction de l'HO et qui augmentent aussi au cours de la maturation des olives.

III.4.4.4. SPF

La Figure III.6 indique que l'HOAL a l'SPF la plus élevé (~23) suivie de l'HODEM (~20), de l'HOK (~11) et de l'HOR (~8). Ces résultats pourraient être justifiés par divers paramètres tels que la période de récolte, le climat et la zone géographique qui peuvent avoir un effet sur la composition chimique de l'HO. Ces résultats sont supérieurs à ceux trouvés par Kaur et Saraf

(2010) [89] sauf pour l'HOR. Les huiles HOAL et HODEM ont ainsi une bonne capacité de protection solaire.

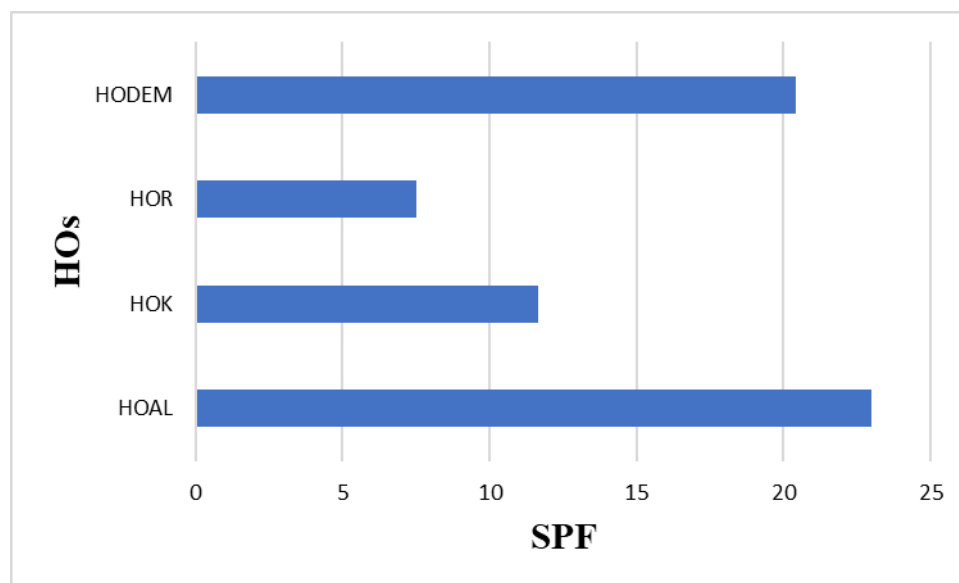


Figure III.6. SPF des HOs étudiées.

III.4.4.5. Indice de couleur photométrique (PCI)

Le Tableau III.6 permet de constater que l'HODEM a le PCI le plus élevé de 56,2 suivie de l'HOR (17,4), de l'HOAL (9,6) et de l'HOK (3,2). Les HOs étudiées ont des couleurs variables mais conformes à ceux exigées par la norme AFNOR (1993) qui les situent entre 1 et 45 à l'exception de HODEM qui dépassent largement cet intervalle.

III.4.5. Spectroscopie Infra Rouge à transformée de FOURIER (FTIR)

L'identification des fonctions chimiques en spectroscopie IR facilite la comparaison entre les HOs. Les spectres IR des HOAL, HODEM, HOK et HOR sont illustrés dans la Figures III.7. Les nombres d'ondes ainsi que les fonctions chimiques correspondantes pour HOAL, HODEM, HOK et HOR sont représentés et regroupés dans les Tableaux III.7, III.8, III.9 et III.10 respectivement.

Tableau III.7 : Fonctions chimiques de l'HOAL.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3472,08	O-H	Elongation	Alcool
3007,70	=CH	Elongation	Alcène
2925,23	-CH ₂	Elongation asymétrique	Alcane
2854,49	-CH ₂	Elongation symétrique	Alcane
1745,04	C=O	Elongation	Cétone
1654,54	C=O	Elongation	Cétone
1465,82	C-C	Elongation	Alcane
1377,47	-CH ₃	Déformation	Alcane
1163,80	C-O	Elongation	Ester
721,94	=C-H	Déformation	Alcène

Tableau III.8 : Fonctions chimiques de l'HODEM.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3472,70	O-H	Elongation	Alcool
3006,55	=CH	Elongation	Alcène
2925,50	-CH ₂	Elongation asymétrique	Alcane
2854,76	-CH ₂	Elongation symétrique	Alcane
2027,11	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1746,19	C=O	Elongation	Cétone
1654,94	C=O	Elongation	Cétone
1465,79	C-C	Elongation	Alcane
1418,60	=C-H	Déformation	Alcène
1377,86	-CH ₃	Déformation	Alcane
1239,07	C-O	Elongation	Acide carboxylique
1163,66	C-O	Elongation	Ester
1118,89	C-O	Elongation	Ester
1097,60	C-O	Elongation	Ester
722,72	=C-H	Déformation	Alcène

Tableau III.9: Fonctions chimiques de l'HOK.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3472	O-H	Elongation	Alcool
3006	=CH	Elongation	Alcène
2924,31	-CH ₂	Elongation asymétrique	Alcane
2853,67	-CH ₂	Elongation symétrique	Alcane
1744,49	C=O	Elongation	Cétone
1164,76	C-O	Elongation	Ester
720,25	=C-H	Déformation	Alcène

Tableau III.10 : Fonctions chimiques de l'HOR.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3472,94	O-H	Elongation	Alcool
3006,70	=CH	Elongation	Alcène
2925,15	-CH ₂	Elongation asymétrique	Alcane
2854,54	-CH ₂	Elongation symétrique	Alcane
1746,04	C=O	Elongation	Cétone
1465,76	C-C	Elongation	Alcane
1377,81	-CH ₃	Déformation	Alcane
1238,67	C-O	Elongation	Acide carboxylique
1165,70	C-O	Elongation	Ester
1118,82	C-O	Elongation	Ester
722,02	=C-H	Déformation	Alcène

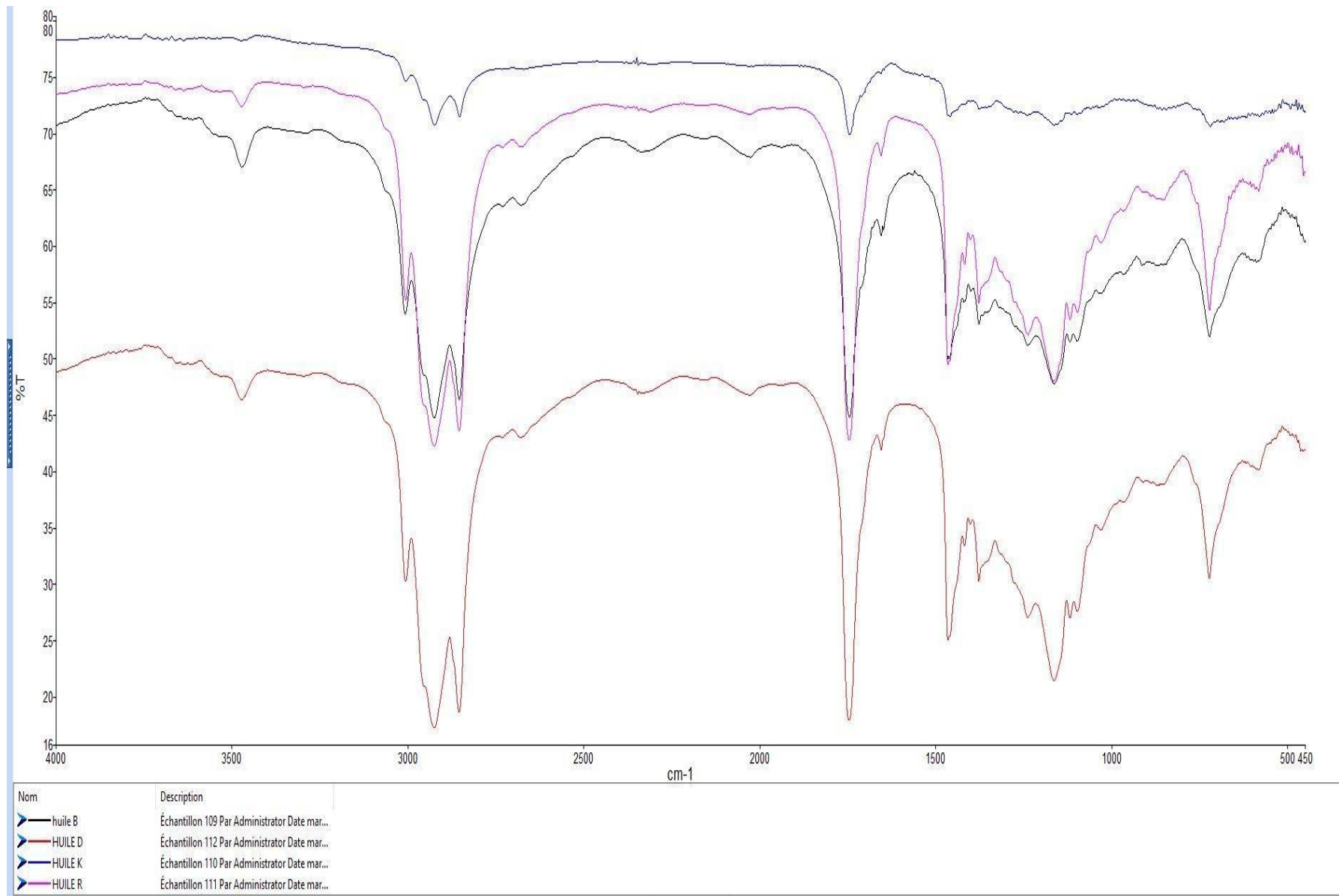


Figure III.7. Spectre infrarouge des HO étudiées.

L'analyse FTIR a relevé que les HO contiennent diverses fonctions chimiques qui sont principalement des acides carboxyliques, des alcools, des alcanes, des alcènes, des cétones et des esters. Des pics similaires de ceux obtenus dans ce travail ont été obtenus par Bouguermouh et Sadoun (2021) [90] et par Maarouf et Melizi (2019) [91]. De plus, une grande similitude des pics obtenus pour chaque HO étudiée a été observée avec une différence d'intensité.

III.4.6. Observations microscopiques

L'observation microscopique des quatre HOs (**Figure III.8**) a montré la quasi absence de particules solides dans l'HOAL et quelques particules dans l'HOK qui correspondent aux résidus végétaux qui peuvent subsister après extraction de l'huile. Cependant un nombre beaucoup plus important de particules solides est observé dans l'HODEM et l'HOR. Ces observations permettent de déduire la meilleure séparation des résidus restant dans l'huile par simple décantation dans l'HOAL par rapport aux autres HO étudiées.

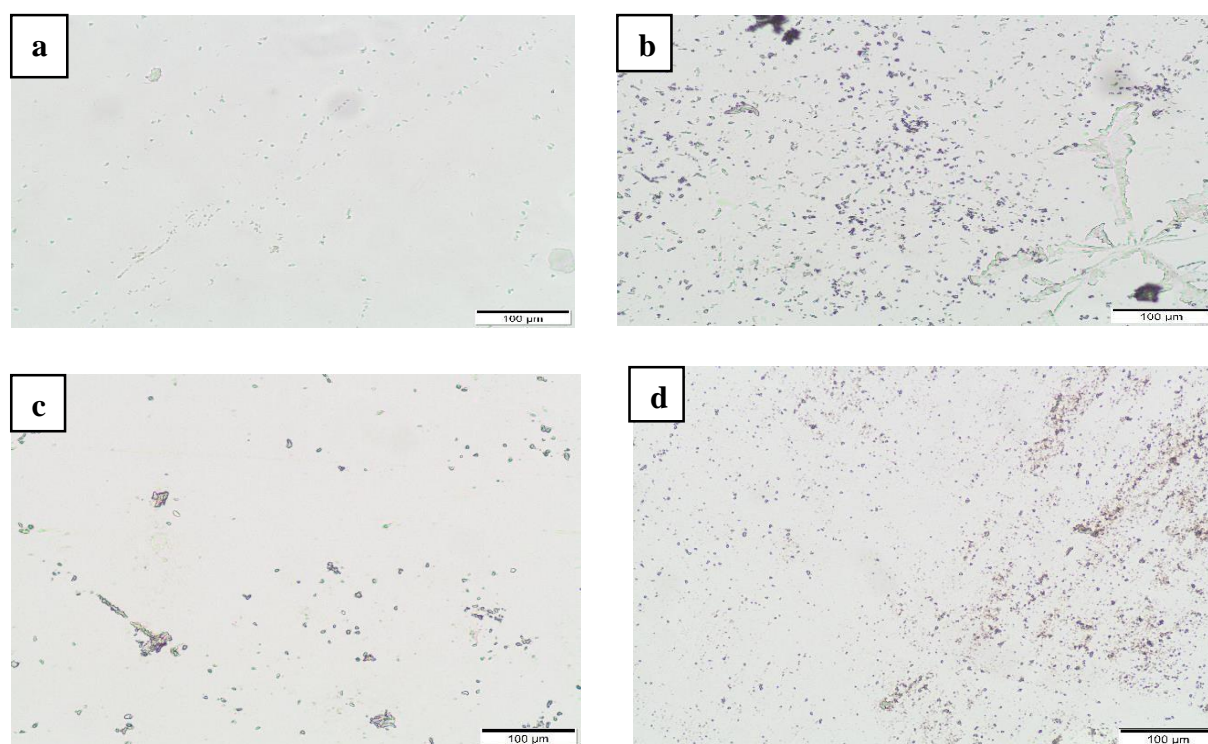


Figure III.8. Observations microscopiques des HOs (**a** : HOAL, **b** : HODEM, **c** : HOK, **d** : HOR).

III.5. Caractérisation des émulsions formulées

III.5.1. Caractérisations organoleptiques et observations macroscopiques

Les propriétés organoleptiques et les observations macroscopiques des six émulsion formulées (FT1, FT2, F1, F2, F3 et F4) après stabilisation, conservées à température ambiante sont regroupées dans le Tableau III.11.

Les résultats ont montré que toutes les formulations étaient homogènes avec des apparences semi- solides, des textures onctueuses, des touchés doux et non collants lors de leurs applications sur la peau, ainsi qu'une facilité à l'étalement et à l'élimination par le lavage à l'eau. Ces formulations se caractérisent aussi par leur pénétration rapide dans la peau. Ces paramètres sont globalement semblables à ceux des références.

Toutes les formulations élaborées sont caractérisées par une couleur blanche avec une brillance comme la référence. Les crèmes dégagent une odeur fleurie et fraîche caractéristique à celle du parfum utilisé dans leurs formulations.

Tableau III.11 : Caractéristiques organoleptiques et observations macroscopiques des formulations.

Formulations	F _{T1}	F _{T2}	F ₁	F ₂	F ₃	F ₄	Venus	Zorah
Aspect	C	C	C	C	C	C	C	S
Odeur	f	f	f	f	f	f	c	c
Couleur	B	B	B	B	B	B	B	B
Sensation	F	F	F	F	F	F	/	/
Touché	DN	DN	DN	DN	DN	DN	DN	DC
Homogénéité	H	H	H	H	H	H	H	H
Lavabilité	b	b	b	b	b	b	b	d
Texture	O	O	O	O	O	O	O	O
Etalement	facile	facile	facile	facile	facile	facile	facile	facile
Consistance	SS	SS	SS	SS	SS	SS	L	SS
Brillance	B	B	B	B	B	B	B	T
pénétration	R	R	R	R	R	R	R	d

FT1 : crème témoin à base de vaseline sans TiO₂, **FT2** : crème témoin à base de vaseline avec TiO₂, **F1** : crème à base de HOAL sans TiO₂, **F2** : crème à base de HODEM sans TiO₂, **F3** : crème à base de HOAL avec TiO₂, **F4** : crème à base de HODEM avec TiO₂, **C** : crème, **f** : fleurie, **B** : blanche, **F** : fraîche, **DN** : doux non coulant, **DC** : doux collent, **H** : homogène, **R** : rapide, **O** : onctueuse, **SS** : semi-solide, **b** : bonne, **S** : spray, **c** : caractéristique, **d** : difficile, **L** : liquide, **T** : terne.

III.5.2. Caractérisation physico-chimique

III.5.2.1. Potentiel d'hydrogène (pH)

Les résultats du pH des six formulations (FT1, FT2, F1, F2, F3 et F4) ainsi que des deux références sont illustrés sur la **Figure III.9**. On note que les pH des formulations ainsi que les références varient entre 5 et 6. Ses valeurs sont comprises dans l'intervalle du pH cutané [92]. Ce qui permet de conclure que ces crèmes sont compatibles pour un usage cutané.

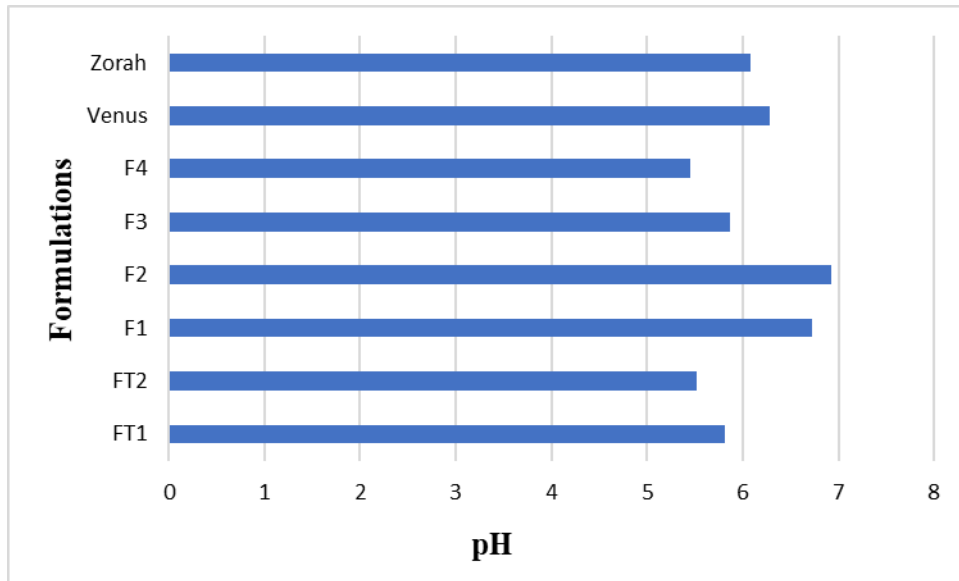


Figure III.9. pH des formulations et des références.

III.5.2.2. Conductivité électrique (CE)

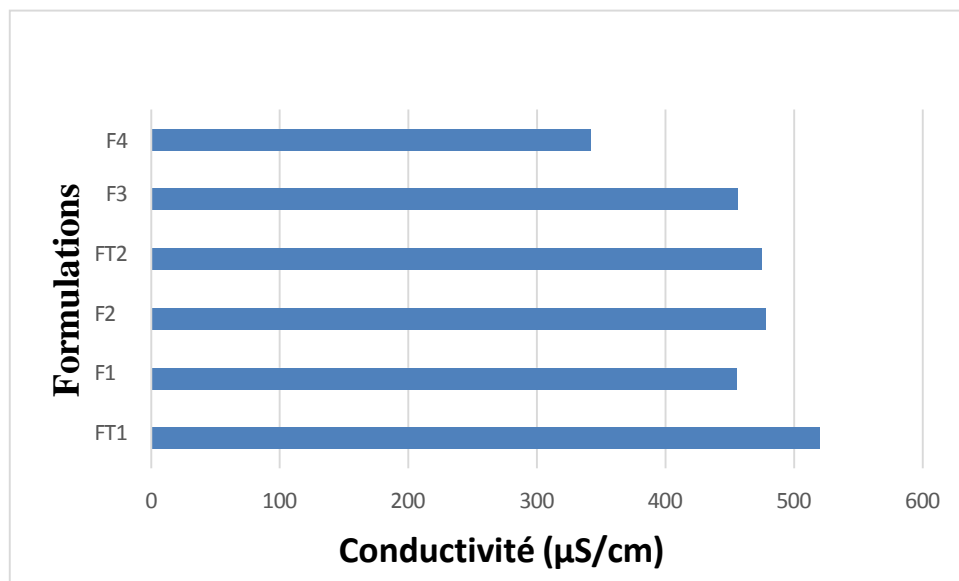


Figure III.10. Conductivité électrique des formulations.

Les résultats représentés sur la **Figure III.10** montrent que la CE varie dans un intervalle compris entre 342 $\mu\text{S}/\text{cm}$ et 520 $\mu\text{S}/\text{cm}$. Ces valeurs élevées de CE s'expliquent par la présence d'une phase aqueuse continue dans laquelle l'huile est dispersée sous forme de gouttelettes ce qui confirme clairement que l'émulsion étudiée est de type H/E.

III.5.2.3. Indice de réfraction

La Figure III.11 ci-dessous indique que la FT1 a l'IR le plus élevé (1,365) suivie de FT2 (1,364), F1 (1,353) et F2 (1,353), F3 (1,345) et F4 (1,350). Les formulations qui ne contiennent pas de

TiO₂ dans leurs compositions ont un indice de réfraction plus élevée que celle qui en contiennent. Les Ir des formulations élaborées sont inférieurs à ceux des références qui sont 1,469 pour Vénus et 1,386 pour la crème Zorah.

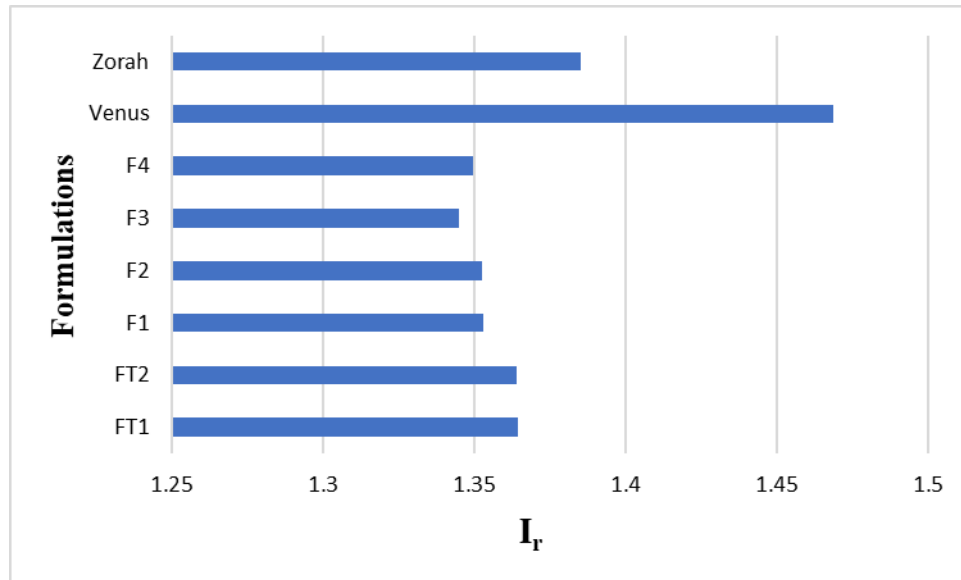


Figure III.11. Indice de réfraction des formulations et des références.

III.5.2.4. Densité

D'après la Figure III.12, la crème FT2 a la densité la plus élevée (1,24) suivie de F1 (1,17), F4 (1,15), FT1 (1,11), F2(0,89) et de F3(0,74) qui est la moins dense entre les six formulations. Les densités de F2 et F3 sont inférieurs aux densités des deux références. Quant aux autres formulations leurs densités se situent entre les valeurs de densité des références qui sont comme suit (1,00) pour Vénus et (1,56) pour Zorah.

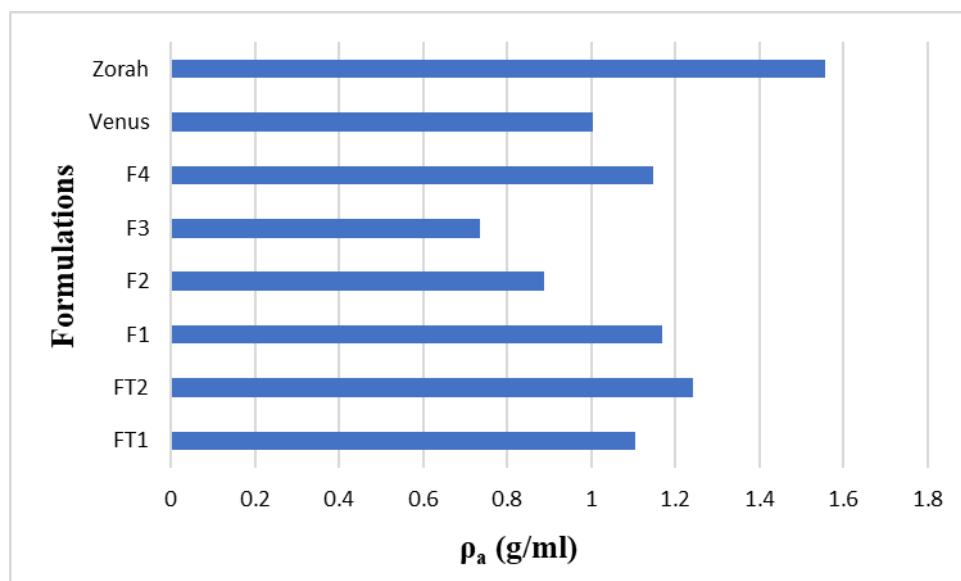


Figure III.12. Masses volumiques apparentes des formulations et des références.

III.5.2.5. Teneurs en eau et en matières volatiles et cendre totale

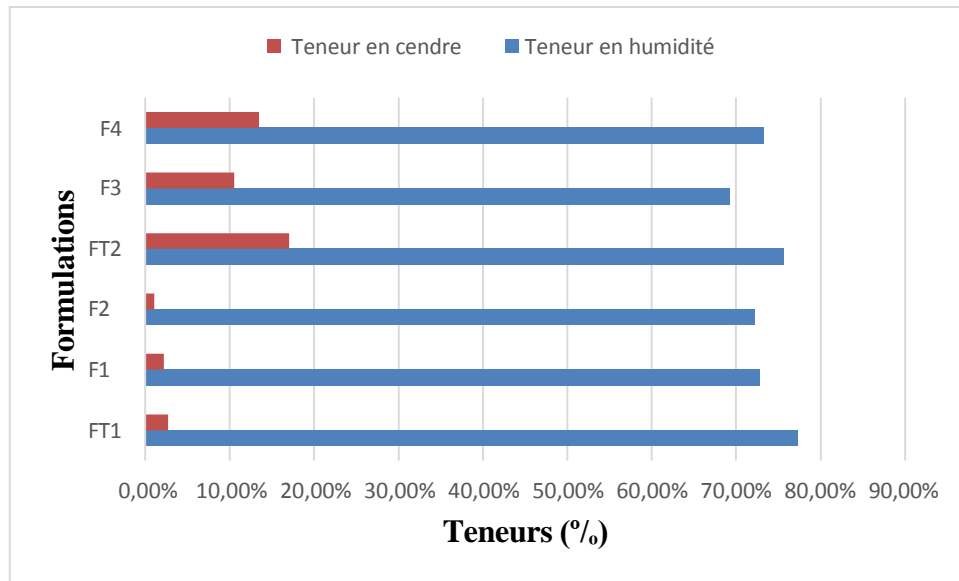


Figure III.13. Teneurs en eau et en matières volatiles et teneurs en cendre des formulations.

Les teneurs en eau et en matières volatiles ainsi que celles des cendres des formulations sont illustrés sur la Figure III.13. Ces résultats indiquent que les teneurs en eau et en matières volatiles varient entre 69% et 77%, tandis que les teneurs en cendres se situent entre 1% et 17%. Cette constatation révèle une quantité relativement élevée de substances volatiles et d'eau par rapport aux résidus minéraux présents dans l'émulsion. Par conséquent, cela confirme que la phase aqueuse est majoritaire.

III.5.2.6. Sens de l'émulsion

Les résultats de test au bleu de méthylène sont présentés dans sur la Figure III.14. La bonne diffusion du bleu de méthylène dans les crèmes témoigne de l'homogénéité des émulsions. Cela prouve aussi que la phase continue est aqueuse. Ceci permet de conclure que les crèmes de type H/E.

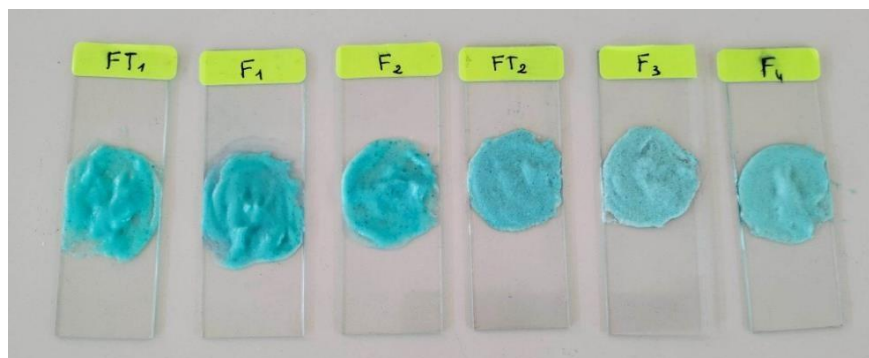


Figure III.14. Résultats du test au bleu méthylène des formulations.

III.5.2.7. Essais de centrifugation



Figure III.15. Résultats du test de centrifugation des formulations.

Les résultats du test de centrifugation représentés dans la **Figure III.15** montrent que les émulsions FT1 et FT2 étaient instables. En effet, une légère séparation de phase a été observée, indiquant une séparation partielle entre les composants de l'émulsion. Cela peut suggérer une faible stabilité de ces émulsions.

III.5.3. Analyse spectrale

III.5.3.1. SPF des formulations

Les valeurs des SPF des formulations préparées et des crèmes de référence sont illustrées sur la **Figure III.16**. On constate que les deux crèmes de références ont des SPF de 42 pour Vénus et de 32 pour Zorah. Ainsi leurs SPF ont diminué par rapport à la valeur mentionnée (SPF 50) sur leurs emballages. Ceci pourrait être due aux dates de fabrications relativement ancienne des deux produits.

L'SPF des crèmes formulées sans TiO_2 et dans lesquelles les HO ont été incorporées ont des SPF légèrement plus élevée que celles avec le TiO_2 . Cela permet de déduire que l'incorporation des HO augmente l'SPF par rapport au formulations témoins (FT1 et FT2) et augmente ainsi l'efficacité des formulations à bloquer les rayon UV. Cependant, le TiO_2 , dans notre cas et selon les résultats obtenus, n'a pas influencer sur l'SPF des formulations qui est rester similaires à celui des formulations sans TiO_2 .

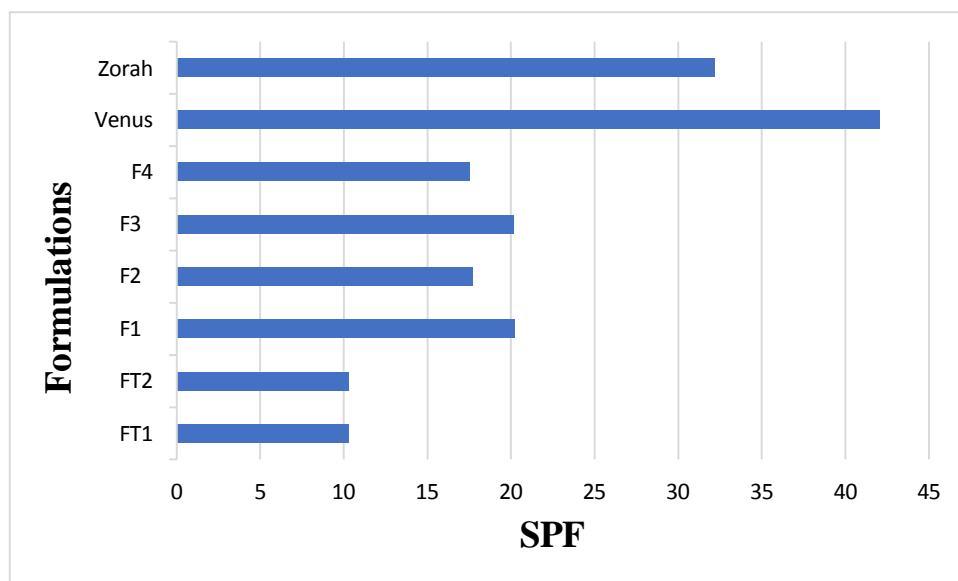


Figure III.16. Valeurs des SPF des formulations et des crèmes de références.

III.5.3.2. Analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de FOURIER (FTIR)

Les spectres IR des émulsions formulées F1, F2, FT1, F3, F4 et FT2 après une semaine et des formules de références sont illustrés dans les Figures III.17, III.18, III.19, III.20, III.21, III.22, III.23 et III.24 respectivement. Les nombres d'ondes ainsi que les fonctions chimiques correspondantes pour F1, F2, FT1, F3, F4, FT2 et des formules de références sont respectivement représentés et regroupés dans les Tableaux III.12, III.13, III.14, III.15, III.16, III.17, III.18 et III.19.

Tableau III.12 : Fonctions chimiques de F1.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3306,84	O-H	Elongation	Alcool
2956,50	-CH ₃	Elongation	Alcane
2917,12	-CH ₂	Elongation	Alcane
2849,57	-CH ₂	Elongation	Alcane
2118,61	C≡C	Elongation	Alcyne
1637,49	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1465,62	C-C	Elongation	Alcane
1376,83	O-H	Déformation	Acide carboxylique
1206,51	C-O	Elongation	Acide carboxylique
1044,27	C-O	Elongation	Ester
708,36	-CH ₂	Déformation	Alcane

Tableau III.13 : Fonctions chimiques de F2.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3304,70	O-H	Elongation	Alcool
3280,64	O-H	Elongation	Alcool
2916,20	=C-H	Déformation	Alcène
2848,99	=C-H	Déformation	Alcène
2119,49	C≡C	Elongation	Alcyne
1637,80	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1466,05	C-C	Elongation	Alcane
1244,54	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1044,67	C=O	Elongation	Ester
723,01	=C-H	Déformation	Alcène

Tableau III.14 : Fonctions chimiques de FT1.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3303,35	O-H	Elongation	Alcool
2955,28	-CH ₃	Elongation	Alcane
2917,46	-CH ₂	Elongation	Alcane
2849,84	-CH ₂	Elongation	Alcane
2122,00	C≡C	Elongation	alcyne
1636,40	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1456,10	C-C	Elongation	Alcane
1375,31	O-H	Déformation	Acide carboxylique
1248,84	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1207,42	C-O	Elongation	Acide carboxylique
1043,01	C-O	Elongation	Ester
748,50	=C-H	Déformation	Aromatique
708,28	-CH ₂	Déformation	Alcane

Tableau III.15 : Fonctions chimiques de F3.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3337,61	O-H	Elongation	Alcool
3294,61	O-H	Elongation	Alcool
3261,12	O-H	Elongation	Alcool
2914,35	-CH ₂	Elongation	Alcane
2849,29	-CH ₂	Elongation	Alcane
2117,87	C≡C	Elongation	Alcyne
1637,97	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1468,49	C-C	Elongation	Alcane
1351,24	O-H	Déformation	Acide carboxylique
1239,89	C-O	Elongation	Acide carboxylique
1145,28	C-O	Elongation	Ester
1044,55	C-O	Elongation	Ester
1099,12	C-O	Elongation	Ester
759,14	=C-H	Déformation	Aromatique
746,75	=C-H	Déformation	Aromatique
733,74	=C-H	Déformation	Alcène
722,75	=C-H	Déformation	Alcène
710,51	-CH ₂	Déformation	Alcane

Tableau III.16 : Fonctions chimiques de F4.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3347,49	O-H	Elongation	Alcool
3308,08	O-H	Elongation	Alcool
3283,02	O-H	Elongation	Alcool
3244,97	O-H	Elongation	Alcool
3225,90	O-H	Elongation	Alcool
2913,94	-CH ₂	Elongation	Alcane
2848,73	-CH ₂	Elongation	Alcane
2106,88	C≡C	Elongation	Alcyne
1636,71	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1468,79	C-C	Elongation	Alcane
1378,15	O-H	Déformation	Acide carboxylique
1240,86	C-O	Elongation	Acide carboxylique
1206,10	C-O	Elongation	Acide carboxylique
1142,48	C-O	Elongation	Ester
1080,08	C-C	Elongation	Alcane
1043,26	C-O	Elongation	Ester
737,91	=C-H	Déformation	Alcène
719,03	=C-H	Déformation	Alcène

Tableau III.17: Fonctions chimiques de FT2

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3340,96	O-H	Elongation	Alcool
3320,91	O-H	Elongation	Alcool
3291,50	O-H	Elongation	Alcool
2912,93	-CH ₂	Elongation	Alcane
2847,52	-CH ₂	Elongation	Alcane
2111,88	C≡C	Elongation	Alcyne
1638,11	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1469,98	C-C	Elongation	Alcane
1410,36	=C-H	Déformation	Alcène
1043,70	C-O	Elongation	Ester
746,68	=C-H	Déformation	Aromatique
728,80	=CH	Déformation	Alcène
720,03	=CH	Déformation	Alcène
714,31	-CH ₂	Déformation	Alcane
703,74	-CH ₂	Déformation	Alcane

Tableau III.18 : Fonctions chimiques de la référence Venus.

Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3358,87	O-H	Elongation	Alcool
3314,02	O-H	Elongation	Alcool
3264,70	O-H	Elongation	Alcool
2887,67	-CH	Elongation	Alcane
2835,42	-CH ₂	Elongation	Alcane
2115,17	C≡C	Elongation	Alcyne
1765,10	C=O	Elongation	Cétone
1636,77	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1511,55	C-C	Elongation	Alcane
1486,44	-CH ₂	Déformation	Alcane
1458,56	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1374,64	-CH ₃	Déformation	Alcane
1300,88	=CH	Déformation	Alcène
1249,64	C-C	Elongation	Alcane
1232,19	C-C	Elongation	Alcane
1212,34	C-C	Elongation	Alcane
1172,18	C-C	Elongation	Alcane
1110,02	C-C	Elongation	Alcane
1087,08	C-C	Elongation	Alcane
1028,06	C-O	Elongation	Ether
994,00	=CH	Déformation	Alcène
777,99	=C-H	Déformation	Aromatique
762,93	=C-H	Déformation	Aromatique
748,98	=C-H	Déformation	Aromatique
741,56	=C-H	Déformation	Aromatique
731,11	=CH	Déformation	Alcène

Tableau III.19 : Fonctions chimiques de la référence Zorah.

Nombres d'ondes (cm-1)	Fonctions chimiques	Natures	Composés chimiques
3337,43	O-H	Elongation	Alcool
3328,57	O-H	Elongation	Alcool
3271,16	O-H	Elongation	Alcool
2955,06	-CH ₃	Elongation	Alcane
2916,02	-CH ₂	Elongation	Alcane
2848,64	-CH ₂	Elongation	Alcane
2114,95	C≡C	Elongation	Alcyne
1636,52	C=O	Elongation	Acide carboxylique
1465,53	C-C	Elongation	Alcane
1412,00	=C-H	Déformation	Alcène
1270,02	C-C	Elongation	Alcane
1225,03	C-C	Elongation	Alcane
1164,07	C-C	Elongation	Alcane
1111,63	C-O	Elongation	Ester
1043,06	C-O	Elongation	Ester
992,47	=CH	Déformation	Alcène
788,62	=C-H	Déformation	Aromatique
766,53	=C-H	Déformation	Aromatique
737,84	=C-H	Déformation	Aromatique
724,29	-CH ₂	Déformation	Alcane
715,41	-CH ₂	Déformation	Alcane

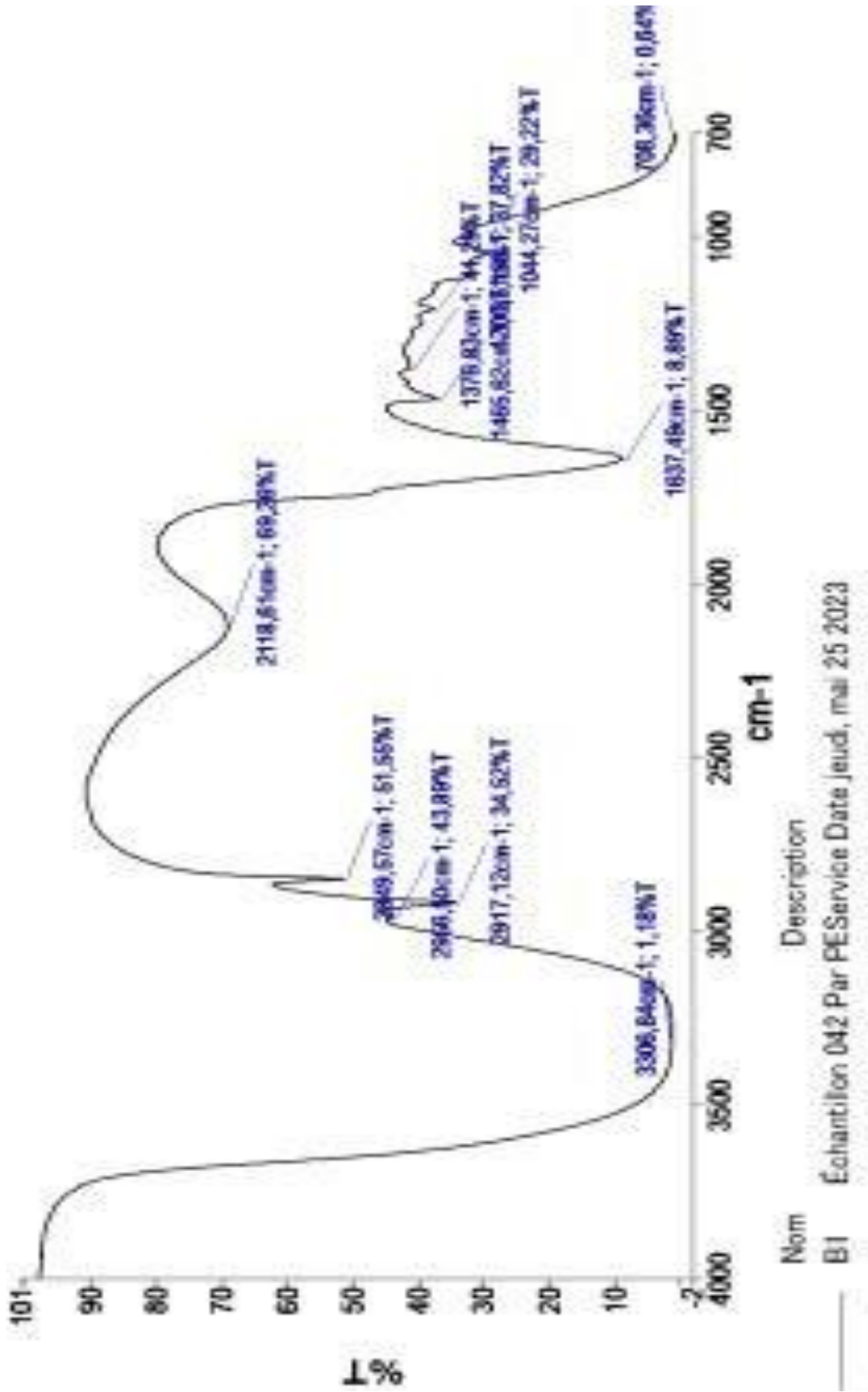


Figure III. 17. Spectre infrarouge de FI

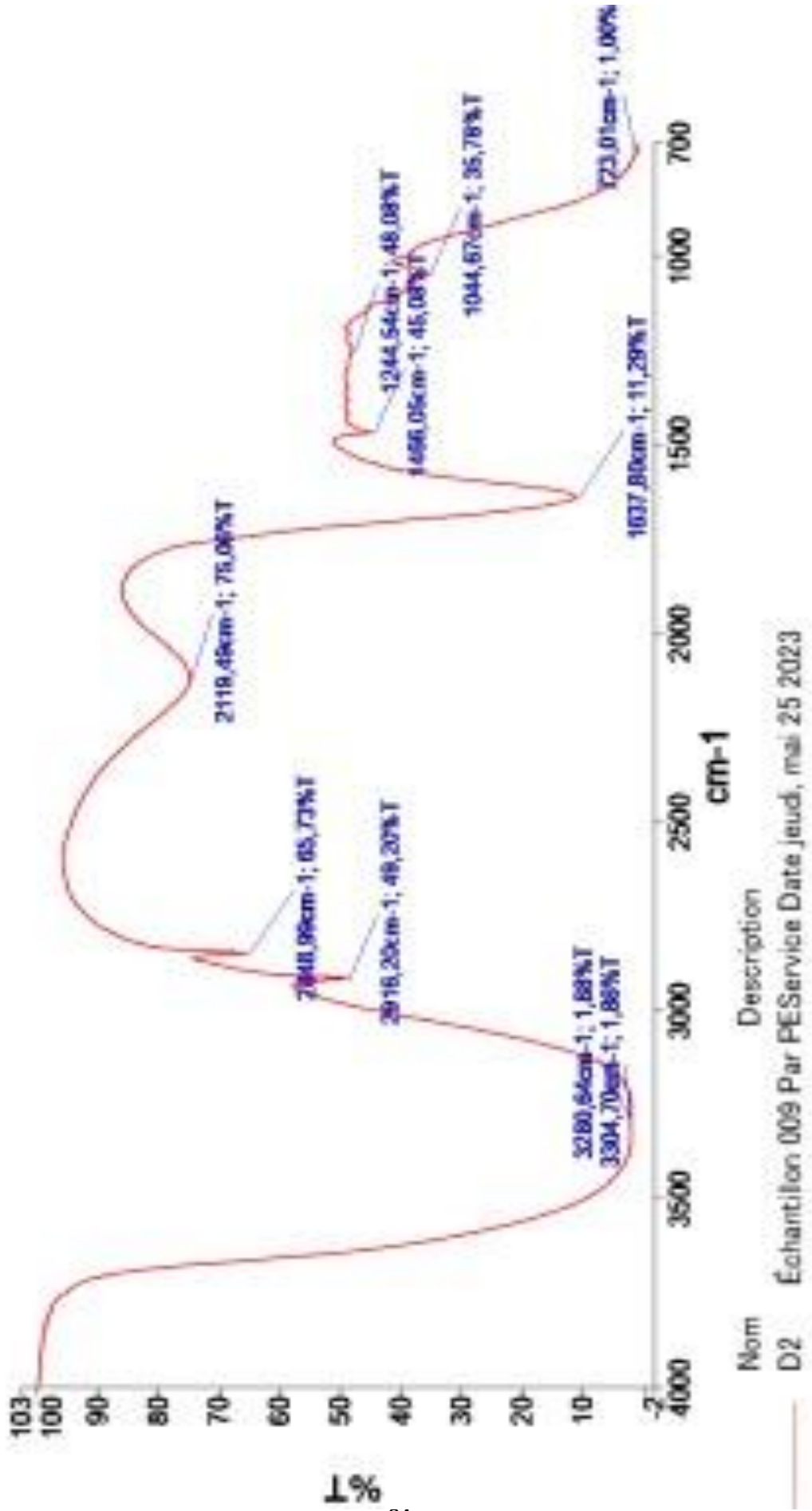


Figure III. 18. Spectre infrarouge de F2

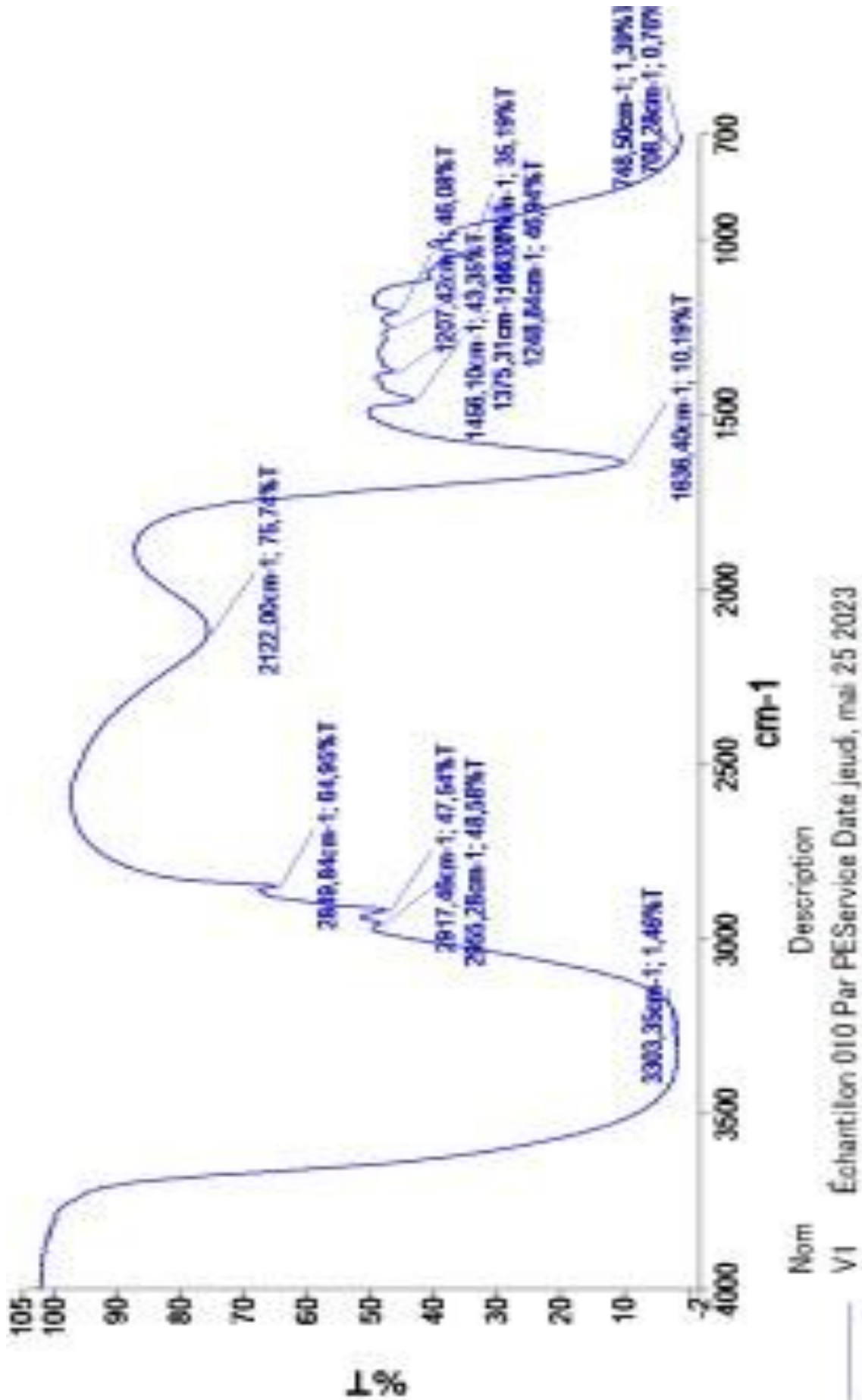


Figure III. 19. Spectre infrarouge de FTI

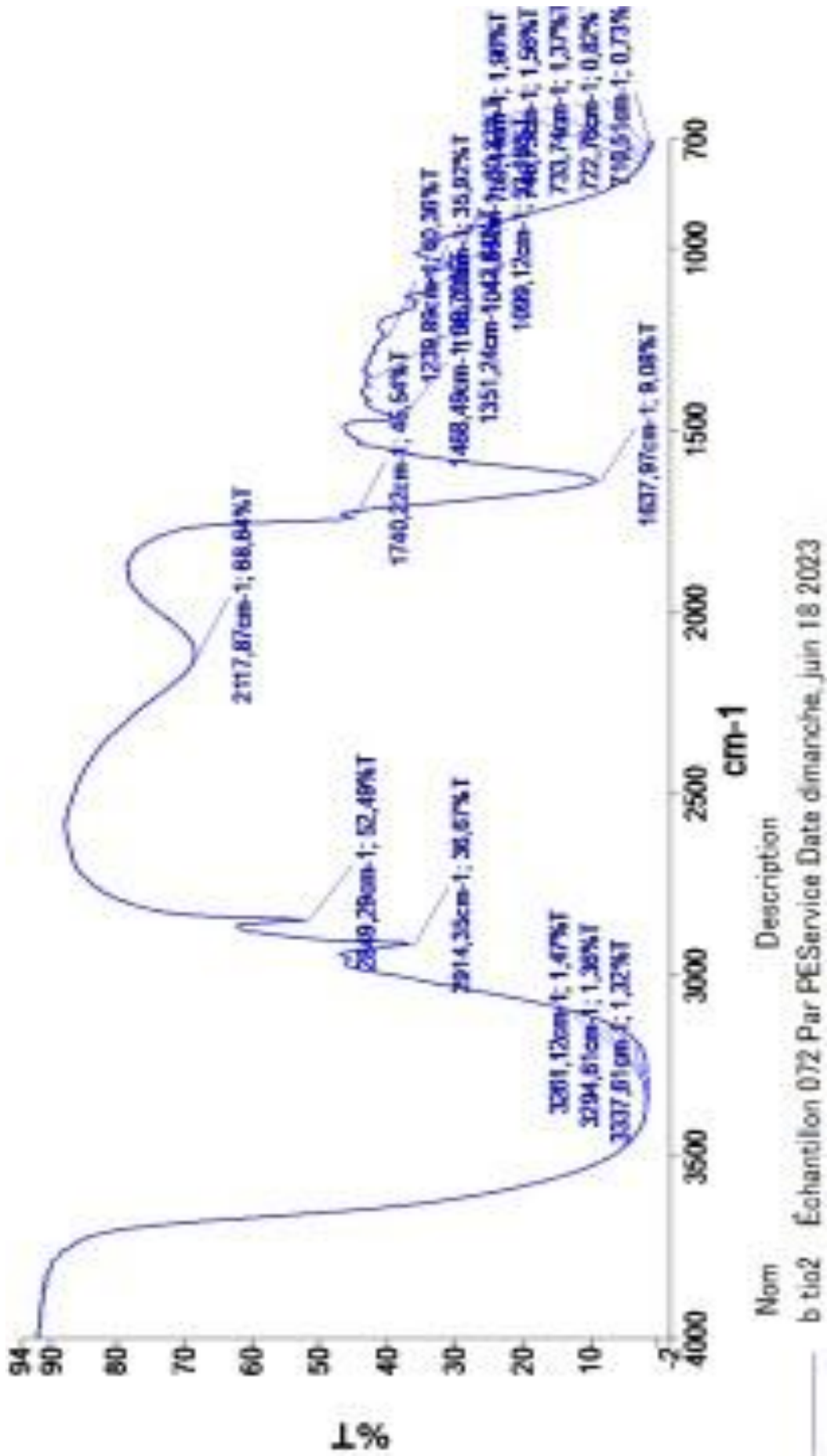


Figure III. 20. Spectre infrarouge de F3

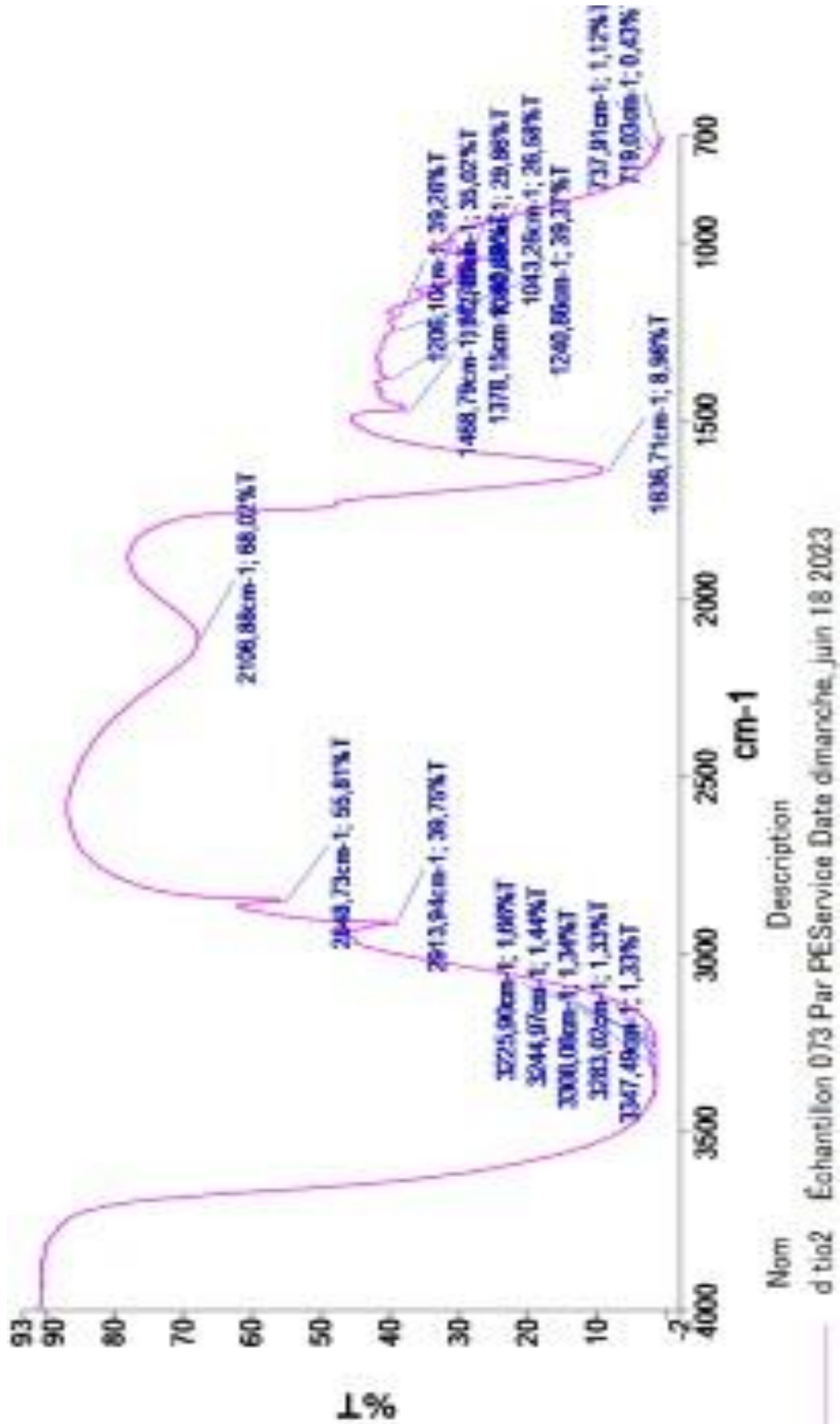


Figure III. 21. Spectre infrarouge de F4

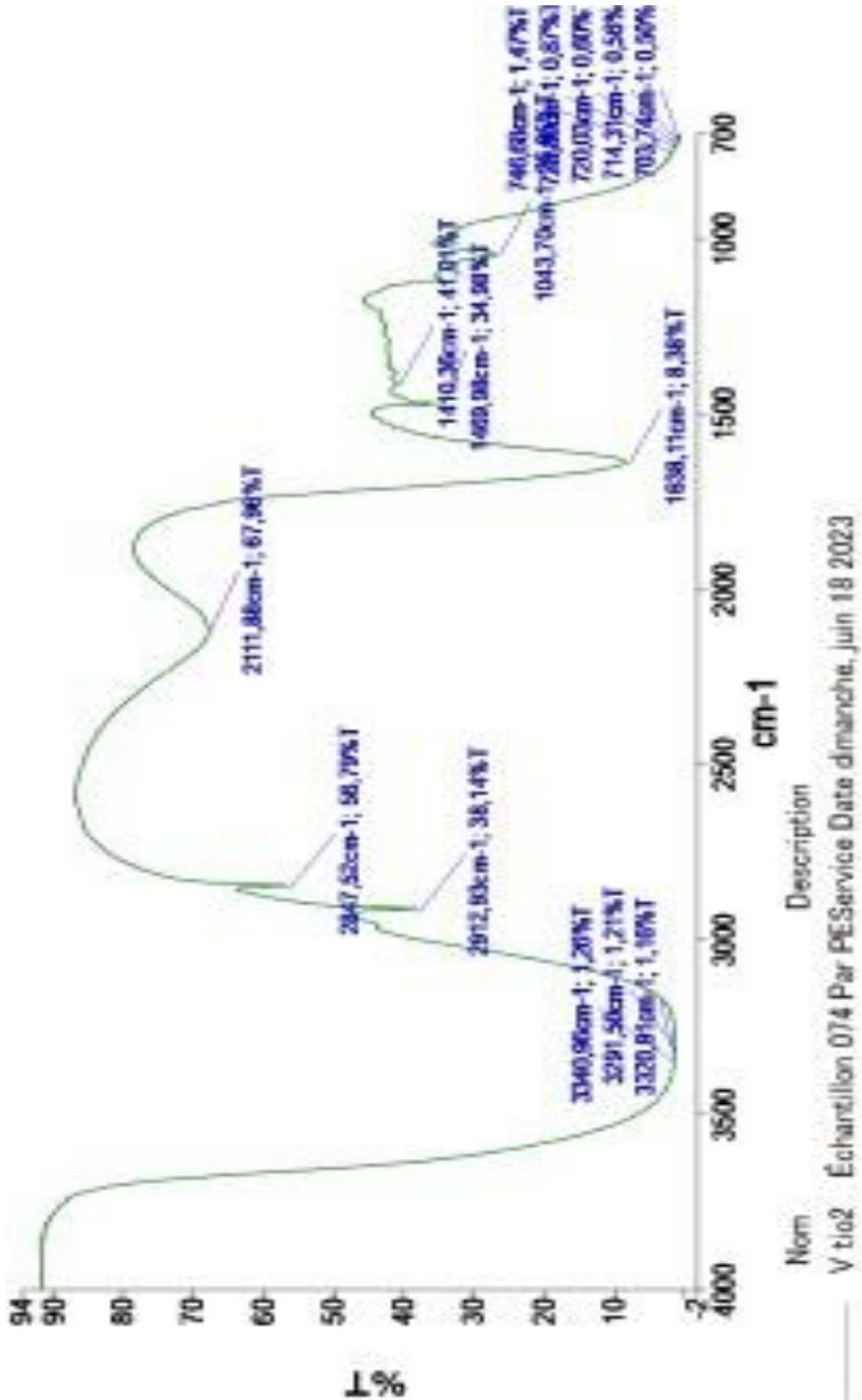


Figure III. 22. Spectre infrarouge de FT2

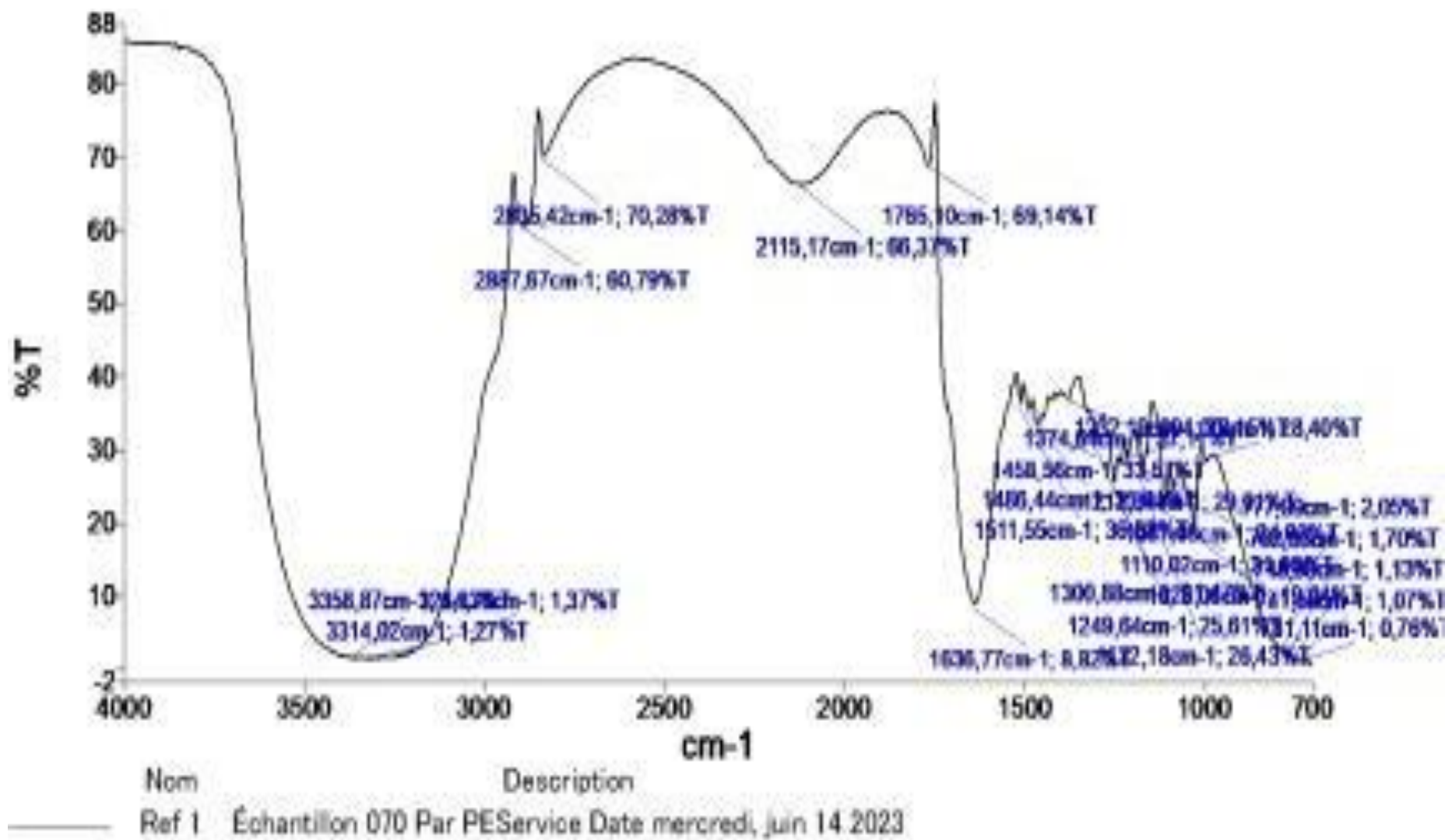


Figure III.23. Spectre infrarouge de la référence Venus

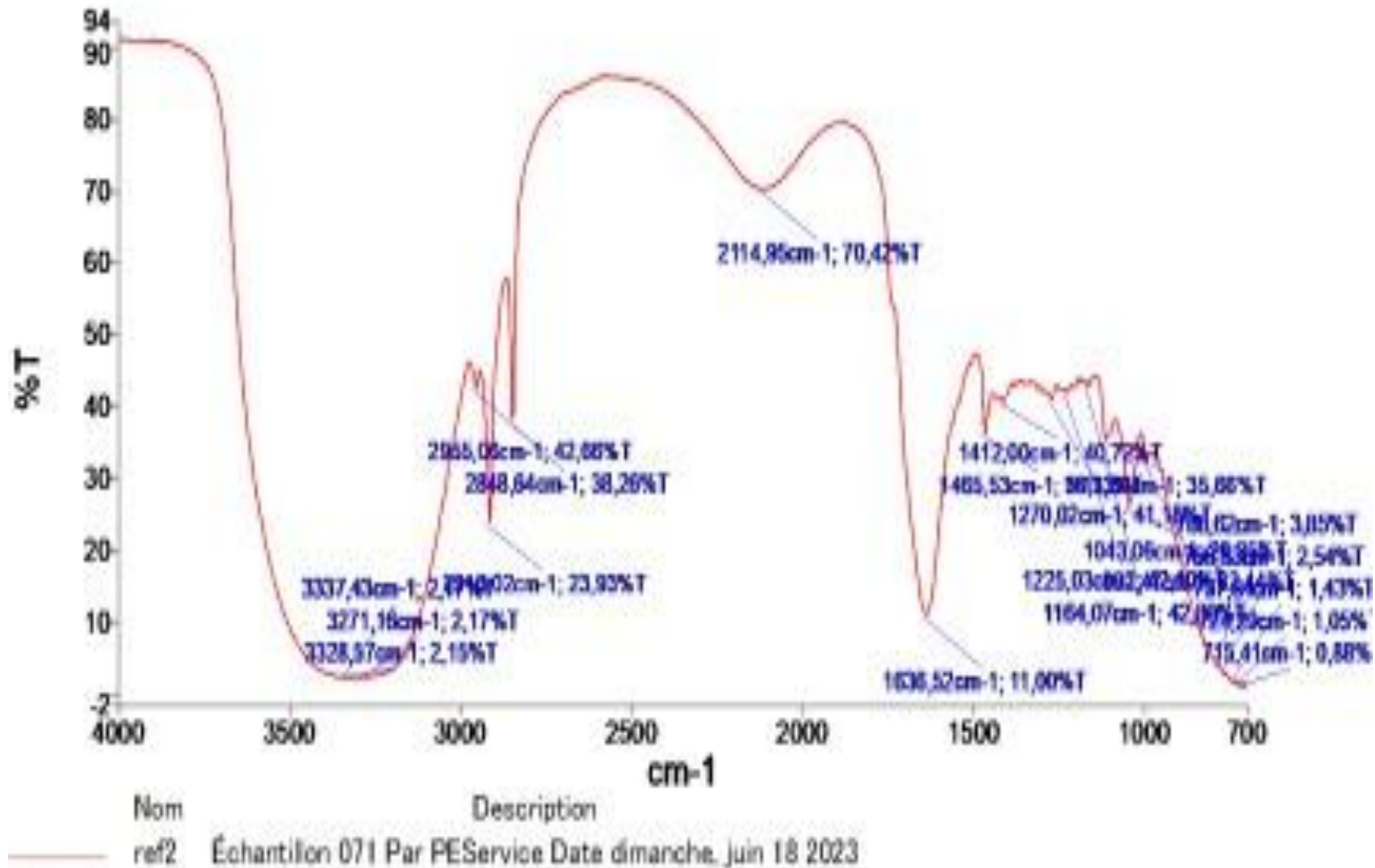


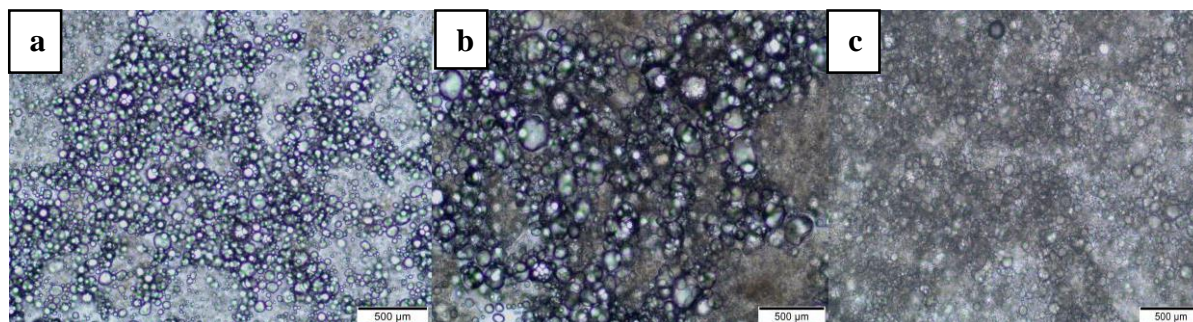
Figure III.24. Spectre infrarouge de la référence Zorah

L'analyse FTIR a relevé que les formulations F1, F2, FT1, F3, F4 et FT2 et les références utilisées Venus et Zorah contiennent diverses fonctions chimiques en communs qui sont principalement des acides carboxyliques, des alcools, des alcanes, des alcènes, des alcynes, des acides carboxyliques, des esters et des aromatiques. De plus, une grande similitude entre les pics obtenus a été observée avec une différence d'intensités.

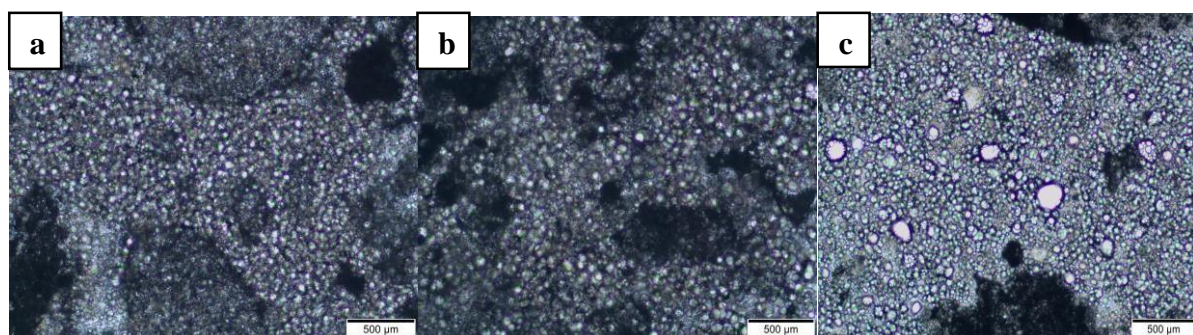
On a remarqué aussi l'apparitions de la fonctions cétone et éther dans le spectre de la référence Venus, ceci peut être justifier par la diversité des composés présent dans cette dernière par rapport à la référence Zorah et nos formulations.

III.5.4. Observations microscopiques

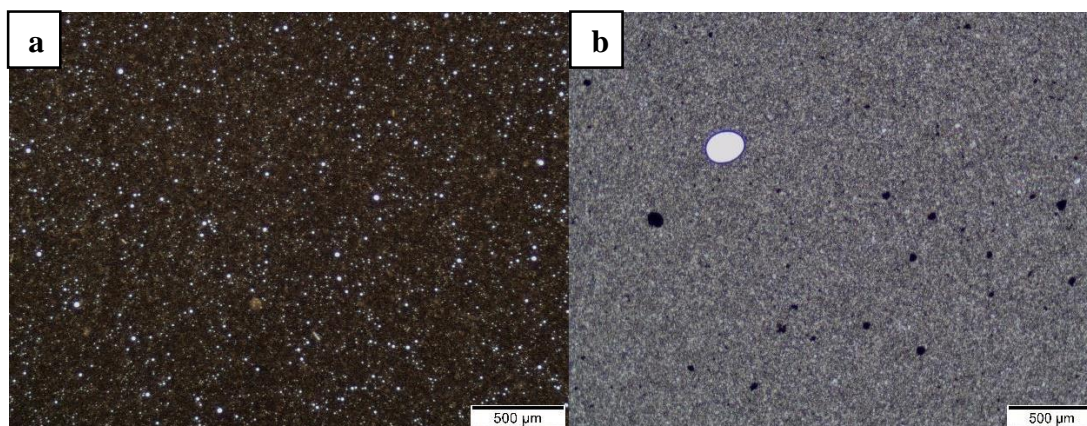
Les observations microscopiques des émulsions formulées après une semaine et des formules de références sont respectivement illustrées dans les **Figures III.25, III.26 et III.27**.



Figures III.25. Observations microscopiques des formulations sans TiO_2 (**a** : F1, **b** : FT1, **c** : F2).



Figures III.26. Observations microscopiques des formulations avec TiO_2 (**a** : F3, **b** : F4, **c** : FT2).



Figures III.27. Observations microscopiques des crèmes de références (**a** : Venus, **b** : Zorah).

Les images ont révélé que les formulations F1 et F2 ont des gouttelettes plus petites que la formule FT1 qui présente des grosses gouttelettes. Ceci est probablement dû à l'incorporation de l'HO dans les émulsions F1 et F2. On peut conclure que F1 et F2 sont plus homogènes que FT1. De plus, l'émulsion F1 est plus homogène que F2.

Pour les formulations avec TiO_2 , on remarque que F3 a des gouttelettes plus petites que F4. Ces deux émulsions sont à leurs tours plus homogènes que FT2. Ceci signifie que l'incorporation du TiO_2 permet une meilleure dispersion des gouttelettes dans la phase continue.

On a constaté aussi que les formulations avec le TiO_2 sont globalement plus homogènes que celle sans TiO_2 . On peut donc déduire que l'incorporation de l'HOAL et du TiO_2 ont permis d'obtenir une émulsion beaucoup plus homogène.

La crème Zorah a des gouttelettes plus fines que les émulsions formulées mais hétérogènes. Par contre les gouttelettes de la crème Venus sont beaucoup plus fines et homogènes.

On constate néanmoins la présence de bulles d'air dans la crème Venus. Ce qui n'est pas le cas des crèmes solaires formulées et de la crème Zorah.

Conclusion générale

Ce travail a été mené dans le cadre de l'étude de quatre HOs de deux variétés différentes et dont les olives ont été récoltées de différentes régions de la Kabylie. Les HOs ont été extraites par pression à froid dans des huileries traditionnelles. Le but était de caractériser ces huiles en vue de faire quelques estimations sur leurs propriétés et leurs qualités, et d'avoir une idée sur leurs compositions afin de pouvoir les incorporer dans une formulation cosmétique.

La partie expérimentale a été, de ce fait, divisée en deux parties. La première représente une caractérisation organoleptique, physico-chimique et spectrométrique des HOs étudiées. La deuxième partie est une incorporation des HOs les plus performantes dans la formulation de crèmes solaire ainsi que leurs caractérisations.

Les principaux résultats obtenus de la caractérisation des HOs sont comme suit :

- L'extraction par pression à froid des quatre huiles d'olives HOAL, HODEM, HOK et HOR donne un rendement en HV qui varie entre 60 % et % 70 ce qui permet de conclure que la variété Chemlal a un meilleur rendement que la variété Sigoise.
- L'évaluation du caractère organoleptique a révélé que les HOs étudiées sont des liquides mobiles allant du jaune pâle au jaune vert avec des odeurs agréables et spécifiques. Ses HOs ont un goût qui varie entre le fruité pour HOAL et HODEL et la légère amertume de HOK et HOR.
- Les résultats obtenus lors des analyses physiques ont indiqué, dans leurs globalités, que les HOs sont en accord avec les normes « COI 2022 » et « CODEX STAN 19-1987 ». Ceci montre la bonne qualité des HOs étudiées. Les indices d'acide, de peroxyde et de saponification ainsi que l'acidité, à leurs tours, sont conformes aux normes exigées par le « CODEX STAN 19-1981 » et le « COI 2022 ».
- L'analyse spectrophotométrique a révélé que les quatre HOs ont des coefficients d'extinction (K_{223} et K_{270}) inférieurs aux normes du « COI 2022 » à l'exception du HOAL dont le K_{270} est légèrement supérieur.
- Les quatre HOs ont des teneurs différentes en chlorophylles et en caroténoïdes ainsi que des SPF variables. Les SPF les plus élevés ont été mesurée pour HOAL et HODEM.
- L'analyse infrarouge des HOs révèle une composition riche en acides, esters, alcanes, alcènes, alcool et cétone.

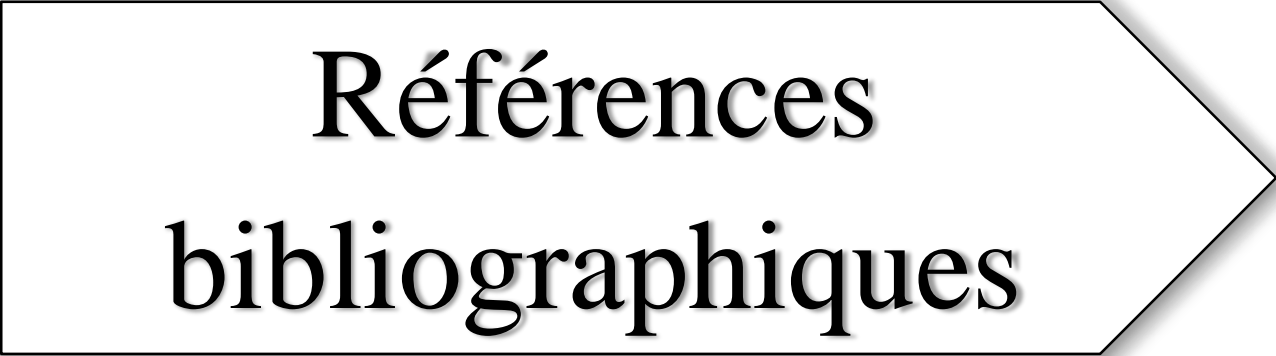
Les résultats obtenus de la première partie de cette étude ont permis de constater que les HOs ont des caractéristiques physico-chimiques remarquables qui leurs permettent des utilisations dans plusieurs domaines. De plus la différence remarquable de l'SPF a permis de faire une

sélection de deux HOs, dont les SPF sont les plus élevés (HOAL et HODEM), afin de les incorporer dans les crèmes solaires formulées.

La caractérisation des crèmes solaires a permis de déduire que les émulsions formulées, et dans lesquelles les HOs ont été incorporées, se sont révélées stables du point de vue macroscopique, microscopique, physico-chimiques et spectroscopique après une semaine de leurs formulations.

En perspectives et tenant compte des résultats obtenus dans ce travail, il serait intéressant de poursuivre cette étude en réalisant ce qui suit :

- Déterminer la composition en acides gras des HOs étudiées par chromatographique en phase gazeuse et ce afin d'avoir l'identification complète de leurs compositions.
- Déterminer les teneurs en triglycérides, en stérols et en composés phénoliques ainsi que les teneurs en tocophérols, par chromatographie en phase liquide à haute performance.
- Etudier les activités antioxydantes et antimicrobiennes des HOs ainsi que des émulsions formulées.
- Etudier la stabilité des émulsions formulées au cours du temps.



**Références
bibliographiques**

- [1] Dugo G., Lo Turco V., Pollicino D., Mavarogeni E., Pipitone F., Caractérisation d'huile d'olive vierge, Sillicienne., *Olivae*, 101, 44-52, 2004.
- [2] Torres M.M., Maestri D.M., Chemical Composition of Arbequina Virgin Olive Oil in Relation to Extraction and Storage Conditions. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 86 (23), 11-2317, 2006.
- [3] Kavallari A., Maas S., Schmitz M., Examining the determinant of olive oil demand in non-producing countries, evidence from Germany and the UK. *Journal of Food Products Marketing*, 17, 335- 372, 2011.
- [4] DSASI., Statistiques agricoles "série B", Direction des statistiques agricoles et systèmes d'information (DSASI), Sous-direction des statistiques, Ministère de l'agriculture, du Développement Rural et de la Pêche, 2015.
- [5] Nouad, l'huile d'olive, un créneau pour l'exportation. *PME Magazine*, 23, 20-21, 2004.
- [6] Pinelli P., Galardi C., Mulinacci N., Vincieri F.F., Cimato A. Romani A., Minor polar compound and fatty acid analyses in monocultivar virgin olive oils from Tuscany. *Food Chemistry*, 80, 331–336, 2003.
- [7] INRA : Rapport national sur l'état des ressources phytogénétiques pour l'alimentation et l'agriculture, Juin 2006.
- [8] Khobzi M., Étude de la dynamique des populations du psylle d'olivier *Euphyllura olivina* dans la région de hassi maméche "wilaya de Mostaganem", Mémoire de Master, Université Abdelhamid Ibn Badis, Mostaganem, 2019.
- [9] C.O.I : Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n°3/Rév.8, 2015.
- [10] FAO : Food and Agricultural Organization 2015 : <https://www.fao.org/faostat/fr/>.
- [11] C.O.I : Conseil Oléicole International, COI/T.15/NC N° 3/Rév. 14 Novembre 2018.

[12] Boukhari R ., Contribution à l'analyse génétique et caractérisation de quelques variétés d'olivier et l'influence de l'environnement sur leurs rendements au niveau de la wilaya de Tizi-Ouzou , Mémoire de Magister en agronomie, université Abou Beker Belkaid – Tlemcen, 2013.

[13] Algérie Eco : <https://www.algerie-eco.com/2023/02/07/huile-dolive-production-de-pres-de-4-millions-de-litres-a-tizi-ouzou/>.

[14] Sekour B., Phytoprotection de l'huile d'olive vierge (H.O.V) par ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin), Memoire de Magister, Université M'hamed Bougara, Boumerdès, 2012.

[15] I.T.A.F.V : Institut Technique Des Arbres Fruitiers et Vigne d'olive, COI/T.15/NC n°3/ Rév, 12 juin 2018.

[16] Mendil M., Sebai A., Catalogue Algérien des variétés d'olivier, l'olivier en Algérie, aperçu sur le patrimoine génétique autochtone, 2006.

[17] Moreaux S., L'Olivier, Actes Sud, France, 1997.

[18] Agronomie.info : <https://agronomie.info/fr/olivier/>

[19] Zarrouk M., Marzouk B., Ben Miled Daoud D., Chérif A., Accumulation de la matière grasse de l'olive et l'effet du sel sur sa composition. *Olivae*, 61, 41-45, 1996.

[20] Gómez-Rico A., Fregapane G., Salvador M.D., Effect of cultivar and ripening on minor components in Spanish olive fruits and their corresponding virgin olive oils. *Food Research International*, 41, 433–440, 2008.

[21] Laurent A., Barnouin A., L'olive, Minerva, France, 2000.

[22] Benlemlih M., Ghanam J., Polyphénols de l'huile d'olive trésors sante, Edition 2 : France , 48 , 2016.

[23] Loussert R., Brousse G., L'olivier. Technique agricole et production méditerranéenne. Ed:

Maisonneuve et Larose. Paris, France, 1978.

[24] Cearitis.com : <https://www.cearitis.com/actualites/le-cycle-de-olive>

[25] Cimato A., La qualité de l'huile d'olive vierge et les facteurs agronomiques, *Olivae*, 31, 20– 31, 1990.

[26] Bouskou D., Huile d'olive, chimie et technologie. AOCS press, Champaign III. U.S.A, 1996.

[27] COI : Conseil Oléicole International, Encyclopédie mondiale de Première Édition, Avril. 61-64, 1997.

[28] Del Caro A., Vacca V., Poiana M., Fenu P., Piga A, Influence of technology, storage and exposure on components of extra virgin olive oil (Bosana cv) from whole and destined fruits, *Food Chemistry*, 98, 311–316, 2006.

[29] De Stefano G., Piacquadio P., Servili M., Di Giovacchino L., Sciancalepore V., Effect of extraction systems on the phenolic composition of virgin olive oils, 1999.

[30] C.O.I : Conseil Oléicole International, COI/T.15/NC N° 3/Rév 7 octobre 2022.

[31] Codex stan 33-1981. 2015, Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive Adoptée en 1981.

[32] Tanouti K., Elamrani A., Serghini-Caid H., Khalid A., Bahetta Y., Benali A., Harkous M., Khiar M., Caractérisation d'huiles d'olive produites dans des coopératives pilotes (Iakrama et Kenine) au niveau du Maroc oriental, *Les technologies de laboratoire*, 5(18), 1826, 2010.

[33] Harwood J., Aparicio-Ruiz R., Handbook of olive oil: analysis and properties. Gaithersburg Maryland, USA: Aspen publications, Inc, 2000.

[34] C.O.I : (Conseil Oléicole International), COI/T.15/NC N° 3/Rév 7 octobre 2022.

[35] Boskou D., Blekas G., Tsimidou M., Olive oil composition in olive oil: Chemistry and

Technology, Ed. The American Oil Chemists' Society Press, 2006.

[36] Uzzan A., Huile d'olive. In : manuel des corps gras. Lavoisier, Ed. Technique et Documents. France, 1994.

[37] Awad A., Chan K., Downie A., Fink C., Peanuts as a source of beta- sitosterol a sterol with anticancer properties. Nutrition and cancer. 36, 238-241, 2000.

[38] Gilles G., Obtention d'une huile d'olive vierge extra de hautes qualités nutritionnelles et organoleptiques. Synthés bibliographique, Université Montpellier, France, 2003.

[39] ZERTAL H., ZIADA M., Huile d'olive d'Algérie : Etude des propriétés antioxydantes et anti-Alzheimer , mémoire de master, Université des Frères Mentouri Constantine 1, 2020.

[40] Matos L.C., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R.M., Oliveira M.B.P, Evaluation of a numerical method to predict the polyphenols content in monovarietal olive oils. Food Chemistry, 102, 976–983, 2007.

[41] ZERTAL hadjer et ZIADA meryem ikram , Huile d'olive d'Algérie : Etude des propriétés antioxydantes et anti-Alzheimer, Université des Frères Mentouri Constantine, 2020.

Giuffrida D., Salvo F., Salvo A., La Pera L., Dugo G., Pigments composition in monovarietal virgin olive oils from various Sicilian olive varieties, Food chemistry, 101(2), 833-837, 2007.

[42] Criado M.N., Motilva M.J., Goni M., Romero M.P., Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars, Food Chemistry, 100, 748-755, 2004.

[43] Tanouti K., Elamrani A., Serghini Caid H., Khalid A., Bahetta Y., Benali A., Harkous M., Khia M., Amelioration qualitative d'huiles d'olive produites, Technologies de laboratoires, 23, 5863, 2011.

[44] Medina E., De Castro A., Romero C, Brenes M., Comparison of the Concentrations of Phenolic Compounds in Olive Oils and Other Plant Oils. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54, 4954-4961, 2006.

[45] Aparicio R., Roda L., Albi M.A, Gutierrez F., Effect of Various Compounds on Virgin Olive Oil Stability Measured by Rancimat. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 4150–4155, 1999.

[46] Huang C.L., Sumpio B.E., Olive oil, the Mediterranean Diet, and Cardiovascular Health. *American College of Surgeons*, 207(3), 407-416, 2008.

[47] Servili M., Selvaggini R., Esposto S., Taticchi A., Montedoro G.F., Morozzi G., Health and sensory properties of virgin olive oil hydrophilic phenols: agronomic and technological aspects of production that affect their occurrence in the oil. *Journal of Chromatography*, 1054, 113-127, 2004

[48] COI/OH/Doc. n° 1. Novembre 2011 : Guide pour la détermination des caractéristiques des olives à huile.

[49] ISO 6883-2000 : corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de la masse volumique conventionnelle dans l'air.

[50] ISO 662-2016 : Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.

[51] Lecoq R. Manuel d'analyses alimentaires et d'expertises usuelles, Edition Doin, Paris, 1965.

[52] ISO 3104 -1994 : Produits pétroliers — Liquides opaques et transparents —Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique.

[53] ISO 660-2020 : Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.

[54] ISO 3657-2020 : Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'indice de Saponification.

[55] ISO 3960-2017 : Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice de peroxyde — Détermination avec point d'arrêt iodométrique.

- [56] ISO 3656-2011 : Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet, exprimée sous la forme d'extinction spécifique en lumière ultraviolette.
- [57] Minguez-Mosquera I., Rejano-Navarro M., Gandul-Rojas, B., Sanchez Gomez, A.H., Garrido-Fernandez, J. Color-Pigment Correlation in Virgin Olive Oil. *JAACS*, 68, 332–336, 1991.
- [58] Morello J. R., Motilva M. J., Tovar M. J. et Romero M. P. Changes in commercial virgin olive oil (cv Arbequina) during storage. With special emphasis on the phenolic fraction. *Food Chemistry*, 85, 357–364, 2004.
- [59] Sayre R. M., Agin P. P., Levee G. J., Marlowe E. Comparison of in vivo and in vitro testing of sun screening formulas, *Photochem PhotobiolOxford*, 29 (3), 559-566, 1979.
- [60] American Oil Chemists' Society AOCSA.: Method Cc 13c–50, Color of fats and oils, spectrophotometric method. AOCS Press, Champaign, 2017.
- [61] Boukachabine, N., Ajana, H., El Antari, A., A study of fatty acids and triglycerides oil composition and quality parameters of five Autochthon olive varieties in Morocco. *Lebanese science journal*, 12 (2) :45-65, 2011.
- [62] Lama A., Pirozzi C., Pia Mollica M., Trinchese G., Di Guida F., Cavaliere G., Calignano A., MattaceRaso M., Berni Canani R., et Meli R. Polyphenol-rich virgin olive oil reduces insulin resistance and liver inflammation and improves mitochondrial dysfunction in high-fat diet fed rats. *Molecular Nutrition & Food Research*, 61 (3) , 2017.
- [63] Mimouni M., et Djeridi S., Qualité et activité antioxydante d'huile d'olives filtrée et non, issue de l'exploitation Koutama, Mémoire de Master, Université de Jijel, 2019.
- [64] BOUGHENDJA F.Z., KABBAZ CH., Caractérisation physico-chimique de l'huile d'olive produite dans la région de Tissemsilt, Mémoire de Master, université Universitaire El Wancharissi, Tissemsilt, 2020.
- [65] Shirzad A., Wilson R., Raimar L., Review Current perspectives in dissolution testing of conventional and novel dosage forms. *International Journal of Pharmaceutics*, 328(1), 12-21, 2007.
- [66] LOISELEUR J., Techniques de laboratoire , Paris, 1963.
- [67] Tanilgan K., Ozcanb MM., Unver A., Physical and chemical characteristics of five Turkish olive (*Olea europea L.*) varieties and their oils. *Grasas Y Aceites*. 58 (2), 142–147, 2007.

[68] Chimi H., Technologies d'extraction de l'huile d'olive et de gestion de sa qualité. Bulletin mensuel d'Information et de Liaison du Programme National de Transfert de Technologie en Agriculture PNTTA. 141 , 1-4, 2006.

[69] commission européenne : <https://agriculture.ec.europa.eu/>

[70] M'baye B., Diop A., Lô A., Bassene E., Étude de l'effet de la température sur les huiles alimentaires en Mauritanie : dosage des indices de peroxyde. Revue Ivoirienne Sciences et Technology, 19 ,26 – 33, 2012.

[71] Marcusson J., Jouve A., Manuel de Laboratoire pour l'industrie des huiles et graisses, Paris, 1929.

[72] Ghotra B.S., Dyal S.D., Narine S.S., Lipid shortenings: a review. Food Research International, 35, 1015-1048, 2002.

[73] Zhang F, Jiang L., Neuroinflammation in Alzheimer's disease. Neuropsychiatr DisTreat, 30(11), 243-256, 2005.

[74] Quiles JL., Ramirez-Tortosa MC., Gomez A.J., Huertas J.R., Mataix J., Role of vitamin E and phenolic compounds in the antioxidant capacity, measured by ESR, of virgin olive, olive and sunflower oils after frying. Food Chemistry, 76, 461-468, 2002.

[75] Bonnet, J-P., Devesvre, L., Artaud, J. and Moulin P., Dynamic viscosity of olive oil as a function of composition and temperature : A first approach. European journal of lipids science and technology, 113, 1019-1025, 2011.

[76] Adegun IK., Jolayemi TS., Olayemi OA., AM Adebisi - Alexandria engineering journal, 57(4), 2485-2496, 2018.

[77] YAACOUB R., TLIDJANE I., Caractérisation physico-chimiques et analyses biologiques de l'huile essentielle des grains de Cuminum cyminum L. et de Foeniculum vulgare Mill. extraite par hydrodistillation et CO2 supercritique : Etude comparative, mémoire de master, université de LARBI BEN M'HIDI OUM EL BOUAGHI, 2018.

[78] Euagelia A., Les huiles végétales pures. De la graine au pot d'échappement : un carburant vert . Edition Tournésol, 93, 2005.

[79] Atiga M., Sehami F., Alajtal M., AASCIT Journal of Materials, Acid, Peroxide, Ester and Saponification Values for Some Vegetable Oils Before and After Frying, 4(2), 43-47, 2018.

[80] Lotfy A., Salam M., Zahran F., badawy A., Sobh MM., Jones E., International Journal of Stem Cells, Characterization of Mesenchymal Stem Cells Derived from Rat Bone Marrow and Adipose Tissue: A Comparative Study, 7(2), 135-142, 2014.

- [81] Yun JM., Surh JH., Fatty acid composition as a predictor for the oxidation stability of Korean vegetable oils with or without induced oxidative stress. *Preventive Nutrition and Food Science* 17, 158–165, 2012.
- [82] LOUNI S., Extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile de graines de *Moringa oleifera*. Thèse de doctorat , Ecole Nationale Supérieure Agronomique El-Harrach , 2009.
- [83] Moradkhani H. , Sargsyan E., Bibak H., Naseri B. , Sadat-Hosseini M., Fayazi-Barjin A., Meftahizade H., *Melissa officinalis* L., a valuable medicine plant. *Journal of Medicinal Plants Research* , 4(25), 2753-2759, 2010.
- [84] Hélène Guénet, Mélanie Davranche, Delphine Vantelon, Mathieu Pédrot, Maya Al-Sid-Cheikh, Aline Dia, Jacques Jestin., Evidence of organic matter control on As oxidation by iron oxides in riparian wetlands, 439, 161-172, 2016.
- [85] Lazzez A., Cossentini M., Kanay B., 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, 21-32, 2006.
- [86] Dimitrios P., Artemis L., Kyriaki Z., Athanasios T., Georgios T., Vassiliki T., *European Food Research and Technology* Volatile profile and quality characteristics of the Greek , 248, 1977–1990, 2022.
- [87] Criado MN., Motilva MJ., Goñi M., Romero MP., Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and carotenoid fractions of drupes and virgin oils from Arbequina and Farga cultivars. *Food Chemistry*, 100: 748–755, 2007.
- [88] Baccouri O., Guerfel M., Baccouri B., Cerrtani L., Bendini A., Lercher G., Zarrouk M., Ben Miled D.D., Chemical composition and oxidative stability of Tunisian monovarietal virgin olive oils with regard to fruit ripening. *Food Chemistry*, 109, 742-754, 2008.
- [89] Chanchal Deep Kaur., Swarnlata Saraf., In vitro sun protection factor determination of herbal oils used in cosmetics, 2(1), 22–25, 2010.
- [90] Bouguermouh D., Sadoun S., Enrichissement de l'huile d'olive par un corps gras., Mémoire de master., Université de Bejaia., 2021.
- [91] Maarouf K., Meliwi I., Inhibition De L'oxydation De L'huile D'olive, Thèse de doctorat, université de biskra , 2019.
- [92] Proksch E., pH in nature, humans and skin. *Journal of Dermatology*, 45, 1044– 1052, 2018.

Résumé :

L'objectif de ce travail est de caractériser deux variétés d'huiles d'olive issus de quatre régions différentes de la Kabylie afin de les incorporer dans des crèmes solaires. En premier lieu, une caractérisation s'est opérée par une évaluation des propriétés organoleptiques, physicochimiques et spectrométriques (spectroscopie infrarouge et UV) ainsi que des observations microscopiques afin d'évaluer leurs qualités et leur conformité aux normes du COI et du CODEX ALIMENTARIUS. Ceci a été suivi par une mesure des indices de protection solaire de ces huiles. Les propriétés organoleptiques et physicochimiques obtenues sont en accord avec les normes. En second lieu, des crèmes solaires ont été formulées à base des huiles les plus performantes. Ces formulations à leur tour ont fait l'objet d'une caractérisation organoleptique, physico-chimique, spectroscopique. Les indices de protection solaire de ces formulations ont également été déterminés. Les résultats obtenus sont globalement en accord avec ceux des références utilisées dans notre étude.

Mots clés : huiles d'olive, caractérisation, formulation, crème solaires, facteur de protection solaire.

Abstract :

The objective of this work is to characterize two varieties of olive oils from four different regions of Kabylie in order to incorporate them into sunscreens. First, a characterization was carried out by an evaluation of the organoleptic, physicochemical and spectrometric properties (infrared and UV spectroscopy) as well as microscopic observations in order to determine their qualities and their conformity with the standards of COI and CODEX ALIMENTARIUS. This was followed by a measurement of the sun protection factors of these oils. The organoleptic and physicochemical properties of the oils are in accordance with the standards. Secondly, sunscreen creams have been formulated based on the most effective oils. These formulations were also subjected to organoleptic, physico-chemical, and spectroscopic characterization. The sun protection factors of these formulations were also determined. The obtained results are globally in agreement with those of the references used in our study.

Keywords: olive oils, characterization, formulation, sunscreen cream, sun protection factors.

ملخص: الهدف من هذا العمل هو دراسة نوعين من زيوت الزيتون من أربع مناطق مختلفة من منطقة القبائل من أجل دمجها في كريمات واقية من الشمس. أولاً، تم تقييم الخصائص الحسية والكيميائية الفيزيائية والطيفية (التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء والأشعة فوق البنفسجية). بالإضافة إلى الملاحظات المجهرية من أجل تقييم صفاتها ومعرفة مدى توافقها مع معايير المجلس الدولي للزيتون.

والدستور الغذائي. تبع ذلك قياس مؤشرات الحماية من الشمس لهذه الزيوت، النتائج المتحصل عليها كانت تتوافق مع المعايير ثانياً، تم تصنيع كريمات الشمس باستعمال الزيوت الأكثر فاعلية. كانت هذه التركيبات بدورها موضوعاً للتقييمات الحسية والفيزيائية والكيميائية والطيفية. كما تم تحديد مؤشرات الحماية من أشعة الشمس لهذه التركيبات. النتائج التي تم الحصول عليها تتوافق عموماً مع تلك الخاصة بالمراجع المستخدمة في دراستنا.

الكلمات المفتاحية: زيوت الزيتون، التقييم، التركيبية، كريم الحماية من الشمس، عامل الحماية من الشمس