

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

العالى والبحث العلمىوزارةالتعللىم

Ministère de l'enseignement supérieure de la recherche scientifique

جامعة أبوبكر بلقاىد تلمسان

Université ABOU-BEKR-BELKAID-TLEMSEN



**Faculté des sciences de la nature et de la vie
Et sciences de la terre et l'univers
Département de Biologie
Option : Agroalimentaire et Contrôle de Qualité**

Mémoire d'obtention du Diplôme de MASTER en Sciences Alimentaires

Présenté par

BOUTERFAS HOUSSEM EDDINE

Sujet de la thèse

Etude de la qualité de l'huile d'olive algérienne effet des conditions de stockage

Soutenu le Juin 2022 devant le jury composé de :

Président	Mme GHANMI F.Z
examinatrice	Mme Meziane
Encadreur	Mr BENYOUB.N

Année universitaire : 2021-2022.

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents qui m'ont guidé durant les moments les plus pénibles de ce long chemin, mes parents qui ont été à mes côtés et me soutenu durant toute ma vie.

A mes sœurs et frères : Abderahmane, Nabil, Fatima zohra pour leur patience, d'avoir tendu chaleureusement leurs bras et pour avoir évincé mes moments de doute.

A toute ma famille: Bouterfas.

A tous mes amis sans exception.

A Tous mes enseignants tout au long des cycles de mes études.

Et enfin à tous ceux qui sont très chers.

Bouterfas Housseem eddine

Remerciement

Toute notre parfaite gratitude et remerciement à Allah le plus puissant qui nous a donné la force, le courage et la volonté pour élaborer ce travail.

Mes premiers remerciements vont à mon encadreur de mémoire Mr Benyoub Noreddine, d'avoir accepté de nous encadrer dans le projet de fin d'études, et nous le remercions pour son encadrement, son aide, son orientation et ses conseils.

Nous remercions aussi le président de jury madame Ghanmifatima zohra ainsi que l'examineur monsieur Znasni d'avoir accepté de lire et d'examiner ce modeste travail et d'apporter les critiques nécessaires à la mise en forme de ce projet.

Enfin, à tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin pour la réalisation de ce projet de fin d'étude.

الملخص

يعتبر زيت الزيتون من أقدم الزيوت النباتية ، يتم الحصول عليه من ثمار شجرة الزيتون فقط من خلال استخدام العمليات الفيزيائية دون اللجوء إلى مراحل التكرير. عدم وجود هذا الأخير يسمح لزيت الزيتون بالاحتفاظ بجميع مضادات الأكسدة ، فهو الزيت الوحيد الذي يمكن استهلاكه في شكله الخام دون معالجة مسبقة. تم ربط هذه الفوائد إما بتكوين الأحماض الدهنية حيث يعتبر حمض الأوليك هو المكون الرئيسي ، ووجود جزيئات حيوية ثانوية ، مثل الفيتامينات ومضادات الأكسدة الطبيعية. إن الطلب الكبير على زيت الزيتون البكر عالي الجودة لا يرجع فقط إلى فوائده الصحية ولكن أيضاً إلى خصائصه الحسية.

استندت دراستنا إلى المقارنة بين زيتي زيتون من صنفين ، شمال وأزراجيو أبركان ، من وجهة نظر فيزيائية-كيميائية.

تم أخذ العينات من منطقتين مختلفتين من ولاية تيزي وزو (معطاسواينتودرت) ومقارنتها بمنطقتين (إيليتن وبترونا) ، ويتطلب امتثال الزيت لتأثير الكربون تحديد معايير فيزيائية معينة (محتوى الماء ، الامتصاص في الأشعة فوق المرربات). البنفسجية) والمواد الكيميائية (الحموضة ، قيمة البيروكسيد ، قيمة اليود ، قيمة التصبن ، محتوى الفينولية ، محتوى الأصباغ

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن جميع عينات الزيت المدروسة (أصناف شمال وأزراجيو أبركان) لها خصائص فيزيائية-كيميائية وفقاً لمعيار COI 2015، باستثناء قيم الانقراض عند 232 نانومتر ومؤشر التصبن.

يحتوي صنف شمال على مستويات عالية من الماء والمركبات الفينولية مقارنة بصنف أزراجيو أبركان. وقيم أقل في الحموضة والكلوروفيل.

الكلمات المفتاحية: شجرة زيتون ، صنف ، زيت زيتون ، تحليلات فيزيائية-كيميائية ، معايير ، جودة ، توصيف.

Résumé

L'huile d'olive est l'une des huiles végétales les plus anciennes, obtenue à partir du fruit de l'olivier et uniquement par l'utilisation des procédés physique, sans recourir à des étapes de raffinage. L'absence de cette dernière permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants, c'est la seule huile qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable. Ces bienfaits ont été liés l'un ou l'autre à sa composition en acides gras où l'acide oléique est le composant principal, et à la présence des biomolécules mineures, telles que les vitamines et les antioxydants naturels. La forte demande en huile d'olive vierge de bonne qualité est due non seulement à ses vertus de santé mais également à ses propriétés organoleptiques.

Notre étude s'est appuyée sur la comparaison entre deux huiles d'olive de deux variétés, Chemlal, Azeradj et ABerkan, d'un point de vue physico-chimique.

Les échantillons ont été prélevés dans deux régions différentes de l'Etat de TiziOuzou (Maâtkas et Ait Toudert) et comparés à deux régions (Illiitten et Petrona), et la conformité de l'huile au COI nécessite la détermination de certains paramètres physiques (teneur en eau, absorption dans rayons UV) et chimique (acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de saponification, teneur en composés phénoliques, teneur en pigments).

Les résultats obtenus ont montré que tous les échantillons d'huile étudiés (cultivars Chamalal, Azeradj et ABerkan) ont des propriétés physico-chimiques selon la norme COI 2015, à l'exception des valeurs d'extinction à 232 nm et de l'indice de saponification.

La variété Chemlal présente des taux élevés en eau et en composés phénoliques par rapport à la variété Azeradj et des valeurs moins élevées en acidité et en chlorophylle.

Mots clés: olivier, variété, huile d'olive, analyses physico-chimiques, normes, qualité, caractérisation.

Abstract

Olive oil is one of the oldest vegetable oils, obtained from the fruit of the olive tree and only through the use of physical processes, without resorting to refining stages. The absence of the latter allows olive oil to retain all its antioxidants, it is the only oil that can be consumed in its raw form without prior treatment. These benefits have been linked either to its fatty acid composition where oleic acid is the main component, and to the presence of minor biomolecules, such as vitamins and natural antioxidants. The high demand for good quality virgin olive oil is due not only to its health benefits but also to its organoleptic properties.

Our study was based on the comparison between two olive oils of two varieties, Chemlal, Azeradj and Aberkan, from a physico-chemical point of view.

The samples were taken from two different regions of the State of TiziOuzou (Maâtkas and AitToudert) and compared to two regions (Iliitten and Petrona), and the compliance of the oil with the COI requires the determination of certain physical parameters (water content, absorption in UV rays) and chemical (acidity, peroxide value, iodine value, saponification value, content of phenolic compounds, content of pigments).

The results obtained showed that all the oil samples studied (Chamalal, Azeradj and ABERkan cultivars) have physico-chemical properties according to the COI 2015 standard, with the exception of the extinction values at 232 nm and the index of saponification.

The Chemlal variety has high levels of water and phenolic compounds compared to the Azeradj variety. And lower values in acidity and chlorophyll.

Keywords: olive tree, variety, olive oil, physico-chemical analyses, standards, quality, characterization.

Sommaire

INTRODUCTION	1
CHAPITRE I	3
I. 1. GENERALITES	4
I.2 L’HUILE D’OLIVE.....	4
I.2.1 L’HISTOIRE DE L’OLIVIER.....	4
I.2.2 DE L’OLIVIER A L’HUILE D’OLIVE.....	4
I.2.3 DEFINITION DE L’HUILE D’OLIVE.....	5
I.3. LES DIFFERENTS TYPES D’HUILE D’OLIVE	6
I.3.1 LES HUILES D’OLIVE VIERGES.....	6
I.3.2. L’HUILE D’OLIVE VIERGE RAFFINEE	7
I.3.3 L’HUILE DE GRIGNON D’OLIVE :.....	7
I.4 .COMPOSITION CHIMIQUE DE L’HUILE D’OLIVE	8
I. 4.1. LA FRACTION SAPONIFIABLE DE L’HUILE D’OLIVE :.....	9
I.4.2 LA FRACTION INSAPONIFIABLE.....	12
I.5. CONTROLE DE LA QUALITE DE L’HUILE D’OLIVE.....	17
I.6. CONSERVATION DE L’HUILE D’OLIVE	18
I.7. LES BIENFAITS DE L’HUILE D’OLIVE.....	20
CHAPITRE II	22
II.1. GENERALITE	23
II.2. OXYDATION DES LIPIDES.....	23
II.3.TYPES D’OXYDATION.....	23
II.3.1. AUTO- OXYDATION :.....	23
II.3.2. PHOTO – OXYDATION.....	23
II.3.3. OXYDATION ENZYMATIQUE	24
II.4. PRODUITS FORMES AU COURS DE L’OXYDATION DES LIPIDES.....	24
II.4.1. PRODUITS PRIMAIRES	24
II.4.2. PRODUITS SECONDAIRES	24
II.5. FACTEURS INFLUENÇANT L’OXYDATION	25
II.5. 1.ACTIVITE DE L’EAU (AW).....	25

II.5.2. LE PH	25
II.5.2. L'OXYGENE	25
II.5.3. LA TEMPERATURE.....	26
II.6.1. FORMATION DES HYDROPEROXYDES	27
II.6.2. DECOMPOSITION DES HYDROPEROXYDES ET PRODUITS SECONDAIRES FORMES	27
CHAPITRE III	28
ETUDE DE QUALITE DE L'HUILE D'OLIVE ALGERIENNE.....	29
III.1. INTRODUCTION.....	29
III.2. ECHANTILLONNAGE.....	29
III.3. PROPRIETES PHYSICOCHIMIQUES	30
III.3.1 INDICE D'ACIDE.....	30
III.3.2 INDICE DE PEROXYDE.....	33
III.3.4 INDICE D'IODE.....	40
III.4.METHODE DE CARACTERISATION.....	42
III.4.1. ANALYSE SPECTROSCOPIQUE DANS L'UV-VISIBLE	42
III.4.1.1 DETERMINATION DE K270 & K232 :	42
III.4.1.2 : DOSAGE DES CAROTENOÏDES TOTAUX	44
III.4.1.3 : DOSAGE DES CAROTENOÏDES TOTAUX.....	46
III.4.1.4 : DOSAGE DES POLY PHENOLS PAR LA METHODE DE FOLIN-CIOCALFEU	48
III.4.2 : ANALYSE PAR INFRAROUGE.....	49
CHAPITRE IV	50
IV.1. ANALYSES CHIMIQUES.....	51
IV.1.1. INDICE D'ACIDITE.....	51
IV.1.1.1. PREMIER RESULTAT D'ACIDE	51
IV.1.1.2. DEUXIEME RESULTAT D'ACIDE	52
IV.1.2. INDICE DE PEROXYDES	54
IV.1.2.1. PREMIER RESULTAT DE PEROXYDE	54
IV.1.2.2. DEUXIEME RESULTAT DE PEROXYDE.....	55
IV.1.3. INDICE D'IODE	56
IV.1.3.1. PREMIER RESULTAT D'IODE	57

IV.1.3.2. DEUXIEME RESULTAT D'IODE.....	57
IV.1.4. INDICEDESAPONIFICATION.....	59
IV.1.4.1. PREMIER RESULTAT DE SAPONIFICATION	59
IV.1.4.2. DEUXIEME RESULTAT DE SAPONIFICATION.....	60
IV.2. ANALYSEDELA COMPOSITION CHIMIQUEDEL'HUILED'OLIVE.....	62
IV.2.1. LES COMPOSES PHENOLIQUES.....	62
IV.2.1.1. PREMIER RESULTAT DES COMPOSES PHENOLIQUES.....	62
IV.2.1.2. DEUXIEME RESULTAT DES COMPOSES PHENOLIQUES.....	63
IV.3.1.2. DEUXIEME RESULTAT DE TENEUREN CHLOROPHYLLES	66
IV.4. DISCUSSIONS.....	68
CONCLUSION.....	70
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	ERREUR ! SIGNET NON DEFINI.

Liste des tableaux

Tableau	N° de page
Tableau I.1 : Caractéristiques de la qualité de l'huile d'olive	8
Tableau II.2 : Composition en acide gras d'une huile d'olive	10
Tableau I.3 : Principaux triglycérides de l'huile d'olive .	12
Tableau I.4 : Classes majeures des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge	15
Tableau I.5 : Rôles physiologiques et biologiques de certains composés chimiques de l'huile d'olive	21
Tableau III.I Echantillon étudié	29
Tableau III.2 : Matériels et réactifs à l'indice d'acide	31
Tableau III.3 : Matériels et réactifs relatifs à la caractérisation de l'indice de peroxyde	37
Tableau III.4 : Matériels et réactifs inhérents à la caractérisation de l'indice de peroxyde	40
Tableau III.5 : Matériels et réactifs idoines à l'indice d'iode	41
Tableau IV.1 : Teneur en Acidité des deux variétés étudiées	53
Tableau IV.2 : Les Valeurs d'acidité des échantillons analysés	54
Tableau IV.3 : Teneur de l'indice de peroxyde de deux variétés étudiées	56
Tableau IV.4 : Résultats de mesure de l'indice de peroxyde des huiles analysées	57
Tableau IV.5 : Teneur en indice d'iode des deux variétés étudiées	59
Tableau IV.6 : Résultats de mesure de l'indice d'iode des huiles analysées	60

Tableau IV.7: Résultats de l'indice de saponification des échantillons analysés	62
Tableau IV.8 : Résultats de mesure de l'indice de saponification des huiles analysées.	62
Tableau IV.9: Teneur en composés phénoliques de deux variétés étudiées.	64
Tableau IV.10: Résultats de la teneur en composés phénolique dans huiles analysées.	65
Tableau IV.11: Résultats de la teneur en chlorophylles des échantillons analysés	68
Tableau IV.12 : Teneurs en chlorophylle des huiles analysées(ppm).	68

Liste des figures

Figure	N° de page
Figure I.1 : Structure chimique générale des triglycérides.	11
Figure I.2 : Structures chimiques de quelques stérols présents dans l'huile d'olive.	12
Figure I.3 : Structure générale d'un tocophérol	13
Figure I.4 : Structure du squalène	14
Figure I.5 : Structures chimiques des Chlorophylle a et b	16
Figure I.6 : Structure de la β -carotène	17
Figure III.2 : Spectrophotomètre UV–Visible	44
Figure III.3 : Spectrophotomètre FTIR « Spectrum One ».	51
Figure IV.1 : Valeurs moyennes du taux d'acidité des huiles analysées	55
Figure IV.2 : Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des échantillons analysés meqO ₂ /kg).	57
Figure IV.3 : Valeurs moyennes de l'indice d'iode des échantillons analysés.	60
Figure IV.4 : Valeurs moyennes (mg/g) de l'indice de saponification des échantillons analysés.	63
Figure IV.5 : Résultats de la teneur en composés phénoliques dans les huiles analysées.	66
Figure IV.6 : La teneur moyenne en chlorophylles des échantillons d'huile analysés (ppm).	69

Liste des abréviations

% : Pourcentage
µl : Microlitre
A : Absorbance
AGL : Acide gras libre
C : Concentration
C.C.E : Commission des communautés européenne
C.O.I : Conseil Oléicole International
C° : Degré celsius
CA : Codex Alimentarius
CE : Communauté européenne
E : Extinction spécifique à la longueur d'onde λ .
g : Gramme
HDL : Lipoprotéines à haute densité (Height Density Lipoproteins).
Ia : Indice d'acide
Ii : Indice d'iode
Ip : Indice de peroxyde
Is : Indice de saponification
K232 : extinction spécifique à $\lambda=232$ nm
K270 : extinction spécifique à $\lambda= 270$ nm.
Kg : Kilogramme
KOH : hydroxyde de potassium.
LDL : Lipoprotéines à basse densité (Low Density Lipoproteins).
M : Poids Molaire
meq : Milliéquivalent
mg : Milligramme
min : Minute
ml : Millilitre
N : Normalité
NaOH : hydroxyde de sodium.
nm : Nanomètre
P : Prise d'essai
PET : téréphtalate de polyéthylène
PP : polypropylène
PS : polystyrène
PVC : chlorure de polyvinyle
T : Le trajet optique = 1 cm.
UV : Ultra-violet.
V : Volume

*Introduction
générale*

Introduction générale

L'huile d'olive est le produit méditerranéen par excellence. On la retrouve à travers l'histoire, depuis la civilisation grecque jusqu'à nos jours. Elle est la principale source de matières grasses du régime crétois ou du régime méditerranéen qui sont bien connus pour leurs effets bénéfiques sur la santé humaine. Ces bienfaits ont été liés à sa composition en acides gras bien-équilibrée, où l'acide oléique est le composant principal et où à la présence des biomolécules mineures, telles que les vitamines et les antioxydants naturels.

L'huile d'olive est une huile de table directement issue d'un fruit sans recourir à des étapes de raffinage. En effet, selon les normes officielles, l'huile d'olive ne peut être obtenue qu'à partir du fruit de l'olivier et uniquement par utilisation de procédés physiques. L'absence d'étape de raffinage permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants car ils ne vont pas être éliminés lors de ce procédé.

La production d'olive et sa transformation en huile ont un impact socio-économique. L'Algérie classée parmi les pays producteurs après l'Union Européenne. Il est donc impératif pour notre pays du point de vue économique de garantir des conditions optimales pour obtenir des huiles de haute qualité.

L'huile d'olive subit une oxydation pendant son stockage, résultant de l'auto-oxydation (catalysée par la température, les ions métalliques, ou les radicaux libres correspondants à des lipides déjà oxydés.) et de la photo-oxydation (catalysée par la lumière UV en présence de photo sensibilisateurs.) et oxydation enzymatique (catalysée par la lipoxygénase et la cyclooxygénase). Ces oxydations produisant des hydroperoxydes. Ceux-ci vont se décomposer en une variété de produits d'oxydation secondaires. Enfin, des composés volatils sont formés conduisant l'huile à une dégradation de sa qualité nutritionnelle (couleur, odeur et goût). Le stockage de l'huile d'olive devrait être un paramètre important à étudier afin de garantir des conditions optimales pour obtenir des huiles de haute qualité.

Chaque année sur les routes nationales, des bouteilles et des bidons d'un à cinq litres d'huile d'olive en plastique sont exposées à longueurs de journées aux rayons d'un soleil caniculaire sans aucune protection. Un état qui fait perdre à ce produit très prisé et de large consommation sa saveur, sa valeur nutritive et même thérapeutique, bien plus grave, sa consommation comporte des risques surtout quand elle est conservée dans un emballage en plastique exposée longtemps à la chaleur.

L'objectif de ce travail est d'étudier les effets de l'exposition à la lumière et le type d'emballage et les modifications qu'ils entraînent sur l'huile extra vierge au cours de l'exposition de l'huile d'olive sur route dans des bouteilles en plastique. L'intérêt d'une telle étude est de diffuser une culture des bonnes pratiques à la conservation de l'huile d'olive.

La conformité de l'huile à la norme COI exige la détermination de certains paramètres chimiques (indice d'acide, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de saponification) et physiques (absorbance dans l'ultraviolet, dans le visible et dans l'infrarouge).

Afin de réaliser ce travail, nous avons devisé notre étude en quatre chapitres:

- Le premier chapitre consiste à une synthèse bibliographique où sont présentés des généralités, les types, la composition la conservation et les bienfaits de l'huile d'olive.
- Le deuxième chapitre évoque le phénomène de l'oxydation d'huile d'olive et ses mécanismes.
- Dans le troisième chapitre, (méthodes et matériels) les méthodes d'analyse physicochimiques et sensorielle dans le but de déterminer les paramètres de qualité de l'huile d'olive.
- Le quatrième chapitre est consacré à la discussion des résultats expérimentaux obtenus.
- Une conclusion générale a été présentée pour clore ce manuscrit.

Chapitre I

I. 1. Généralités

L'étude de l'huile d'olive mérite une attention particulière, compte tenu de la place spécifique qu'elle occupe parmi les huiles de table, et ce pour plusieurs raisons :

- L'huile d'olive est la plus ancienne huile connue, sa consommation remonte à l'antiquité. - Sa zone de production correspond à celle de la civilisation gréco-romaine et à travers elle, la nôtre, c'est par celle-là que la culture de l'olivier, la production et la consommation de l'huile d'olive se sont répandues dans tout le bassin méditerranéen.
- L'huile qui est le jus d'un fruit est presque uniquement consommée à l'état vierge. Elle est pratiquement la seule aujourd'hui à avoir cette particularité.

Toutes les études démontrent que les régimes alimentaires à base d'huile d'olive sont bénéfiques pour la santé humaine en diminuant le risque de plusieurs maladies. De nombreuses recherches ont été faites pour en garantir sa pureté, son authenticité et sa qualité

I.2 L'huile d'olive

I.2.1 l'histoire de l'Olivier

Son apparition sur terre serait préhistorique et antérieure à celle de l'homme. Il pourrait être originaire d'Asie Mineure ou de Syrie où il poussait de manière sauvage, appelé oléastre, en de véritables forêts.

La culture de l'olivier aurait débuté en Crète à l'époque paléolithique et néolithique entre 3500 et 5000 ans av. JC puis a été développée par les Phéniciens et les Syriens tout au tour de la Méditerranée à partir du VIème siècle av. JC. Outre son utilisation alimentaire l'huile était utilisée brute ou parfumée comme produit de massage et était aussi la principale source d'éclairage. Dès l'Age de Bronze, le commerce de l'huile apparait. Ce dernier était très contrôlé car l'huile était fortement liée au pouvoir religieux et économique. Les dolia, jarres et amphores portent le nom de leur producteur et voyagent intensivement d'un port à l'autre, puis sur les voies romaines.

I.2.2 De l'olivier à l'huile d'olive

Si la production de l'huile d'olive est actuellement en plein essor, celle-ci n'est pas un produit du XXIe siècle. En effet des fossiles de fragments d'olivier datant du XIIe millénaire avant Jésus Christ ont été retrouvés autour de la Méditerranée (Conseil Oléicole International, COI, 1997). L'olivier et l'huile d'olive font partie intégrante de l'histoire du bassin méditerranéen et on les retrouve au fil des siècles à travers différents

mythes et croyances. C'est notamment le cas dans la mythologie grecque où Athéna devint protectrice d'Athènes au dépens de Poséidon après avoir offert à la ville d'Athènes un présent bien plus utile que le cheval de Poséidon : un olivier. Le bois d'olivier servira ensuite pour les gravures de divinités grecques et sera le bois utilisé pour la fabrication de la massue d'Hercule. Les premiers vainqueurs des jeux olympiques se voyaient remettre des rameaux d'olivier et des jarres d'huile d'olive en récompense de leurs performances. De tout temps l'olivier a été associé à des vertus telles que la sagesse, la paix, la victoire, la richesse et la fidélité.

Plus de 90% des oliviers sont cultivés dans le bassin méditerranéen, notamment en Espagne, en Italie et en Grèce. Il existe plus de cent variétés d'oliviers, cultivées en fonction de leur objectif final. Les olives peuvent avoir deux grandes utilisations : la première est l'utilisation en tant que fruit entier ou encore appelée "olives de table", la seconde est pour la production d'huile d'olive.

La production mondiale d'olives de table est d'environ un million de tonnes soit 10 % de la récolte totale d'olives. La grande majorité des olives est donc utilisée pour la fabrication de l'huile d'olive.

Après une forte augmentation au cours des années 1990, la production mondiale d'huile d'olive reste relativement stable depuis le début des années 2000 avec une production annuelle située entre 2,4 et 3,2 millions de tonnes (COI, 2009a). Les variations observées d'une année à une autre sont dues à la fois aux conditions climatiques et au fait que les olives ne grandissent que sur des bois de 2 ans (récolte bisannuelle). La production mondiale est grandement influencée par celles de l'Espagne et de l'Italie qui représentent à eux seuls près des 2/3 de la production mondiale.

I.2.3 Définition de l'huile d'olive

L'huile d'olive est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de ré-estérification. L'huile d'olive est une alliée santé quand elle s'invite dans nos assiettes. Elle est aussi un excellent partenaire cosmétique aux nombreuses vertus vantées depuis des millénaires pour sublimer peau et cheveux. Riche en vitamine E et en polyphénols, elle s'utilise dans des produits cosmétiques pour lutter contre les signes de l'âge grâce à son action antioxydante. Les phytostérols qu'elle contient ont une action cicatrisante et réparatrice, ils réduisent

également les inflammations. Les squalènes, principaux composants de la surface de la peau, présentent des propriétés émoullientes et antioxydantes.

I.3. Les différents types d'huile d'olive

L'huile d'olive se décline en différentes qualités. Selon son procédé de fabrication et les conditions du stockage, l'huile d'olive est définie selon trois critères majeurs : l'acidité, l'indice de peroxyde et l'intensité organoleptique.

L'huile d'olive est un corps gras parfaitement réglementé tant pour sa définition que pour sa composition. Le COI a clairement défini les différents types d'huile d'olive (vierge, raffinée, grignon). Le classement des huiles d'olive est le suivant :

I.3.1 Les huiles d'olive vierges

Sont les huiles obtenues du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile et qui n'a subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration; à l'exclusion des huiles obtenues par solvant, par adjuvant à action chimique ou biochimique, ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. Ces huiles font l'objet du classement exhaustif et des dénominations suivants

a. L'huile d'olive extra vierge

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0.8 gramme pour 100 grammes. et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie. Cette dénomination est obligatoirement portée sur l'étiquette, elle seule garantit la qualité de l'huile. Contrairement à ce que l'on croit communément, la mention « première pression à froid » n'apporte aucune garantie de qualité; si les fruits sont fermentés ou altérés, l'huile pressée à froid ou non ne sera pas bonne. De plus, si acheter une huile « vierge extra » équivaut à acheter une huile de très grande valeur, cependant, ses qualités gustatives sont très variables car la mention « vierge extra » n'atteste nullement que l'huile soit d'une seule origine ou le mélange de deux années.

b. L'huile d'olive vierge

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes. Pour 100 grammes.

c. L'huile d'olive vierge courante

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3.3 grammes pour 100 grammes.

I.3.2. L'huile d'olive vierge raffinée

En l'état dénommée huile d'olive vierge lampante est l'huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3.3 grammes pour 100 grammes.

a. L'huile d'olive raffinée

C'est une l'huile d'olive obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0.3 gramme pour 100 grammes.

b. L'huile d'olive

C'est une l'huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes.

I.3.3 L'huile de grignon d'olive

C'est une l'huile obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques, des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de ré-estérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. Elle commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après :

a. L'huile de grignon d'olive brute

C'est une l'huile obtenue par traitement au solvant de grignon d'olive. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

b. L'huile de grignon d'olive raffinée

C'est une l'huile obtenue à partir de l'huile de grignon d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycérique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0.3 gramme pour 100 grammes.

c. L'huile de grignon d'olive

C'est une l'huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation en l'état. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 gramme pour 100 grammes.

Tableau I.1 : Caractéristiques de la qualité de l'huile d'olive

Types	Acidité %	Indice de peroxyde (méquiv. O₂/Kg)	K₂₃₂	K₂₇₀
Huile d'olive extra vierge	max 1.0	max 20	max 2.40	max 0.20
Huile d'olive vierge	max 2.0	max 20	max 2.50	max 0.25
Huile d'olive vierge ordinaire	max 3.3	max 20	max 2.50	max 0.25
Huile d'olive vierge lampante	> 3.3	> 20	max 3.70	> 0.25
Huile d'olive raffinée	max 0.5	max 10	max 3.40	max 1.20
Huile d'olive	max 1.5	max 15	max 3.30	max 1.00
Huile de grignon d'olive brute	min 2.0	--	--	--
Huile de grignon d'olive raffinée	max 0.5	max 10	max 5.50	max 2.50
Huile de grignon d'olive	max 1.5	max 15	max 5.30	max 2.00

I.4 .Composition chimique de l'huile d'olive

La composition de l'huile d'olive dépend de la variété du fruit, de la région de culture et des conditions climatiques. L'huile d'olive a une basse teneur en acides gras saturés et une teneur élevée en acides gras monoinsaturés. Elle contient aussi des polyphénols, de la vitamine E de flavonoïdes, de la provitamine A et des minéraux. Certains de ces constituants sont des antioxydants non seulement pour le corps humain mais aussi pour l'huile d'olive. Les antioxydants protègent le corps humain contre les dommages qui proviennent de l'oxydation

par les radicaux libres, mais aussi ils protègent en même temps l'huile d'olive contre l'oxydation (rancidité).

L'huile d'olive vierge est un système chimique complexe constitué de plus de 250 composés [1,2]. La composition de l'huile d'olive change selon la variété, les conditions climatiques et l'origine géographique. Les composés peuvent être classés en deux grands groupes :

- Les substances saponifiables (triglycérides, acides gras,) (de 96 à 98% de l'huile).
- Les substances insaponifiables (de 2 à 4% de l'huile).

L'huile d'olive contient 99 % d'acides gras dont l'acide oléique à raison de 65 à 80 % du total. Sa formule brute est : $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_7-\text{CH}=\text{CH}-(\text{CH}_2)_7-\text{COOH}$, viennent ensuite les acides palmitiques et linoléiques, puis loin derrière les stéarique, palmitoléique ... près d'une vingtaine en tout. Les proportions en acides varient en fonction de la variété de l'olive, des conditions climatiques, du sol et des paramètres de pression.

L'acide oléique fait partie des acides insaturés dont on ne vante plus les intérêts diététiques. Il est monoinsaturé : sa chaîne moléculaire présente une liaison double (C=C). D'autres acides rencontrés dans les huiles végétales comportent plusieurs doubles liaisons C=C: ils sont polyinsaturés

I. 4.1. La fraction saponifiable de l'huile d'olive

a. Les acides gras

Les acides gras appartiennent à la famille des lipides. Ces lipides contiennent une fraction principale dite saponifiable (phospholipides, triglycérides) et une fraction mineure insaponifiable (stérols, vitamines liposolubles, caroténoïdes). Les lipides sont caractérisés par leur insolubilité dans l'eau et la solubilité dans les solvants organiques.

Les acides gras sont des molécules organiques comprenant une chaîne carbonée terminée par un groupement carboxyle. Cette chaîne carbonée peut être dépourvue de toute double liaison carbone-carbone, dans ce cas les acides gras sont dits « saturés ». Elle peut également contenir une double liaison (acides gras monoinsaturés AGMI) ou plusieurs doubles liaisons (acides gras polyinsaturés AGPI). Pour les acides gras insaturés, ils sont souvent référencés selon la position de la première double liaison par

rapport au groupement méthyl terminal. Il existe 2 grandes familles d'AGPI : la série en n-6 (ou oméga 6) et la série

n-3 (ou oméga 3). Dans l'huile d'olive on trouve de l'acide linoléique (oméga 6) et de l'acide alpha-linolénique (oméga 3). Ces acides gras sont dits « essentiels » car ils ne peuvent pas être synthétisés par l'homme et doivent donc être apportés par l'alimentation. Dans la nature, les acides gras sont généralement sous forme de triesters entre des acides gras et du glycérol selon la formule :



Dans le cas de l'huile d'olive les triacylglycérides représentent entre 98% et 99% de la masse totale. Quelques rares acides gras libres peuvent être trouvés et témoignent d'une oxydation du triester. La composition en acide gras est très variable et dépend de la variété d'olives, la région de production et de l'année de la récolte (influence des conditions environnementales). Des normes telles que celle du codex alimentarius régulent cependant cette variabilité en plaçant des limites hautes et basses sur les proportions de chacun des acides gras.

Tableau II.2 : Composition en acide gras d'une huile d'olive

Acide gras	Formule	Pourcentage %
Acide oléique	C18:1 Δ9	55-83
Acide linoléique	C 18:2 Δ6	35-21
Acide palmitique	C 16 :0	7,5-20
Acide stéarique	C 18 :0	0,5-5
Acide palmitoléique	C 16:1 Δ7	0,3-3,5
Acide linolénique	C 18:3 Δ3	≤0,9
Acide arachidique	C 20 :0	≤0,6
Acide gadoléique	C 20:1 Δ9	≤0,4
Acide margarique	C 17 :0	≤0,3
Acide béhénique	C 22 :0	≤0,2
Acide lignocérique	C 24 :0	≤0,2
Acide mystérique	C 14 :0	≤0,05

b. Cires

La teneur en cires varie d'une huile à une autre [3]. Le profil de ces esters des acides gras et des alcools gras constitue un indicateur intéressant pour la qualité et la pureté des huiles d'olive vierges. Les cires peuvent distinguer entre les huiles d'olive raffinées et les huiles d'olive pulpes. La première catégorie contient un pourcentage élevé de C36 et C38 par rapport à la teneur en C42, C44 et C46 inversement à la deuxième catégorie. La teneur des cires pour l'huile extra vierge et vierge et ordinaire est inférieure à 250 ppm et inférieure à 350 ppm pour les autres huiles.

c. Triglycérides

Un autre type de composé saponifiable sont les triglycérides. Ce sont des esters dérivés du glycérol. Cet alcool possède trois fonctions hydroxyles. Si une seule de ces fonctions hydroxyles est libre, il s'agit de diglycérides et si deux des fonctions hydroxyles sont libres, on parle de monoglycérides.

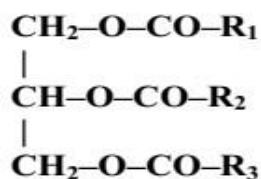


Figure I.1 : Structure chimique générale des triglycérides.

Où R_1 , R_2 et R_3 sont des acides gras. Les trois acides gras ne sont pas nécessairement les mêmes. Les triglycérides qui sont trouvés dans des proportions significatives dans l'huile d'olive sont représentés dans le tableau (Tableau I.3) [4].

Tableau I.3: Principaux triglycérides de l'huile d'olive [4].

Nature	%des triglycérides	Nomination
• OOO		• la trioléine
• POO	• 40-59	• la dioléopalmitine
• OOL	• 12-20	• la dioléolinoléine
• POL	• 12.5-20	• la
• SOO	• 5.5-7	• palmitooléolinoleine
	• 3-7	• la dioléostéarine

I.4.2 la fraction insaponifiable

a. Les stérols

Ce sont des hydrocarbures cycliques à quatre cycles (tétracycliques) comportant le plus souvent 27-28-ou 29 atome de carbone avec au moins une fonction alcool et plusieurs doubles liaisons. La quantité totale de stérols dans l'huile d'olive extra vierge est de 1000 mg/kg. Dans l'huile d'olive, le principal stérol est le β -sitostérol, représentant jusqu'à 90-5% du total. Le campestérol et le stigmasterol comptent respectivement pour 3% et 1% du total.

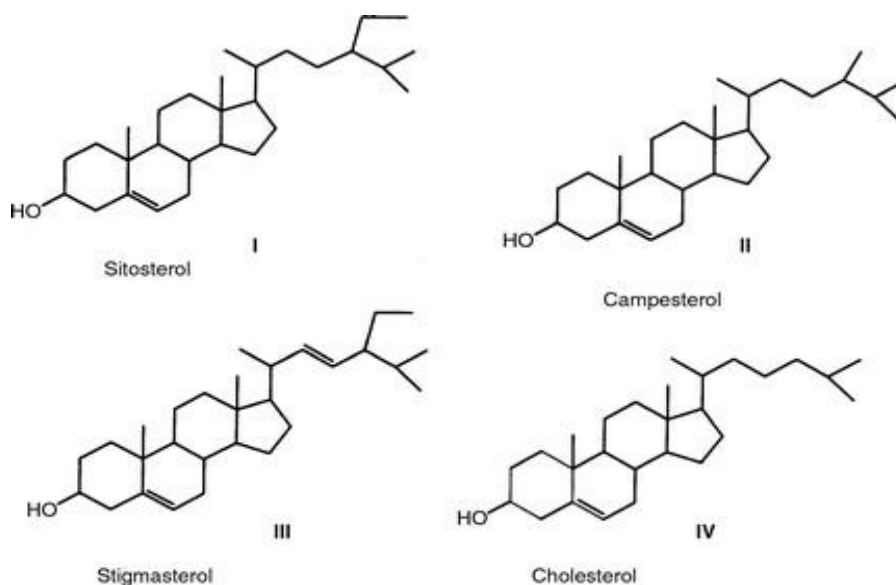


Figure I.2 : Structures chimiques de quelques stérols présents dans l'huile d'olive.

b. Tocophérols

Les tocophérols (vitamine E) constituent une classe très importante de composés insaponifiables. En effet, ces composés sont des antioxydants naturels et leur présence confère une certaine stabilité à l'huile d'olive. Parmi ceux-ci, nous pouvons citer comme exemple l' α -tocophérol, le β -tocophérol, le δ -tocophérol et le γ -tocophérols. La teneur en tocophérol dans l'huile d'olive varie entre 50 et 150 mg/kg.

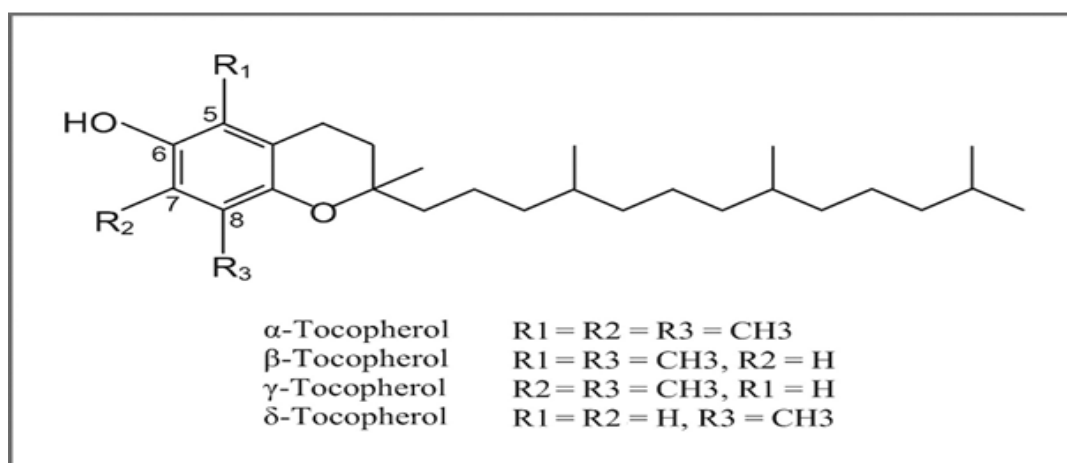


Figure I.3 : Structure générale d'un tocophérol [5].

c. Les hydrocarbures

Une deuxième classe de composés insaponifiables est les hydrocarbures. Parmi ceux-ci, on compte des hydrocarbures saturés, des composés aromatiques. Cependant, il est possible de retrouver aussi des hydrocarbures insaturés car lors de l'étape de raffinage (décoloration...), les stérols subissent une réaction de déshydratation pouvant conduire à la formation d'hydrocarbures insaturés. Par exemple β -sitostérol produit le 3,5-stigmastadiène, le campesterol donne le 3,5campesteddiène et stigmastérol produit le 3,5,22-stigmastadiène .

L'huile d'olive contient des hydrocarbures dont le squalène(C₃₀ H₅₀) qui représente 500 à 780 mg/100g de l'huile d'olive. Il a des propriétés antioxydantes et effet scavenger (balayeur) des radicaux libres.

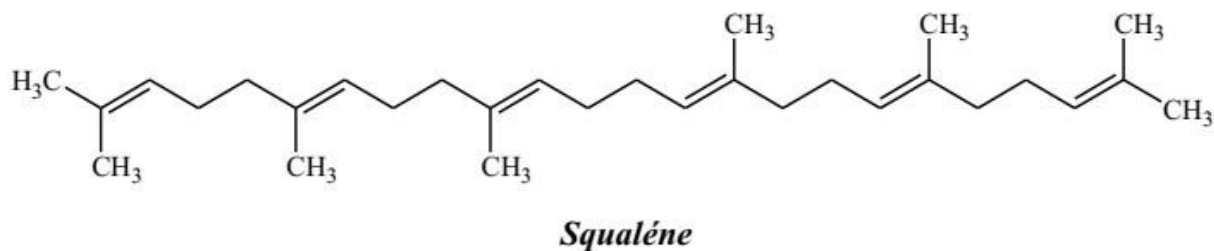
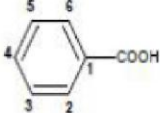
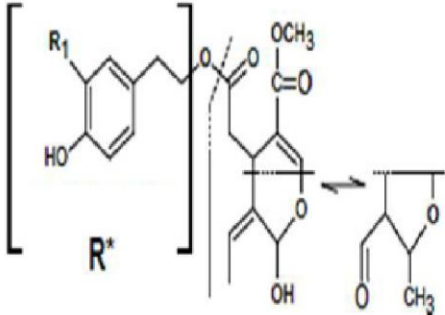
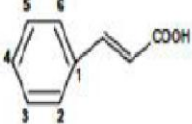
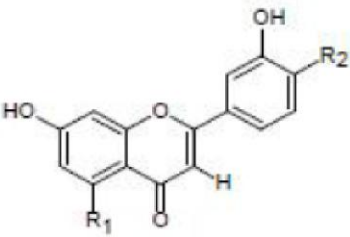
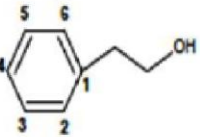
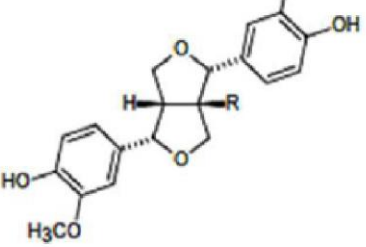


Figure I.4 : Structure du squalène [5].

d. Composés phénoliques

L'huile d'olive renferme plus de 30 composés phénoliques. L'hydroxytyrosol et l'oleuropéine sont les principaux composés phénoliques exerçant une activité antioxydante[6], tandis que les acides phénoliques, les alcools phénoliques, les hydroxyisochromans et les flavonoïdes constituent la fraction mineure des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge [7]. Ces composés phénoliques confèrent d'une part une grande stabilité oxydative à l'huile durant le stockage, et d'autre part, contribuent fortement au goût piquant, à l'astringence et à l'amertume des huiles.

Tableau I.4: Classes majeures des composés phénoliques de l'huile d'olive vierge [7,8].

Composé	Structure générale	Composé	Structure générale
Acides benzoïques Acide vanillique Acide syringique Acide gallique Acide hydroxybenzoïque		Secoiridoïdes Oleupéine aglycone Ligstroside aglycone Oleuropéine Forme dialdéhydrique d'oleuropéine aglycone	 <p>Acide elenolique (AE) La forme elenolique de AE</p>
Acides cinamiques Acide p-coumarique Acide o-coumarique Acide caféique Acide férulique		Flavonoïdes Apigénine Lutéoline	
Alcools phénoliques Hydroxytyrosol Tyrosol (3,4-Dihydroxyphenyl) éthanol-glucoside		Lignanes (+)-1-Acétoxypinoresinol (+)-Pinoresinol	

e. Les Pigments colorants

La couleur de l'huile d'olive est essentiellement liée à la présence des chlorophylles, de la phéophytine ainsi qu'aux caroténoïdes. Les pigments sont également impliqués dans les mécanismes de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation. Leur contenu dans l'huile d'olive s'étend entre 1 et 20 ppm, mais change selon la variété, la température et la durée du traitement thermique de l'olive ainsi que la culture, le sol, le climat, et le degré de maturation du fruit.

- Chlorophylles

La fraction des chlorophylles (1 à 10 ppm) responsable de la couleur verte de l'huile englobe la chlorophylle a et b et les phéophytines [9].

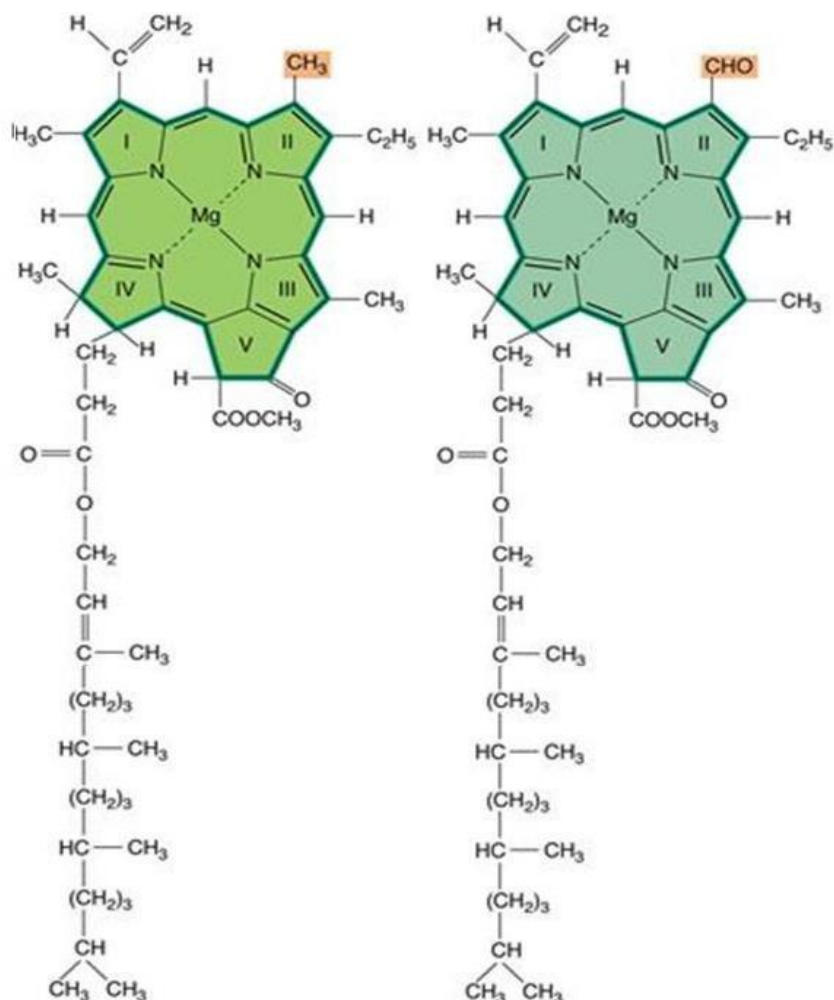


Figure I.5 : Structures chimiques des Chlorophylle a et b

- Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des composés liposolubles associés à la fraction lipidique de l'huile d'olive, son taux est très variable, allant de 1.15 à 6.22 mg/kg [10]. Le pigment caroténoïde le plus retrouvé dans l'huile d'olive est le β -carotène (Provitamine A) qui présente une action vitaminique et antioxydante [11].

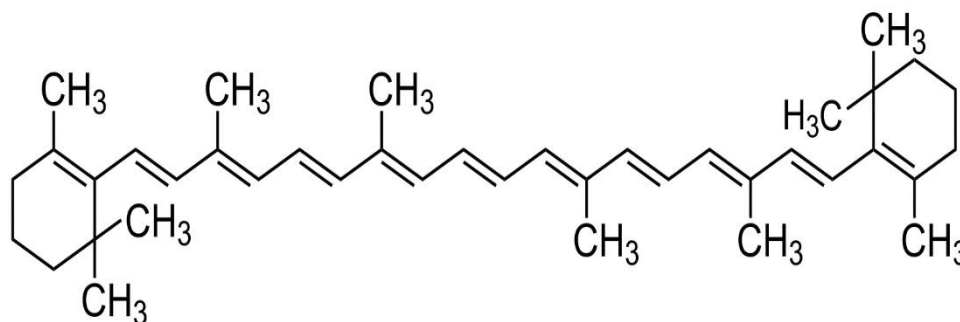


Figure I.6 : Structure de la β -carotène [12].

I.5. contrôle de la qualité de l'huile d'olive

Etant donné l'image très positive de l'huile d'olive, le Conseil Oléicole International vise à améliorer encore la qualité du produit qui dépend de plusieurs facteurs :

- En premier lieu, la qualité des olives dépend des différentes étapes qui s'étendent de la production (labour, l'âge de l'arbre, taille des oliviers, quantité d'engrais, l'irrigation, la variété) à la cueillette des olives (l'état du fruit, son degré de maturation au moment de ramassage) et de la fabrication à la conservation de l'huile.
- Le lavage des olives après la récolte : l'olive doit subir un lavage qui permet d'éliminer les levures et les microorganismes qui se trouvent sur la pellicule des drupes. Ces organismes unicellulaires peuvent passer dans l'huile et se développer, atténuant ainsi la qualité de l'huile. Au bout de quelques mois de stockage l'huile devient de goût rance et dégage des odeurs désagréables. De même, l'opération d'effeuillage est nécessaire et recommandée pour améliorer la qualité des huiles produites.
- La rapidité de traitement des olives : une fois récoltées les olives doivent être pressées le plus rapidement possible sous peine de perdre leur parfum. Du fait de sa composition en huile, l'olive s'abîme très vite une fois récoltée. Cette dégradation sera d'autant plus accentuée que le stockage sera long (plus de 48 heures) et effectué dans de mauvaises conditions. Ceci provoque des échauffements des olives et déclenche le processus de fermentation, augmentant le taux d'acidité.
- Le traitement thermique de l'olive affecte d'autres traits de la qualité, comme la stabilité oxydative, la composition en arôme et également un changement du contenu de pigment de l'huile d'olive vierge.
- Les différents procédés d'extraction affectent la qualité de l'huile d'olive vierge et certains composants chimiques comme les polyphénols qui sont très solubles dans

l'eau. En effet, l'huile d'olive vierge extraite à partir de la méthode dite de centrifugation contient moins de polyphénols, du fait que l'eau utilisée pour diluer la pâte, est tiède. Une augmentation dans la quantité de cette eau, dissout partiellement les polyphénols et réduit leur taux, et par conséquent la stabilité de l'huile d'olive au cours du stockage [13, 14].

- La température d'extraction : l'extraction se fait à froid, car à partir de 25°C, les arômes sont modifiés. Par ailleurs, une température supérieure à 28°C au cours du broyage et du malaxage a un impact sur la qualité de l'huile. Ainsi un contact long entre la phase organique contenant l'huile et la phase aqueuse (marginé), au cours de la décantation dans les procédés traditionnels, conduit à des phénomènes d'oxydation.
- Le stockage et la conservation constituent des facteurs importants dans la qualité de l'huile destinée à la consommation. En effet, une fois l'huile obtenue, il est important de la stocker, à l'abri de la lumière et, dans un endroit frais et sec avec un minimum de contacts avec l'air, de préférence dans des récipients en acier inoxydable ou en verre et non en matière en plastique qui donne un mauvais goût à l'huile. Des changements de température de conservation favorisent la dégradation de l'huile d'olive.

I.6. Conservation de l'huile d'olive

L'huile d'olive peut être conservée pendant plusieurs mois. Durant sa conservation, elle peut subir des changements organoleptiques caractérisés par l'augmentation de l'acidité (due à l'action des lipases) et le développement des réactions de rancissement. Pour cela, un ensemble de précautions doivent être mis en place pour le stockage de l'huile d'olive.

Dans ce qui suit, nous allons donner un aperçu sur les travaux effectués sur l'effet des conditions de stockage sur la qualité d'huile d'olive.

- Psomiadou E et Tsimidou M [15] ont étudié une huile d'olive conservée entre 12 et 18 mois à l'obscurité (Bouteilles en verre transparent : bouteilles entourées d'aluminium, placées dans un carton fermé sans espace de tête). Ils ont trouvé que les indices de peroxyde IP et K232 augmentent légèrement et que leurs valeurs sont pour certaines huiles bien supérieures à celles mesurées après une exposition à la lumière. Ces évolutions sont peu marquées de part la faible quantité d'oxygène dissout (bouteilles fermées sans espace de tête). L'impact de la lumière est difficilement quantifiable car les durées d'exposition à la lumière (trois mois) sont plus faibles que

celles réalisées à l'obscurité (12-18 mois). Ces résultats laissent supposer une photo-dégradation des produits primaires d'oxydation et de certains pigments comme les phéophytines.

- De leur part Morello et al. [16] ont observé que douze mois de stockage (bouteilles en verre ambré) à l'obscurité et à température ambiante, d'une huile d'olive vierge commerciale, favorise l'augmentation du pourcentage d'acide oléique (due à la dégradation des acides linoléique et linoléique) et la diminution des teneurs en chlorophylles, en caroténoïdes et en phénols totaux jouant leur rôle d'antioxydants. Parmi les phénols simples identifiés, seules les quantités de tyrosol et d'hydroxytyrosol ont augmenté de part l'hydrolyse des dérivés sécoroïdiques alors que les lignans sont restés stables jusqu'à la fin du stockage.
 - Di Giovacchino et al. [17] ont étudié le stockage de l'huile dans une bouteille sous différentes atmosphères (oxygénée ou inerte), à l'obscurité et à deux températures (20 et 40°C). Leur étude a montré que les qualités de l'huile (au travers des indices IP, IA, K232, K270 et des teneurs en phénols totaux) sont conservées plus longtemps si les bouteilles sont entièrement remplies et stockées à faible température (12-20°C).
- Caponio et al. [18] se sont intéressés à l'effet de la lumière sur l'évolution de la composition d'une huile d'olive lors de son stockage 12 mois à l'obscurité ou à la lumière à des températures variant entre 15 et 25°C. A chaque période est associé un échantillon d'huile d'olive embouteillé hermétiquement avec une quantité d'air limitée (correspondant à un espace de tête de 1 cm au-dessus du niveau de l'huile). À l'issue de cette période de stockage, aucune différence significative n'a été observée pour l'indice d'acidité. Les échantillons exposés à la lumière présentent une augmentation graduelle des valeurs des indices IP, K232 et du pourcentage de composés polaires, avec des valeurs plus élevées à la lumière qu'à l'obscurité. Les valeurs de l'indice K270 des échantillons à l'obscurité n'évoluent pas alors que celles des échantillons illuminés augmentent de part leur teneur plus importante en produits d'oxydation secondaires. Après quatre mois de stockage à la lumière, la valeur limite autorisée pour K270 est dépassée. La teneur en phénols totaux qui ne cesse de diminuer au cours du temps.
- Del Caro et al. [19] ont basé dans leur étude sur des volumes d'huile plus restreints (57 ml) conditionnés avec une quantité d'air atmosphérique en équilibre plus importante (3 ml au-dessus du niveau de l'huile). Le profil des valeurs de l'indice IP

est alors différent de celui publié par les autres auteurs puisque ce dernier augmente durant les 4 premiers mois puis diminue lentement jusqu'au 16^{ème} mois. Ce phénomène est d'ailleurs plus prononcé dans le cas des échantillons conservés à l'abri de la lumière. Les valeurs des indices spectroscopiques augmentent tout en restant toujours inférieures aux limites fixées par la Commission de l'Union Européenne. Une diminution des chlorophylles, des caroténoïdes, des phénols totaux et de l'alphatocophérol se révèle plus sévère sous l'effet de la lumière.

- Mendez et al. [20] Ont étudié l'impact de la nature des emballages (verre, étain ou plastique) sur la conservation de quatre échantillons d'huiles commerciales. Le choix des emballages a été réalisé en fonction de leur différence de perméabilité à l'oxygène (nulle pour le verre et l'étain, un volume d'oxygène dans la bouteille plastique) et leur aptitude à filtrer ou arrêter les rayonnements UV (matériaux transparents à la lumière, colorés ou opaques). Les paramètres de qualité (IP, IA, K232, K270, phénols totaux, acides gras) mesurés à différentes périodes de stockage (0, 3 et 6 mois) ont tous évolué mais n'ont jamais dépassé les limites fixées par l'Union Européenne. Cette étude leur a permis de conclure que le traditionnel emballage plastique n'est pas le plus adéquat pour conserver l'huile car dès trois mois de stockage, l'huile subit une rapide détérioration due à l'oxygène et la lumière. Eliminer l'effet de la lumière en utilisant des emballages plastiques opaques n'augmente pas la résistance de l'huile car dans ce cas, c'est le paramètre oxygène qui est le principal moteur des réactions d'oxydation et d'hydrolyse. Cependant dans des bouteilles en verre (imperméables à l'oxygène de l'air) mais transparents, les qualités de l'huile ne sont pas conservées tout au long de sa commercialisation en raison de son exposition à la lumière.
 - Pristouri et al. [21] ont récupéré les mêmes problématiques que celles étudiées par Mendez et al, [20] en ajoutant l'étude d'un facteur supplémentaire : la quantité d'air au dessus de la surface de l'huile (aussi appelé « l'espace de tête ») crée dans un emballage plastique à 22°C et à l'obscurité. Il en ressort les mêmes conclusions à savoir qu'il faut conserver l'huile dans des contenants en verre, opaques à la lumière, à une température inférieure à 22°C et qu'il faut transvaser l'huile dans une bouteille plus petite, régulièrement, pour limiter l'espace de tête riche en oxygène.

I.7. Les bienfaits de l'huile d'olive

L'huile d'olive est un produit ancestral largement reconnu pour ses effets bénéfiques sur la santé humaine. Sa consommation a été associée à une faible incidence de maladies

cardiovasculaires, neurologiques et cancéreuses. Ces bienfaits ont été attribués aux éléments nutritifs et fonctionnels que l'on retrouve dans l'huile tels que l'acide linoléique, les vitamines, les antioxydants naturels [22]. Le tableau ci-après résume les rôles physiologiques et biologiques de certains composés chimiques de l'huile d'olive.

L'olivier est un arbre chargé de symbole : symbole de longévité et d'espérance, de paix et de réconciliation, de victoire, de force et de fidélité. Fort de sa symbolique, ses utilisations sont importantes : soin pour la peau, décoration, nourriture telle que l'huile d'olive.

Tableau I.5 : Rôles physiologiques et biologiques de certains composés chimiques de l'huile d'olive.

Composés	Rôles	Références
Acide oléique	Réduit particulièrement le taux du cholestérol total et le LDL responsable de la formation de l'athérosclérose et augmente le HDL.	[23]
	Normalise les paramètres membranaires détériorés en cas d'hypertension, en améliorant la fluidité membranaire et l'expression de protéines impliquées dans la régulation de la pression artérielle.	[24]
Chlorophylles	Accélèrent les processus de cicatrisation.	[25]
Polyphénols	Exercent une activité bactéricide et fongicide. Réduisent le risque coronarien et normalise la pression sanguine et prévoient l'athérosclérose en agissant comme piègeur de radicaux libres et préservent les LDL de l'oxydation in vitro et leur adhérence aux parois artérielles.	[26]
		[27]
Composés Aromatiques	Dotés d'une activité antimicrobienne.	[28]
Tocophérols	Manifestent une activité vitaminique. Exercent des effets bénéfiques à l'égard des maladies cardiovasculaires et contre le cancer du poumon, du col de l'utérus et de la prostate.	[29]

Chapitre II

II.1. Généralité

Des phénomènes d'oxydation peuvent se produire durant le traitement des huiles à partir des matières premières jusqu'à l'entreposage de l'aliment, ainsi que pendant le stockage, la consommation et l'utilisation. La forme sous laquelle se présentent les huiles est un élément important, à savoir sous forme libre, de graisse tissulaire ou confinée dans une structure tissulaire ou encore en phase dispersée.

II.2. Oxydation des lipides

Est reconnue comme un problème important lors de la conservation ou lors des procédés de transformation des produits carnés [30]. Les dégradations oxydatives affectent les qualités nutritionnelles et sensorielles des aliments et peuvent avoir des répercussions sur la santé du consommateur [31].

II.3. Types d'oxydation

Les altérations conduisant au rancissement oxydatif sont :

II.3.1. Auto- oxydation :

Catalysée par la température, les ions métalliques, les radicaux libres. L'auto oxydation semble donc être un mécanisme principal dans l'oxydation des lipides. Elle produit principalement des hydroperoxydes et des composés volatils, généralement par un processus triphasé (initiation, propagation et terminaison) [32].

- **Initiation** : Cette étape est initiée par la chaleur, la lumière ou les ions métalliques et aboutit à la formation des espèces très réactives : ROO* et R*.
- **Propagation** : Les espèces réactives formées s'attaquent aux molécules lipidiques d'où la formation des hydroperoxydes et la destruction de ces derniers donnent naissance à des composés responsables des goûts et odeur de rance par rupture des liaisons O-O.
- **Terminaison** : Apparition de nouvelles espèces moléculaires non radicalaires (formation des polymères entre espèces réactives) [33].

II.3.2. Photo – oxydation

Initiée par la lumière en présence de photo sensibilisatrice qui sont de deux types. Le type I, telle que la riboflavine agissant comme les radicaux libres initiateurs et molécules photosensibles. Le type II, telle que la chlorophylle et l'érythrocyne qui réagissent dans leur état excité avec l'oxygène triplet (3O_2) pour donner de l'oxygène singulet (O_2) [34].

II.3.3. Oxydation enzymatique

Catalysée par la lipoxygénase et la cyclooxygénase, en présence d'oxygène, ces dernières peuvent oxyder les restes d'acides gras insaturés [35].

II.4. Produits formés au cours de l'oxydation des lipides

L'oxydation des lipides de poisson conduit à la formation de produits primaires : hydroperoxydes, radicaux libres, diènes conjugués, très instables et rapidement décomposés en produits secondaires : aldéhydes, alcools, cétones. Ainsi, lors du développement des réactions d'oxydation vont successivement apparaître les produits primaires et secondaires de l'oxydation.

II.4.1. Produits primaires

Des radicaux libres sont formés au cours des phases d'initiation et de propagation de la réaction d'oxydation des lipides. Ces espèces très instables et très réactives sont des composés cytotoxiques susceptibles d'induire des altérations des molécules d'ADN et des protéines. Les diènes conjugués, se forment par réarrangement des doubles liaisons du radical lipoylé des acides gras polyinsaturés.

Les hydroperoxydes sont des produits intermédiaires de l'oxydation des lipides sans odeur spécifique, ils se décomposent rapidement. Ce sont les précurseurs des composés volatils.

II.4.2. Produits secondaires

La scission des produits primaires de l'oxydation conduit à la formation de composés secondaires souvent volatils. Ces composés sont responsables des odeurs propres aux poissons. Les poissons frais sont caractérisés par une odeur d'herbe coupée, caractéristiques des composés carbonylés et des alcools issus de la dégradation des AGPI probablement par voie enzymatique.

II.5. Facteurs influençant l'oxydation**II.5. 1. Activité de l'eau (AW)**

L'AW et l'état physique de l'eau influencent fortement la stabilité oxydative d'un aliment la stabilité maximale des lipides observée pour les AW comprises entre 0,2 et 0,4.

La vitesse relative d'oxydation des lipides augmente très significativement de part et d'autre de cette fenêtre, sur les plages d'AW comprises entre 0,2 et 0 ou entre 0,4 et 0,7. Au-delà d'une AW de 0,7, la vitesse d'oxydation des lipides est ralentie en décroît. L'influence de l'AW est complexe car elle implique plusieurs mécanismes. En effet, l'eau peut augmenter la vitesse d'oxydation des lipides en augmentant la mobilité des réactants.

Elle peut également la ralentir en retardant la décomposition des hydroperoxydes et en diluant les catalyseurs d'oxydation.

II.5.2. Le pH

Le pH intervient sur le mécanisme d'oxydation des lipides, principalement en modifiant la solubilité de l'activité des catalyseurs et des inhibiteurs de l'oxydation.

L'activité des antioxydants est généralement couplée à leur solubilité mais pas uniquement. Ainsi, les polyphénols sont plus actifs à pH basique ou leur solubilité est la meilleure. En effet, l'affaiblissement énergétique des fonctions hydroxyles avec l'augmentation de pH facilite le transfert de l'atome d'hydrogène aux radicaux lipidiques.

L'accessibilité de la matière grasse aux catalyseurs vus aux inhibiteurs d'oxydation module également la vitesse d'oxydation des lipides.

II.5.2. L'oxygène

L'influence de l'oxygène sur la vitesse de l'oxydation peut être décrite qualitativement et quantitativement. D'un point de vue qualitatif, la réaction d'oxydation en présence de l'oxygène singulet $1O_2$ est beaucoup plus rapide qu'en présence de l'oxygène triplet $3O_2$ car l'oxygène singulet peut directement réagir avec les lipides alors que l'oxygène triplet réagit avec les radicaux lipidiques. D'un point de vue quantitatif, la quantité d'oxygène dissout dans l'huile est suffisante pour oxyder l'huile à une valeur de l'indice de peroxyde d'environ 10 meq/kg [36]. Il existe trois cas à distinguer afin de décrire l'influence de la concentration de l'oxygène sur la cinétique de l'oxydation [37]:

- A des pressions partielles élevées en oxygène, l'oxygène n'est pas limitant, le taux d'oxydation dépend de la concentration du substrat, la phase de propagation est rapide et tous

les radicaux libres se transforment en radicaux peroxydes, indépendamment de la concentration en oxygène.

- A des pressions partielles intermédiaires, l'influence de la pression partielle de l'oxygène est plus importante.
- Lorsque l'oxygène se trouve à de faibles pressions partielles, c-à-d que l'oxygène est limitant, Si la concentration du substrat est élevée, la vitesse d'oxydation dépend directement de la pression partielle d'oxygène et la concentration du substrat ne varie presque pas.

Le rapport surface/volume entre la phase lipidique et le récipient, ou l'interface lipides/air est aussi un paramètre à prendre en considération : plus ce rapport est important, plus l'oxydation est élevée et la vitesse de l'oxydation est moins dépendante de l'oxygène même si sa pression partielle est faible.

II.5.3. La température

L'effet de la température sur l'oxydation de lipides est complexe et dépend de la concentration en oxygène dans le milieu. Lorsque celle-ci 'est pas limitant la vitesse d'oxydation des lipides est de façon générale régie par la loi d'Arrhenius et augmente avec la température.

Cependant la contribution relative des divers mécanismes d'initiation de l'oxydation des lipides augment avec la baisse de la température du fait de la solubilité accrue de l'oxygène dans la phase aqueuse. Aussi la baisse de la température, lors de la cristallisation de la fraction lipidique à plus haut point de fusion exclue l'oxygène des zones cristallisées.

L'oxygène se trouve alors concentré avec la fraction lipidique la plus instaurée ce qui facilite la propagation de l'oxydation des lipides .Une augmentation de l'espérance de vie , le rôle antioxydant de ces composés pourrait de façon plus spécifique protéger les lipoprotéines des processus oxydatifs mais leur activité est variable selon leur structure.

- **Les arômes** : ces composés sont responsables de la saveur de l'huile, globalement, ils représentent 250 à 300 ppm. Le profil des composés aromatiques d'huile dépend de sa qualité...ainsi une huile d'olive fraîche de bonne qualité un profil de composés issus principalement des voies de bio synthèse normales.
- Par contre une huile d'olive de moindre qualité aurait un profil plus complexe qui renferme aussi des composés volatiles responsables du goût défectueux. Les principaux défauts de l'huile d'olive sont évalués par les arômes moisi, humide vineuse, rance et métallique.

- La raison principale de l'apparition du goût indésirable est la formation de composés volatiles produits par une sur-maturation du fruit, une oxydation des acides gras insaturés suite à une attaque bactérienne ou un stockage des olives avant l'extraction des huiles.

II.6. Formation et décomposition des hydroperoxydes : application aux acides oléique (18:1 n-9)

Le type d'hydroperoxydes produits au cours de l'oxydation varie selon l'acide gras considéré [38,39], nous allons détailler la formation des produits d'oxydation issus des acides oléique trouvés dans ces huiles.

II.6.1. Formation des hydroperoxydes

Dans le cas de l'acide oléique, l'initiation entraîne la libération d'un hydrogène en α , de la double liaison, qui se situe sur les carbones 8 ou 11, et donne deux radicaux allyliques. Par la suite, l'oxygène se fixe sur l'un des deux carbones terminaux de ces radicaux et les 8-, 9-, 10- et 11- monohydroperoxydes oléiques se forment.

II.6.2. Décomposition des hydroperoxydes et produits secondaires formés

En présence de métaux ou à des températures élevées, les hydroperoxydes se décomposent pour former des composés secondaires d'oxydation, qui sont responsables de la dégradation des qualités organoleptiques des aliments. La nature de ces composés dépend de l'acide gras initial, notamment son degré d'insaturation, du type d'hydroperoxyde formé et de la localisation de la rupture homolytique. Les composés secondaires qui se forment suite à la scission des hydroperoxydes des acides oléique.

Chapitre III

Etude de qualité de l'huile d'olive Algérienne**III.1. Introduction**

Afin d'examiner l'effet des conditions de stockage : la lumière sur la stabilité d'huile d'olive quant au type d'emballage.

C'est l'objectif visé à l'aide de ce chapitre, afin de présenter les protocoles expérimentaux et les procédés de spécification dans cette étude. C'est ainsi que le type d'emballage nécessite une codification des flacons

III.2. Echantillonnage

Si on prend le cas de 50 ml d'huile d'olive extra vierge du marché local stocké depuis le 15 février 2019 dans types de flacons en verre marron et plastique '(PET) fermés exposés à la lumière et dans l'obscurité.

Tableau III.I Echantillon étudié

Code	Type d'emballage	Conditions de stockage
A1	Verre teinté (marron)	Exposé à la lumière
B1	Verre Clair	Exposé à la lumière
C1	Plastique (PET)	Exposé à la lumière
A2	Verre Marron	A l'abri de la lumière
B2	Verre clair (transparent)	A l'abri de la lumière
C2	Plastique (PET)	A l'abri de la lumière

L'étude des propriétés physicochimiques de l'huile d'olive réalisée sur deux durées différentes ; et, aussi pour chaque spécimen-esquisse (échantillon), il a été procédé à l'application de deux expériences :

- ❖ La première expérience (E1) : Après 45 jours de stockage.
- ❖ La dernière expérience (E2) : Après 75 jours de stockage.

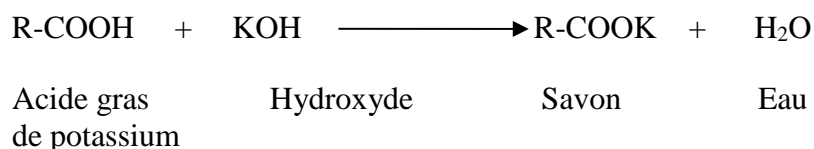
La caractérisation spectroscopique de l'huile d'olive a été réalisée une seule fois que le stockage avait atteint 90 jours.

III.3. Propriétés physicochimiques

III.3.1 Indice d'acide

- a. **Définition:** L'indice d'acide de l'huile végétale, c'est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour examiner, considéré et contrôler les acides gras libres (AGE) contenus dans 1 kg.
- b. **Principes:** Il s'agit de dissoudre la matière grasse dans l'éthanol chaud neutralisé d'origine végétale (blé, betterave, topinambour) , puis titrer les (AGL) présents à l'aide d'une solution titrée de KOH au moyen de phénolphtaléine comme indicateur de fin de tirage.

L'équation de la réaction est la suivante :



- c. **Matériels et réactifs utilisés :** Le tableau suivant englobe le matériel et les réactifs inhérents à la détermination de l'indice d'acide :

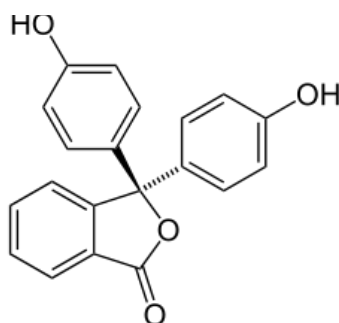
Tableau III.2 : Matériels et réactifs à l'indice d'acide ;

Matériels	Réactifs
<ul style="list-style-type: none"> ❖ Balance Analytique ❖ Erlenmyer¹ ❖ Pipettes² ❖ Burette³ 	<ul style="list-style-type: none"> ❖ L'eau distillée ❖ Solution d'éthanol⁴ ❖ Solution de phénolphtaléine⁵ à 1% ❖ Solution d'hydroxyde de sodium⁶

- Les **fioles jaugées DURAN™** servent à mesurer très exactement des quantités déterminées de liquides. Elles constituent donc un auxiliaire indispensable lors de l'analyse.

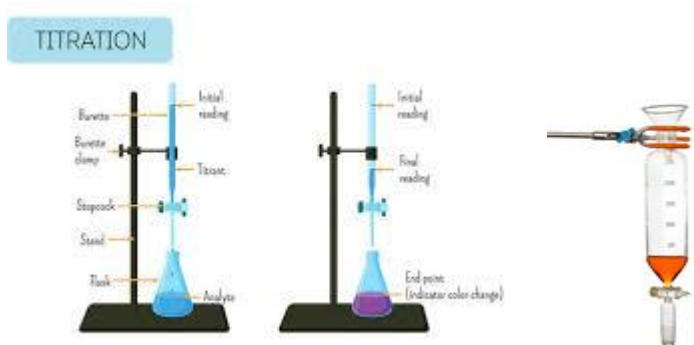


- **Erlenmeyer** : comme le bécher, est généralement **gradué** pour indiquer approximativement le volume de liquide qu'il contient ; toutefois ces récipients ne doivent pas être utilisés pour mesurer un volume : on utilise à cet effet une pipette, une burette, une fiole jaugée ou une éprouvette **graduée** selon le volume à analyser.
- L'**éthanol**⁴ est un alcool présent dans les boissons alcoolisées et qui est utilisé dans l'industrie comme solvant ou désinfectant. Concentré et hydraté, l'éthanol devient le bioéthanol, biocarburant qu'on mélange à l'essence ou au diesel pour la consommation des moteurs.
- La **phénolphtaléine**⁵ ou 3,3-bis(4-hydroxyphényl)-1-(3H)-monobenzofuranone (le symbole $\phi\phi$ (phi-phi) est un composé organique de formule brute $C_{20}H_{14}O_4$. C'est un indicateur de pH (ou un indicateur coloré), c'est-à-dire un composé qui change de couleur selon la valeur du pH de la solution dans laquelle on le place).



Représentation de Cram de la phénolphtaléine (forme acide, incolore)

- **Hydroxyde de sodium⁶ - Produits SCF** : De formule chimique NaOH, fortement ionisée à l'état fondu comme en solution, l'**hydroxyde de sodium** est un produit « caustique », d'un coût moindre que celui de la potasse et d'une solubilité très supérieure à celle de la chaux, qui en font la base minérale la plus utilisée.
- **Piquette²** : Boisson obtenue par addition d'eau au marc, de raisin ou d'autres fruits, sans fermentation. Vin ou cidre acide, médiocre.
- **Burette³**: Une **burette** est un instrument de laboratoire en forme de tube gradué. Elle permet d'ajouter un réactif goutte à goutte.



Laboratoire Humeau propose une large gamme de **burettes** à zéro manuel ou à remplissage automatique avec différentes classes de précisions, AS, A ou B. ...

d. Mode opératoire :

- Peser 1 g de corps gras dans un erlenmeyer en verre
- Ajouter 3 ml d'éthanol à 95% et 5 gouttes de phénolphthaléine (FF) à 0,2%
- Neutraliser en agitant par une solution éthanoïque de KOH (0,1 mole/l) jusqu'à obtention d'une couleur rose persistante

e. Méthode de calcul :

L'indice d'acide est calculé par la formule suivante [40]

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

56,1 = Masse moléculaire relative de KOH

V : Volume de KOH (0,1 mole/l) en ml

N : Normalité de la solution de KOH (0,1 mole/l)

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

Notant ici que l'acidité libre peut être exprimée en pourcentage d'acide oléique libre selon la formule [41] :

$$\% \text{ ac} = \frac{V(\text{KOH}) \times N \times M}{P} \quad (\text{III.2})$$

V : Est le volume en ml de la solution de KOH utilisé.

N : est la normalité exacte, en moles/litre, de la solution de KOH utilisé.

M : est le poids molaire de l'acide oléique adopté pour l'expression du résultat (282 g/mole)

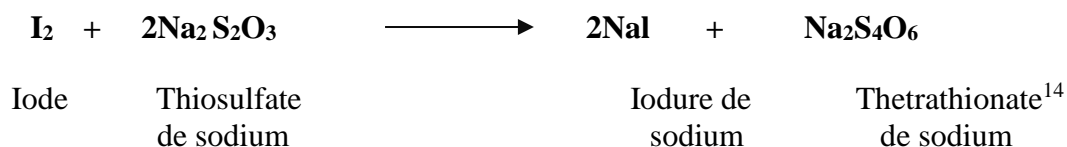
P : est la prise d'essai en grammes.

III.3.2 Indice de peroxyde

a. Définition: L'indice de peroxyde mesure le degré de rancidité⁷ des matières grasses due à l'exposition à l'air, ce qui entraîne la formation de peroxydes⁸ à partir des acides gras non saturés. Ceci, afin de déceler le développement néfaste engendré par le degré de rancissure au détriment de la qualité de l'huile.

b. Principes: Le principe repose sur l'oxydation de l'iodure⁹ par l'oxygène actif des peroxydes contenus dans les huiles en milieu acide. L'iode libéré est ensuite dosé en retour par le thiosulfate¹⁰ de sodium titré. Ce qui inspire d'une déduction animée, stimulant 'une analyse alarmante, inspirée des études idoines, quant à une menace aléatoire de générer le risque d'une situation périssable.

L'équation de la réaction est la suivante :



• RANCIDITÉ⁷

A. – **État, qualité de ce qui est rance.** Il faut éviter les topiques gras et onctueux, les emplâtres, les pomades, les cérats, qui bouchent les pores, et qui tournant aisément à la rancidité, deviennent irritants et [l'huile de lin] a acquis un certain degré de rancidité que les peintres désignent sous le nom de gras.

B. – **PEINT.** Tache provenant de la mauvaise qualité de l'huile` (JOSSIER 1881). L'aspect de cette peinture est tendre et lumineusement mat; aucune rancidité n'en jaunit les nuances roses, azurées et blanches.

Rance : Se dit d'un corps gras qui, au contact de l'air prend une fermentation accidentelle, une odeur désagréable et une couleur acre...(**Rance.** Odeur, saveur caractéristiques d'un corps gras ranci).

• PEROXYDE⁸

CHIM. Oxyde renfermant une plus grande quantité d'oxygène qu'un oxyde normal. Peroxyde d'azote, d'étain, de zinc. Les plaques positives [d'une batterie] sont constituées par du peroxyde de plomb et les plaques négatives par du plomb spongieux.

Peroxyde d'hydrogène. L'ozone et le peroxyde d'hydrogène se forment incessamment dans des conditions toutes spéciales –sous l'influence des rayons ultraviolets, de processus radioactifs, de décharges électriques, probablement de processus biochimiques; pour le peroxyde ce dernier fait paraît certain.

REM.

1°) **Peroxydation :** Oxydation poussée au maximum. Certains auteurs admettent que [dans le bronzage] le courant produit une peroxydation de l'étain au-delà de la forme stannique.

2°) **Peroxyder,** Oxyder au plus haut degré. On débarrasse le bain [du nickelage] du fer, en ajoutant (...) une dissolution de chlorure de chaux qui peroxyde le fer d'abord. Quand la réaction est suffisamment avancée, on décrasse, la scorie ayant, en effet, une tendance à se peroxyder aux dépens du fer.

IODE: L'iode est l'élément chimique de numéro atomique 53, de symbole I. C'est un membre de la famille des halogènes. Il s'agit d'un élément relativement rare dans le milieu naturel, arrivant 47^e dans l'écorce terrestre.



Les Aliments riches.....en iode

IODURE⁹

- Composé résultant de la combinaison de l'iode avec un corps simple.
- L'ion iodure, noté I^- , est la base conjuguée de l'acide iodhydrique.

THIOSULFATE¹⁰

- C'est le sel de sodium de l'acide thiosulfurique $H_2S_2O_3$, instable en milieu aqueux. Les utilisations du *thiosulfate* de sodium sont nombreuses.
- Le **thiosulfate de sodium** (appelé anciennement **hyposulfite de sodium**) est un composé inorganique de formule $Na_2S_2O_3$. C'est le sel de sodium de l'acide thiosulfurique $H_2S_2O_3$, instable en milieu aqueux. Les utilisations du thiosulfate de sodium sont nombreuses, notamment comme agent fixateur ou pour neutraliser l'effet de biocides tels que le dichlore, le diiode ou le dibrome et d'autres oxydants. La solubilité dans l'eau du sel pentahydraté est élevée et sa dissolution est endothermique.
- Masse molaire : $158,108 \pm 0,011$ g/mol
- Masse volumique : $1,667 \times 10^3$ kg/m³ (solide)
- Formule : $Na_2S_2O_3$
- Solubilité : 501 g/l à 0 °C; 701 g/l à 20 °C; ...

c. Matériels et réactifs utilisés

Le tableau suivant englobe le matériel et les réactifs inhérents à la définition de l'indice de peroxyde :

Tableau III.3 : Matériels et réactifs relatifs à la caractérisation de l'indice de peroxyde

Matériels	Réactifs
<ul style="list-style-type: none"> ❖ Balance Analytique ❖ Burette ❖ Erlenmeyer de 250 ml ❖ Piquette 	<ul style="list-style-type: none"> ❖ Eau distillée ❖ Chloroforme¹¹ ❖ Acideacétique ❖ Empois¹² d'amidon ❖ Solution aqueuse saturée d'iodure de potassium ❖ Solution aqueuse de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) 0,01N

d. Mode opératoire :

- Peser dans un erlenmeyer 250 ml, 1 g d'huile d'olive
- Ajouter 10 ml de chloroforme et dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant
- Ajouter 15 d'acide acétique puis 1 ml d'une solution d'iodure de potassium (KI)
- Boucher l'erenmeyer, bien mélanger et placer dans l'obscurité pendant 5 mn à une température comprise entre 15 et 25 °C.
- Ajouter 75 ml d'eau distillée et bien agitée
- Titrer l'iode libéré par le thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur
- Effectuer de la même façon un essai à blanc

CHLORAFORME¹¹

- Le chloroforme ou trichlorométhane est un composé chimique organochloré de formule brute CHCl₃. Fréquemment utilisé comme solvant, le chloroforme tend à être remplacé actuellement par le dichlorométhane, aux propriétés similaires mais moins toxique. Formule : CHCl₃
- Masse volumique : 1,49 g/cm³
- Masse molaire : 119,38 g/mol
- Point d'ébullition : 61,2 °C
- Nom IUPAC : Trichloromethane

ACIDE ACETIQUE

- L'acide éthanóique ou acide acétique est un acide carboxylique avec une chaîne carbonée théorique en C2, analogue à l'éthane, de masse molaire 60 g/mol et de formule chimique brute C₂H₄O₂, semi-développée CH₃-CO-OH ou formation courte AcOH, où Ac signifie « CH₃CO », du groupe acétyle.
- Formule : CH₃COOH
- Masse molaire : 60,052 g/mol
- Masse volumique : 1,05 g/cm³
- Point d'ébullition : 118 °C

AMIDON

- Féculé tirée des végétaux, sous forme de poudre blanche grenue, ou formée de petites masses amorphes. En chimie, principe immédiat neutre des végétaux, très abondamment répandu dans leurs organes.
 - AMIDON, FÉCULE. En chimie amidon et féculé sont des synonymes parfaits ; mais l'usage auquel on applique la substance qu'ils désignent leur donne une acception différente. Ainsi, dans les arts, la féculé des céréales s'appelle amidon ; appliquée à l'alimentation et à la thérapeutique,

e. Préparation de solutions

- **Empois¹² d'amidon** : Après avoir pesé 1 g d'amidon on le dissout dans 100 ml d'eau distillée.
- **Solution de thiosulfate de sodium(Na₂S₂O₃) à 0,01n** : Dissoudre 0,4033 g de Na₂S₂O₃ dans 250 ml d'eau distillée.

f. Méthode de calcul

$$IP = \frac{(V - V_0) \times N \times 1000}{P} \quad (III.3)$$

V₀ : Est le volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour l'essai à blanc

V : est le volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour le titrage

N. est la normalité exacte, en mole par litre, de la solution titrée de thiosulfate de sodium utilisée.

P : est la prise d'essai en grammes

III.3.3 Indice de saponification:

- a. Définition:** C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les acides gras combinés (esters) présents dans un gramme d'huile d'olive.
- b. Principes:** Il faut traiter l'ester à l'aide de la potasse suffisamment concentrée et aussi chaude, ce qui régénère provoquant une réaction totale générée par l'alcool et le sel de potassium de l'acide simultanément la cohérence stimule la naissance d'un ester.
- c. Matériels et réactifs utilisés**

Le Tableau ci-dessous, comprend le matériel et les réactifs consubstantiellement nécessaires à la définition de l'indice de saponification. :

Tableau III.4 : Matériels et réactifs inhérents à la caractérisation de l'indice de peroxyde

Matériels	Réactifs
<ul style="list-style-type: none"> ❖ Balance Analytique ❖ Fiole de bouchons ❖ Burette ❖ Piquettejaugée 	<ul style="list-style-type: none"> ❖ Potasse alcoolique de concentration KOH 0,5 mol/l ❖ Acide chlorhydrique HCL de concentration 0.5 ml/l ❖ Phénolphtaléine ❖ Ethanol

d. Mode opératoire

- Peser 2 g d'huile d'olive dans un ballon puis on ajoute 25 ml de potasse alcoolique de concentration 0,5 mol/l.
- Placer le ballon dans un bain marie bouillant 45 à 60 minutes.
- Ajouter 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine à 2%.
- Doser l'excès de potasse par l'acide chlorhydrique de concentration 0,5 mol/L tout en agitant constamment jusqu'au virage à l'incolore de la phénolphtaléine.
- Effectuer dans les mêmes conditions un essai à blanc.

e. Méthode de calcul

L'indice de saponification est calculé par la formule suivante :

$$I_s = \frac{(V_0 - V) \times N \times 56,1}{P} \quad \text{(III.4)}$$

V_0 : Volume en ml HCl utilisé pour l'essai à blanc.

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

N . la normalité de la solution d'acide chlorhydrique 0,5N.

P : prise d'essai en grammes

III.3.4 Indice d'iode

- Définition:** L'indice d'iode ou indice de hubl, est la masse en gramme d'iode fixée sur les doubles liaisons présentes dans 100 g d'huile d'olive [42].
- Principes:** Il s'agit d'ajouter, à une prise d'essai, une solution de mono-chlorure d'iode dans un mélange fermé d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un moment de réaction, procéder à la réduction de l'excès de mono-chlorure d'iode à l'aide d'une addition de solution d'iodure de potassium & d'eau, ensuite titrer avec du thiosulfate de potassium.
- Matériels et réactifs utilisés**

Le Tableau ci-dessous, synthétise les matériels et les réactifs idoines à l'indice d'iode.

Tableau III.5 : Matériels et réactifs idoines à l'indice d'iode

Matériels	Réactifs
<ul style="list-style-type: none"> ❖ Balance Analytique ❖ Erlenmeyer ❖ Piquette ❖ Burette 	<ul style="list-style-type: none"> ❖ L'eau distillée ❖ Solution d'éthanol. ❖ Réactifs Wijs.¹³ ❖ Solution d'empois d'amidon ❖ Solution d'iodure de potassium

d. Mode opératoire

- Peser 0,2 g d'huile d'olive dans un flacon de 250 .ml.
- Ajouter 15 ml de tétrachlorure de carbone & 15 ml du réactif de WIjs¹³.
- Après avoir bouché et agité, enrober avec du papier noir, ensuite laisser reposer pendant une heure.
- Ajouter 20ml d'iodure de potassium à 10% puis préparer aussitôt 150 ml d'eau distillée
- Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,1N jusqu'à ce que la couleur jaune liée à d'iode ait presque disparu.
- Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'à la disparition de la couleur bleu violette, ce qui donne pour résultat une solution transparente.
- Effectuer de la même façon un essai à blanc

Empois¹² : L'empois résulte de l'agitation de la poudre d'amidon dans de l'eau chaude. Il se forme une suspension translucide plus ou moins visqueuse selon la concentration d'amidon.

La méthode de Wijs¹³ est une méthode de titrage utilisée pour déterminer l'indice d'iode d'un corps gras. L'indice d'iode est la masse de diiode capable de se fixer sur les insaturations des acides gras contenus dans cent grammes de matière grasse. L'indice d'iode en lui-même ne possède pas d'unité.

e. Méthode de calcul

L'indice d'iode est donné par la formule établie ci-dessous [40].

$$Ii = \frac{(V_0 - V) \times N \times 12,69}{P} \quad (III.5)$$

V₀ : Volume en (ml) thiosulfate de sodium à (0,1N) nécessaire pour titrer l'essai à blanc.

V : Volume en (ml) thiosulfate de sodium à (0,1N) nécessaire pour titrer l'échantillon

P : prise d'essai en grammes.

N: Normalité de la solution de thiosulfate de sodium à (0,1N)

III.4.Méthode de caractérisation

III.4.1. Analyse spectroscopique dans l'UV-visible

C'est au laboratoire de chimie appliquée de l'université qu'il a été procédé à l'exécution des mesures opérées par spectroscopie UV visible.

L'accomplissement a été réalisé à l'aide d'un spectrophotomètre¹⁴ UV-visible de type UV-1800 Séries équipées d'une cuve en quartz de 1 cm d'épaisseur.

III.4.1.1 détermination de k270 & k232 :

- L'oxydation de l'huile d'olive, en particulier celles qui renferment l'acide linoléique, conduit à la formation d'hydrox peroxyde linoléique, diène conjugué qui absorbent au voisinage de 232 nm.
- Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires en particuliers des dicétones insaturés qui absorbent vers 270 nm.
- L'extinction à 232 nm d'un corps gras brut peut donc être considérée comme une image de son état d'oxydation.
- Plus l'extinction à 270 est forte, plus l'huile est riche en produits secondaires d'oxydation.

a. Mode opératoire

- Peser 0,1 g d'huile d'olive dans une fiole 50 ml.
- Ajouter 10 ml du cyclohexane.
- Introduire l'échantillon ainsi préparé dans une cuve de 1 cm et procéder à la détermination de son absorbance par rapport à celle de l'hexane ou du cyclohexane sans la cuve témoin.
- Les abondances sont déterminées aux longueurs d'ondes 270 nm & 232 nm.
- Si L'abondances est inférieure à 0,2 recommencer la mesure sur une solution plus concentrée.
- Si elle est supérieure à 0,8 recommencer sur une solution diluée.

b. Méthode de calcul

Les valeurs s'extinctions spécifiques à 232 nm, 270 nm et AK sont calculées selon les formules suivantes :

$$E = \frac{A\lambda}{C \times L} \quad (\text{III.6})$$

E : extinction à la longueur d'onde

A λ : abondance mesurée à la longueur d'onde λ .

C : concentration de la solution en grammes par 100 ml

L: longueur du trajet optique (1 cm)

$$\Delta K = K_{270} - \frac{1}{2!} (K_{266} + K_{274}) \quad (\text{III.7})$$

K₂₃₂ : extinction spécifique à $\lambda = 232 \text{ nm}$

K₂₇₀ : extinction spécifique à $\lambda = 270 \text{ nm}$

K₂₆₆ : extinction spécifique à $\lambda = 266 \text{ nm}$

K₂₇₄ : extinction spécifique à $\lambda = 274 \text{ nm}$

P : prise d'essai en grammes

La caractérisation d'altération quant aux changements de l'extinction spécifique ΔK , selon l'équation suivante : $\Delta K = K_m - (K_{m-4} + K_{m+4})/2$ où K_m est l'extinction spécifique à la longueur d'onde d'absorbance maximale m , aux environs de 270nm.



Figure III.2 : Spectrophotomètre UV-Visible.

c. Spectrophotomètre

Un spectrophotomètre est un instrument permettant de réaliser une mesure spectrophotométrique. Un spectromètre, ou spectroscopie, est un appareil qui permet d'effectuer une mesure spectrométrique de l'absorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée ou sur une région donnée du spectre.

III.4.1.2 : Dosage des caroténoïdes totaux

- a. **Principes:** Le β – carotène,¹⁵ est généralement le composé le plus abondant et le plus commun dans les corps gras d'origine graminée. Sachant que le fait que le pigment caroténoïde des structures voisines et donc qu'ils possèdent tous, la propriété d'absorption de la lumière entre 400 & 500nm...

- **Carotène¹⁵:** Chez les plantes, ce sont des pigments accessoires de la photosynthèse, qui ont deux rôles principaux : un rôle de collecteur de lumière (transfert à la chlorophylle de l'énergie lumineuse qu'ils absorbent dans les gammes du spectre situées entre le violet et le rouge) et un rôle photo protecteur (récupération de l'énergie de la chlorophylle en particulier en cas d'excès de lumière et d'ombre). Ils sont contenus dans les chloroplastes et plus particulièrement les chromoplastes. Ils jouent aussi un rôle moins connu, comme précurseurs pour la biosynthèse d'apocaroténoïdes² comme l'apocaroténal ou certaines hormones végétales (acide abscissique, strigolactones, etc.).

Les caroténoïdes jouent un rôle important dans la nutrition et la santé, car plusieurs sont des provitamines A, et certains présentent aussi des activités anticancer³ et antioxydantes. Ces composés bioactifs stimulent en outre la synthèse d'anticorps. Les principaux caroténoïdes étudiés sont l'astaxanthine, le lycopène, le beta-carotène, la lutéine et la zéaxanthine.

Utilisation industrielle

Certains d'entre eux sont largement utilisés dans l'industrie agroalimentaire pour leurs propriétés colorantes, et également dans les industries cosmétique et pharmaceutique pour leurs propriétés antioxydantes et leur capacité de photoprotection. Les médicaments qui contiennent des dérivés caroténoïdes (spécifiquement la vitamine A) sont fortement tératogènes et leur administration doit être très surveillée (ex. : Roaccutane).



Le carotène est un terpène découvert en 1881 par Wachenroder. C'est un pigment de couleur orange ou jaune, dimère de la vitamine A. Il est important pour la photosynthèse. Il se présente majoritairement sous les formes α et β -carotène et plus minoritairement sous les formes ϵ , γ , δ ou ζ -carotène.

- **Caroténoïde**¹⁵ : Pigment orangé du groupe des caroténoïdes, abondant chez les végétaux (carotte) et les animaux. (Le bêta-**carotène**, présent dans de nombreux végétaux alimentaires, a des propriétés d'antioxydant et d'immunostimulant. Il est utilisé par les cellules ou converti en vitamine A).

a. Appareillage

A cet effet, il s'agit d'utiliser un spectrophotomètre visible de type : *PRM* ; *SICOMAM* équipé d'une cuve de 1 cm d'épaisseur.

b. Mode opératoire

Dissoudre 1 g d'huile dans 10 ml cyclohexane. Définir l'absorbance de cette solution à 470 nm, en se basant sur le cyclohexane comme référence - **caroténoïdes** totaux exprimés en β - *carotène* en mg/kg d'huile :

$$\text{Caroténoïdes (mg/kg)} = \frac{\text{Abs 470} \times 10^6}{2000 \times 100 \times T} \quad (\text{III.8})$$

Avec :

Abs 470 : Absorbance à 470nm

T : Le trajet optique = 1cm

2000 : Coefficient d'extinction β - *carotène* dans l'huile

III.4.1.3 : Dosage des caroténoïdes totaux

- Principes:** On a tendance à définir la teneur de chlorophylles¹³ dans les huiles selon la méthode décrite par Wolf [40], basée sur une quantification par spectrométrie.
- Appareillage:** Il a été utilisé un spectromètre visible de type : équipé d'une cuve de 1cm d'épaisseur.
- Mode opératoire :** Dissoudre 1 g d'huile dans 10 ml cyclohexane. Éclaircir l'absorbance de cette solution à 670 nm, en se servant sur le cyclohexane comme référence - **caroténoïdes** totaux exprimés en β - *carotène* en mg/kg d'huile :

$$\text{Chlorophylles (mg/kg)} = \frac{\text{Abs 670} \times 10^6}{613 \times 100 \times T} \quad (\text{III.9})$$

Avec :

Abs 670 : Absorbance à 670nm

T : Le trajet optique = 1cm

613: Coefficient d'extinction des chlorophylles dans l'huile.

Chlorophylles¹³: Pigment caractéristique des plantes vertes, localisé dans des organites cellulaires (chloroplastes) des parties éclairées du végétal et assurant l'absorption d'une partie de l'énergie des rayons solaires, ce qui rend possible la photosynthèse.

III.4.1.4 : Dosage des poly phénols par la méthode de folin-ciocalfeu

- a. **Principe:** A l'aide de la spectroscopie UV-Vis en se servant des essais Folin-Denis ou Folin-ciocalfeu, on procède habituellement à déterminer la teneur phénolique totale est de façon colorimétrique [43].
- b. **Mode opératoire :** A 125 μ l de l'huile d'olive sont ajoutés 125 μ l de Folin-ciocalfeu , après 5 min de repos, 1250 μ l de carbonate de sodium (7%) est additionné, et ajouter 3ml d'eau distillée. Après une heure de réaction, selon une température ambiante, l'absorbance soit mesurée à 760nm, ayant référence à la courbe d'étalonnage obtenue avec l'acide gallique, la teneur en composés phénolique est déterminée.
- c. **Préparation de la gamme d'étalonnage**
 - Peser 0,5 mg d'acide gallique.
 - Dissoudre cette quantité dans 50 ml d'éthanol, soit une solution (S_0) avec une concentration de 0,01 mg/ml.
 - Diluer la solution mère comme suit ; Prélever 5 ml de la solution mère puis ajouter 5 ml d'eau distillée et l'on obtient la dilution $S_0/2$ de la solution prélever 5 ml de la solution $S_0/2$ puis ajouter 5 ml d'eau distillée et l'on obtient la dilution $S_0/4$ de la solution $S_0/2$.
 - Refaire la même procédure pour les autres dilutions
- d. **Traçage de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique***
 - Prélever 125 μ l de chaque dilution d'échantillon dans les tubes à essai.
 - Ajouter 125 μ l de réactif de folin-ciocalfeu.
 - Après 5 mn de repos, ajouter 1250 μ l de carbonate de sodium à 7%, rajouter 3 ml d'eau distillée
 - Laisser incuber pendant une heure à température ambiante et à l'abri de la lumière.
 - Le blanc est représenté par 125 μ l d'eau distillée additionnée de 125 μ l de réactif de folin-ciocalfeu et 1250 μ l de carbonate de sodium 0 7% puis ajouter 3 ml d'eau distillée.
 - La lecture des absorbances est faite à 760 nm, après agitation et repos d'une heure. La concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard d'étalonnage.

L'acide gallique* : (acide 3,4,5-trihydroxybenzoïque) est un composé organique aromatique, l'un des six isomères de l'acide trihydroxybenzoïque, largement répandu dans les plantes soit sous forme libre soit comme composant des gallotannins. On le trouve à l'état naturel dans des galls de chênes (ou noix de galle), de sumac, d'hamamélis, les feuilles de thé, l'écorce de chêne, la peau de grenade, entre autres plantes.

III.4.2 : Analyse par infrarouge

Réalisée au niveau du laboratoire d'analyse industrielles et Génie des Matériaux (LAIGM) de l'université. A cette fin, il a été utilisé le spectromètre (Spectrum one de Perkin Elmer) piloté par un micro-ordinateur menu d'un logiciel d'acquisition des données Spectrum ; ce qui permet l'enregistrement des spectres ; et ce, à moyen infrarouge, en fonction de la combinaison source/séparatrice/détecteur utilisée.

Une goutte de chaque huile déposée et bien étalée sur la surface centrale de la pastille en KBr à l'aide d'un tube capillaire. Le nettoyage de la cellule après chaque mesure est effectué avec le chloroforme. Prétraitement des spectres réalisés, après collection:



Figure III.3 : Spectrophotomètre FTIR « Spectrum One ».

Les Prétraitement ont deux objectifs principaux : l'amélioration du signal & la conclusion des données. Les prétraitements effectués dans le bute d'améliorer le signal ; sont incontestablement en rapport conformément avec le mode ultérieur d'exploitation des données spectrales et incluent :

1. – la réduction de bruit dans les spectres.
2. – L'élimination de l'effet des déformations de la ligne de base.
3. – L'affinage de la position des bandes d'absorption
4. – L'élimination des variations d'intensité globale sans intérêt.

Chapitre IV

On vas faire une étude comparative entre 2 résultats

IV.1. Analyses chimiques

IV.1.1. Indice d'Acidité

L'acidité est un critère important, permet de classer les huiles en différentes catégories en fonction de leur teneur en acides gras libres [44]. Elle nous renseigne principalement sur l'altération des triglycérides à la suite d'une hydrolyse chimique ou enzymatique lorsqu'ils se trouvent dans des conditions propices [45].

IV.1.1.1. Premier Résultat d'acide

Les résultats montrent une variation de la teneur en acidité des quatre échantillons d'huile d'olive analysés, (ces variations sont classées en fonction de la variété et du mode de récolte) (**Tableau IV.1**).

L'huile d'olive de BETROUNA (technique de récolte a la main) a une acidité comprise dans l'intervalle [0,8 -2%], elle est selon (COI, 2003) [46] des huiles d'olive vierge.

L'huile d'olive de BETROUNA (technique de récolte ramassage au sol), et l'huile d'olive de ILLILTEN (technique de récolte a la main) ont une acidité comprise dans l'intervalle [2 à 3,3%], selon (COI, 2003) [46] sont des huiles d'olive vierge courante.

L'huile d'olive de ILLILTEN (technique de récolte ramassage au sol) a une acidité $\geq 3,3\%$, ce qui la classe comme huile d'olive vierge lampante.

Tableau IV.1:Teneur en Acidité des deux variétés étudiées.

Régions	ILLILTEN		BETRONA	
Variétés	A berkane		Chemlal	
Techniques de récolte	A la main	Au sol	A la main	Au sol
Acidité (%)	2,16 ± 0,02	3,91 ± 0,04	0,90 ± 0,00	3,16 ± 0,00

Normes (C.O.I,2003)
Huile d'olive vierge extra: $\leq 0,8\%$
Huile d'olive vierge: $\leq 2,0\%$
Huile d'olive vierge courante: $\leq 3,3\%$
Huile d'olive vierge lampante: $\geq 3,3\%$

Les résultats d'analyse de la variance ont révélés pour le facteur variété (Pr = 0,0001), une différence très hautement significative, et une différence très hautement significative pour le facteur récolte (Pr = 0,0001). Quand a l'interaction des deux facteurs (facteur variété et mode de récolte), les résultats ont montrés une différence très hautement significative (Pr = 0,0005).

IV.1.1.2. Deuxième résultat d'acide

Tableau IV.2 : Les valeurs d'acidité des échantillons analysés.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne $\pm E$
Maâtkas	Chemlal	0,5	0,2	0,33 \pm 0,13
	Azeradj	0,7	0,3	0,5 \pm 0,15
Ait Toudert	Chemlal	0,4	0,2	0,26 \pm 0,08
	Azeradj	0,7	0,4	0,5 \pm 0,1

Le tableau IV.2 nous montre que les valeurs des huiles produites à partir des deux variétés étudiées de deux régions sont sans exception des huiles d'olives vierge extra, dont les valeurs d'acidité sont comprises dans l'intervalle stipulé par la norme du COI(2015) toujours inférieures ou égales à 0.8 %. C'est une conséquence directe d'une récolte effectuée à la main et une extraction à l'oléodoseur sans procéder au stockage des olives, tout en préservant le fruit à l'état sain.

La figure IV.1 illustre la différence entre l'huile d'olive des deux cultivars Azeradj et Chemlal:

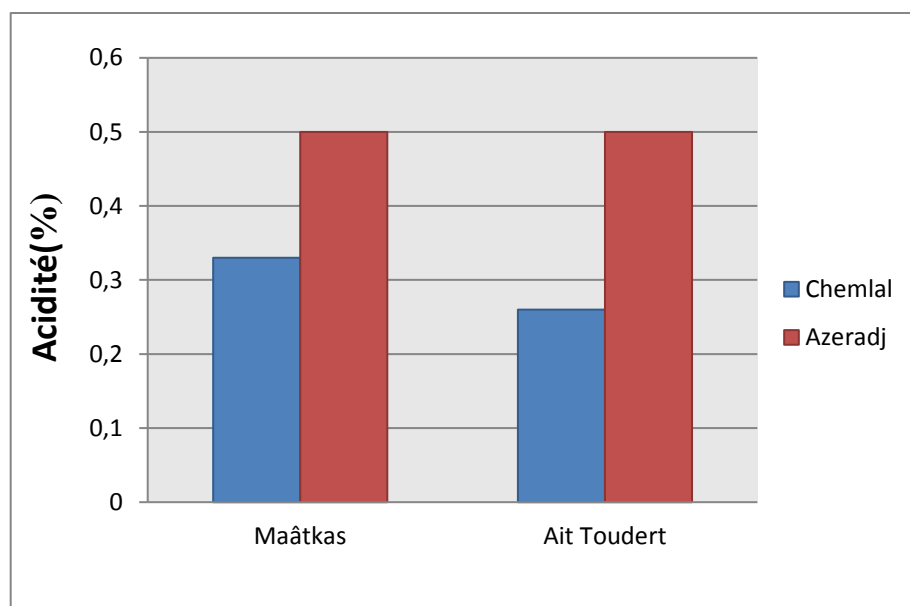


Figure IV.1: Valeurs moyennes du taux d'acidité des huiles analysées.

L'acidité pour la variété Azeradj est plus élevée comparativement à celle de la variété Chemlal. Le cultivar Azeradj peut être distingué par rapport au cultivar Chemlal par une valeur légèrement supérieure (0.5%). Selon Garcia et *al.*, [47], il est possible d'expliquer cette augmentation par rapport aux autres échantillons par l'hydrolyse des triglycérides lors de la maturation sous l'activité des lipases endogènes naturellement présentes dans les fruits, étant donné qu'elle présente un stade de maturation plus avancé.

Selon Tanouti et *al.*, [48], les facteurs responsables d'acidité élevée sont liés au non respect des bonnes pratiques de récolte et de fabrication d'huile d'olive. Par ailleurs, et selon Garcia[47] les conditions de stockage des olives (température et humidité) favorisent une hydrolyse des triglycérides et apparition des acides gras libres.

Nos résultats sont soumis à une analyse de la variance à deux facteurs: la variété et région. Il en ressort de ce traitement statistique que le facteur variété agit d'une façon hautement significative ($p=0,006$), par contre, la région a une influence non significative ($p=0,5$) sur l'acidité des huiles étudiées ; cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5%, regroupant les échantillons d'huiles d'olive dans 2 groupes homogènes. L'interaction entre les deux facteurs, montre un effet non significatif ($p=0,5$).

IV.1.2. Indice de peroxyde

La détermination de la teneur en peroxyde ou en hydro peroxydes dans les huiles permet d'évaluer le niveau d'oxydation primaire produite au cours du stockage et /ou la transformation de l'huile. La formation des peroxydes est due à la présence de l'oxygène dissout dans l'huile et de certains catalyseurs (UV, eau, enzymes, trace de métaux, etc) [49].

IV.1.2.1. Premier résultat de peroxyde

Les résultats montrent une variation de la teneur en indice de peroxyde des quatre échantillons d'huile d'olive analysés, (ces taux varient en fonction de la variété et du mode de récolte) (**Tableau IV.3**). Les valeurs obtenues sont conformes à celles de la norme commerciale du (COI, 2003) [46], ce qui permet de classer ces huiles dans la catégorie des huiles extra-vierges ($IP \leq 20$).

Tableau IV.3: Teneur de l'indice de peroxyde de deux variétés étudiées.

Régions	ILLILTEN		BETROUNA	
Variétés	Aberkane		Chemlal	
Techniques de récolte	A la main	Au sol	A la main	Au sol
Indice de Peroxyde (meqO₂/kg)	14,5 ± 0,09	19,5 ± 0,07	8,5 ± 0,05	19 ± 0,08
Normes (C.O.I,2003) Huile d'olive vierge extra: ≤20meq O ₂ /kg Huile d'olive vierge: ≤20meqO ₂ /kg Huile d'olive vierge courante: ≤20meqO ₂ /kg Huile d'olive vierge lampante: non limitée.				

Les résultats d'analyse de la variance ont révélés pour le facteur variété ($Pr = 0,0001$), une différence très hautement significative, et une différence très hautement significative pour le facteur récolte ($Pr = 0,0001$). Quand à l'interaction des deux facteurs (facteur variété et mode de récolte), les résultats ont montrés une différence très hautement significative ($Pr = 0,0001$).

IV.1.2.2. Deuxième résultat de peroxyde

Les teneurs moyennes, minimales, maximales de l'indice de peroxyde des huiles analysées (meqd'O₂) sont présentées dans le **tableau IV.4** :

Tableau IV.4:Résultats de mesure de l'indice de peroxyde des huiles analysées.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne ±E
Maâtkas	Chemlal	18,5	4,5	11,41±6,22
	Azeradj	13	8	10,91± 1,74
AitToudert	Chemlal	17,5	9,5	13,75±3,32
	Azeradj	19	10	14,83±3,72

Les valeurs des indices de peroxyde varient de 4.5 à 18.5 (meqd'O₂ /Kg) pour la variété Chemlal et de 8 à 19 pour la variété Azeradj, qui reste toujours inférieur à 20 meqd'O₂/kg, limite maximale fixée par le COI pour l'huile d'olive vierge.

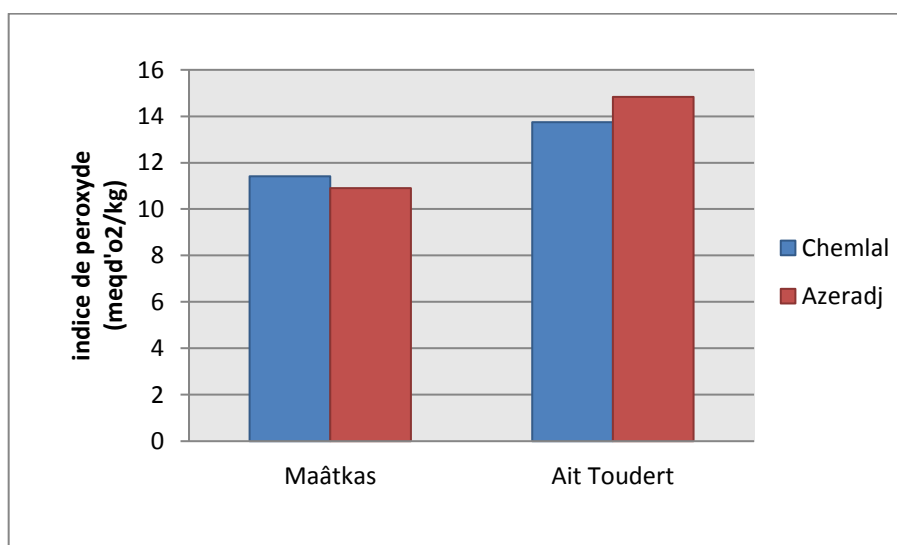


Figure IV.2:Valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des échantillons analysés (meqO₂/kg).

D'après nos résultats présentés dans l'histogramme au dessus, on remarque qu'il y a une légère différence entre les valeurs moyennes de l'indice de peroxyde des huiles échantillonées au niveau de deux variétés (Chemlal et Azeradj) pour les deux régions.

La moyenne la plus élevée est celle d'Azeradj d'Ait Toudert, et la plus faible est enregistrée au niveau de Maâtkas de la variété Chemlal.

L'indice de peroxyde pour la variété Azeradj est plus élevé comparativement à celle de la variété de Chemlal.

Il faut noter que l'indice de peroxyde augmente avec la maturité des olives, et surtout à la suite d'un choc thermique, consécutivement à un gel ou à un processus de fabrication défectueux. Le stockage inadapté ou prolongé, est également une des causes d'augmentation de ce paramètre [48].

Selon Perrin [50], plus la durée de stockage se prolonge, plus l'indice de peroxyde est élevé et cette élévation est due aux peroxydes, formés lors de l'oxydation des AGI.

Les métaux de transition (Fe, Cu) provenant des impuretés (terre, poussières) en contact des olives, se comportent comme des initiateurs et favorisent l'oxydation des triglycérides et des acides gras [51].

Selon Ouaini [52], les procédés d'extraction ont un impact direct sur la qualité de l'huile produite. Par exemple, une température supérieure à 28°C au cours du malaxage risque d'altérer sérieusement la qualité de l'huile.

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété ($p=0.85754$) et l'effet de la région ($p=0.03715$) ainsi que l'interaction entre les deux facteurs ($p=0,64516$), montrent un effet non significatif sur l'indice de peroxyde des huiles étudiées.

IV.1.3. Indice d'iode

L'indice d'iode mesure la richesse des huiles en acides gras insaturés, c'est la quantité d'iode fixée en gramme par 100 g de graisse [53]. L'évolution de cet indice est une bonne mesure des huiles face à l'oxydation.

Toutes les valeurs obtenues indiquent que l'indice d'iode des huiles analysées est conforme aux normes fixées par le COI (2006) [54], qui prévoit des valeurs comprises entre 75 et 94 pour les huiles d'olive vierge.

IV.1.3.1. Premier résultat d'iode

Les résultats montrent une variation de la teneur en indice d'iode des quatre échantillons d'huile d'olive analysés, (ces taux varient en fonction de la variété et du mode de récolte) (**Tableau IV.5**).

Deux échantillons ne répondent pas aux normes (COI, 2009) [55], les huiles des deux variétés (Chemlal et A berkane) obtenus par techniques de récolte (ramassage au sol) dont les valeurs respectives sont de 95,29 et 97,17%.

Tableau IV.5: Teneur en indice d'iode des deux variétés étudiées.

Régions	ILLILTEN		BETRONA	
Variétés	Aberkane		Chemlal	
Techniques de récolte	A la main	Au sol	A la main	Au sol
Indice d'iode	92,86 ± 0,02	97,17 ± 0,08	87,05 ± 0,08	95,29 ± 0,06
Normes (C.O.I,2009): (75–94)				

Les résultats d'analyse de la variance ont révélés pour le facteur variété (Pr = 0,001), une différence très hautement significative et une différence très hautement significative pour le facteur récolte (Pr = 0,0001). Quand a l'interaction des deux facteurs (facteur variété et mode de récolte), les résultats ont montrés une différence très hautement significative (Pr = 0,0001).

IV.1.3.2. Deuxième résultat d'iode

Les résultats de l'indice d'iode des huiles analysées sont présentés dans le **tableau IV.6:**

Tableau IV.6 : Résultats de mesure de l'indice d'iode des huiles analysées.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne ±E
Maâtkas	Chemlal	94	90,73	92,57± 1,35
	Azeradj	94	90,73	92,96± 1,32
Ait toudert	Chemlal	94	90,73	92,33± 1,07
	Azeradj	93,27	89,46	91,25± 1,47

D'après les valeurs dressées dans le tableau 11 et illustrées par la figure 10, nous remarquons que les valeurs moyennes d'indice d'iode des huiles étudiées sont presque les mêmes pour les deux variétés (Chemlal et Azeradj) dans les deux régions, qui restent des valeurs conformes aux normes fixées par le COI (2006) [54], qui prévoit des valeurs comprises entre 75 et 94 pour les huiles d'olive vierge. Il n'y a pas une différence entre la variété Azeradj et la variété Chemlal pour l'indice d'iode.

Les résultats de l'indice d'iodes ont illustrés dans l'histogramme suivant:

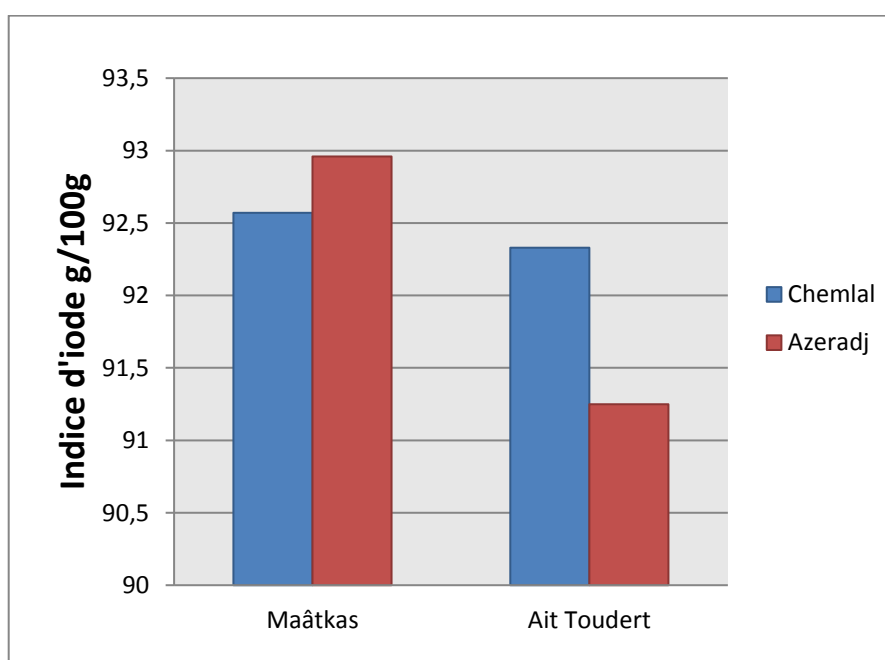


Figure IV.3: Valeurs moyennes de l'indice d'iode des échantillons analysés.

Les valeurs de l'indice d'iode sont influencées par le stockage. En effet, un stockage inadéquat et prolongé des olives conduit à un rancissement par oxydation des huiles extraites qui se manifeste surtout quand le fruit est blessé et en présence d'air. Ce phénomène est le résultat de la dégradation des acides gras insaturés et l'altération chimique des huiles sous l'effet de la chaleur lors de l'addition d'eau chaude au moût huileux au niveau du séparateur centrifuge, ainsi que la durée du malaxage[51].

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété n'est pas significatif ($p= 0,749$). Aussi l'effet de la région représente une influence non significative ($p= 0,509$), ainsi que l'interaction entre les deux facteurs ($p=0,697$), montre un effet non significatif sur l'indice d'iode des huiles étudiées.

IV.1.4. Indice de saponification

L'indice de saponification est techniquement, la quantité en milligrammes de KOH qui réagit avec un gramme d'huile lors de la saponification de cette huile. Il nous renseigne en effet sur la longueur des chaînes des acides gras constitutifs des triglycérides. Plus l'indice de saponification est élevé, plus la chaîne carbonée est courte [56].

IV.1.4.1. Premier résultat de saponification

Les résultats montrent une variation de la teneur en indice de saponification des quatre échantillons d'huile d'olive analysés, (ces taux varient sont en fonction de la variété et du mode de récolte) (**Tableau IV.7**).

Les valeurs obtenues de cet indice sont situées dans l'intervalle de la norme codex alimentaire et de la Normes (C.O.I, 2003) [46] pour les huiles d'olive vierges ce qui explique la richesse en courtes chaînes d'acides gras de nos huiles.

Tableau IV.7:Résultats de l'indice de saponification des échantillons analysés

Régions	ILLILTEN		BETRONA	
Variétés	Aberkane		Chemlal	
Techniques de récolte	A la main	Au sol	A la main	Au sol
Indice de saponification	191,19 ± 0,04	196,40 ±0,05	188,42 ± 0,09	194,49 ±0,12
Normes (C.O.I,2003): 184–196 Normes C.A:184 – 196				

Les résultats d'analyse de la variance ont révélés pour le facteur variété (Pr = 0,0011), une différence très hautement significative et une différence très hautement significative pour le facteur récolte (Pr = 0,0001). Quand a l'interaction des deux facteurs (facteur variété et mode de récolte), les résultats ont montrés une différence hautement significative (Pr = 0,0028).

IV.1.4.2. Deuxième résultat de saponification

Tableau IV.8: Résultats de mesure de l'indice de saponification des huiles analysées.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne ±E
Maâtkas	Chemlal	194,94	166,8	180,18±11,14
	Azeradj	211,77	180,79	199,57±12,6
AitToudert	Chemlal	192,14	175,31	183,02± 6,06
	Azeradj	200,55	189,33	193,54± 4,052

La détermination de l'indice de saponification est importante car il permet de caractériser le poids moléculaire et la longueur moyenne des chaînes grasses auxquelles il est inversement proportionnel (plus le poids moléculaire PM de la longueur moyenne des acides gras est élevée, plus l'indice de saponification est faible). Les valeurs obtenues sont situées hors l'intervalle de la norme du COI qui préconise un intervalle de 184 et 196 pour l'huile d'olive vierge, ce qui explique la richesse en courtes chaînes d'acides gras de nos huiles, sauf pour la variété Azeradj de la région d'Ait Toudert qui est conforme à la norme de COI(2015) [57].

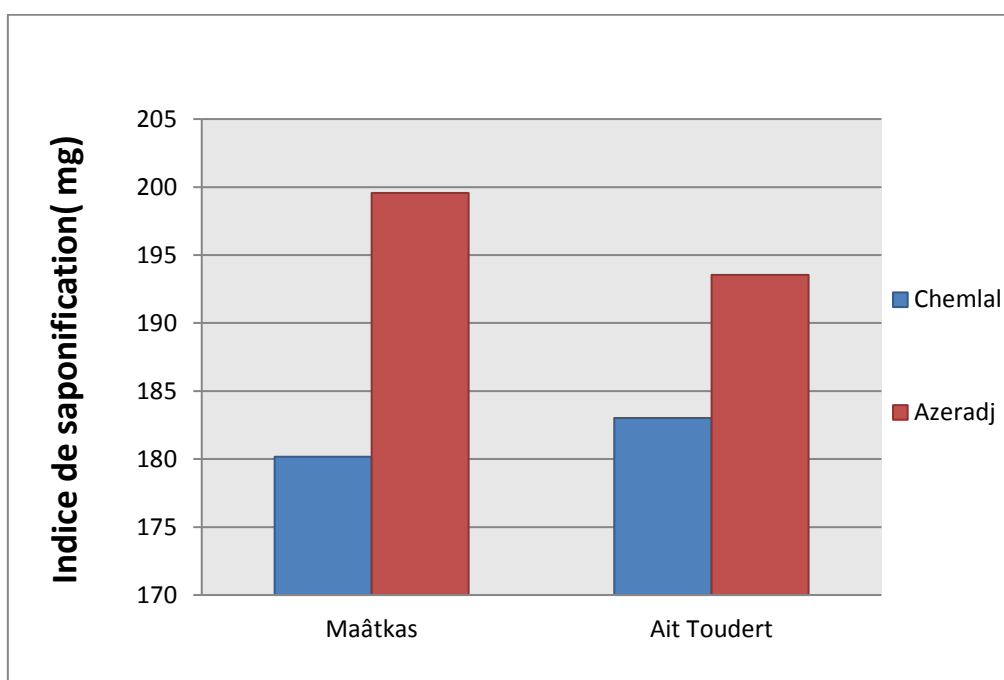


Figure IV.4 : Valeurs moyennes (mg/g) de l'indice de saponification des échantillons analysés.

D'après la figure ci-dessus les valeurs moyennes de l'indice de saponification varient selon la variété et la région, en effet on remarque une moyenne élevée (199.57 ± 10.6 mg/g, 193.54 ± 4.052 mg/g) dans les échantillons de la variété Azeradj pour les deux régions Maâtkas et Ait Toudert respectivement, et la moyenne la plus faible a été enregistrée dans la variété Chemlal de Maâtkas (180.18 ± 11.14 mg/g) et les deux moyennes ne sont pas conformes à la norme du COI (2015) [57]. L'indice d'iode de la variété Azeradj est plus élevé comparativement à celle de la variété Chemlal.

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété ($p= 0,88368$) et l'effet de la région ($p= 0,84862$) ainsi que l'interaction entre les deux facteurs ($p= 0,9622$), montrent un effet non significatif sur l'indice de saponification des huiles étudiées.

IV.2. Analyse de la composition chimique de l'huile d'olive

IV.2.1. Les composés phénoliques

L'huile d'olive vierge est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles, qui lui confèrent son goût si particulier, à la fois amer et fruité [50]. Ces composants antioxydants dans les olives sont également responsables de la stabilité d'huile d'olive [58].

IV.2.1.1. Premier résultat des composés phénoliques

Les résultats montrent une variation de la teneur en composés phénoliques de quatre échantillons d'huile d'olive analysés, (ces taux varient en fonction de la variété et du mode de récolte) (Tableau. IV.9).

Les résultats montrent que toutes les valeurs sont comprises dans l'intervalle des teneurs en composés phénoliques indiquées par AGUILERA *et al*, [59] qui est de l'ordre de 50 à 1000ppm. Les huiles des deux variétés obtenues par la récolte sur l'arbre ont des teneurs en phénols totaux plus considérable en comparaison avec celles des échantillons provenant de la récolte au sol, ce la est du a la techniques de récolte qui affecte la qualité de l'huile.

Tableau IV.9: Teneur en composés phénoliques de deux variétés étudiées.

Régions	ILLILTEN		BETROUNA	
Variétés	Aberkane		Chemlal	
Techniques de récolte	A la main	Au sol	A la main	Au sol
Composés phénoliques lecture a 725nm	96 ± 0,00	76,5 ± 0,71	102,50 ± 0,71	85, 50 ± 0,71
Normes :50–1000(ppm)				

Les résultats d'analyse de la variance ont révélés pour le facteur variété ($Pr = 0,0004$), une différence très hautement significative et une différence très hautement significative pour le facteur récolte ($Pr = 0,0001$). Quand a l'interaction des deux facteurs (facteur variété et mode de récolte), les résultats sont montrés une différence significative ($Pr=0,0451$).

IV.2.1.2. Deuxième résultat des composés phénoliques

Tableau IV.10: Résultats de la teneur en composés phénolique dans huiles analysées.

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne \pm E
Maâtkas	Chemlal	128,54	44,58	90,74 \pm 52,03
	Azeradj	53,3	40,12	46,93 \pm 5,8
AitToudert	Chemlal	93,12	77,75	83,88 \pm 6,61
	Azeradj	40,62	32,28	36,6 \pm 3,62

Les résultats observés présentent une variation importante entre les échantillons étudiés confirmés par des valeurs maximales de 128.54 ppm et 53.3 ppm et minimales de 44.58 ppm et 32.28 ppm pour les deux variétés (Chemlal et Azeradj) respectivement. Les valeurs moyennes des composés phénoliques sont plus importantes dans l'huile de la variété Chemlal comparativement à la variété Azeradj.

Les valeurs moyennes des polyphénols totaux des échantillons analysés pour les deux variétés sont présentées dans la **figure IV.5**:

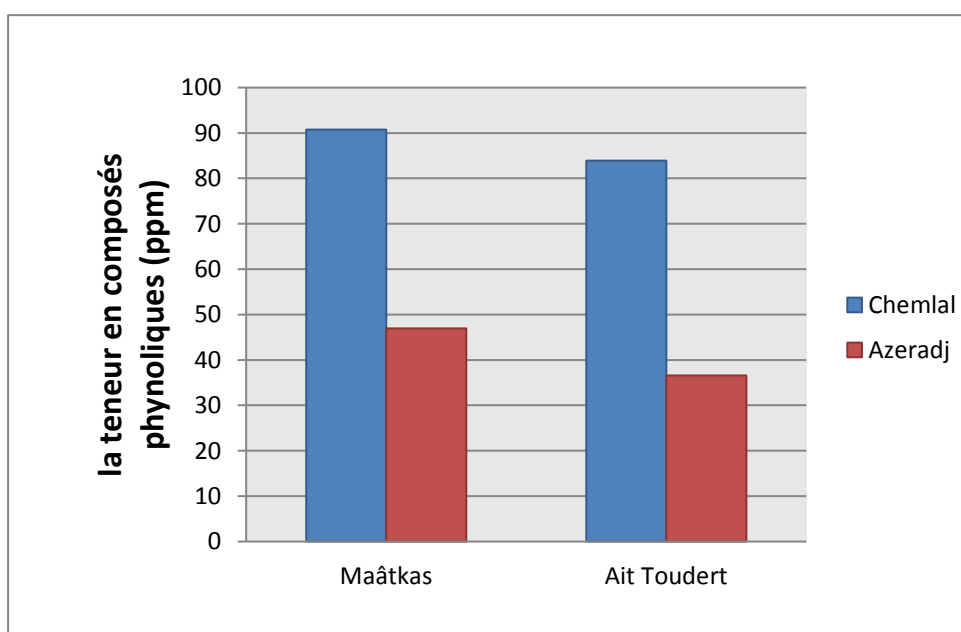


Figure IV.5: Résultats de la teneur en composés phénoliques dans les huiles analysées.

La figure IV.5 montre que la teneur en composés phénoliques est variable selon le génotype de la variété, elle varie entre 32.28 ppm pour Azeradj et 128.54 ppm pour Chemlal, les valeurs moyennes des composés phénoliques sont plus importantes dans l'huile de la variété Chemlal, ce que nous permet de dire que cette variété est riche en composés phénoliques par rapport à la variété Azeradj.

Les résultats de la teneur en composés phénoliques totaux obtenus dans les échantillons d'huiles des deux variétés montrent des teneurs très faibles comparativement aux résultats obtenus par [60] qui varient de 172.5 à 572.5 ppm et de 483.89 à 859.81 ppm respectivement. Ces faibles valeurs enregistrées peuvent être attribuées à différents facteurs tels que les conditions et la durée de stockage des olives et de l'huile après l'extraction [61].

La concentration des composés phénoliques en relation avec l'acidité et particulièrement l'indice de peroxyde, fait ressortir le rôle de ces composés dans la stabilité de l'huile.

D'après les résultats obtenus, la valeur moyenne de la teneur en composés phénoliques de l'huile d'olive échantillonnées est faible, Selon le C.O.I (2015) [57], l'huile d'olive extra vierge doit contenir 153 à 694 ppm. Cette valeur faible de la teneur en composés phénoliques serait aussi attribuée à:

- La variété d'olive [51].
- Stade de maturité [62].

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la région n'est pas significatif ($p=0,53904$). Par contre l'effet de la variété représente une influence significative (0.00476), Cela est vérifié par le test de NEWMAN-KEULS au seuil de 5% regroupant les échantillons d'huiles d'olive dans 2 groupes homogènes. L'interaction entre les deux facteurs, montre un effet non significatif ($p=0,89928$) sur les composés phénoliques.

IV.3. Analyse de pigments

IV.3.1. La teneur en chlorophylles

Les chlorophylles jouent un double rôle, celui de l'antioxydant à l'obscurité et celui de pro-oxydant (photo-sensibilisateur) à la lumière favorisant l'oxydation des acides gras insaturés [63].

Selon Perrin [50], une huile d'olive vierge présente une fourchette de valeurs en chlorophylles variante entre 1 et 10 ppm.

IV.3.1.1. Premier résultat de teneur en chlorophylles

Les résultats montrent une variation de la teneur en chlorophylles des quatre échantillons d'huile d'olive analysés, (ces taux varient en fonction de la variété et du mode de récolte) (**Tableau IV.11**).

Les résultats montrent que l'ensemble des échantillons présentent des teneurs en chlorophylles relativement dans les normes. Ceci peut s'expliquer principalement par le fait que ces huiles sont issues d'olives mure. Selon Perrin [50], une huile d'olive vierge extra présente une fourchette des valeurs en chlorophylles variant entre 1 à 10 ppm ce qui est le cas pour les huit variétés étudiées.

La concentration en chlorophylles peut dépasser 80 mg/kg pour les huiles obtenues à partir d'olives en stade précoce de maturité, pour chuter à des valeurs d'environ 2 mg/kg lorsque le fruit est très mur [64].

Tableau IV.11:Résultats de la teneur en chlorophylles des échantillons analysés

Régions	ILLILTEN		BETROUNA	
Variétés	Aberkane		Chemlal	
Techniques de récolte	A la main	Au sol	A la main	Au sol
Teneur en chlorophylle (ppmoumg/kg). Le cture a 670nm	1,69 ± 0,01	1,76 ± 0,04	1,20 ± 0,01	1,07 ± 0,02
Normes :1–10ppmselonPerrin(1992).				

Les résultats d'analyse de la variance ont révélés pour le facteur variété (Pr = 0,0001), une différence très hautement significative et une différence non significative pour le facteur récolte (Pr = 0,1674). Quand à l'interaction des deux facteurs (facteur variété et mode de récolte), les résultats ont montrés une différence hautement significative (Pr=0,005).

IV.3.1.2. Deuxième résultat de teneur en chlorophylles

Tableau IV.12 : Teneurs en chlorophylle des huiles analysées (ppm).

Région	Variété	Valeur maximale	Valeur minimale	Moyenne $\pm E$
Maâtkas	Chemlal	1,158	0,227	0,646 \pm 0,32
	Azeradj	0,978	0,75	0,872 \pm 0,08
AitToudert	Chemlal	1,158	0,358	0,761 \pm 0,28
	Azeradj	1,256	0,58	0,902 \pm 0,28

La teneur en chlorophylle des huiles testées (voir le tableau) est variable d'un cultivar à un autre, elles fluctuent entre 0.227 ppm et 1.158 ppm, et entre 0.58 ppm et 1.256 ppm, pour Chemlal et Azeradj respectivement. Les moyennes sont inférieures à la norme. Les valeurs supérieures sont trouvées chez la variété Chemlal des deux régions et celle d'Azeradj de la région d'AitToudert, celles-ci sont supérieures à 1 donc sont conformes à la norme du COI(2015) [57], qui doit être comprise entre 1 à 10 ppm pour les huiles d'olive vierges.

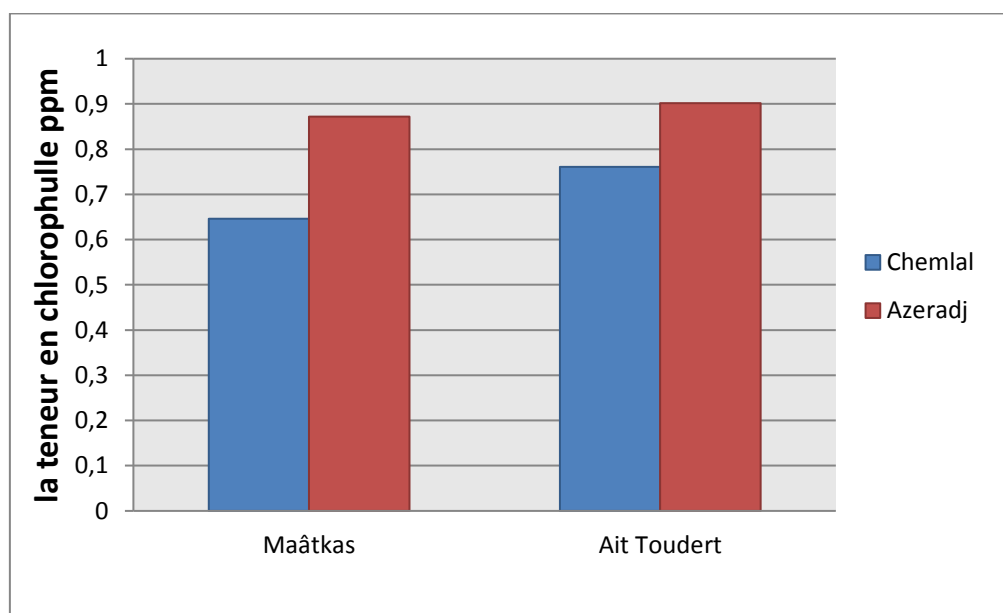


Figure IV.6: La teneur moyenne en chlorophylles des échantillons d'huile analysés (ppm).

La teneur moyenne en chlorophylles d'après la **figure IV.6**, est légèrement plus élevée dans l'huile de la variété Azeradj et on a remarqué qu'il n'y a pas de différence entre les deux régions. La teneur en chlorophylles pour la variété Azeradj est plus élevée comparativement à celle de la variété Chemlal. Les faibles quantités en chlorophylle enregistrées chez les deux variétés Azeradj et Chamlel des deux régions s'expliquent soit par la maturation qui

influence sur la teneur en pigments chlorophylliens, car au cours de celle-ci les chlorophylles qui sont présentes dans le fruit non mûr se dégradent et subissent des transformations dans les chloroplastes ; plus la maturation progresse, plus l'activité photosynthétique diminue ainsi que la concentration des chlorophylles diminue progressivement. A la fin de la maturation, la couleur violette dans l'olive est le résultat de la formation des anthocyanines [47], soit par l'effet variétal qui exerce une grande influence sur la quantité et la qualité des pigments chlorophylliens [65].

L'analyse de la variance à deux facteurs a montré que l'effet de la variété n'est pas significatif ($p=0,07778$). Aussi l'effet de la région représente une influence non significative ($p=0,48458$). L'interaction entre les deux facteurs montre un effet non significatif ($0,67923$) sur les composés chlorophylliens.

IV.4. Discussions

Pour le paramètre Indice d'Acidité ; Échantillons d'olives coupées à la main des deux cultivars (Shemalal, Aberkan) et des cultivars (Chamelal, Izraj) de la région des Maâtkas On note que la teneur en acidité des échantillons des deux cultivars (Shemalal et Aberkan) a des valeurs de 0,9 et 2,16% chacun, supérieur à 0,5% et plus excessivement pour l'huile ILLILTEN de 2,16, et des valeurs 0,33 et 0,5% pour la région des Maâtkas inférieur ou égal 0,5%, alors que selon El Antari et al [66], l'acidité de l'huile ne devrait pas dépasser 0,5% en le cas de l'huile obtenue à partir d'olives cueillies à la main et rapidement transformées avec peu ou pas de temps de stockage Cela s'explique par le stockage des olives avant broyage au profit d'une acidité accrue, selon GARCIA [47], Les conditions de conservation des olives (température et humidité) favorisent l'hydrolyse des triglycérides et l'apparition d'acides gras libres.

Les huiles provenant d'olives récoltés au sol des deux variétés (Chemlal, Aberkane): on note que la teneur en acidité des échantillons des deux variétés (Chemlal et Aberkane) ont des valeurs respectives 3,16 et 3,91% très élevées, et des valeurs de (Chemlal et Azeradj) 0,26 et 0,5% région de Ait Toudert.

Cela est dû en plus de la durée de stockage, au mode de récolte, c'est à dire la récolte par le gaulage provoque des blessures au niveau des fruits, par conséquent il y a hydrolyse des triglycérides sous l'action des enzymes produites dans le fruit (Lipases) aux cours de la maturation.

Selon Garcia et al., [47], l'augmentation d'acidité est due à l'activité des lipases endogènes naturellement présentes dans les fruits ou à celles synthétisées par les microorganismes qui se développent dans le fruit suivant les conditions de stockage. Selon Di Giovacchino L. [67], la variété n'a pas d'influence sur l'acidité.

Pour le paramètre Indice de Peroxydes ; selon AMAMOU [68], si les olives mises en œuvre sont de bonne qualité, à un stade de maturité adéquat et si le système de transformation est correct et rationnel, il n'y a pas d'influence significative sur l'indice de peroxydes. On note que l'huile d'olive provenant d'olives cueillies sur l'arbre à la main, ont des valeurs inférieures à celles obtenues de l'huile d'olive provenant d'olives ramassés au sol, cela est dû à l'état sanitaire des olives ; c'est-à-dire la pratique du gaulage pour améliorer le rendement journalier. Mais malheureusement il provoque des dommages considérables, car il abîme les

parois cellulaires des fruits. Dans les cas les plus extrêmes, plus de 40% des fruits sont endommagés par cette pratique [69], ce qui favorise l'oxydation des lipides.

Pour le paramètre Indice d'Iode ; Pour les cultivars étudiés, les résultats ont montré qu'une méthode différente de cueillette des olives provoque une divergence dans l'indice d'iode des huiles qui en sont extraites, et en effet les échantillons qui ont été cueillis manuellement sur l'arbre ont montré des valeurs plus faibles. A partir d'échantillons prélevés au sol (gaulage).

La lumière et la température affecte la concentration en acides gras de l'huile d'olive, la composition en acides gras insaturés et principalement en acide linoléique augmente avec la diminution de la température [20].

Pour le paramètre Composés Phénoliques ; les résultats que nous avons obtenus sont très faible comparés aux résultats obtenus par OUESLATI *et al.* [70] pour qui les valeurs varient entre 241 et 907 ppm, alors on conclut que nos échantillons sont faibles en polyphénols, ce qui est probablement dû au facteur variétal. Le changement de la teneur en composés phénoliques en fonction de la variété a été également observé chez d'autres variétés étrangères par d'autres auteurs ; DUGO *et al.* [62] et EL ANTARI [66]. Il est démontré que la teneur en polyphénols dépend principalement de la variété, et dans une certaine mesure des conditions liées à l'environnement [47].

*Conclusion
générale*

Conclusion générale

La qualité d'une l'huile dépend essentiellement de sa composition chimique, Cependant suivant les conditions de récolte, stockage, trituration et conservation, les divers éléments constitutifs de l'huile peuvent subir des modifications plus ou moins importantes pouvant porter préjudice à la qualité de l'huile.

Notre travail a pour objectif un profil comparatif entre les huiles d'olives produites dans deux région en se basant sur la vérification de la conformité de la qualité aux normes internationales par la détermination des caractères physico-chimique (l'acidité, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode, la teneur en chlorophylle, les composes phénolique).

En comparant les cultivars étudiés, la variété Chemlal se caractérise par un faible taux d'acidité et un taux de polyphénols plus élevé. En ce qui concerne la technique de récolte, les résultats ont montré que la cueillette des olives au sol affecte négativement les propriétés physiques et chimiques des huiles obtenues, et l'effet se traduit par une perte importante de composés phénoliques avec une augmentation de l'acidité et du degré d'oxydation des huiles, sur le D'autre part, il semble que les olives dans la méthode de cueillette manuelle sur l'arbre donnent une huile de meilleure qualité.

Les résultats obtenus ont montré que les opérations de cueillette des olives, sa variété, sa durée et le mode de stockage des huiles ont un impact significatif sur la qualité de l'huile extraite.

Pour améliorer la qualité de l'huile d'olive, il est nécessaire de sensibiliser les agriculteurs à l'amélioration des techniques de récolte, des conditions de stockage, de transformation et de conservation.

*Références
bibliographiques*

Référence bibliographiques

- [1] Uzzan A. (1992) « Olive et huile d'olive » Dans « Manuel des corps gras » Karleskind A. Tome 1, Ed : Lavoisier, Paris, , 221-228.
- [2] Veillet S(2010)., *Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre Tradition et Innovation, Thèse/ Académie d'Aix-Marseille Université d'Avignon et des pays de Vaucluse– sciences des procédés – sciences des aliments.*
- [3] Angerosa F., Servili M., Selvaggini R., Taticchi A., Esposto S., Montedoro G.F(2004), *Journal of Chromatography A* 1054:17-31.
- [4] Baccouri B., Bentemime S., Campeol E., Ciori P., Daoud D., Zarrouk M. (2006) *Food Chemistry* 102, 851-856.
- [5] Nigri S. (2007) *Prédiction, simulation et application à l'analyse des composés organiques par la chromatographie en phase gazeuse, département de chimie, université Badji Mokhtar de Annaba.*
- [6] Adicom S. (1997).*L'huile d'olive et la santé. Edition Comité Oléicole International. CODEX ALIMENTARIUS (1981).Norme codex pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée. Codex STAN 33-1981*
- [7]Awad A., Chan K., Downie A., Fink C. (2000).*Nutrition and cancer* 36: 238-241.
- [8] Graille J. (2003).*L'huile d'olive : sa place dans l'alimentation humaine in lipides et corps gras alimentaire, Ed. Col Science et Technologie. Agro-alimentaire. Lavoisier* 80- 105.
- [9] Ryan D., Robards K. (1998) *Analyst* 123:41-44.
- [10] Bendini A., Cerretani L., Carrasco-Pancorbo A., Gomez-Caravaca A.M., Segura Carretero A., Fernandez-Gutiérrez A., Lercker G. (2007) *Molecules* 12: 1679-1719.
- [11] Gandul-Rojas B., Minguez- Mosquera M.I. (1996) *Journal of the Science of Food and Agriculture* 72(1): 31-39.
- [12] Minguez-Mosquera I., Rejano J.L., Gandul B., Higinio A., Garrido J. (1991) *Journal of American Oil Chemist's Society* 68: 669-671.
- [13] Boscou, D. (1996) *Olive Oil Composition. In Olive Oil: Chemistry and Technology. AOACS Press, USA, pp 52-127.*
- [14] Criado, M.N. Motilva, M.J. Goni, M. et Romero, M.P. (2007). *Food chemistry* 100: 748755.
- [15] Psomiadou E., Tsimidou M. (1998) *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 46,5132-5138.
- [16] Morelló, J.R., Motilva, M.J., Tovar, M.J., Romero, M.P. (2004) *Food Chemistry* 85 (3): 357-364.
- [17] Di Giovacchino, L., Mucciarella, M.R., Costantini, N., Ferrante, M.L., Surricchio, G., Sestili, S. (2002) *Acta Horticulturae* 586 (2), 567-569.
- [18] Caponio F., TERSA Bilancia M., Pasqualone A., Sikorska E., Gomes T. (2005) *European Food Research and Technology* 221: 92-98.
- [19] Del Caro, A., Vacca, V., Poiana, M., Fenu, P., Piga, A. (2006) *Food Chemistry* 98 (2): 311-316
- [20] Mendez, A.I., Falqué E. (2007) *Food Control* 18, 521-529.
- [21] Pristouri, G., Badeka, A., Kontominas, M.G. (2010) *Food Control* 21 (4): 412-418
- [22] Matos L.C., Cunha S.C., Amaral J.S., Pereira J.A., Andrade P.B., Seabra R.M. et Oliveira B.P.P. (2007) *Food Chemistry* 102:406-414
- [23] Manai-Djebali H., Krichène D., Ouni Y., Gallardo L., Sánchez J., Osorio E., Zarrouk M. (2012) *Journal of Food Composition and Analysis* 27(2): 109-119.
- [24] Kataja-Tuomola M., Sundell J.R., Männistö S., Virtanen M.J., Kontto J., Albanes D., Virtamo J. (2008)*Diabetologia*, 51(1) : 47-53.

Référence bibliographiques

- [25] Pérez, A.G. Luaces, P. Ríos, J.J. Garcia, J.M., Sanz, C. (2003) *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 51: 6544-6549.
- [26] Perona J.S. Alonso A., Martínez-Gonzalez M. (2010) *Olives and Olive Oil in Health and Disease Prevention* 85:807- 812.
- [27] Yangui T., Dhouib A., Rhouma A., Sayadi, S. (2009) *Food Chemistry* 117:1-8.
- [28] Al-Rewashdeh A. (2010) *Pakistan Journal of Nutrition* 9 (1): 15-26.
- [29] Rahmani M. *Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Les techniques de laboratoire.* 2007; 2: 18-12.
- [30] Sabine J, Martine C, Jean-Luc V, Gilles N. *L'oxydation des produits carnés : Méthodes de mesure et moyens de maîtrise. Institut du porc.*2012 ; 1
- [31] Berset C. *Antioxydants phénoliques, structure, propriétés et sources végétales*, 265-290 in Sarni-Manchado P., Cheyner V. 2006. *Les polyphénols en agroalimentaire*, Lavoisier (Paris), Editions Tec et Doc. 2006 ; 398.
- [32] Marc F. *Méthodes d'évaluation du potentiel antioxydant dans les aliments. Médecine / Science.* 2004 ; 20
- [33] Rolland Y. *Antioxydants naturels végétaux.* 2004 ; OCL. 11 N°6
- [34] Frankel E. *Method to determine extent of oxidation. Lipid oxidation.*1998 ; 79-98
- [35] Fuhrer F, Limacher A, Mikle H, Truttmann M, Friedli R, Pasquier M, Pfefferli H, Schneller R, Gremaud G. *Graisses comestibles, huiles comestibles et graisses émulsionnées. In : Manuel suisse des denrées alimentaires.* 2005 ; 27.
- [36] Przybylski, R., & Eskin N. A. M. 1988. « A Comparative Study on the Effectiveness of Nitrogen or Carbon Dioxide Flushing in Preventing Oxidation during the Heating of Oil ». *Journal of the American Oil Chemists' Society* 65 (4): 629-33.
- [37] Labuza, T. P., & Dugan L. R. 1971. « Kinetics of lipid oxidation in foods ». *C R C Critical Reviews in Food Technology* 2 (3): 355-405.
- [38] Frankel, E. N., Neff W. E., Rohwedder W. K., Khambay B. P. S., Garwood R. F., & Weedon B. C. L. 1977. « Analysis of Autoxidized Fats by Gas Chromatography-Mass Spectrometry: I. Methyl Oleate ». *Lipids* 12 (11): 901-7.
- [39] Frankel, E. N., Neff W. E., & Bessler T. R. 1979. « Analysis of Autoxidized Fats by Gas Chromatography-Mass Spectrometry: V. Photosensitized Oxidation ». *Lipids* 14 (12): 961-67.
- [40] Wolff J. P. (1968) *Manuel d'analyses des corps gras. Ed. Aznulay, Paris.*
- [41] Organisation Internationale de Normalisation : ISO 660 : (1996) *Corps gras d'origines animale et végétale -Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.*
- [42] Salgarolo P. (2003) *Pratique des manipulations de chimie-à l'usage des biologistes techniques et documentation-Lavoisier* 229-237.
- [43] Smith B., Li B.B., Hossain MM. (2006) *Seperation Purfication Technology* 48 :182-188
- [44] MANAIH. *Variabilité de la composition de l'huile d'olive de quelques hybrides obtenus par croisement dirigés. Economie, Science et Technique, Olivae, Décembre 2006, N°106, p. 17-31.*
- [45] ADRIAN J., POTUS J., POIFFIAI TA., DAVVILIER P., (1998) : *Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires, Ed.Tecet Doc, Lavoisier.*
- [46] COI, (2003) *(Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et huile de grignon d'olive).*T. 15/NC. 1(3).
- [47] GARCIA M.J., SELLER S., PEREZ- CAMINO M.C., (1996): *Influence of fruitri peningand olive oil quality.*J. Agric. Food chem.N° 44.PP:3516-3520
- [48] TANOUTI K., SERGHINI-CAID H., CHAIEB E., BENALI A., HARKOUS M., ETELAMRANI A., 2011.*Amélioration qualitative d'huiles d'olive produites dans le Maroc oriental.Les technologies delaboratoire, volume6, n°22. PP.5-9.*

Référence bibliographiques

- [49] OSAWA, C.C., GUARALDO, A.L., RAGAZZI, S. (2007). *Correlation between free fatty acid of vegetable oils evaluated by rapid test and the official method. J. Of food Composition and analysis*, Vol. 20 p: 523-528.
- [50] PERRIN J L, 1992. *Les composés mineurs et les antioxygènes naturels de l'olive et son huile. Revue française des corps gras. N°39, pp :25-31.*
- [51] CHIMI H, 2006. *Technologie d'extraction de l'huile d'olive et les gestions de saqualité. Bultinmonsueld'informationetdeliaisonduPNTTA, Transfert de technologie en Agriculture. N° 141.*
- [52] OUAINI N, MEDAWAR S, DAOUD R, OUAINI R, CHEBIB H., RUTLEDGED.ESTEPHANN., 2005. *État actuel des huileries d'olive au Liban. Potentiel de production, new medit n°4.P.33.*
- [53] DERACHE R., (1977) : *physiologie et biochimie de la nutrition. Ed. Paris, Doin Editeur, 11.*
- [54] COI. 2006. *Tunisie: la production mondiale d'huiles d'olives. Doc Internet: «www.investir .Net/news/article.phy?Id=984»(Mai2007).*
- [55] COI 2009 : *norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignon D'olive, COI/T, 15/NC n°3/Rév, COI, Espagne.*
- [56] LIONPH., (1955). *Travaux pratiques de chimie organique. Ed. Dunod, Paris.*
- [57] COI, (2015) *conseil oléicole international .norme commercial applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive.*
- [58] VISIOLI.F AND GALLI.C, *The effect of minor constituents of olive oil on cardio vascular disease: new findings. Nutrition Reviews. (1998)56(5):142-147*
- [59] AGUILERAL., BENTEMIMES., M., DAOUDD., ZARROUKM., BENTEKAYA I, et HASSOUNA M. (2005), *Étude de la stabilité oxydative d'huile d'olive vierge extra Tunisienne au cours de son stockage ocl, vol, 12N°5-6.*
- [60] OUNI YOUSSEF A, FLAMINI GUIDO B, ISSAOUI MANEL C, NABIL BENYOUSSEFA, ZARROUK MOKHTARA, 2010. *Volatile compounds and composition el quality olive oil from Oueslti vaiety: Influenceof geographical origin.v.*
- [61] PANARO et al, 2003. *La productivité des différentes méthodes de récolte et l'influence sur la qualité de l'huile d'olive vierge extra. Olivae, N°39, pp:291-295.*
- [62] DUGO G., LOTURC O ,et POLLICINU D. ,(2004) : *caractérisation d'huile d'olive vierge sicilienne, variation des huiles des fruits des cultivars, Biancolilla, Nocullara D et blice, Cerasnollondaiblea et crastu, en fonction des techniques et l'époque de récolte des Olives olivae, n°101.PP ,44-52.*
- [63] GRAILLE J(2003). *lipides et corps gras alimentaires .Edition : Tec et Doc Lavoisier paris; pp 4 ,86-96.*
- [64] SALVADOR, M.D. ET FREGAPANE, G. (2003) *Triglyceride, total and 2-position fatty acid composition of Cornicabra virgin olive oil: Comparison with other Spanish cultivars. Food Chemistry, 86: 485-492.*
- [65] ROJAS & MINGEZ-MOSQUERA M, 1996. *Changes chloroplast pigmentd of olive varieties during fruits ripening. Journal of Agricultural and Food chemistry. V47. PP :964-967.*
- [66] El ANTARI A., El MOUDNI A. and AJANA H. (2003). *Evolution comparative de la qualité et de la composition acidique d el'huile d'olive chez quelques variétés méditerranéennes cultivées au Maroc. Olivae, 95:26-31.*
- [67] DIGIOVACCHINOL. *L'influence des systèmes d'extraction sur la qualité de l'huile d'olive. Olivae, 1996, N°63, p.52-63.*
- [68] AMAMOUT., (1999): *typologie et variabilité des huiles d'olive en fonction de l'origine du fruit, COI, vol 6N°1 PP : 76-79.*

Référence bibliographiques

- [69] BENRUINAB.,(1994): *La récolte traditionnelle des olives en Tunisie situation et possibilité d'amélioration*, Revue Ezzaitounan°1, p38-47.
- [70] OUSELATII., MANAIH., HADDADAF.P., Daoud D.,SANCHEZJ., OSORIOF., ZAROUKM.,(2009). *Sterol, Triterpenic dialcohol, and triacylglycérol compounds of extra virgin olive oil from some Tunisian varieties Grown in the region of Tataouine*. Food Sci.andTech, International, vol 15 n° 1, 5-13.

المخلص

يعتبر زيت الزيتون من أقدم الزيوت النباتية ، يتم الحصول عليه من ثمار شجرة الزيتون فقط من خلال استخدام العمليات الفيزيائية دون اللجوء إلى مراحل التكرير. عدم وجود هذا الأخير يسمح لزيت الزيتون بالاحتفاظ بجميع مضادات الأكسدة ، فهو الزيت الوحيد الذي يمكن استهلاكه في شكله الخام دون معالجة مسبقة. تم ربط هذه الفوائد إما بتكوين الأحماض الدهنية حيث يعتبر حمض الأوليك هو المكون الرئيسي ، ووجود جزيئات حيوية ثانوية ، مثل الفيتامينات ومضادات الأكسدة الطبيعية. إن الطلب الكبير على زيت الزيتون البكر عالي الجودة لا يرجع فقط إلى فوائده الصحية ولكن أيضًا إلى خصائصه الحسية.

استندت دراستنا إلى المقارنة بين زيتي زيتون من صنفين ، شمال وأزرادجيو أبركان ، من وجهة نظر فيزيائية-كيميائية.

تم أخذ العينات من منطقتين مختلفتين من ولاية تيزي وزو (معطاسوايتتودرت) ومقارنتها بمنطقتين (إلبيتن وبترونا) ، ويتطلب امتثال الزيت لتأثير الكربون تحديد معايير فيزيائية معينة (محتوى الماء ، الامتصاص في الأشعة فوق البنفسجية) والمواد الكيميائية (الحموضة ، قيمة البيروكسيد ، قيمة اليود ، قيمة التصبن ، محتوى المركبات الفينولية ، محتوى الأصباغ

أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن جميع عينات الزيت المدروسة (أصناف شمال وأذربيجان وأبركان) لها باستثناء قيم الانقراض عند 232 نانومتر ومؤشر التصبن. COI 2015، خصائص فيزيائية-كيميائية وفقًا لمعيار يحتوي صنف شمال على مستويات عالية من الماء والمركبات الفينولية مقارنة بصنف أذربيجان. وقيم أقل في الحموضة والكوروفيل.

الكلمات المفتاحية: شجرة زيتون ، صنف ، زيت زيتون ، تحليلات فيزيائية-كيميائية ، معايير ، جودة ، توصيف.

Résumé

L'huile d'olive est l'une des huiles végétales les plus anciennes, obtenue à partir du fruit de l'olivier et uniquement par l'utilisation des procédés physique, sans recourir à des étapes de raffinage. L'absence de cette dernière permet à l'huile d'olive de conserver tous ses antioxydants, c'est la seule huile qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable. Ces bienfaits ont été liés l'un ou l'autre à sa composition en acides gras où l'acide oléique est le composant principal, et à la présence des biomolécules mineures, telles que les vitamines et les antioxydants naturels. La forte demande en huile d'olive vierge de bonne qualité est due non seulement à ses vertus de santé mais également à ses propriétés organoleptiques.

Notre étude s'est appuyée sur la comparaison entre deux huiles d'olive de deux variétés, Chemalal, Azeradj et ABerkan, d'un point de vue physico-chimique.

Les échantillons ont été prélevés dans deux régions différentes de l'Etat de TiziOuzou (Maâtkas et Ait Toudert) et comparés à deux régions (Iliitten et Petrona), et la conformité de l'huile au COI nécessite la détermination de certains paramètres physiques (teneur en eau, absorption dans rayons UV) et chimique (acidité, indice de peroxyde, indice d'iode, indice de saponification, teneur en composés phénoliques, teneur en pigments).

Les résultats obtenus ont montré que tous les échantillons d'huile étudiés (cultivars Chamalal, Azeradj et ABerkan) ont des propriétés physico-chimiques selon la norme COI 2015, à l'exception des valeurs d'extinction à 232 nm et de l'indice de saponification.

La variété Chemlal présente des taux élevés en eaux et en composés phénoliques par rapport à la variété Azeradj et des valeurs moins élevées en acidité et en chlorophylle.

Mots clés: olivier, variété, huile d'olive, analyses physico-chimiques, normes, qualité, caractérisation.

Abstract

Olive oil is one of the oldest vegetable oils, obtained from the fruit of the olive tree and only through the use of physical processes, without resorting to refining stages. The absence of the latter allows olive oil to retain all its antioxidants, it is the only oil that can be consumed in its raw form without prior treatment. These benefits have been linked either to its fatty acid composition where oleic acid is the main component, and to the presence of minor biomolecules, such as vitamins and natural antioxidants. The high demand for good quality virgin olive oil is due not only to its health benefits but also to its organoleptic properties.

Our study was based on the comparison between two olive oils of two varieties, Chemlal, Azeradj and Aberkan, from a physico-chemical point of view.

The samples were taken from two different regions of the State of TiziOuzou (Maâtkas and AitToudert) and compared to two regions (Iliitten and Petrona), and the compliance of the oil with the COI requires the determination of certain physical parameters (water content, absorption in UV rays) and chemical (acidity, peroxide value, iodine value, saponification value, content of phenolic compounds, content of pigments).

The results obtained showed that all the oil samples studied (Chamalal, Azeradj and ABerkan cultivars) have physico-chemical properties according to the COI 2015 standard, with the exception of the extinction values at 232 nm and the index of saponification.

The Chemlal variety has high levels of water and phenolic compounds compared to the Azeradj variety. And lower values in acidity and chlorophyll.

Keywords: olive tree, variety, olive oil, physico-chemical analyses, standards, quality, characterization.