

Chapitre 3 : Analyses physicochimiques

I. Etude physico-chimique des huiles :

I.1. Les indices de qualité :

Chaque échantillon a été soumis à deux déterminations à l'aide des méthodes suivantes :

I.1.1. L'acidité :

La teneur en acide gras libre ou l'indice d'acide est un indicateur de l'activité de la lipase ainsi que de la qualité du fruit, du temps de stockage et de la stabilité de l'huile

(Ryan et al, 1998).

La détermination de l'acidité est réalisée selon la norme CEE n° 2568 (1991) équivalent à la méthode ISO 660 (1996) et équivalent à la méthode UICPA n° 2201 (7ème édition). L'acidité est exprimée en pourcentage d'acide oléique.

I.1.2. L'indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile. Il est déterminé selon le règlement CEE n° 2568 (1991) équivalent à la méthode ISO 3960 (1995) et équivalent à la méthode UICPA n° 2501 exprimée en milliéquivalents d'oxygène par kilogramme de graisse.

I.1.3. L'absorbance dans l'ultraviolet :

Les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients d'extinctions à 230 et 270 nm approximativement. Elles correspondent à l'absorption maximale des diènes et des triènes conjugués qui résultent de la décomposition de l'huile.

La spectrophotométrie est déterminée selon la méthode ISO 3656 (1989) équivalent au règlement CEE n° 2586 (1991).

I.2. Les indices physiques :

I.2.1. l'indice de réfraction :

L'indice de réfraction mesure les caractéristiques physiques de l'huile d'olive. L'indice de réfraction est déterminé selon la méthode ISO 6320 (1995) identique à la méthode UICPA 2102. 7ème édition.

I.2.2. la densité ou la masse volumique :

Sa détermination se fait à l'aide d'un pycnomètre selon les méthodes usuelles, gradué entre 0.9 et 1 à 20°C ; et ce, selon la méthode ISO 6883 (1987) identique à la méthode UICPA n° 2101 7ème édition.

I.2.3. la teneur en eau :

C'est la perte en masse, elle s'exprime en pourcent en masse.

I.3. La qualité d'huile d'olive :

La qualité de l'huile d'olive dépend des caractéristiques sensorielles, de la stabilité, de la valeur nutritionnelle, de la sécurité et de l'authenticité.

Il y a de nombreux critères de caractérisation des huiles basées sur des analyses sensorielles pour l'évaluation des caractéristiques organoleptiques, sur les propriétés physico-chimiques (indice de réfraction, température de fusion, densité,...etc.) et l'analyse de leur composition (oxydation [= indice de peroxyde], niveau d'insaturation [= indice d'iode] et répartition des acides gras, taux d'insaponifiables [= indice de saponification], taux d'acides gras libres [= acidité], structure des triglycérides par HPLC, analyses des stérols par GC, tocophérols par HPLC- ampérométrie ou HPLC – fluorimétrie,...etc.). Les principales analyses mesurent l'acidité et l'indice de peroxyde qui sont bien représentatifs de la qualité de l'huile (**Dionisi et Hug, 2003**).

Le **tableau n°23** résume les différents paramètres de qualité de l'huile ainsi que leur signification.

Caractéristiques physico-chimiques	Intérêt des tests
Acidité	Mesure de la teneur en acides gras libres afin de déterminer le degré de détérioration de l'huile
Indice de peroxyde	Mesure la teneur en hydroperoxydes afin de déterminer le degré d'oxydation primaire
Absorbance K225	Mesure la teneur en polyphénols afin de déterminer le degré d'amertume de l'huile
Absorbance K232	Mesure la teneur en hydroperoxydes afin de déterminer le degré d'oxydation primaire
Absorbance K270	Mesure la teneur en aldéhydes, et cétones afin de déterminer le degré d'oxydation secondaire
Profil des acides gras	Analyse la composition en acides gras afin de déterminer l'authenticité de l'huile d'olive
Indice d'iode	Mesure le nombre de double liaison pour déterminer le degré d'insaturation de l'huile
Indice de saponification	Mesure la teneur en acides gras afin de déterminer le taux d'insaponifiable de l'huile
Indice de réfraction	Mesure les caractéristiques physiques de l'huile d'olive
Tocophérols	Mesure la teneur en tocophérols afin de déterminer le degré de résistance de l'huile à l'oxydation
Polyphénols	Mesure la teneur en polyphénols afin de déterminer le degré de résistance de l'huile à l'oxydation
Stérols	Mesure la teneur en stérols pour déterminer si une huile a été raffinée ou mélangée à d'autre huile

Tableau n°23 : Significations des paramètres de qualité (Farès, 2002)

I.4. Résultats des analyses physico-chimiques des huiles :

(Contacter nous a Email : charaf-gh@hotmail.fr)

I.5. Classification des huiles des différentes variétés :

La classification des huiles d'olive repose sur le résultat des quatre principales déterminations que sont l'acidité, l'indice de peroxyde, les valeurs d'extinctions spécifiques des absorbances UV à 232 mm et 270 mm, enfin la note d'analyse sensorielle (**Mordret, 1999**).

L'acidité rend compte de l'altération en hydrolytique et concerne principalement la matière première. Elle se développe avec des fruits blessés, à la suite de mauvaises conditions de stockage des olives, éventuellement avec des huiles mal préparées (décantation, filtration). Précisons que pour une huile vierge, l'acidité n'est pas nulle, les valeurs les plus faibles étant de l'ordre de 0.2%. L'acidité élevée est le résultat d'une oxydation poussée qui se traduit par un rancissement des huiles.

Catégorie	Acidité (%)	Indice de peroxyde (méq O ₂ /kg)	Spectrométrie UV K232 K270	Analyse sensorielle (note/9)		
1-Huile d'olive extra vierge		≤ 1.0	≤ 20	≤ 2.5	≤ 2.0	≥ 6.5
2-Huile d'olive vierge		≤ 2.0	≤ 20	≤ 2.60	≤ 0.25	≥ 5.5
3-Huile d'olive vierge courante		≤ 3.3	≤ 20	≤ 2.60	≤ 0.25	≥ 3.5
4-Huile d'olive vierge lampante		> 3.3	>20	≤ 3.70	>0.25	< 3.5
5- Huile d'olive raffinée		≤ 0.5	≤ 5	≤ 3.40	≤ 1.20	—
6- Huile d'olive		≤ 1.5	≤ 1.5	≤ 3.30	≤ 1.0	—
7- Huile de grignon d'olive brute		> 1.0	—	—	—	—
8- Huile de grignon d'olive raffinée		≤ 0.5	≤ 5	≤ 5.50	≤ 2.50	—

9- Huile de grignon d'olive	≤ 1.5	≤ 15	≤ 5.30	≤ 2.00	—
-----------------------------	------------	-----------	-------------	-------------	---

Tableau n°25 : Classification des huiles d'olives (Choukroun, 1997).

L'indice de peroxyde et les absorbances UV sont significatifs de l'autooxydation de l'huile, ceci pouvant tenir à une matière première de qualité inférieure, un processus de fabrication défectueux, un stockage inadapté ou prolongé.

L'extinction spécifique à 232 nm peut être considérée comme un indicateur « fraîcheur » de la matière première de l'huile alors que la valeur à 270 nm est plus difficile à interpréter rendant compte à la fois de la formation de produits secondaires d'autooxydation de l'huile vierge.

Enfin, la qualité sensorielle intervient dans cette classification comme indiquée dans le **tableau n°25**. La non-conformité d'un seul critère entraîne le déclassement de l'huile (**Mordret et al, 1997**).

D'après les résultats obtenus et selon le règlement du **COI/T.15/NC n°2/Rev.10/8 novembre 2001(Voir annexe 2)**. On classe les huiles des variétés **Chemlal** (Beni Snous), **Sigoise** (Sebdou) et l'huile d'**Oléastre** dans la catégorie des huiles d'olives « **vierges extra** », tandis que l'huile de la variété **Chemlal** (Remchi) on va la classer dans la catégorie des huiles d'olives « **vierges** ».

I.6. Variation des indices physicochimiques huiles des différentes variétés :

I.6.1. Variation de l'Acidité (A%) : (Figure n°44)

L'acidité est un paramètre classique qui permet de caractériser les différentes huiles en évaluant l'altération de la matière grasse due à de mauvais traitements ou à une conservation mal conduite.

D'après la **figure n°44**, il apparaît que huile de la variété Chemlal (Remchi) à le taux le plus élevé d'acidité ($A\%=1.05\%$) par rapport au huiles des variétés Chemlal (Beni Snous), Sigoise (Sebdou) et d'Oléastre (Ourit).

1.6.2. Variation de l'indice de peroxyde (IP) : (Figure n°45)

L'altération chimique des huiles se traduit par la formation de peroxydes. Connaissant le type de production, la technique de récolte et de conservation des huiles ainsi que le processus d'extraction, il semble que l'indice de peroxyde soit plus sensible que l'acidité a certains éléments (altération enzymatique et oxydation). Cet indice pourrait être retenu pour contrôler la qualité des huiles ; car il dépend des problèmes qui peuvent se produire après la récolte (modalité de transport et de conservation des fruits avant le broyage et pendant la transformation).

A ce sujet, la norme COI fixe cet indice à 20 meq d' O_2 par kilogramme d'huile d'olive. D'après nos résultats, nous constatons que dans l'ensemble les huiles des variétés Chemlal et Sigoise avec l'Oléastre répondent aux prescriptions de la norme recommandé par le COI.

1.6.3. Variation du K_{232} et K_{270} : (Figures n°46, 47)

La spectrophotométrie est souvent utilisée pour déceler les composés oxydés dans une huile d'olive vierge. Nos résultats sont conforme avec la norme fixée par le COI

1.6.4. Variation de l'indice de réfraction (IR) : (Figure n°48)

L'indice de réfraction dépend de la composition chimique de l'huile et de la température (*Karleskind, 1992*). Il est très influencé par l'acidité libre et l'oxydation (*Wolff, 1968*).

Nos résultats sont conformes aux normes fixées par le COI et le règlement CEE ;

1.4680-1.4710.

1.6.5. Variation de la densité (MV) : (Figure n°49)

La densité désignée souvent par masse volumique dépend également de la composition chimique de l'huile et de la température. L'intervalle fixé par les méthodes normalisées est de 0.910-0.916. Nos résultats sont donc conformes aux normes.

1.6.6. Variation de la teneur en eau ($H_2O\%$) : (Figure n°50)

On entend par « teneur en eau » la perte de masse. Elle s'exprime en pourcent en masse.

La norme fixe cet indice physique maximum à 0.2. Nos résultats sont donc conformes aux normes.