

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SAAD DAHLAB, BLIDA
FACULTE DES SCIENCES AGRO-VETERINAIRES
DEPARTEMENT DES SCIENCES AGRONOMIQUES



MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

En vue de l'obtention du diplôme de Master (LMD)

En Sciences Agronomiques

Option : *Sciences Alimentaires*

THÈME

MODIFICATIONS DES PARAMÈTRES PHYSICO- CHIMIQUES ET ORGANOLEPTIQUES DES HUILES D'OLIVE AROMATISÉES AU COURS DE LEURS CONSERVATIONS

Présenté par : Mlle MESBAHI Naima

Devant le jury d'examen composé de :

Mr. HADJ SADOK Tahar	M.C.B ; USDB	Président
Mme. BOUTEKRABT Lynda	M.C.A ; USDB	Promotrice
Mme. KOUIDRI Amel	M.A.A; USDB	Examinatrice
Mlle. ABDELLAOUI Zakia	M.A.A; USDB	Examinatrice

Soutenu le : 09/10/2012

RÉSUMÉ

L'objectif de ce travail consiste en l'étude des changements physico-chimiques et organoleptiques qui s'opposent au niveau des huiles d'olive après aromatisation par des plantes aromatiques algériennes. Les huiles d'olive aromatisées ont été obtenues par macération, pendant 120 jours, de plantes fraîches (ail, citron, gingembre, laurier, romarin et thym) dans de l'huile d'olive vierge à raison de 5 % (poids/volume), dans des bouteilles en verre et stockées à l'obscurité. L'acidité, l'indice d'acide, l'indice de peroxyde, l'indice de réfraction, la densité et la teneur en eau ont été suivis et une analyse microbiologique complète a été effectuée, pour s'assurer de l'innocuité des huiles. Une évaluation sensorielle a également été réalisé pour désigner les huiles d'olive aromatisées les plus appréciées par les consommateurs, les résultats obtenus montrent que l'ajout de plantes aromatiques, en général, induit une légère augmentation de tous les paramètres physico-chimiques mentionnés ci-dessus avec une absence totale de microflore. Les dégustateurs ont préféré les huiles d'olive aromatisées à l'ail, au thym et au citron.

Mot clé : huile d'olive vierge, aromatisation, plantes aromatiques, caractéristiques physico-chimique.

ABSTRACT:

The objective of this work was studying physico-chemical and organoleptic opposed to olive oils level after flavoring with Algerian aromatic plants. Flavored olive oils were obtained by maceration for 120 days fresh plant materials (garlic, lemon, ginger, bay leaves, rosemary and thyme) with virgin olive oil due to 5% (weight / volume) in glass bottles and in the dark. The acidity, acid value, peroxide value, refractive index, density and water content. Were monitored and microbiological analyses was performed complete, to ensure the safety oils. Sensorial evaluation was also conducted to identify the flavored olive oils most appreciated by consumers; the results show that the addition of aromatic plants, usually resulting in a slight increase in all physic-chemical parameters mentioned above with a total absence of microflora. Tasters preferred olive oil flavored with garlic, thyme and lemon.

Keyword: virgin olive oil, flavoring, aromatic plants, physicochemical characteristic.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة تَغْيَر الخصائص الفيزيائية- الكيميائية والحسية لزيت الزيتون معطرة بالأعشاب الجزائرية. تم إعداد هذه الزيوت المعطرة بالنقع لمدة 120 يوما، نباتات طازجة (الثوم والليمون والزنجبيل، وأوراق الغار وإكليل الجبل والزعتر) في زيت الزيتون البكر بنسبة 5٪ (وزن / حجم) في عبوات زجاجية وفي الظلام. تم رصد المعلمات التالية: الحموضة، دليل الحمض، دليل البيروكسيد ومعامل الانكسار والكثافة وكمية الماء المحتواة. وتم إجراء التحليل الميكروبيولوجي لضمان عدم وجود الكائنات الحية الدقيقة. وأجري التقييم الحسي لتحديد الزيت الزيتون المعطرة الأكثر تقديرا من قبل المستهلكين. أظهرت النتائج أن إضافة الأعشاب، أدى عادة في حدوث زيادة طفيفة في جميع المعلمات المذكورة أعلاه. غياب كلي للكائنات الحية الدقيقة. المتذوقون فضلوا زيت الزيتون بنكهة الزعتر والثوم والليمون

الكلمة الرئيسية: زيت الزيتون البكر، التعطير، النباتات العطرية، الخصائص النوعية الفيزيوكيميائية

REMERCIEMENTS

Je commence par remercier et rendre grâce à Dieu le tout puissant, l'éclaireur des chemins de la réussite, pour m'avoir donné le courage et la volonté de mener à bon terme ce modeste travail.

Je présente mes sincères remerciements à ma promotrice Mme BOUTEKRABT Lynda., qui m'a encadré et qui m'a guidé pour bien mener ce modeste travail.

Mes remerciements vont aux membres de jury qui ont bien voulu juger ce travail :

Mr. HADJ SADOK tahar Maitre de conférences B, l'USDB qui m'a fait l'honneur de présider ce jury.

Mme KOUIDRI Amel maitre assistante A, l'USDB et Mme ABDELLAOUI lynda maitre assistante A, l'USDB pour l'honneur qu'elles m'ont fait en acceptant d'examiner ce travail

Je tiens à remercier messieurs BOUDJAKDJI de m'avoir accueillez au sein de leurs unité TRISTARS et de mettre à ma disposition tous les moyens nécessaires à la réalisation de ce travail, sans oublié Mr RAHAL Fouad pour ses précieux conseils.

Je tiens aussi à exprimer ma gratitude à Monsieur KEBAILI Allal le PDG du laboratoire de contrôle de qualité PILAB de m'avoir accordé sa confiance et permis de réaliser ce travail de recherche dans son laboratoire.

Je remercie vivement tous ceux ou celles qui ont participé discrètement à l'accomplissement de ce travail.

DÉDICACES

Je dédie ce mémoire

À mes chers parents

En témoignage de ma reconnaissance pour leur patience, leurs sacrifices et leur soutien tout au long de mes études. Que Dieu leurs prête santé.

*À mes chers sœurs Wassila, Amina et mon petit frère Mohamed
En témoignage de mes sentiments les meilleurs.*

À toute ma famille

À mes chers amis

Ines, Asma, Maissa, Alilo et Mohamed.

À toute personne

qui m'a aidé d'un mot, d'une idée ou d'un encouragement.

Je dis « merci »

Naima

TABLE DES MATIÈRES

Introduction	1
---------------------------	---

ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE :

Chapitre I : L'huile d'olive

1. Définition de l'huile d'olive.....	3
2. la situation du marché international de l'huile d'olive.....	3
2.1. Situation de l'huile d'olive dans le monde.....	3
2.2. Situation de l'huile d'olive en Algérie.....	5
3. Méthode de production de l'huile d'olive.....	6
3.1. La récolte des olives.....	7
3.2. Triage et effeuillage.....	8
3.3. Lavage.....	8
3.4. Broyage.....	9
3.5. Malaxage.....	10
3.6. Extraction de l'huile.....	11
3.6.1. Système discontinu d'extraction par presse.....	11
3.6.2. Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases.....	13
3.6.3. Système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases.....	14
3.6.4. Comparaison entre les trois systèmes utilisés.....	15
3.7. Conditionnement et conservation.....	15
4. Classification de l'huile d'olive.....	16
5. Caractéristiques de l'huile d'olive.....	17
5.1. Caractères organoleptiques.....	17
5.2. Caractères physico-chimiques.....	17
5.2.1. Indice d'acidité.....	17
5.2.2. Indice de peroxyde.....	18
5.2.3. Spectre en lumière ultra-violette (UV).....	18
6. Composition chimique de l'huile d'olive.....	19
6.1. Les triglycérides.....	19
6.2. Les tocophérols.....	20
6.3. Les pigments.....	21
6.4. Les composés phénoliques.....	21
6.5. Les composés aromatiques.....	22

6.6.	Les hydrocarbures.....	22
6.7.	Les stérols.....	23
7.	Les facteurs influençant la qualité de l'huile d'olive	
7.1.	Facteurs pédoclimatiques.....	23
7.2.	Influence des variétés des olives et leurs degré de maturité sur la qualité de l'huile d'olive.....	24
7.3.	Influence de la température, la concentration en oxygène et la lumière sur l'oxydation de l'huile d'olive.....	25
8.	Bienfait de l'huile d'olive.....	26

Chapitre II : Aromatisation de l'huile d'olive par des plantes aromatiques :

Introduction.....	28
1. Description des plantes aromatiques utilisées.....	28
1.1. <i>Thymus vulgaris</i>	28
1.1.1. Description botanique de la plante.....	28
1.1.2. Composition chimique.....	28
1.1.3. Propriétés du thym.....	29
1.2. <i>Allium sativum</i>	30
1.2.1. Description botanique de la plante.....	30
1.2.2. Composition chimique.....	30
1.2.3. Propriétés de l'ail.....	31
1.3. <i>Laurus nobilis</i>	31
1.3.1. Description botanique de la plante.....	31
1.3.2. Composition chimique.....	31
1.3.3. Propriétés de laurier.....	32
1.4. <i>Zingiber officinale</i>	32
1.4.1. Description botanique de la plante.....	32
1.4.2. Composition chimique.....	33
1.4.3. Propriétés du gingembre.....	33
1.5. <i>Citrus limon</i>	34
1.5.1. Description botanique de la plante.....	34
1.5.2. Composition chimique.....	35
1.5.3. Propriétés du citron.....	35

1.6.	<i>Rosmarinus officinalis</i>	36
1.6.1.	Description botanique de la plante.....	36
1.6.2.	Composition chimique.....	36
1.6.3.	Propriétés du romarin.....	36
2.	L'aromatisation de l'huile d'olive.....	37
2.1.	Définition de l'huile d'olive aromatisée.....	37
2.2.	Les méthodes d'aromatisation.....	37

ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

Chapitre I : matériel et méthodes :

I-	Matériel.....	39
1.	Matières végétales.....	39
1.1.	Huile d'olive vierge.....	39
1.2.	Plantes aromatiques.....	39
2.	Matériel de laboratoire.....	39
II-	Méthodes d'obtention des huiles d'olives aromatisée.....	39
1.	Traitement des plantes aromatiques.....	39
2.	Préparation des huiles d'olive aromatisées.....	40
3.	Analyses physico-chimiques.....	42
3.1.	Détermination de l'acidité libre.....	42
3.2.	Détermination de l'indice d'acide.....	43
3.3.	Détermination de l'indice de peroxyde.....	44
3.4.	Détermination de l'indice de réfraction.....	46
3.5.	Détermination de la densité relative.....	47
3.6.	Détermination de la teneur en eau.....	48
4.	Analyse microbiologique.....	50
5.	Analyse organoleptique.....	51
5.1.	Évaluation sensorielle.....	52
5.2.	Détermination de l'aspect et la couleur à 20°C pendant 24h.....	52

Chapitre II : résultats et discussion :

I.	Résultats	54
1.	Analyses physico-chimiques.....	54

1.1.	Acidité libre.....	54
1.2.	Indice d'acide.....	55
1.3.	Indice de peroxyde.....	56
1.4.	Indice de réfraction.....	58
1.5.	Densité relative.....	59
1.6.	Teneur en eau.....	60
2.	Analyses microbiologiques.....	62
3.	Analyses organoleptiques.....	62
3.1.	Évaluation sensorielle.....	62
3.2.	Détermination de l'aspect et la couleur à 20°C pendant 24h.....	63
II.	Discussion.....	65
	Conclusion.....	71

Références bibliographiques

Annexes

LISTE D'ABRÉVIATIONS

Ab : Absence

AG : Acide Gras

Codex STAN : Codex Standard

COI : Conseil Oléicole International

CPG : Chromatographie En Phase Gazeuse

Cu : cuivre

DPPH : 1,1 Diphényl 2 Pycril Hydrazil

Fe : fer

ISO : Organisation Internationale De Normalisation (International Organization For Standardization)

JORA : Journal Officiel de la République Algérienne

LDL : Lipoprotéines De Basse Densité (Low Density Lipoprotein)

MEB : Microscopie Électronique À Balayage

m.h : matière humide

meq : milliéquivalent

N_D^t : indice de réfraction

PCA : Plate Count Agar

ρ : Probabilité

Qx : quintaux

SM : Spectrométrie De Masse

Tm : tonne métrique

UE/27 : Union Européenne Des Vingt-Sept Pays Membres

UV : ultra- violet

VIIH : *Virus De L'immunodéficience Humaine*

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I : la consommation mondiale de l'huile d'olive de quelques pays entre 2006 et 2012 (1.000 tm)

Tableau II : Productions d'olives et de l'huile d'olive des principales wilayas productrices pour l'année 2006

Tableau III : composition en acides gras, % m/m d'esters méthyliques

Tableau IV : Composition chimique de l'ail frais

Tableau V : composition chimique du zeste de citron

Tableau VI : résultats de l'acidité libre des huiles d'olives étudiées.

Tableau VII : résultats de l'indice d'acide des huiles d'olives étudiées.

Tableau VIII : résultats de l'indice de peroxyde des huiles d'olives étudiées.

Tableau IX : résultat de l'indice de réfraction des huiles d'olives étudiées.

Tableau X : résultats de la densité relative des huiles d'olive étudiée

Tableau XI : les résultats de la teneur en eau des huiles d'olive étudiée

Tableau XII : les résultats d'analyse microbiologique des huiles d'olive étudiées

Tableau XIII : résultats de l'acceptabilité des huiles d'olive aromatisées étudiées

Tableau XIV : résultats de l'aspect et la couleur des huiles d'olive étudiées

Tableau XV : Principales variétés d'olivier cultivées en Algérie

Tableau XVI : critères de qualités de l'huile d'olive et huile de grignons d'olive

LISTE DES FIGURES

Figure 01 : production mondiale d'huile d'olive de la campagne 2010/11

Figure 02 : Récolte des olives à la main (a) et au peigne manuel (b)

Figure 03 : ancien broyeur a meule

Figure 04 : Image au MEB de coalescence de gouttelettes d'huile

Figure 05 : Bacs de malaxage (a) unique, (b) trois bacs en série

Figure 06 : Système discontinu d'extraction par presse

Figure 07 : Système continu d'extraction avec centrifugation à 3 phases

Figure 08 : système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases

Figure 09 : Huiles d'olives aromatisées

Figure 10 : Évolution d'acidité libre exprimée en pourcentage pour les huiles d'olive aromatisée

Figure11 : Évolution de l'indice d'acide exprimée en (mg/g) pour les huiles d'olives aromatisées

Figure 12 : Évolution de l'indice de peroxyde exprimée en 20meqgO₂/kg pour les huiles d'olives aromatisées

Figure 13 : Évolution de l'indice de réfraction pour les huiles d'olives aromatisées

Figure 14 : Évolution de la densité relative pour les huiles d'olives aromatisées

Figure 15 : Évolution de la teneur en eau exprimé en pourcentage pour les huiles d'olives aromatisées

Figure 16 : Diagramme de fabrication de l'huile d'olive de l'huilerie TRISTARS

Figure 17 : Le système continue de l'huilerie TRISTARS

Figure 18 : Feuille de profil de l'huile d'olive vierge

INTRODUCTION

INTRODUCTION

L'olivier, arbre spécifique du bassin méditerranéen, a été depuis la nuit des temps considéré comme symbole de la sagesse, de la paix, de la richesse et de la gloire. Cet arbre parfaitement adapté au climat tempéré, aux sols rocheux et calcaires, ne nécessite pas d'apport de fertilisant. (BENLEMLIH et GHANAM, 2012).

L'huile d'olive est un composant important du régime alimentaire dans les pays qui entourent la mer Méditerranée. Pour ceux qui vivent dans ces pays, l'huile d'olive est la principale source de matières grasses dans leur cuisine. (GUNSTONE, 2011).

L'huile d'olive vierge est la seule huile comestible de grande production obtenue par des méthodes physiques du fruit *Olea europaea* L., elle présente des caractéristiques sensorielles et nutritionnelles qui sont les principales raisons de l'augmentation de sa consommation partout dans le monde ces dernières années. (AKÇAR et *al*, 2011).

Si l'huile d'olive est un produit intéressant d'un point de vue nutritionnel c'est tout d'abord pour sa composition en acides gras. En effet les acides gras sont largement insaturés et contiennent une petite partie d'acides gras essentiels. Outre cette composition particulière en acides gras, l'huile d'olive est surtout intéressante pour ses composés minoritaires tels que les polyphénols. L'intérêt nutritionnel de ces composés phénoliques réside dans leur forte capacité antioxydante qui pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que les maladies cardiovasculaires. Optimiser leur contenu dans l'huile d'olive présente donc un réel intérêt de santé publique. (VEILLET, 2010).

Les plantes aromatiques ont été également utilisées depuis l'Antiquité, en arômes alimentaires, dans les produits pharmaceutiques, cosmétiques et la parfumerie en raison de la présence des huiles essentielles, dans plusieurs activités biologiques, y compris des propriétés antioxydantes et antimicrobiennes sont généralement affectés par ces huiles ou par certains de leurs constituants. (AYADI et *al*, 2009).

L'ajout de certaines plantes aromatiques à l'huile d'olive vierge est une tradition ancienne, et les huiles aromatisées sont utilisées pour habiller les différents types de plats. La présence d'épices et d'herbes, en plus de compromettre les caractéristiques sensorielles de l'huile, a un impact sur la durée de conservation et la valeur nutritionnelle de l'huile

aromatisée, tel que rapporté dans différentes études sur les huiles d'origines différentes. (GAMBACORTA et *al*, 2007).

Les huiles d'olive aromatisées ont attiré l'attention croissante ces dernières années. Elles sont généralement préparées en faisant macérer les herbes aromatiques dans l'huile. (BAIANO et *al*, 2010).

L'objectif de notre étude consiste en l'étude du changement des paramètres physico-chimiques et organoleptiques d'huiles d'olives aromatisées par différentes plantes aromatiques algériennes, préparées par méthode traditionnelle à savoir la macération de plantes fraîches (Ail, Citron, Gingembre, Laurier, Romarin et Thym).

Lieu de stage :

L'ensemble des analyses physico-chimiques et organoleptiques a été réalisé au niveau du laboratoire de contrôle de qualité PILAB de BLIDA.

L'évaluation sensorielle a été réalisée au sein de l'huilerie TRISTARS le 06 juin et au niveau de la faculté des Sciences Agro-vétérinaires le 07 juin 2012 à la bibliothèque de la faculté.

La partie *expérimentale* a présentée en premier lieu la préparation des huiles aromatisées, les méthodes d'analyses physico-chimiques, microbiologiques et organoleptiques utilisées dans ce travail et l'instrumentation utilisée sont décrites.

- Traiter l'évaluation de la qualité physico-chimique des huiles d'olive aromatisées et huile d'olive vierge à travers la détermination de l'acidité , indice d'acide, indice de peroxyde, indice de réfraction ,la densité relative et la teneur en eau.
- Assurer l'absence des microorganismes par un bon traitement des plantes pour préserver la santé des consommateurs
- Les critères organoleptiques qui sont présentés par l'aspect, la couleur et une évaluation sensorielle pour individualiser les huiles d'olive aromatisées les plus appréciées par les consommateurs.

PREMIÈRE PARTIE
ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I
HUILE D'OLIVE

1- DÉFINITION DE L'HUILE D'OLIVE :

L'huile d'olive est la seule huile végétale extraite d'un fruit. Toutes les autres sont issues de graines. Elle est globalement peu consommée dans le monde (elle occupe la huitième place des huiles végétales). (POLESE, 2009).

L'huile d'olive est en effet un liquide naturel délicat et altérable ; sinon un pur jus de fruit, du moins le jus huileux d'un fruit, l'une des meilleures huiles alimentaires que l'on connaisse, mise en bouteille telle qu'elle était dans l'olive. (LANGER, 2008).

Et elle restera toujours l'un des plus importants composants du régime méditerranéen.

2- LA SITUATION DE L'HUILE D'OLIVE DANS LE MARCHÉ INTERNATIONAL :

2-1- Situation de l'huile d'olive dans le monde :

Dans le cadre de sa 99e session, qui s'est tenue à Madrid en novembre 2011, le Conseil des Membres a examiné la situation du marché international de l'huile d'olive pendant les campagnes 2009/2010 (données définitives), 2010/2011 (données provisoires) et 2011/2012 (estimations).

Il a également analysé les niveaux des prix à la production au sein de l'Union européenne et les principaux paramètres du marché oléicole mondial. (OLIVAE, 2012).

- La production d'huile d'olive de la campagne 2010/11, qui atteindrait un total de 3 011 000t, augmenterait en Syrie, avec 180 000 t (+ 30 000 t par rapport à la campagne antérieure) ; en Algérie, avec 50 000 t (+ 23 500 t) ; en Turquie, avec 160 000 t (+ 13 000 t) et en Jordanie, avec 21000 t (+ 4 000 t). En revanche, elle diminuerait en Tunisie (- 30 000 t), au Maroc (- 10 000 t) et au sein de l'UE/27 (- 23 000 t). La part de chaque pays à la production mondiale au cours la campagne étudiée est indiqué dans la figure (01) ci-après :

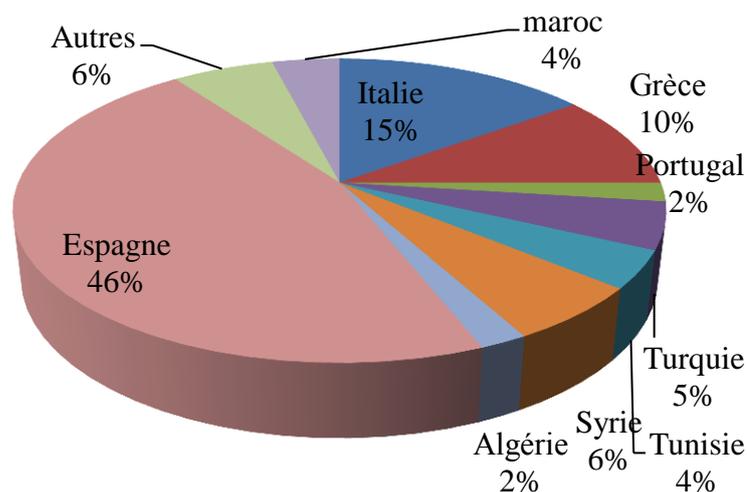


Figure 01 : production mondiale d'huile d'olive de la campagne 2010/11. (COI_(a), 2011).

- La consommation se situerait aux alentours de 3 014 500 t. Au cours des cinq dernières années, la consommation mondiale a augmenté de manière constante de 3 % en moyenne par an. Les pays producteurs membres du COI, qui satisfont la plupart de leur consommation grâce à leur production locale, verraient leur consommation augmenter de 68 000 t, dont 46 100 t correspondent à l'UE/27. Elle augmenterait de 11 500 t en Algérie ; de 8 000 t en Syrie et de 5 000 t en Turquie. Dans les pays non membres du COI, elle augmenterait de 44 500 t, notamment aux USA, avec + 17 000 t ; en Chine, avec + 11 000 t ; au Brésil, avec + 8 500 t, en Palestine (+ 8 000 t) et au Canada (+ 3 000 t). En revanche, elle diminuerait de 6 000 t au Japon. (COI_(a), 2011)

Tableau I : la consommation mondiale de l'huile d'olive de quelques pays entre 2006 et 2012 (1.000 tm) :

PAYS	2008/2009	2009/2010	2010/2011	2011/2012	Moyenne
ALGÉRIE	55,0	33,5	45,0	57,0	47.6
BRÉSIL	42	50.5	61.5	62	54
CANADA	30	37	40	40	36.75
CHINE	12	18	29.5	30	22.37
JAPON	30	40.5	35.5	35	35.25
PALESTINE	14	8	16	13	12.75
SYRIE	110	120.5	128.5	150.5	127.37
TURQUIE	108	110	115	125	114.5
USA	256	258	275	277	266.5
UE/27	1856	1846	1856	1889.5	1861.8

(COI, 2012)

Évolution de la campagne 2011/12 (Estimative) :

D'après les estimations communiquées par un certain nombre de pays membres du COI, la production de la campagne 2011/12 serait supérieure à la précédente, à condition toutefois que les conditions climatiques restent favorables. Parmi les pays producteurs européens, l'Espagne prévoit une production supérieure à 1 400 000 t, soit 2 % de plus par rapport à la campagne précédente. La Grèce estime que sa production atteindra 310 000 t (+ 3 %), alors que la France devrait produire 5 700 t, soit un niveau pratiquement identique à celui de la campagne précédente. D'autres pays verront leur production augmenter très fortement par rapport à la dernière campagne, notamment de la Syrie, avec 200 000 t (soit 11 % de plus par rapport à 2012/11), la Tunisie, avec 180 000 t (soit une augmentation de 50 % par rapport à la dernière campagne) et la Turquie, avec 180 000 t (+12 %). (COI_(b), 2011).

2-2- Situation de l'huile d'olive en Algérie :

La surface oléicole est répartie dans trois régions : le Centre, avec 54,3 % de la superficie totale ; l'Est, avec 28,3 % ; et l'Ouest, avec 17 %.

La plupart des oliveraies (80 %) sont situées dans des zones de montagne, sur des terrains accidentés et marginaux, peu fertiles et caractérisés par une pluviométrie moyenne comprise entre 400 et 900 mm/an. Le reste des oliveraies (20 %) sont situées dans les plaines occidentales du pays (Mascara, Sig, Relizane), où la pluviométrie moyenne annuelle est de 300-400 mm. (COI, 2006).

Au cours des dix campagnes de 2002/03 à 2011/12(provisoire), la production moyenne annuelle d'huiles d'olive a atteint 38 800 t, avec un minimum de 15 000 t en 2002/03 et un maximum de 69 500 t en 2003/04. En 2008/09, la production a atteint un maximum de 61 500 t. (COI, 2012).

Actuellement, l'huile d'olive est consommée pratiquement dans sa totalité dans les zones de production. La consommation par habitant est passée d'une moyenne de 0,85 kg au cours des années 80 et 90 à 1,43 kg en 2000 et 1,53 kg en 2004, soit une augmentation de 80 %. L'autoconsommation dans les zones traditionnelles est très forte. (COI, 2006).

La moyenne de consommation actuelle (2000/01 – 2011/12) est de 36 958 t avec un maximum en 2003/04 de 60 000t, grâce à une excellente récolte. (COI, 2012).

Tableau II : Productions d'olives et de l'huile d'olive des principales wilayas productrices pour l'année 2006

Wilayas	Production d'olives			Rendement d'olives (kg/arbre)	Production d'huile (HL)	Rendement d'huile (l/quintal)
	Pour la conserve (Qx)	Pour l'huile (Qx)	Total production d'olives (Qx)			
Béjaia	1.240	539.465	540.705	13,3	106.240	19,7
Blida	7040	36.690	43.730	31,2	4100	11,2
Bouira	1.470	51.690	53.160	3,5	9.300	18,0
Tizi-ouzou	0	356.800	356.800	12,4	63.640	17,8
Jijel	150	123.290	123.440	13,4	23.830	19,3
Sétif	40	51.325	51.365	4,6	9.760	19,0
Skikda	300	206.000	206.300	28,7	41.200	20,0
B.B.Arréridj	2.430	73.590	76.020	14,1	14.020	19,1
Boumerdes	240	69.000	69.240	12,8	10.800	15,7
Relizane	125.160	500	125.660	41,2	60	12,0
Mascara	181.780	59.090	240.870	31,1	7.090	12,0
Guelma	0	60.800	60.800	8,9	13.380	22,0
Total Algérie	684.750	1.962.580	2.647.330	15,1	349.920	17,8

(ACHOUR, 2007)

3- MÉTHODE DE PRODUCTION DE L'HUILE D'OLIVE

Tout comme l'oléiculture, l'oléotechnie, le secteur de la transformation a bien évolué depuis les dernières décennies du xx^e siècle avec la modernisation progressive des moulins et des huileries.

Les huileries traditionnelles sont appelées à disparaître peu à peu, remplacées par des installations issues de technologies innovantes ; le travail sur les olives est ainsi plus rapide, les délais d'emmagasinage et de trituration réduits, les huiles obtenues d'une meilleure qualité gustative. Sous l'effet du progrès, nombre de moulins hors normes ont dû fermer, on en dénombre 1600 en Algérie. (LANGER, 2008).

Le processus d'extraction de l'huile d'olive est réalisé par une succession d'opérations : lavage, broyage, malaxage de la pâte obtenue, puis passage dans un décanteur et finition dans un séparateur.

Quelle que soit la méthode de récolte adoptée, un nettoyage préliminaire sur le terrain est indispensable. Les olives tombées au sol peuvent contenir jusqu'à 15% d'impuretés. Le fruit cueilli sur l'arbre est accompagné d'une quantité également non négligeable de feuilles et de brindilles. (ARGENSON *et al*, 1999).

3-1- La récolte des olives :

La récolte est une opération importante de la culture de l'olivier et, par conséquent, elle doit être contrôlée de près étant donnée ses répercussions sur le coût de la production, la qualité du produit obtenu et la qualité de l'huile d'olive. Cette dernière est affectée aussi bien par les modalités de récolte (système, durée) que par l'époque à laquelle intervient celle-ci. (CHIMI et OUAOUICH, 2007).

Il existe de nombreuses techniques de récolte des olives variant en fonction de la destination finale de ces olives, de la nature du sol et de la superficie de l'exploitation. La méthode traditionnelle est la récolte à la main (Figure 02a) ; c'est la plus respectueuse de l'arbre mais la récolte est fastidieuse et très longue donc cette technique n'est plus utilisée que pour les olives de table (car elles ne doivent pas être abimées). La méthode la plus communément utilisée en Provence est la cueillette au peigne manuel (Figure 02b) : les oléiculteurs déposent un filet sur le sol et utilisent un peigne qui va arracher les olives de la branche et les faire tomber sur le filet.



Figure02 : Récolte des olives à la main (a) et au peigne manuel (b)

Il existe maintenant des systèmes de peignes mécaniques équipés d'un moteur faisant tourner les peignes au bout d'un manche télescopique. Cette technique permet une récolte plus rapide des olives et reste peu traumatisante pour les oliviers. En Espagne ou en Italie la technique la plus utilisée sur les grandes exploitations est celle par vibration des branches : des pinces métalliques viennent enserrer le tronc de l'olivier et une vibration à haute fréquence va être appliquée au tronc. Les olives mûres vont alors tomber de l'arbre et peuvent être utilisées pour la production d'huile. Le principal inconvénient de ce système, outre son coût à l'achat, est les dégâts qu'il peut occasionner aux jeunes rameaux des oliviers. (VEILLET, 2010).

3-2- Triage et effeuillage :

Immédiatement après la cueillette, on procède au triage, afin d'éliminer les petits cailloux, brindilles, terre, feuilles, herbes... toutes les impuretés qui donnent un goût amer à l'huile. Selon les producteurs, ce tri peut se faire à la main ou à l'aide de tamis ou de machines. Les olives doivent être pressées le plus rapidement possible après la cueillette, l'idéal étant de presser le jour même ; mais pour diverses raisons, ce n'est pas toujours le cas, et un certain temps s'écoule entre l'apport au moulin et le broyage des fruits. Les olives vont donc être stockées. Cette période est une cause importante de la baisse de qualité et de rendement ; si les olives attendent trop longtemps, l'huile obtenue sera trop acide et rancira plus vite. (PLOESE, 2009).

L'effeuillage est nécessaire pour éviter une coloration trop verdâtre de l'huile, se traduisant par un excès d'amertume et par une moindre aptitude à la conservation de l'huile. Le poids de feuilles à tolérer ne doit pas dépasser 1% du poids du lot d'olives à triturer. L'effeuillage des olives peut être effectué manuellement ou à l'aide d'un système rectangulaire en fils de fer, séparés entre eux par environ 1 cm. Cette opération peut être effectuée par des machines effeuilleuse-laveuse en même temps. (CHIMI et OUAOUICH, 2007).

3-3- Lavage :

Cette opération est importante pour éliminer les matières étrangères. La qualité de l'eau (de lavage) est évidemment importante en raison de la présence éventuelle de contaminant. Les olives devraient subir deux ou plusieurs lavages en moyenne puis un

égouttage plus ou moins long afin qu'elles soient suffisamment ressuyées. (BENOUARET, 2010).

Les métaux de transition (Fe, Cu) provenant des impuretés (terre, poussières) ou résultant de l'usure de l'équipement en contact avec le produit se comportent comme des initiateurs et favorisent l'oxydation des triglycérides et des acides gras insaturés, par conséquent ils réduisent la qualité des huiles. (CHIMI, 2002).

3-4- Broyage :

Le broyage des olives non dénoyautées (le noyau contient un antioxydant propre à la conservation naturelle de l'huile) permet de détruire les tissus végétaux, ce qui libère les gouttelettes d'huile contenues dans les cellules. Il se réalise encore à l'aide de broyeurs à meules (en général en granit) figure (03), qui tournent dans un bac qui est également en pierre. La pulpe et les noyaux sont ainsi écrasés et on obtient une pâte. Mais ce procédé tend de plus en plus à être remplacé par des broyeurs métalliques à disques ou à marteaux. (POLESE, 2009).

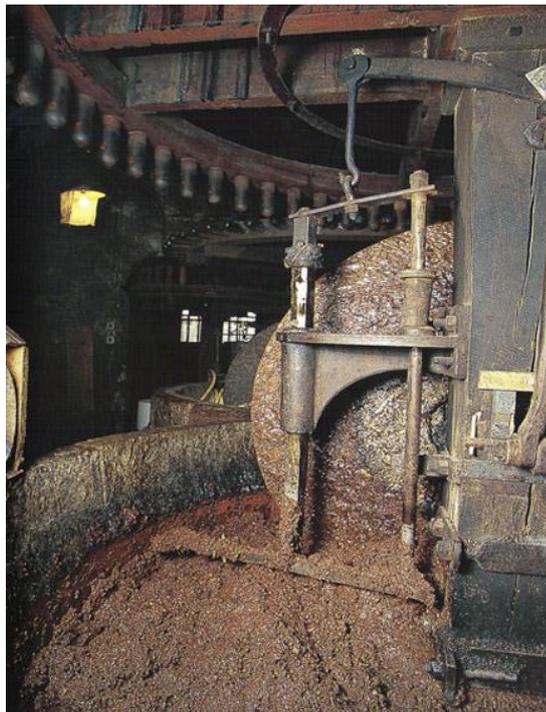


Figure 03 : ancien broyeur a meule (LANGER, 2008).

Le broyage des olives ne doit pas être trop grossier, ni trop fin. Il doit être adapté à la condition physique des olives et à leur degré de maturité. Selon la norme du Conseil Oléicole International (COI), la durée de broyage ne doit pas dépasser 20 à 30 minutes. Si le broyage est plus prolongé, les polyphénols inhibiteurs naturels de l'oxydation ainsi que l'huile produite s'oxydent en présence de l'air et cette dernière perd de sa qualité. (CHIMI et OUAOUICH, 2007).

3-5- Malaxage :

Quelle que soit la technique de trituration, une étape est indispensable avant la séparation des différentes phases de la pâte, il s'agit du malaxage. Le malaxage a pour but d'homogénéiser la pâte d'olive, mais il va également et surtout permettre la coalescence des gouttelettes d'huile. La figure (04) est une photographie au microscope électronique à balayage (MEB) montrant le regroupement de ces gouttelettes d'huile qui formeront ensuite de grosses gouttes facilement séparables de la matière solide.

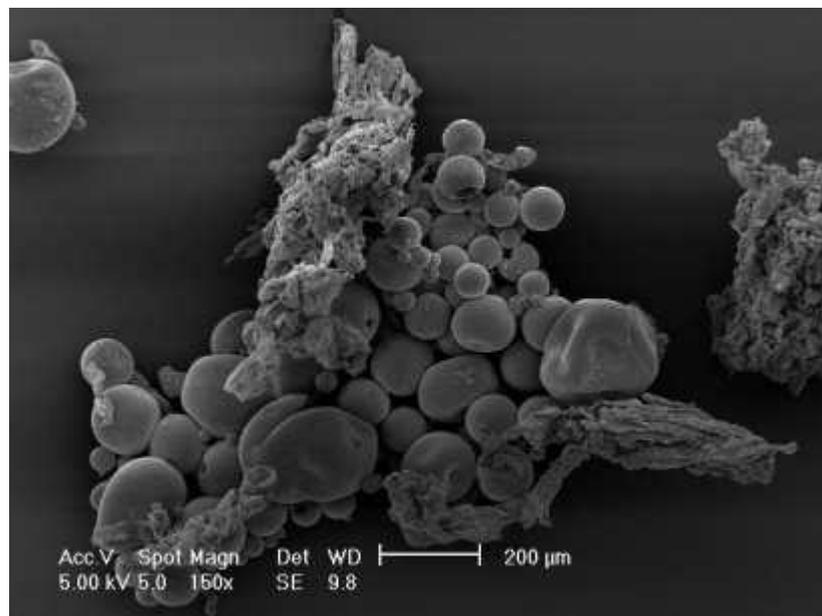


Figure 04 : Image au MEB de coalescence de gouttelettes d'huile

Le malaxage est une étape très contrôlée car les mouliniers ont la possibilité de chauffer la pâte d'olive afin de faciliter la coalescence et donc d'augmenter les rendements, mais la pâte d'olive ne doit en aucun cas dépasser les 27°C pour que l'huile d'olive puisse porter la mention « extraction à froid ». Les bacs de malaxage sont le plus souvent fermés, de façon à retenir les arômes de la pâte et à limiter son oxydation.

Selon le procédé de trituration utilisé, de 1 à 3 bacs de malaxage peuvent être montés en série (Figures 05a et 05b). Le malaxage se fait par rotation lente d'une vis sans fin qui va retourner continuellement la pâte. Les broyeurs métalliques ont tendance à augmenter l'émulsion entre l'huile et l'eau, par conséquent les temps de malaxage et/ou le nombre de bacs de malaxage sont plus importants que pour les systèmes à meule de granit. Le temps de malaxage varie en général entre 15 et 30 minutes. (VEILLET, 2010).



Figure 05 : Bacs de malaxage (a) unique, (b) trois bacs en série (VEILLET, 2010).

3-6- Extraction de l'huile

Le traitement des olives en vue de l'extraction de l'huile peut se faire par des moyens mécaniques (par pression ou centrifugation). Divers systèmes d'extraction sont employés pour extraire l'huile des olives.

3-6-1- Système discontinu d'extraction par presse

Ce système, dont le processus d'extraction est illustré dans la figure (06), utilise des presses métalliques à vis ou, le cas échéant, des presses hydrauliques.

La pâte issue du broyage est empilée sur les scourtins, à raison de 5 à 10 Kg/scourtin. L'application de la pression sur la charge des scourtins doit être réalisée de manière progressive. La durée totale de l'opération de pressage, réalisée en une seule fois, varie entre 45 à 60 mn.

Les scourtins doivent être lavés, selon la norme internationale en vigueur et à raison d'une fois par semaine, pour éviter d'augmenter l'acidité de l'huile ou de lui conférer un défaut organoleptique (défaut dénommé « scourtin »). Le choix du type de scourtin et un nettoyage approprié et régulier pourrait éviter ce goût « scourtin » des huiles. (CHIMI, 2006).

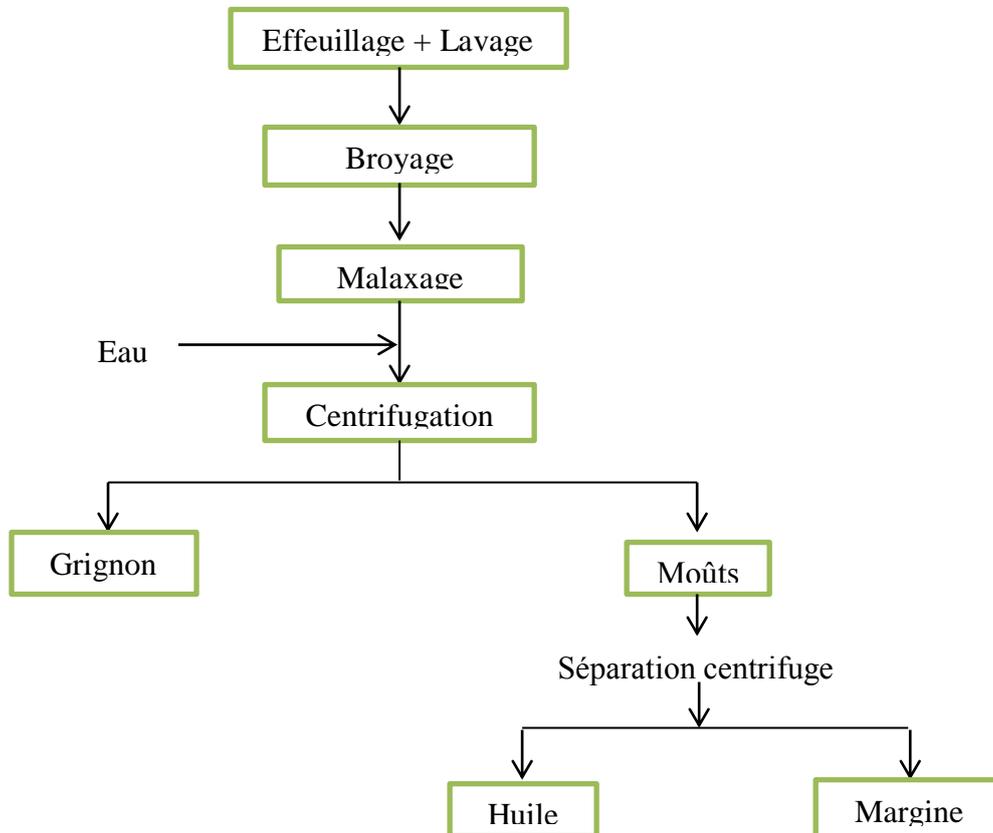


Figure 06 : Système discontinu d'extraction par presse

Les avantages et les inconvénients de ce système sont :

Les opérations de broyage et de pressage de la pâte des olives, conduites en plein air, peuvent entraîner l'altération des huiles. En effet, l'auto-oxydation de l'huile déclenchée par la présence de l'air, provoque la dégradation des acides gras insaturés et par conséquent la formation des hydroperoxydes qui peuvent se décomposer et donner lieu à des produits volatils conduisant à un état de rancissement de l'huile. Un autre inconvénient de ce système, est qu'il génère des quantités importantes de margines (60 à 70 L par 100 Kg d'olives). Ce système d'extraction par presse permet l'obtention d'une huile non piquante et riche en polyphénols. (BOUHADJRA, 2011).

3-6-2- Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases :

Les trois phases sont : huile, margine et grignons. L'introduction de ces installations continues a permis de réduire les coûts de transformation et la durée de stockage des olives, avec comme conséquence, une production oléicole de moindre acidité. (CHIMI, 2006).

Le système est représenté dans la figure 07 :

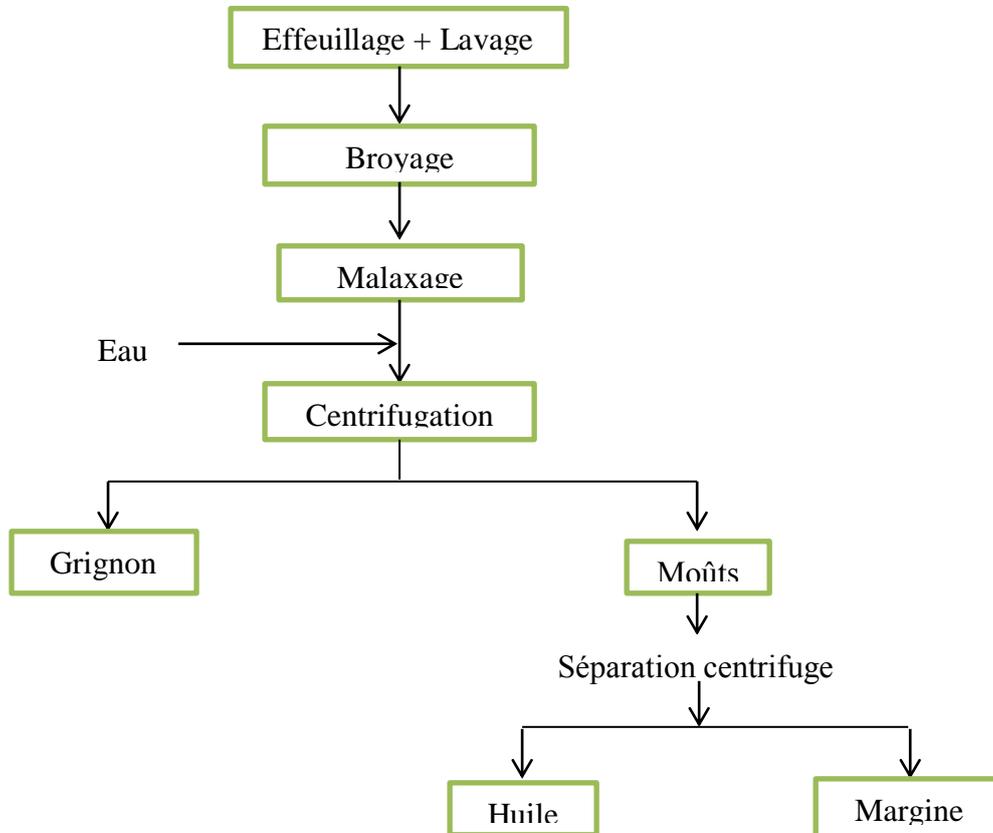


Figure 07 : Système continu d'extraction avec centrifugation à 3 phases (CHIMI, 2006).

La pâte d'olives, préparée de manière opportune au cours de la phase de malaxage, est acheminée vers l'extracteur centrifuge à l'aide d'une pompe à vis, à débit variable. L'extracteur est réglé de manière à envoyer les deux phases liquides - huile et eau de végétation - sur deux sorties et la troisième phase solide du côté opposé. Ceci est possible en ajoutant une quantité opportune d'eau à la pâte en entrée, ce qui produit une grande quantité d'eau de végétation à éliminer. Le grignon obtenu à un taux d'humidité d'environ 50 %. (MAUREL, 2011).

Les apports élevés en eau chaude (40 à 60% du poids de la pâte) font que l'huile extraite se trouve appauvrie en composés aromatiques et en composés phénoliques. Ces composés passent partiellement dans la margine. Ce système donne aussi lieu à des grignons à teneurs élevées en humidité (45 à 55 %) et une consommation élevée d'eau et d'énergie thermique. Le système génère un volume considérable de margine, celui-ci est pratiquement égal à la quantité d'olives mises en œuvre par l'installation, la teneur en huile de ces margines est variable (3,0 à 5,0 g/l). (BOUHADJRA, 2011 ; CHIMI, 2006).

3-6-3- Système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases :

Le procédé technologique d'extraction des huiles d'olive fonctionne avec un nouveau décanteur avec centrifugation à deux phases (huile et grignon) qui ne nécessite pas l'ajout d'eau pour la séparation des phases huileuse et solide contenant le grignon et les margines. Le système est représenté dans la figure 8.

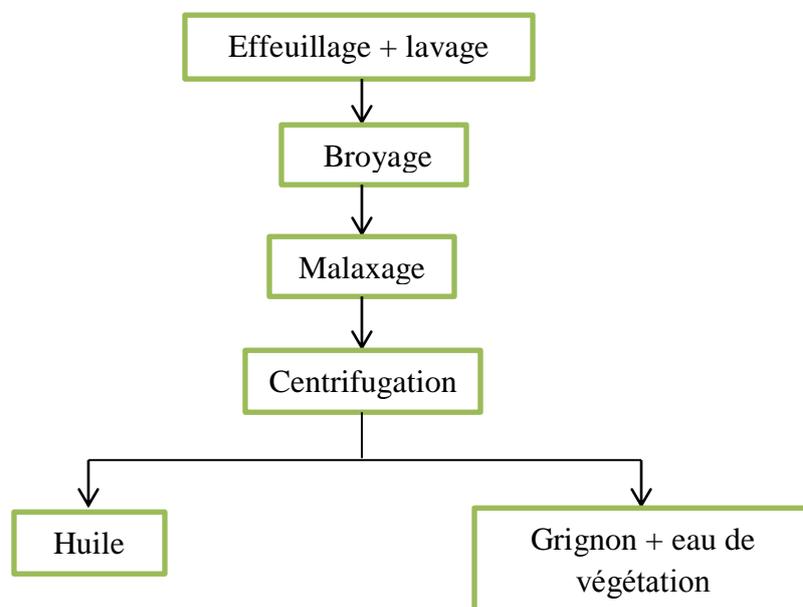


Figure 8 : système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases

Ce procédé continu d'extraction des huiles à deux phases est caractérisé par sa capacité de traitement qui est élevée, le décanteur à 2 phases permet d'obtenir une huile riche en polyphénols totaux et en orthodiphénols, il est donc plus stable. Ce système est plus respectueux de l'environnement car il ne procède pas à l'augmentation du volume d'effluent liquide (margine).

3-6-4- Comparaison entre les trois systèmes utilisés

En conclusion, le système d'extraction de l'huile d'olive par presse produit une huile appauvrie en composés phénoliques totaux et donc caractérisée par un degré d'oxydation et une acidité élevés, des défauts organoleptiques, une durée de conservation réduite.

Le système d'extraction par presse peut produire une huile pressée à froid, de bonne qualité, à condition d'appliquer les bonnes pratiques de fabrication et d'hygiène.

Le système d'extraction de l'huile par centrifugation à trois phases produit une huile pauvre en polyphénols naturels considérés comme antioxydants, éléments recherchés pour une alimentation saine et par conséquent ne résiste pas à l'oxydation car le taux de dégradation des polyphénols reste élevé.

Le système d'extraction d'huile d'olive à deux phases produit une huile d'olive de bonne qualité, riche en antioxydant naturels, mais ayant parfois un goût excessivement amer. (CHIMI, 2006).

Les travaux effectués dans ce domaine montrent que parmi les systèmes d'extraction d'huile d'olive employés, celui à deux phases est le plus fiable et le plus efficace. (BOUHADJRA, 2011).

3-7- Conditionnement et conservation :

Les normes imposées par le COI sont très pointilleuses sur le conditionnement des huiles d'olive. En effet, la qualité de l'huile peut s'altérer rapidement : l'huile est capable d'emmagasiner les odeurs environnantes. L'huile d'olive ne se bonifie pas avec les années ; au contraire sa fraîcheur est une qualité prioritaire.

Le conditionnement dans du verre foncé est un matériau plus indiqué que le plastique pour les bouteilles. Dans certains pays, la boîte en métal ou bidon métallique demeure un récipient idéal pour la conservation de l'huile d'olive.

Bien qu'elle soit plus stable que la plupart des huiles de graines, l'huile d'olive doit être conservée dans de bonnes conditions : à l'abri de l'air et de la lumière pour éviter le rancissement causé par l'oxydation. Cependant, les bouteilles se conservent parfaitement entre 15 et 18°C, dans un endroit frais et sombre, ceci grâce aux antioxydants dont l'huile est dotée.

Lorsque la température descend au-dessous de 8°C, l'huile d'olive risque de se figer et présente un aspect trouble qui est toutefois réversible et non préjudiciable à sa qualité.

Toutefois, il faut éviter les variations de températures qui nuisent à son goût. Une fois ouvertes, les bouteilles doivent être refermées immédiatement après chaque usage pour protéger l'huile de la perte d'arôme et de goût ainsi que des odeurs extérieures.

La conservation maximale est de deux ans. L'idéal est donc de connaître la date de pression de l'huile car la mention obligatoire de la date de conditionnement ne garantit pas la fraîcheur si l'huile a été stockée avant mise en bouteille. Il apparaît donc conseillé de consommer l'huile d'olive dans l'année suivant sa pression pour apprécier son arôme et sa saveur de manière optimale. (HENRY, 2003).

4- CLASSIFICATION DE L'HUILE D'OLIVE :

Une huile d'olive ne peut être obtenue que par des procédés physiques sans intervention de solvants. Cette définition est cependant incomplète et d'autres critères permettent de diviser les huiles en différentes sous-catégories

- **Huiles d'olive vierges** : huiles obtenues à partir du fruit de l'olivier, uniquement par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques dans des conditions, thermiques notamment, qui n'entraînent pas l'altération de l'huile, et n'ayant subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration. Elles font l'objet du classement et des dénominations ci-après :

- **Huile d'olive vierge extra** : 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 correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;

- **Huile d'olive vierge** : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;

- **Huile d'olive vierge courante** : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 grammes pour 100 grammes et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie ;

- **Huile d'olive vierge lampante** (non propre à la consommation en l'état) : huile d'olive dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est supérieure à 3,3 grammes pour

100 grammes et/ou dont les caractéristiques organoleptiques et les autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie. Elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.

- **Huile d'olive raffinée** : huile d'olive obtenue par le raffinage d'huiles d'olive vierges. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 gramme pour 100 grammes et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie

- **Huile d'olive** : huile constituée par un 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 et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie.

Une autre catégorie d'huiles peut être mise en évidence ; il s'agit des huiles de grignons d'olive. Cette huile est obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature. (OLIVAE, 2010)

5- CARACTÉRISTIQUES DE L'HUILE D'OLIVE :

5-1- Caractères organoleptiques :

L'huile d'olive est un liquide limpide, transparent, jaune ou jaune vert, d'odeur caractéristique, pratiquement insoluble dans l'alcool, miscible à l'éther diéthylique et à l'éther de pétrole. (HENRY, 2003).

5-2- Caractères physico-chimiques :

5-2-1. Indice d'acidité :

C'est un indicateur permettant d'évaluer l'altération de la matière grasse, consécutive à de mauvais traitements ou à une mauvaise conservation. Il permet de déterminer la teneur en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides. Il est exprimé en pourcentage d'acide oléique, et est mesuré par la quantité de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras. Le critère conduit à la classification suivante :

Pourcentage d'acidité des différents types d'huile

Catégorie d'huile d'olive	Pourcentage d'acidité %
Vierge extra	<1
Vierge	<2
Vierge lampante	>2
Raffinée	<0.3
Grignons d'olive	<1.5

5-2-2. Indice de peroxyde :

L'altération chimique des corps gras provoquée par l'oxygène de l'air débute par la formation d'un peroxyde. La détermination de cet indice est basée sur l'oxydation des iodures en iode par l'oxygène actif du peroxyde. Les résultats sont exprimés en milliéquivalents d'oxygène actif par kg de corps gras.

La norme internationale recommandée pour les huiles d'olive, fixe le minimum de cet indice à 20meqg d'oxygène actif par kg d'huile. La détermination de cet indice est insuffisante pour avoir une image exacte de l'état d'oxydation d'une huile, car un chauffage à 130°C détruit les peroxydes pour donner naissance à des aldéhydes, et des cétones, responsables des corps rances. (HENRY, 2003).

5-2-3. Spectre en lumière ultra-violette (UV) :

La spectrophotométrie est utilisée pour déceler les composés oxydés anormaux dans une huile d'olive vierge. Cette huile accuse un pic d'absorption à 203-208 nanomètre et est transparente au-delà de 210 nm. Les composés provenant de l'oxydation de l'huile présentent des absorptions pour les radiations de longueur d'onde suivantes :

- 232 nm pour les hydroperoxydes
- 270 nm pour les composés carbonylés
- 260, 268, 280, nm pour les triènes conjugués

Aussi l'étude de la bande 230 à 300 nm est particulièrement intéressante pour révéler l'état d'oxydation d'huile. En pratique, l'extinction spécifique dans l'UV est calculée à partir d'une solution à 1% sous une épaisseur de 1 cm, à l'aide d'une longueur d'onde de 232 nm et 270 nm.

La norme commerciale du COI recommande : huile d'olive vierge extra K270<0.20. La spectrophotométrie UV apparaît comme un des plus sûrs moyens de caractériser l'état d'oxydation d'une huile d'olive, et elle permet de soupçonner une éventuelle altération de l'huile vierge par une huile raffinée ou par une huile de grignon.

Ces trois paramètres permettent d'évaluer le degré de dégradation de l'huile d'olive. (BOUHADJRA, 2011).

6- COMPOSITION CHIMIQUE DE L'HUILE D'OLIVE :

La composition chimique de l'huile d'olive vierge dépend de nombreux facteurs: la culture de l'olivier, la récolte, les conditions pédoclimatiques, le cultivar d'olive, la densité des plantes et le nombre d'étapes de traitement nécessaires; essentiellement broyage, malaxage et centrifugation. (GUERFEL et *al*, 2012).

L'huile d'olive contient un grand nombre de composés structurellement hétérogènes dont les principaux sont les triacylglycérols (>95%), une faible quantité d'acides gras libres, du glycérol, des pigments, et un grand nombre de composants dits «mineurs» présents en faibles quantités (0,5 à 15%) et qui ont des effets bénéfiques. On peut séparer ces composés en tocophérols, phénols, composés aromatiques, hydrocarbures et stérols (BENABID, 2009).

6-1- Les triglycérides :

Ce sont des triesters d'acides gras et du glycérol. Ils constituent environ 98% de l'huile d'olive et sont principalement mono insaturés.

Le principal acide gras de l'huile d'olive est l'acide oléique. La popularité croissante de l'huile d'olive a été principalement attribuée à sa teneur élevée en acide oléique, qui peut affecter les profils lipidiques du plasma (DELPLANQUE et *al*, 1999).

Elle contient une forte teneur en acide gras mono-insaturés représentée par l'acide oléique de la famille oméga-9 (65 à 80 %), 15 % d'acides gras saturés et 10 % d'acides gras polyinsaturés représentés par l'acide linoléique – oméga-6 dominant et des traces de l'acide α -linoléique oméga-3, acides gras essentiels, indispensables car non synthétisables par l'organisme humain. (MEZGHACHE, 2010).

L'huile d'olive contient de 10 à 16 % d'acides gras saturés dont les principaux sont l'acide stéarique et l'acide palmitique.

L'huile d'olive est composée majoritairement par les triglycérides à chaînes longues de 48 à 54 carbones où chaque type de triglycéride en présente une fraction spécifique. (ACHOUR, 2007).

Les limites de la composition en AG sont fixées par le COI

Tableau III : composition en acides gras, % m/m d'esters méthyliques (OLIVAE, 2010)

Composition en acides gras	% m/m d'esters méthyliques
Acide laurique (C12 :0)	Pas en quantités décelables
Acide myristique (C14 :0)	< 0,1
Acide palmitique (C16 :0)	7,5 - 20,0
Acide palmitoléique (C16 :1)	0,3 – 3,5
Acide heptadécanoïque (C17 :0)	< 0,5
Acide heptadécénoïque (C17 :1)	< 0,6
Acide stéarique (C18 :0)	0,5 – 5,0
Acide oléique (C18 :1)	55,0 – 83,0
Acide linoléique (C18 :2)	3,5 – 21
Acide linoléique (C18 :3)	< 1,5
Acide arachidique (C20 :0)	< 0,8
Acide Béhénique (C22 :0)	< 0,2

6-2- Les tocophérols :

À l'état libre dans l'huile d'olive, les tocophérols jouent un rôle important dans sa stabilité oxydative et participent également à ses qualités nutritionnelles. Ils exercent une activité vitaminique E. Leur concentration varie entre 7 et 15 mg/100 g. (LEROY, 2011).

L'huile d'olive contient des tocophérols α , β , γ , δ . Le α -tocophérol est majoritaire à plus de 88% avec une teneur moyenne d'environ 12 à 25 mg/100g. (BENABID, 2009).

L' α -tocophérol, qui est le tocophérol prédominant dans l'huile d'olive, montre un effet inhibiteur de l'auto- et la photo-oxydation, aussi bien des systèmes modèles que de l'huile d'olive. (BEN TEKAYA et HASSOUNA, 2007).

Les tocophérols constituent le groupe d'antioxydants lipophiles, ils sont remarquables pour leur protection contre le rancissement de toutes les huiles végétales (BOUHADJRA, 20011).

6-3- Les pigments :

La couleur des huiles d'olive, ainsi que des aliments en général, peuvent influencer les choix des consommateurs et peuvent être liés aux traitements de transformation qu'ils ont subi. La couleur de l'huile d'olive est due à 2 types de pigments, chlorophylles et les caroténoïdes, qui attirent l'attention de la communauté scientifique en raison des avantages qu'ils peuvent apporter à la santé humaine. (MOYANO et al, 2010).

La chlorophylle : sa présence est visible car c'est elle qui donne la couleur verte de l'huile.

Ce pigment vert naturel stimule dans l'organisme la croissance cellulaire et accélère les processus de cicatrisation. Sa teneur est de l'ordre de 0.1 à 1 mg pour 100 g. (HENRY, 2003).

Les caroténoïdes, sont des composés naturels de l'huile d'olive vierge, qui constituent une famille importante de pigments de nature terpénoïde, dont la couleur varie du jaune au rouge orangé, Les principaux caroténoïdes présents sont le bêta carotène, précurseur biochimique de la vitamine A, la lutéine et les xanthophylles.(ACHOUR, 2007).

6-4- Les composés phénoliques :

Les huiles d'olive sont riches en composés phénoliques appartenant à diverses familles (phénols et hydroxyphénols, acides et alcools phénols, sécoiridoïdes, lignanes, flavonoïdes, tyrosol et l'hydroxytyrosol...), Certains de ces composés confèrent aux huiles une saveur

amère et une sensation de piquant et ils ont des propriétés antioxydantes. (OLLIVIER *et al*, 2004).

Les composés phénoliques conditionne les caractéristiques organoleptiques de l'huile, elle varie de 10 à 100 mg/100 g et participent, comme les tocophérols, à la stabilité de l'huile. (LÉGER, 2003).

6-5- Les composés aromatiques :

Les composés aromatiques sont des molécules de faible poids moléculaire (inférieur à 300 Da) possédant une volatilité à température ambiante. L'odeur de l'huile est due à la capacité de certaines de ces molécules volatiles à atteindre les récepteurs olfactifs du nez. (KALUA *et al*, 2007).

Plusieurs éléments qui contribuent à l'arôme de l'huile d'olive ont été identifiés. Il s'agit notamment d'une série d'aldéhydes saturés qui vont de C7 à C12, C10 avec prédominance.

Les aldéhydes sont toujours trouvés dans de plus grandes quantités dans l'huile d'olive par rapport à d'autres composés aromatiques. L'hexanal, le trans-2-hexéanal, le 1-hexanol, et 3-méthylbutanol sont les principaux composés volatils de l'huile d'olive. (KIRITSAKIS, 1998).

6-6- Les hydrocarbures :

Ce sont quantitativement les principaux composants de la fraction insaponifiable. Deux hydrocarbures sont présents en quantités considérables dans l'huile d'olive, le squalène et le β -carotène, Le squalène dans plus de 90% de la fraction d'hydrocarbures. Elle varie de 200 à 7500 mg par kg d'huile, c'est un hydrocarbure polyénique dont la teneur est plus élevée que dans n'importe quelle autre huile végétale ou animale. (HENRY, 2003 et BOSKOU *et al*, 2006).

À part le squalène, la fraction d'hydrocarbures huile d'olive est composé des hydrocarbures de diterpènes et triterpène, des polyoléfinés, et isoprénoides n-paraffines. (BOSKOU *et al*, 2006).

6-7- Les stérols :

Ils représentent environ 15 % de la fraction insaponifiable, soit 100 à 200 mg pour 100 grammes. La quantité totale de stérols varie suivant la variété des olives et leur degré de maturité. (HENRY, 2003).

Les stérols, ayant tous en commun le noyau stérol et se différenciant par leur chaîne latérale, sont rencontrés dans l'huile d'olive sous forme libre et estérifiée avec les acides gras.

Le bêta-sitostérol est le principal stérol (70 à 90 mg/100 g) de l'huile d'olive, seule huile végétale à en contenir un taux si élevé. On peut également citer la présence d'autres composés : le delta-5-avénastérol (5 à 20 mg/100 g), le campestérol (1 à 5 mg/100 g), le stigmastérol (0,5 à 2 mg/100 g), et en infimes quantités, le cholestérol, le campestanol, le delta-7-campestérol, le cholérostérol, le delta-5-24-stigmastadiénol, le delta-7-avénastérol. (LEROY, 2011).

7- LES FACTEURS INFLUENÇANT LA QUALITÉ DE L'HUILE D'OLIVE :

7-1- Facteurs pédoclimatiques :

L'environnement physique d'implantation du verger peut avoir une incidence sur la qualité de l'huile résultant. En général, les terres grasses produisent, comparativement, des huiles moins aromatiques que les terres maigres avec des arbres moins productifs. (MASSIOUN et AOUAD, 2006).

Le climat exerce une grande influence sur la maturation du fruit et donc sur la composition chimique et sur la qualité de l'huile grâce à l'hétérogénéité des conditions climatiques (température, l'humidité, pluviométrie ...etc.). (APARICIO et LUNA, 2002).

D'après une étude menée par APARICIO et LUNA (2002), les huiles issues des variétés de vallée présentent des taux plus élevés en stérols, en polyphénols et en tocophérols, mais des taux faibles en chlorophylles et en acides gras insaturés par rapport à celles des variétés montagneuses.

D'autre part, les olives se mûrissent plus vite à des altitudes >700m qu'à des altitudes <400m. Cela est dû à l'augmentation du taux de 24 méthylène cycloartenol et à la diminution de β -sitostérol pendant la maturation.

L'irrigation réduit considérablement le phénomène de la chute physiologique et favorise le déroulement normal de processus de maturation. Par contre, le manque d'eau provoque la chute prématurée qui est souvent précédée par le flétrissement et la brûlure des fruits.

L'influence de l'irrigation sur la composition chimique et les caractéristiques sensorielles de l'huile d'olive est étudiée par APARICIO et LUNA (2002).

Les résultats ont montré que les composés chimiques les plus influencés sont les composés phénoliques ; le taux de polyphénols dans l'huile d'olive issue des variétés irriguées est plus faible que dans celui issue des variétés non irriguées. En outre, quelques composés volatiles comme l'hexanal et iso-butyle acétate, sont négativement corrélés avec l'insuffisance de l'irrigation (ANGEROSA et *al*, 2004).

En effet, les huiles issues des variétés irriguées sont moins stables, mais de bonne qualité sensorielle (APARICIO et LUNA, 2002).

7-2- Influence des variétés des olives et leur degré de maturité sur la qualité de l'huile d'olive :

Durant la maturation du fruit, des changements chimiques importants se produisent au niveau de la drupe d'olive qui est liés à la synthèse des substances organiques spécialement les triglycérides et d'autres activités enzymatiques qui peuvent affecter la qualité de l'huile d'olive (SALVADOR et *al*, 2001).

Plusieurs recherches ont prouvé que durant la maturation d'olive, les composés volatiles spécialement trans-2-hexanal augmentent jusqu'à une concentration maximale lorsque la couleur de la pulpe d'olive évolue de la couleur jaune vert vers la couleur rose. Au-delà, la concentration des composés volatiles diminue à cause de l'activité faible de la lipoxygénase (LOX) responsable de leur production, ce qui contribue à la diminution de la note organoleptique (ANGEROSA et *al*, 2004).

Les résultats d'une étude menée par ANGEROSA et *al.* (1999) sur la caractérisation de sept variétés italiennes cultivées dans les mêmes conditions environnementales montrent que le taux de composés volatiles de ces variétés est très similaire avec ceux des mêmes variétés cultivées en Espagne et en Grèce. Cela prouve que ces composés chimiques ne sont pas influencés significativement par les conditions environnementales ; Il est plus juste, donc, de dire que c'est la variété qui influe beaucoup plus sur la qualité de l'huile d'olives que les autres facteurs pédoclimatiques et agronomiques.

7-3- Influence de la température, la concentration en oxygène et la lumière sur l'oxydation de l'huile d'olive :

Ce n'est pas facile de différencier les effets individuels de la température et d'oxygène sur les processus d'oxydation de l'huile d'olive car il y'a une grande interaction entre eux. Cependant, les principaux faits d'intérêt théoriques pour comprendre les différences dans la stabilité à hautes et basses températures peuvent être résumés comme suit :

a) La solubilité de l'oxygène est élevée et les radicaux hydroperoxydes (ROO°) sont de loin les espèces les plus communes radicales à la pression atmosphérique et à des températures faibles ou modérées. Une fois que l'oxydation de l'huile est amorcée, la réaction avec l'oxygène est très rapide et ROOH sont les principaux produits originaires. Dans ces conditions, le taux de formation de ROOH est beaucoup plus élevé que leur taux de décomposition. Composés formés par des réactions de terminaison sont uniquement des produits majeurs de l'étape accélérée de l'oxydation, c'est à dire à la fin de la période d'induction lorsque la concentration initiale du substrat oxydable commence à diminuer considérablement.

b) La chimie de l'oxydation aux températures élevées des processus alimentaires tels que la cuisson et la friture est beaucoup plus complexe car les réactions à la fois thermique et à l'oxydation sont impliqués simultanément. Lorsque la température augmente, la solubilité de l'oxygène diminue de façon drastique, bien que toutes les réactions d'oxydation soient accélérées. Que la pression d'oxygène est réduite, la réaction d'initiation devient plus importante, la concentration des radicaux alkyle (R°) par rapport à celle des radicaux alkoxydes (RO°) augmente et les composés polymères sont formés par des réactions impliquant essentiellement alkyles (R°) et radicaux alkoxydes (RO°). (VELASCO and DOBARGANES, 2002).

Les chlorophylles *a* et *b* et leurs produits immédiats de dégradation, phéophytines *a* et *b*, sont des photosensibilisateurs. En présence de lumière, ces pigments passent de leur état singulet fondamental à un état singulet excité puis à un état triplet excité métastable. Les pigments ont alors tendance à revenir à l'état singulet fondamental en transformant l'oxygène atmosphérique ($^3\text{O}_2$) en oxygène singulet très réactif ($^1\text{O}_2$). Ce dernier réagit directement sur les acides gras insaturés de l'huile en donnant des hydroperoxydes très instables qui peuvent se décomposer pour donner des composés volatils à faible poids moléculaire qui sont à l'origine du rancissement de l'huile d'olive vierge.

Le bêta-carotène, un antioxydant naturel, agit comme protecteur en désactivant l'oxygène singulet produit par les chlorophylles en filtrant les longueurs d'onde actives des radiations lumineuses et protège ainsi l'huile contre l'activation de l'oxygène par la lumière. (BEN TEKAYA et HASSOUNA, 2007).

8- BIENFAITS DE L'HUILE D'OLIVE :

Les propriétés nutritionnelles et les bienfaits de l'huile d'olive sur la santé ont fait l'objet de beaucoup de recherches ces derniers temps, bien que de nouvelles recherches reconnaissent et confirment tous les jours les vertus de ce produit, il reste encore beaucoup à découvrir à son sujet.

Les maladies cardio-vasculaires par athérosclérose représentent la première cause de mortalité dans les pays industrialisés. (LUCHETTI, 2001).

L'huile d'olive riche en polyphénols permet la prévention et le traitement des maladies cardio-vasculaires. En effet, les polyphénols de l'huile d'olive favorisent la réduction de la présence des molécules d'adhérence cellulaire, augmentent la disponibilité du monoxyde d'azote, suppriment l'agrégation plaquettaire, stimulent les antioxydants endogènes des LDL pour retarder l'artériosclérose et réduisent les réactions inflammatoires. L'hydroxytyrosol, puissant composé phénolique de l'huile d'olive, augmente la production de mitochondries. Le nombre élevé de mitochondries dans la cellule est un indicateur de la jeunesse du corps et de la bonne santé.

L'oleuropéine et l'hydroxytyrosol sont des agents utiles pour inhiber la fusion et l'intégration du VIH dans les cellules humaines et ils sont de puissants protecteurs contre le

cancer. Ces composés naturels sont aussi d'excellentes substances pour le traitement du cancer.

Plusieurs études ont montré la capacité de l'hydroxytyrosol à retarder ou à empêcher la croissance d'une gamme de bactéries et des champignons y compris les bactéries pathogènes pour l'homme (agents pathogènes humains). Il a été rapporté que l'eau de végétation résultant de l'extraction de l'huile d'olive est toxique pour les bactéries phytopathogènes *Pseudomonas syringae* (Gram-négatif) et *Corynebacterium michiganense* (Grampositif).

Les polyphénols d'olives sont efficaces contre l'hyperglycémie et peuvent jouer un rôle dans la prévention des complications diabétiques associées au stress oxydatif.

L'huile d'olive peut prévenir contre la maladie d'Alzheimer, Les études épidémiologiques indiquent que la consommation d'huile d'olive peut retarder le déclin cognitif. (BENLEMLIH et GHANAM, 2012).

L'huile d'olive joue un rôle fondamental pour le fœtus au cours de la période de gestation. La vitamine E qui est présente dans le sang de la femme enceinte se concentre au cours de l'accouchement dans la glande mammaire, ce qui permet à la mère de continuer à apporter cette vitamine à son bébé pendant l'allaitement. Le maintien des niveaux de cette vitamine au cours de l'allaitement est fondamental. L'huile d'olive fournit non seulement une quantité d'acides gras essentiels suffisante pour le développement du nouveau-né mais également un rapport acide linoléique/acide linoléique (les deux acides gras essentiels) similaire à celui du lait maternel.

L'huile d'olive réduit le risque de reflux d'acidité de l'estomac vers l'œsophage. Elle exerce sur le système hépatobiliaire une action cholagogue et cholécystokinétique, double action garantissant un drainage biliaire optimal et une vidange complète de la vésicule. Sur l'intestin grêle, l'huile d'olive empêche partiellement l'absorption du cholestérol, grâce au sitostérol qu'elle contient, et favorise l'absorption de divers éléments (calcium, fer, magnésium, etc.). (LUCHETTI, 2001).

CHAPITRE II
PLANTES AROMATIQUES
ET AROMATISATION DE
L'HUILE D'OLIVE

INTRODUCTION :

Les épices comme l'ail, le piment et herbes diverses, généralement utilisés comme exhausteurs de goût dans la préparation de plats typiques, contiennent des substances présentant des activités antimicrobiennes, antioxydantes et anti-inflammatoires. (GAMBACORTA et al, 2007).

L'ajout de certains de ces épices et d'herbes à l'huile d'olive vierge est une tradition ancienne. La présence d'épices et d'herbes, en plus de compromettre les caractéristiques sensorielles de l'huile, a un impact sur la durée de conservation et la valeur nutritionnelle de l'huile aromatisée, comme indiqué dans les quelques études réalisées sur les huiles d'origine différente. (AKÇAR et al, 2011).

Les huiles aromatisées représente également une pratique ancienne effectuée lors de l'extraction d'huile d'olive traditionnelle afin de nettoyer la presse et de rendre moins désagréables les huiles obtenues à partir d'olives trop mûrs ou stockées dans de mauvaise condition. (BAIANO et al, 2010).

1- DESCRIPTION DES PLANTES AROMATIQUES UTILISÉES :

1-1- THYMUS VULGARIS :

1-1-1. Description botanique de la plante :

Thymus vulgaris, est un sous arbrisseau, vivace, touffu et très aromatique de 7-30 cm de hauteur, d'un aspect grisâtre ou vert grisâtre. Ses tiges ligneuses à la base, herbacées supérieurement sont presque cylindriques, ces tiges ligneuses et très rameuses sont regroupées en touffe ou en buisson très dense. Ses feuilles sont très petites, ovales, à bord roulés en dessous à nervures latérales distinctes, au pétiole extrêmement court et blanchâtres à leur face inférieure. Ses fleurs sont presque roses ou presque blanches, font de 4 à 6 mm de longueur, sont pédicellées et réunies ordinairement au nombre de trois à l'aisselle des feuilles supérieures. Le limbe du calice est bilabié, un peu bossu. La corolle de taille variable, un peu plus longue que le calice mais la partie tubulaire de la corolle ne dépasse pas celle du calice, les étamines sont incluses. (ZEGHAD, 2009).

1-1-2. Composition chimique :

La teneur en huile essentielle de la plante varie de 5 à 25 ml/Kg et sa composition fluctue selon le chémotype considéré (ZEGHAD, 2009).

L'huile essentielle de *thymus vulgaris* a été analysée en utilisant la chromatographie en phase gazeuse (CPG) couplée à une spectrométrie de masse (SM), 30 composés ont été identifiés et caractérisés, les plus abondants sont respectivement : thymol (44,4 – 58,1 %), *p*-cymène (9,1 – 18,5 %), γ -terpinène (6,9 – 18,0 %), carvacol (2,4 – 4,2 %), linalol (4,0 – 6,2 %). La caractéristique d'huile essentielle de *thymus vulgaris* était sa teneur élevée du thymol (HUDAIB et al, 2002 ; BOUHDID et al, 2006).

D'autres composants ont été détectés par MĂRCULESCU et ses collaborateurs (2008) Les composés polyphénoliques (flavonoïdes et phényl-propane dérivés) qui sont : l'acide caféique, l'acide chlorogénique, acide *p*-coumarique, l'acide férulique, la lutéoline et apigénine.

La composition en vitamines a été déterminée et révèle la présence de la vitamine E (α -tocophérol) (4,4 mg/Kg). (KULISIC et al, 2006).

1-1-3. Propriétés du thym :

Les propriétés pharmacologiques de la plante *Thymus vulgaris* et de ses différents extraits, en particulier l'huile essentielle et l'extrait aqueux, ont été bien étudiées. En plus de leurs nombreuses utilisations traditionnelles, la plante et ses extraits ont trouvé de nombreuses applications industrielles (principalement comme additifs alimentaires) et médicinales (HUDAIB et al, 2002).

Thymus vulgaris L. se situait parmi les fines herbes séchées contenant les plus grandes capacités antioxydantes. Différents composés du thym lui permettent de posséder un tel statut, comme les phénols (thymol et carvacol), les flavonoïdes, l'acide rosmarinique, l'acide caféique et la vitamine E. (KULISIC et al, 2006).

L'huile essentielle de *Thymus vulgaris* a été testée pour son activité antioxydante par deux méthodes différentes : la technique de décoloration de la β -carotène et le test du DPPH

(Diphenylpicrylhydrazyl). Les résultats obtenus montrent que l'huile de *Thymus vulgaris* témoigne d'une grande activité antioxydante in vitro (BOUHDID *et al.* 2006).

En raison de ces propriétés, le thym est utilisé comme un conservateur afin de prolonger la durée de conservation des poissons, olives de table et certain légumes.

1-2- ALLIUM SATIVUM :

1-2-1. Description botanique de la plante :

L'ail appartient à la famille des liliacées, plante herbacée pouvant atteindre 25 à 90 cm de haut et dont la tige est contournée avant la floraison ; elle est vivace par son bulbe formé d'un assemblage de petits bulbes ou caïeux, qui sont soit ovales et allongés, soit ovales et arrondis. Ces caïeux sont pressés les uns contre les autres, l'ensemble étant enveloppé dans une mince tunique membraneuse, de couleur variable (blanche, verdâtre, rosée, pourpre ou violette). Les feuilles gris-vert à gris bleuté ont un limbe plat, linéaire, étroit et atténué en pointe, renversé. (TEUSCHER, 2005).

1-2-2. Composition chimique :

La composition de l'ail frais est présentée dans le Tableau IV

Tableau IV : Composition chimique de l'ail frais

Composés	Mg/g m.h.	composés	Mg/g m.h.
Eau	620-680	Adénosine	0.1
Carbohydrates	260-300	Saponines	0.4-1.1
Fructosanes	220-250	Vitamines	0.15
Fibres	15	Minéraux	7
Protéines	15-21	Sulfures	2.3-3.7
Acides aminés	10-15	Azote	6-13
Composants organosulfurés	11-35	Lipides	1-2
B-Sitosterol	0.015	Acides phénoliques	0.8
m.h. /matière humide			

Les protéines ont la particularité d'être riches en acides aminés soufrés tandis que les lipides sont présents en très faible quantité. Le principal acide aminé dans l'ail est l'arginine.

L'alliine et l'allicine sont des composés organosulfurés qui contiennent du carbone et du soufre. L'alliine est inodore et stable. Elle est stockée dans le cytoplasme de la cellule. (MENDEZ LAGUNAS, 2007).

1-2-3. Propriétés de l'ail :

L'ail (*Allium Sativum*) a été utilisé dans les cuisines du monde ainsi que dans la phytothérapie pendant des milliers d'années, la chimie de l'ail est extrêmement complexe, mais la recherche a montré que ce sont les composés organosulfurés relativement uniques à l'ail qui donnent ces effets bénéfiques. Le plus célèbre composé d'ail largement étudié est l'allicine, un extrait d'ail thiosulfinate, a été présumé être un antioxydant très fort (RAHMAN, 2012).

L'ail a un large spectre d'actions : non seulement il est antibactérien, antivirale, antifongique et antiprotozoaire, mais il a aussi des effets bénéfiques sur les systèmes cardiovasculaire en abaissant la pression sanguine et le cholestérol, une anti-thrombotique, antimutagène, antiplaquettaire et autre maladie métaboliques, l'athérosclérose, l'hyperlipidémie et le diabète. (HARRIS, 2001 ; KATHIS, 2000 ; SANJAY, 2002 ; RAHMAN, 2012).

1-3- LAURUS NOBILIS :

1-3-1. Description botanique de la plante :

Laurus nobilis, Arbuste ou arbre aromatique de 2 à 10 m de haut à tige droite grise dans sa partie basse et verte en haut. Ses feuilles sont alternées, coriaces, légèrement ondulées sur les bords, longues de 16 cm sur 8 cm de large, persistantes vert foncé et glacées sur leur face supérieure et plus pale en dessous. Les fleurs sont dioïques (petites fleurs mâles et femelles sur des pieds séparés), jaunes, groupées par 4 à 5 en petites ombelles. Le fruit est une petite baie ovoïde de 2cm de longueur sur 1cm de largeur, noir vernissé à maturité. (YAKHLEF, 2010).

1-3-2. Composition chimique :

De nombreuses études ont été réalisées pour la détermination de la composition chimique des feuilles de *Laurus nobilis* et plusieurs ont prouvé la richesse de ses feuilles en substances actives. Par hydrodistillation les feuilles fournissent environ 10-30 ml/Kg (1-3%)

d'huile essentielle. (DEMIR et al, 2004) dont les constituants majoritaires inclut : cinéol, α et β pinène, sabinène, linalol, eugénol, terpinéol, plus d'autres esters et terpenoïdes, mais dont les proportions varient selon l'origine géographique. (YAKHLEF, 2010).

KAURINOVIC et ses collaborateurs (2010) ont trouvés des composés benzoïques (eugénol, méthyl eugénol, et élémicine), présents dans des pourcentages variant entre 1% et 12% qui sont responsables de l'arôme épicé des feuilles de laurier et sont des facteurs extrêmement importants qui déterminent la qualité sensorielle des feuilles de laurier. Différents groupes de produits chimiques ont été isolés : les flavones (apigénine et la lutéoline), les flavonols (kaempférol, la myricétine, et quercitine), sesquiterpéniques lactones, des alcaloïdes, les flavonoïdes glycosylés, et en monoterpènes et germacrane alcools.

1-3-3. Propriétés du laurier :

Les feuilles de *Laurus nobilis* sont parmi les assaisonnements les plus connus dans tous les pays, elles sont généralement utilisées comme épice valable en culinaire et aromatisante en industrie alimentaire. Cette plante a aussi des applications importantes en médecine traditionnelle et représente récemment un sujet de recherche scientifique intéressant (YAKHLEF, 2010). Le laurier est principalement utilisé, par voie orale, dans le traitement symptomatique des troubles de l'appareil digestif supérieur tels que le ballonnement épigastrique, lenteur de la digestion, éructations et flatulence (ISERIN, 2001).

Connues pour leurs propriétés antiseptiques, c'est à dire bactéricide, virucide et propriétés fongicides, et médicinales et leur parfum, elles sont utilisées dans la conservation des aliments et comme antimicrobien, analgésique, sédatif, anti-inflammatoire, spasmolytique et localement recours anesthésiques. L'huile essentielle de feuille de laurier est utilisée par l'industrie cosmétique dans les crèmes, parfums et savons, utilisée pour la préparation des lotions pour cheveux en raison de son activité antipelluculaire.(SANGUN et al, 2007 ; OZCAN et al, 2009 ; KAURINOVIC et al, 2010).

1-4- ZINGIBER OFFICINALE :

1-4-1. Description botanique de la plante :

Le gingembre est une plante tropicale herbacée vivace poussant dans les régions ensoleillées et humides, se dressant sur une tige de 1,50 m en moyenne, mais pouvant atteindre 3 m de haut. Son rhizome est noueux et parfumé, peau beige pâle, chair jaune pâle juteuse et

parfumée, l'odeur est aromatique avec une saveur chaude et piquante, un goût légèrement citronné (ISERIN, 2001 ; GIGON, 2012).

Couvert de feuilles écailleuses et pourvu à sa partie inférieure de racine cylindrique. Ses feuilles sont persistantes bisériées, longues, étroites, lancéolées, pointues et longues de 20 cm. Elle possède deux sortes de tiges : tiges hautes et tiges plus courtes, elle a des fleurs parfumées blanc, jaune. Les fruits sont des capsules trivalves contenant des graines noires. (FAIVRE et *al*, 2006 ; GIGON, 2012).

1-4-2. Composition chimique :

Les constituants du gingembre sont nombreuses et varient selon le lieu d'origine et si les rhizomes sont fraîches ou sèches (BADRELDIN et *al*, 2008).

Les composants antioxydants analysés étaient des polyphénols 5.59%, vitamines C, β -carotène, des flavonoïdes et des tanins, l'oléorésine varie de 4,0 à 7,5% cela explique goût piquant du gingembre, Cellulose brute est de 2,4%. Les protéines et les lipides étaient 5.08 et 3.72 g/100 g respectivement. Les cendres, les minéraux à savoir le fer, le calcium, phosphore, le zinc, le cuivre, le chrome et le manganèse et la vitamine C étaient 3.85 (g), 8.0 (le mg), 88.4 (le mg), 174 (le mg), 0.92 (le mg), 0.545 (le mg), 70) μ g), 9.13 (le mg) et 9.33 (le mg) par 100 g d'échantillon, respectivement. (SHIRIN et JAMUNA, 2010 ; ELEAZU, 2012). L'odeur du gingembre dépend principalement de son huile essentielle, le rendement varie de 1% à 3%. Plus de 50 composants de l'huile ont été caractérisés et il s'agit principalement de monoterpénoïdes et sesquiterpénoïdes Le goût piquant du gingembre frais est du principalement à la présence des gingérols, qui est une série homologue de phénols. Le plus abondant est 6- Le goût piquant du gingembre séché résulte principalement de shogaols (le gingérols déshydratés). (BADRELDIN et *al*, 2008).

Le gingembre renferme d'autres composés notamment l'amidon qui est son constituant majeur avec une teneur comprise entre 40,4 et 59%, l'amidon contient de l'amylose 28,3 %, cendre 0,14 %, lipide 0,12% et protéine 0,18%. (AMANI et *al*, 2004).

1-4-3. Propriétés du gingembre :

Des études ont été effectuées sur les qualités aromatiques de la poudre de gingembre, sur les méthodes de transformation du gingembre et ses applications dans les boissons

naturelles non sucrées, sur les valeurs nutritionnelles du gingembre. L'on constate que les huiles essentielles et l'oléorésine extraites du gingembre jouent un rôle important en industrie alimentaire et ont fait l'objet de nombreuses études, L'amidon a de nombreuses utilisations en industrie alimentaire, il est utilisé comme agent de texture (épaississant, stabilisant, gélifiant) de divers produits. (AMANI et *al*, 2004).

Actuellement, il y a un regain d'intérêt pour le gingembre, et plusieurs études scientifiques visant à l'isolement et l'identification des constituants actifs du gingembre, de la vérification scientifique de ses effets pharmacologiques (les rhumatismes, les douleurs musculaires, les crampes, la constipation, l'indigestion, les vomissements, de l'hypertension, les accidents cérébrovasculaires, hypoglycémiant et hypolipémiant, et le diabète) et de ses constituants, et la vérification de la base de l'utilisation du gingembre dans une ou plusieurs maladies et conditions. (BADRELDIN et *al*, 2008 ; SHIRIN et JAMUNA, 2010).

Bien que le gingembre ait été proposé comme une alternative sûre et efficace pour les anti-émétiques, il peut être prudent d'éviter d'utiliser soit le gingembre ou composés extraits pendant la grossesse, en attendant plus d'études. Certains effets indésirables mineurs ont été associés à l'utilisation du gingembre chez l'homme. Dans un essai clinique, le gingembre peut causer des brûlures d'estomac, et à des doses plus élevées que 6 g peut agir en tant qu' irritant gastrique. L'inhalation des poussières de gingembre peut produire une allergie. (BADRELDIN et *al*, 2008).

1-5- CITRUS LIMON :

1-5-1. Description botanique de la plante

Fruit frais du citronnier (Arbre à feuillage persistant au feuillage vert clair dente 7 m de haut) (ISERIN, 2001). Le citron est de couleur jaune, d'une forme ovale mais pointue à son sommet car il porte à l'extrémité opposée au reste de pédoncule un renflement appelé « mamelon » ; il a entre 7 à 10 cm de long et pèse en moyenne 150g ; son écorce (appelée plus couramment « zeste » a une épaisseur comprise entre 2 et 3 mm, une couleur jaune à l'état sec ; elle est ponctuée de creux et sa face interne (mésocarpe interne est blanche). Le citron à une odeur caractéristique et très aromatique. (TEUSCHER, 2005).

1-5-2. Composition chimique du citron :

L'huile essentielle est de 0,2 à 0,6% dans l'écorce séchée et 1,2 à 1,5% dans l'écorce fraîche ; ses principaux constituants sont le (+)-limonène (65 à 70%, d'odeur faiblement citronnée), le citral (1 à 5%, principaux constituants responsables de la saveur), le β -pinène (4 à 9%), le γ -terpinène (9 à 12%), le linalol (1,5%); ils sont accompagnés de 1,8% cinéole, d'acétate de géranyle, le nonanal, le citronellal, l' α -terpinéol, le camphène et l' α -bisabolène. (TEUSCHER, 2005).

Tableau V : composition chimique du zeste de citron

Composant	Teneur moyenne/100g	minéraux	Teneur moyenne/100g	Vitamines	Teneur moyennes/100g
Eau	81,6g	Sodium	6mg	β -carotène	18,5 μ g
Protéines	1,5g	Magnésium	15mg	Vitamine E	0,19mg
Glucides	2,49g	Phosphore	12mg	Vitamine C	129mg
Lipides	0,3g	Potassium	160mg	Vitamine B1	0,06mg
Fibres	8,63g	Calcium	17mg	Vitamine B2	0,08mg
Acides organiques	4,88g	Fer	0,867mg	Vitamine B3	0,4mg
		Cuivre	0,092mg	Vitamine B5	0,319mg
		Zinc	0,175mg	Vitamine B6	0,171mg

TABLE CIQUAL 2012

1-5-3. Propriétés du citron :

L'étude de MARUTI *et al* (2011) montre que le zeste de citron est non seulement un astringent, mais c'est aussi un bon agent antimicrobien, inhibition de *Pseudomonas* et *Micrococcus*.

Dans le domaine agroalimentaire, l'huile essentielle du citron sert à la fabrication d'arômes alimentaires, d'essences fruitées, de boissons rafraichissantes, de liqueurs, de pâtisseries et de confiseries. Le citron a un effet alcalin, qui le rend efficace en cas de rhumatismes favorisés par l'acidité, Les flavonoïdes renforcent la paroi interne des vaisseaux sanguins et favorisent la disparition des varices et la résorption des hématomes. Le citron est un remarquable remède préventif, ses propriétés antiseptiques en font un allié précieux des personnes sujettes à l'artériosclérose, aux fièvres et aux maladies infectieuses (de l'estomac, du foie et de l'intestin) Son action sur la paroi des vaisseaux sanguins aide à prévenir les

troubles circulatoires et les saignements gingivaux, C'est également un excellent tonique efficace contre certaines maladies chroniques. (ISERIN, 2001 ; TEUSCHER, 2005).

1-6- ROSMARINUS OFFICINALIS :

1-6-1. Description botanique de la plante :

Cette plante appartient à la famille des *Labiées*. Elle se présente sous forme d'arbuste, sous arbrisseau ou herbacée (ATIK BEKKARA *et al*, 2007), mesurant environ 2m de hauteur (ISERIN, 2001).

Les feuilles sont étroitement lancéolées linéaires, friables et coriaces, les fleurs d'un bleu pâle, maculées intérieurement de violet sont disposées en courtes grappes denses s'épanouissent presque tout au long de l'année (ATIK BEKKARA *et al*, 2007).

1-6-2. Composition chimique :

L'huile essentielle du romarin (1 à 2% dans la plante) contient : de l' α -pinène (7 à 80%), de la verbénone (1 à 37%), du camphre (1 à 38%), de l'eucalyptol (1 à 35%), du bornéol (4 à 19%), de l'acétate de bornyle (jusqu'à 10%) et du camphène.

En plus de l'huile essentielle on trouve dans le romarin : 2 à 4% de dérivés triterpéniques tels que : l'acide ursolique, l'acide oléanolique, l'acétate de germanicol ; des lactones diterpéniques : picrosalvine, dérivés de l'acide carnosolique, rosmanol, rosmadial, des acides phénoliques, des acides gras hydroxylés surtout des dérivés de l'acide décanoïque, des acides gras organiques : l'acide citrique, glycolique et glycérique, des stérols, de la choline, du mucilage. (ATHAMENA, 2009).

Le criblage phytochimique de l'extrait ethanologique des parties aériennes du romarin a indiqué la présence des flavonoïdes, des tannins et des saponines, et l'absence des alcaloïdes détecté dans l'extrait aqueux. Les flavonoïdes détectés par la chromatographie sur couche mince (CCM) sont la quercétine et le kaempférol (GONZALEZ-TRUJANO *et al*, 2007).

1-6-3. Propriétés du romarin :

Le *Rosmarinus Officinalis* (romarin) fait l'objet de récentes recherches dans les domaines pharmaceutiques, cosmétiques et agro-alimentaires, il est apprécié pour ses propriétés aromatiques, antioxydantes, antimicrobiennes, antispasmodiques, emménagogues

et anti-tumorales, anti-inflammatoires et anti-ulcérogène. Largement utilisé dans les produits pharmaceutiques et en médecine traditionnelle, utilisé par voie orale, son action est stimulante sur le système nerveux. Cette plante est réputée pour activer et faciliter les fonctions digestives, en particulier le travail de la vésicule biliaire. Le romarin est souvent cultivé pour son huile aromatique et considéré utile pour contrôler l'érosion du sol. (GONZALEZ-TRUJANO *et al*, 2007 ; ATIK BEKKARA *et al*, 2007 ; AYADI *et al*, 2011)

Grâce à certains composants (carnosol, rosmaridiphénol, rosmanol et l'acide rosmarinique), le romarin est considéré comme une thérapie contre le cancer (ATIK BEKKARA *et al*. 2007).

L'étude de l'activité antibactérienne de l'huile essentielle de romarin sur des souches de bactéries gram positif et gram négatif montre que cette huile possède une activité antibactérienne surtout contre le *Staphylococcus aureus*, et *Escherichia coli*. (AYADI *et al*, 2011)

2- L'AROMATISATION DE L'HUILE D'OLIVE :

2-1- Définition de l'huile d'olive aromatisée :

Ces dernières années, de nouveaux produits à base d'huile d'olive sont apparus sur le marché, certains d'entre eux sont des huiles d'olive aromatisées aux herbes ou aux épices, c'est une nouvelle tendance dans la région méditerranéenne. Elles sont généralement préparées en faisant macérer les herbes aromatiques dans l'huile. (DAMECHKI *et al*, 2001 ; AKÇAR et GÜMÜŞKESEN, 2011).

Une «huile parfumée» peut être définie comme une huile d'olive (en général, une huile d'olive extra vierge) qui a été traitée avec des légumes, des herbes, des épices ou d'autres fruits afin d'améliorer la valeur nutritionnelle, d'enrichir les caractéristiques sensorielles et augmenter la durée de vie. Huile d'olive gourmet est un nom de fantaisie qui signifie qu'il a une qualité organoleptique supérieure. (BAIANO *et al*, 2010).

2-2- Les méthodes d'aromatisation :

Plusieurs méthodes d'aromatisation d'huile sont disponibles et le choix est très important, car la méthode d'extraction affecte à la fois l'acceptabilité et la stabilité oxydative de l'huile aromatisée. (BAIANO *et al*, 2010).

❖ L'infusion est une méthode traditionnelle de l'aromatisation d'huile. Les produits naturels contenant des composés antioxydants et la saveur tels que des herbes, des épices et des fruits, sont finement broyées et mélangées avec de l'huile et on laisse le mélange à une température ambiante pendant un temps défini et avec agitation périodique. Le mélange est ensuite filtré pour éliminer les parties pleines et prêtes à l'emploi. Quand elle est réalisée à la température ambiante, la perfusion peut prendre un certain temps (heures, mais aussi jours et mois).

❖ Pour accélérer le processus, des changements possibles de cette méthode d'aromatisation comprennent la perfusion dans des conditions de vide ou de l'azote et l'atmosphère de chauffage à température modérée ou l'extraction assisté par micro-ondes.

❖ La méthode la plus sûre pour obtenir une saveur d'une huile est représentée par le pressage à froid des olives avec des herbes, des épices ou de légumes. Le mélange est ensuite soumis à un traitement de broyage et de malaxage pour obtenir une pâte bien malaxée. À la fin, l'huile d'olive aromatisée est séparée de la pâte par pression ou centrifugation. De cette manière, les saveurs des agents aromatisants sont très bien absorbées par l'huile, le résidu de l'ingrédient aromatisant est séparé de l'huile d'olive avec les résidus et la partie aqueuse des épices est enlevée avec les grignons d'olive et l'eau végétale. Ainsi, le procédé conduit à une huile d'olive claire. (BAIANO et *al*, 2010).

❖ Les arômes et les activités antioxydantes sont généralement plus importants dans l'huile essentielle des plantes aromatiques. La distillation de ces plantes permet l'obtention d'extraits très riches en antioxydants, ce qui explique pourquoi de nombreuses techniques ont été développées afin d'extraire au mieux ces composés et de préserver les molécules antioxydantes de la dégradation ensuite. L'une de ces techniques est l'extraction assistée par ultrasons car ils permettent une extraction rapide et efficace des antioxydants, c'est une technique innovante et intéressante tant d'un point de vue qualitatif que d'un point de vue efficacité de la méthode. (VEILLET, 2010).

DEUXIÈME PARTIE
ÉTUDE EXPÉRIMENTALE

CHAPITRE I
MATÉRIEL ET MÉTHODES

I- MATÉRIEL :

1- Matériel végétale :

1-1- Huile d'olive vierge :

L'huile d'olive vierge utilisée lors de la réalisation de notre travail provient de l'huilerie moderne de la SARL TRISTARS. C'est une huile extraite par première pression à froid, avec un système d'extraction continue avec centrifugation à trois phases d'une construction suédoise : ALFA LAVAL. (Annexes 02 et 03). Les olives triturées sont de la variété Chemlal et Rougette de la Mitidja, et l'huile provient de la campagne 2011/2012.

1-2- Plantes aromatiques :

L'ail (*allium sativum*), le gingembre (*zingiber officinale*), les feuilles de laurier (*laurus nobilis*), le romarin (*rosmarinus officinalis*) et le thym (*thymus vulgaris*) ont été achetés à partir d'une source commerciale (l'ancien SOUK de BLIDA). L'ail est de variété locale. Le zeste de citron a été collecté frais d'un citronnier local.

2- Matériel de laboratoire :

-  Verrerie (annexe 04).
-  Appareillages (annexe 05).
-  Réactifs et solutions (annexe 06).

II- MÉTHODES D'OBTENTION DES HUILES D'OLIVES

AROMATISÉES :

1- TRAITEMENT DES PLANTES AROMATIQUES :

Les plantes fraîches, à savoir l'ail et le citron ont été lavés délicatement sous l'eau du robinet pour l'élimination de résidus de poussières et séchées sur papier absorbant. Les plantes ont été divisées en petites branches et l'ail a été divisé en gousses, puis pelé à la main. Le citron a été pelé à la main, la peau séparée du reste du fruit. Tous ont été immergés dans l'acide citrique à raison de 2%, afin d'éliminer les micro-organismes éventuelles (levures, moisissures et bactéries non sporulantes) pendant 2 min, puis lavés à l'eau distillée pour éliminer les résidus de l'acide citrique, et séchés à 40°C pendant 15 min dans une étuve. (AYADI et *al*, 2009 ; VEILLET, 2010).

2- PRÉPARATION DES HUILES D'OLIVE AROMATISÉES :

Les huiles d'olives aromatisées ont été préparées par méthode traditionnelle de macération. Les plantes bien lavées et séchées ont été ajoutées à l'huile d'olive vierge (placée dans des bouteilles en verre hermétiquement fermées de 25 cl), à raison de 5% (poids/volume).

Les bouteilles d'huile d'olive ont été agitées délicatement pendant 15min puis stockées dans l'obscurité (pour éviter toute oxydation) à une température ambiante du milieu (environ 25-28°C) pendant 40, 80 et 120 jours avec agitation périodique soit 2 à 3 fois par semaine. (Figure 09).

Après l'étape de macération, les plantes ont été récupérées à l'aide d'une opération de tamisage. Puis analysées le jour même.

La figure suivante est les photos des huiles d'olive aromatisée préparées :



Huile d'olive aromatisée à l'ail



Huile d'olive aromatisée au citron



Huile d'olive aromatisée au gingembre



Huile d'olive aromatisée au laurier



Huile d'olive aromatisée au thym



Huile d'olive aromatisée au

Figure 09 : huiles d'olives aromatisées (photos originales)

3- ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES :

3-1- Détermination de l'acidité libre :

La détermination de l'acidité libre, s'est faite selon la méthode officielle algérienne n° 11.95.03 équivalente à la méthode ISO 660 : 1996.

But :

Détermination des acides gras libres dans les huiles d'olive. La teneur en acides gras libres est exprimée par l'acidité calculée conventionnellement.

Principe :

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium.

Mode opératoire :

- Prélever une prise d'essai de 10g d'huile d'olive dans une fiole conique (pesée à l'aide d'une balance analytique) ;
- Dissoudre la prise d'essai dans 50ml du mélange oxyde diéthylique/ éthanol préalablement neutralisé ;
- Titrer, en agitant, avec la solution d'hydroxyde de potassium à 0,1 mole par litre jusqu'à virage de l'indicateur (coloration rose de la phénolphthaléine persistant durant au moins 10 secondes).
- Parallèlement à la détermination, effectuer un essai à blanc (Témoin).
- effectuer deux déterminations sur le même échantillon.

Expression des résultats :

L'acidité, exprimée en pourcentage en poids, est égale à :

$$V \times c \frac{M}{1000} \times \frac{100}{m} = \frac{V \times c \times M}{10 \times m}$$

Où :

V : volume, en millilitres, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée ;

c : concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée ;

M : poids molaire, en grammes par mole, de l'acide adopté pour l'expression du résultat (= 282) ;

m : poids en grammes, de la prise d'essai.

- Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

Norme :

La norme de l'acidité, préconisée par la COI (novembre 2011) est de 2% pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine.

3-2- Détermination de l'indice d'acide :

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1g de corps gras

Principe :

Principe et mode opératoire pour la détermination de l'indice d'acide sont les même que ceux de l'acidité.

Expression des résultats :

L'indice d'acide peut être calculé à partir des résultats obtenus pour la détermination de l'acidité.

L'indice d'acide est exprimé en mg d'hydroxyde de potassium/g d'huile, est égale a :

$$\frac{56,1 \times V \times c}{m}$$

Où :

56,1 : est la masse molaire, exprimée en grammes par mole, de l'hydroxyde de potassium ;

V : est le volume, en millilitres, de potassium utilisé ;

c : est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée ;

m : est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

- Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

Norme :

La norme de l'indice d'acide, préconisée par la COI (novembre 2011) est de 4 mg de KOH/g d'huile pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine.

3-3- Détermination de l'indice de peroxyde :

La détermination de l'indice de peroxyde, s'est faite selon la méthode officielle algérienne n° 11.95.04 équivalente à la méthode ISO 3960 : 2001.

But :

La détermination de l'indice de peroxyde est très importante, il nous informe sur l'état d'oxydation de l'huile d'olive

Principe :

La prise d'essai en solution dans un mélange acide acétique et chloroforme est traitée par une solution d'iodure de potassium. L'iode libéré est titré avec une solution de thiosulfate de sodium.

Mode opératoire :

- L'essai doit être réalisé sous une lumière diffuse (lumière du jour) ou artificielle.
- Peser 1,2 à 2,0 g d'huile d'olive dans une fiole d'erlenmeyer à col rodé de capacité de 250ml environ (muni d'un bouchon en verre rodé), séchées au préalable à l'aide d'un bec bunsen ou remplies d'un gaz inerte (pour dégager l'oxygène dans la fiole).
- Ajouter 10 millilitres de chloroforme. Dissoudre rapidement la prise d'essai en agitant ;

- Ajouter 15 millilitres d'acide acétique puis 1 millilitre de solution d'iodure de potassium ;
- Remettre le bouchon rapidement, agiter pendant une minute et laisser reposer pendant exactement 5 minutes à l'abri de la lumière et à une température de 15 à 25°C.
- Ajouter environ 75 millilitres d'eau distillée. En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes de l'empois d'amidon comme indicateur, titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0,01N
- Effectuer deux déterminations sur le même échantillon.
- Effectuer simultanément un essai à blanc.

Expression des résultats :

L'indice de peroxyde, exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme d'huile, est égale a :

$$\frac{(V - V_0) \times T \times 1000}{m}$$

Où :

V : est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium, utilisé pour la détermination ;

V₀ : est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium, utilisé pour l'essai à blanc ;

T : facteur de normalité exact de la solution de thiosulfate de sodium utilisée ;

m : est la masse (en grammes) de la prise d'essai.

- Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

Norme :

La norme de l'indice de peroxyde, préconisée par la COI (novembre 2011) est de 20 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine.

3-4- Détermination de l'indice de réfraction :

La détermination de l'indice de réfraction, s'est faite selon la méthode officielle algérienne n° 11.95.08 équivalente à la méthode ISO 6320 : 2000.

But :

L'indice de réfraction est le rapport de la vitesse de la lumière, à une longueur d'onde définie dans le vide à celle dans l'huile.

Principe :

Mesurage à l'aide d'un réfractomètre convenable de l'indice de réfraction de l'huile d'olive à une température constante de 20°C.

Mode opératoire :

- Étalonnage de l'appareil : vérifier l'étalonnage du réfractomètre en mesurant l'indice de réfraction de la lampe de verre selon les instructions du fabricant ou en mesurant l'indice de réfraction du laurate d'éthyle.
- Mesurer l'indice de réfraction à la température de +20° à laquelle, l'huile d'olive est complètement liquide
- Maintenir la température du prisme du réfractomètre à la valeur constante requise au moyen d'une circulation d'eau assurée par le bain d'eau.
- Contrôler la température de l'eau sortant du réfractomètre en utilisant un thermomètre de précision convenable.
- Immédiatement avant le mesurage, abaisser la partie mobile du prisme en position horizontale. Essuyer la surface du prisme avec un chiffon doux, ensuite avec un tampon d'ouate mouillé par quelques gouttes de solvant (hexane).
- Effectuer les mesurages conformément aux instructions opératoires de l'appareil utilisé.
- Lire l'indice de réfraction à 0,0001 près en valeur absolue et noter la température du prisme de l'appareil.
- immédiatement après le mesurage, essuyer la surface du prisme avec un chiffon doux, puis avec un tampon d'ouate mouillé avec quelques gouttes de solvant (hexane).
- Réaliser deux autres mesurages de l'indice de réfraction.

- Prendre comme résultat de l'essai la moyenne arithmétique des trois mesurages.

Expression des résultats :

L'indice de réfraction N_D^t à la température de référence est égale a :

$$N_D^t = N_D^{t_1} + (t_1 - t)F$$

Où :

t_1 : est la température de mesurage, en degrés Celsius ;

t : est la température de référence, en degrés Celsius et qui est de 20°C pour l'huile d'olive et qui fait partie des corps gras complètement liquides à cette température ;

F : est un facteur de correction égal à 0,00035 pour $t = 20^\circ\text{C}$;

- Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des valeurs obtenues pour les deux déterminations si la condition de répétabilité est remplie
- Noter le résultat arrondi à la quatrième décimale.

Norme :

La norme de l'indice de réfraction, préconisée par le Codex STAN 33-2009 limitée entre 1,4677 et 1,4705 pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine.

3-5- Détermination de la densité relative :

La détermination de la densité relative, s'est fait selon une méthode normaliser au laboratoire.

Principe :

La densité relative de l'huile d'olive est le quotient de la masse volumique de l'huile par la masse volumique de l'eau à une température de 20°C, elle s'exprime sans unité de mesure.

Mode opératoire :

Mesurer la densité relative à la température de 20°C à laquelle, l'huile d'olive est complètement liquide.

- Contrôler la température de l'huile d'olive étudié en utilisant un thermomètre de précision convenable.
- Verser l'huile d'olive étudiée dans une éprouvette graduée de 100ml.
- Plonger délicatement un densimètre adapté.
- Le chiffre au niveau de la ligne de flottaison indique la valeur de la densité de l'huile d'olive étudiée.

Expression des résultats :

La densité relative à 20°C est égale a :

$$D_t = \frac{\rho_1}{\rho_0}$$

Où :

t : est la température de référence, en degrés Celsius et qui est de 20°C pour l'huile d'olive et qui fait partie des corps gras complètement liquides à cette température ;

ρ₁ : densité de l'huile d'olive mesurée par le densimètre ;

ρ₀ : densité de l'eau (à 20°C la densité de l'eau est égale a 1).

Norme :

La norme de la densité, préconisée par le Codex STAN 33-2009 limitée entre 0,910 et 0,916 pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine.

3-6- Détermination de la teneur en eau :

La détermination de la teneur en eau, s'est faite selon la méthode officielle algérienne n°11.95.07 équivalente à la méthode ISO 662 : 1998.

But :

La bonne séparation de l'huile des eaux de végétation est contrôlée par la détermination de la teneur en eau.

Principe :

Chauffage d'une prise d'essai à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles, et détermination de la perte de masse.

Mode opératoire

- Bien nettoyer les capsules en porcelaine et les sécher à l'étuve, puis les refroidir dans un dessiccateur ;
- Peser $10\text{g} \pm 0.001\text{g}$ d'huile d'olive dans les capsules ;
- Maintenir la capsule contenant la prise d'essai durant une heure dans l'étuve réglée à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$;
- Laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, puis peser à 0,001 g près ;
- Répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée, mais avec des séjours successifs dans l'étuve de 30 min chacun, jusqu'à ce que la perte de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 2 mg ou 4 mg, selon la masse de la prise d'essai.

Expression des résultats :

La teneur en eau exprimée en pourcentage en masse, est égale à :

$$\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Où :

m_0 : est la masse, en grammes, de la capsule ;

m_1 : est la masse, en grammes, de la capsule et de la prise d'essai, avant chauffage ;

m_2 : est la masse de la prise d'essai, de la capsule et du résidu, après chauffage.

- Prendre comme résultat, la moyenne arithmétique de deux déterminations.
- Donner les résultats avec deux décimales.

Norme :

La norme de la teneur en eau, préconisée par la COI (novembre 2011) est de 0,2% pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine.

4- ANALYSES MICROBIOLOGIQUES :

L'huile d'olive vierge peut contenir une microflore (bactéries, levures, moisissures) due au mauvais traitement des olives lors de la cueillette ou le stockage, ou à l'absence d'hygiène lors de l'extraction. L'huile d'olive aromatisée peut aussi contenir une microflore, provenant soit de l'huile d'olive vierge elle-même mais soit des plantes aromatiques ajoutées à l'huile d'olive.

Les analyses microbiologiques ont été effectuées sur les prélèvements des huiles d'olives aromatisées et de l'huile d'olive vierge.

La méthode de dénombrement de la flore totale à 30°C a été réalisée selon une méthode interne au laboratoire et à l'aide de la méthode de dénombrement des germes totaux à 30 °C pour les poudres de lait et de lactosérum. (JORA n°32, 2004)

But :

Assurer l'absence de micro-organismes (levure, moisissure, bactéries) dans les huiles d'olive aromatisées.

Mode opératoire :

- Mettre une ampoule de Tween 80 dans 100ml d'eau distillée (Tween 80 est un émulsifiant/solubilisant "huile dans eau", il est soluble dans l'eau et permet à l'huile de bien se mélanger à l'eau. (Polysorbate 80)) ;
- Introduire ensuite aseptiquement à l'aide d'une pipette automatique avec un embout stérile, 1 ml d'huile d'olive (une dilution décimale de 10^{-1}) dans un tube à vis stérile contenant au préalable 9ml du mélange (tween+ eau distillée)
- Porter aseptiquement 1 ml dans une boîte de Pétri vide préparée à cet usage et numérotée.

- Compléter ensuite avec environ 20 ml de gélose PCA fondue puis refroidie à $45 \pm 1^\circ\text{C}$. Faire ensuite des mouvements circulaires et de va-et-vient en forme de « 8 » pour permettre à l'inoculum de se mélanger à la gélose utilisée.
- Laisser reposer les boîtes jusqu'à la solidification du milieu, les retourner et les placer dans l'étuve. Le temps qui s'écoule entre la préparation des dilutions, et la répartition de la gélose dans les boîtes ne doit pas dépasser 15 minutes.
- Changer l'embout de pipette après chaque usage.
- Faire la même technique d'analyse avec toutes les huiles d'olives aromatisées + l'huile d'olive vierge (témoin).

Incubation :

Les boîtes seront incubées couvercle en bas à $30 \pm 1^\circ\text{C}$ pendant 72 ± 2 heures.

Lecture :

On effectue le dénombrement des colonies qui se présentent sous forme lenticulaire en masse.

Norme :

La norme des critères microbiologiques, préconisée par JORA (n°35,1998) est de 10^2 pour les germes aérobies à 30°C pour les matières grasses végétales.

5- ANALYSES ORGANOLEPTIQUES :

Le COI a mis au point une méthode d'évaluation sensorielle des huiles d'olive vierges publiée au journal officiel des communautés européenne le 11 Juillet 1991 .Elle s'applique aux huiles d'olives destinées au commerce international.

L'analyse sensorielle nécessite des installations particulières, un laboratoire d'analyse avec des cabines individuelles équipées d'un matériel approprié à la détermination des critères organoleptiques de l'huile d'olive vierge. Il est réalisé par un jury qui est composé d'un groupe de dégustateurs sélectionnés et entraînés, composé de 8-12 experts. Chaque membre du jury doit déterminer les critères gustatifs de l'huile analysée et noter les résultats obtenus sur une fiche de dégustation.

Suite à l'absence de personnes qualifiées « dégustateurs », manque de matériel et laboratoire spécialisé en analyse organoleptique, notre évaluation s'est limitée à une évaluation sensorielle de personnes non qualifiées pour avoir leurs avis sur les produits préparés ainsi qu'à la détermination de l'aspect et la couleur de nos

échantillons.

5-1- Évaluation sensorielle :

Une huile d'olive aromatisée doit satisfaire aux exigences sensorielles des consommateurs.

Ainsi, l'étude de l'acceptabilité par les consommateurs est l'une des techniques les plus appropriées pour l'évaluation d'une huile aromatisée, l'évaluation a été réalisée par un comité composé de 10 membres non formés pris dans un bassin d'étudiants et les responsables de l'huilerie TRISTARS, les échantillons ont été étiquetés.

Les participants ont été invités à évaluer l'odorat, le goût et les classer dans l'ordre de leur degré d'odeur et de saveur acceptable, les dégustateurs ont utilisé l'échelle d'acceptabilité de 0 à 5 avec les désignations suivantes : pas d'odeur et de saveur, très faible, faible, moyen fort, fort et très fort.

Les échantillons des huiles d'olive aromatisées ont été présentés aux dégustateurs après 40 jours de stockage.

5-2- Détermination de l'aspect et la couleur à 20°C pendant 24 heures.

(Selon la méthode C01/T20/DOC n°15).

Définition :

C'est l'ensemble des caractères organoleptiques perçus par l'organe de la vue : la taille, la forme, la couleur, la turbidité, limpidité, fluidité, mousse et effervescence.

Principe :

Pour la détermination de l'aspect et la couleur cela consiste à observer l'aspect de l'huile d'olive après 24 heures à une température de + 20°C.

Mode opératoire :

-Peser 10 grammes d'huile dans une fiole conique ou un bécher en verre

transparent bien nettoyé et séché

–Laisser le bécher à une température de +20 °C à l'abri de la lumière pendant 24 heures.

–Après ce temps écoulé, noter l'apparence et la couleur en utilisant un arrière-plan blanc afin d'éviter toute interférence de la couleur du milieu avec la couleur réelle de l'huile.

CHAPITRE II

RÉSULTATS ET DISCUSSION

I- RÉSULTATS :

1- ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES :

1-1- Acidité libre :

La détermination de l'acidité libre par la méthode officielle algérienne n° 11.95.03 équivalente à la méthode ISO 660 : 1996, nous a permis d'obtenir les résultats notés sur le tableau VI et présentés par la figure 10.

Tableau VI : résultats de l'acidité libre des huiles d'olives étudiées exprimée en (%).

ÉCHANTILLONS	STOCKAGE (JOURS)				NORME COI, 2011
	0	40	80	120	
Huile d'olive vierge (témoin)	1,44	1,49	1,55	1,57	≤ 2 %
HO à l'Ail	1,44	1,63	1,70	1,73	
HO au Citron	1,44	1,63	1,71	1,75	
HO au Gingembre	1,44	1,80	1,89	1,91	
HO au Laurier	1,44	1,60	1,65	1,68	
HO au Romarin	1,44	1,90	1,96	1,98	
HO au Thym	1,44	1,69	1,73	1,76	

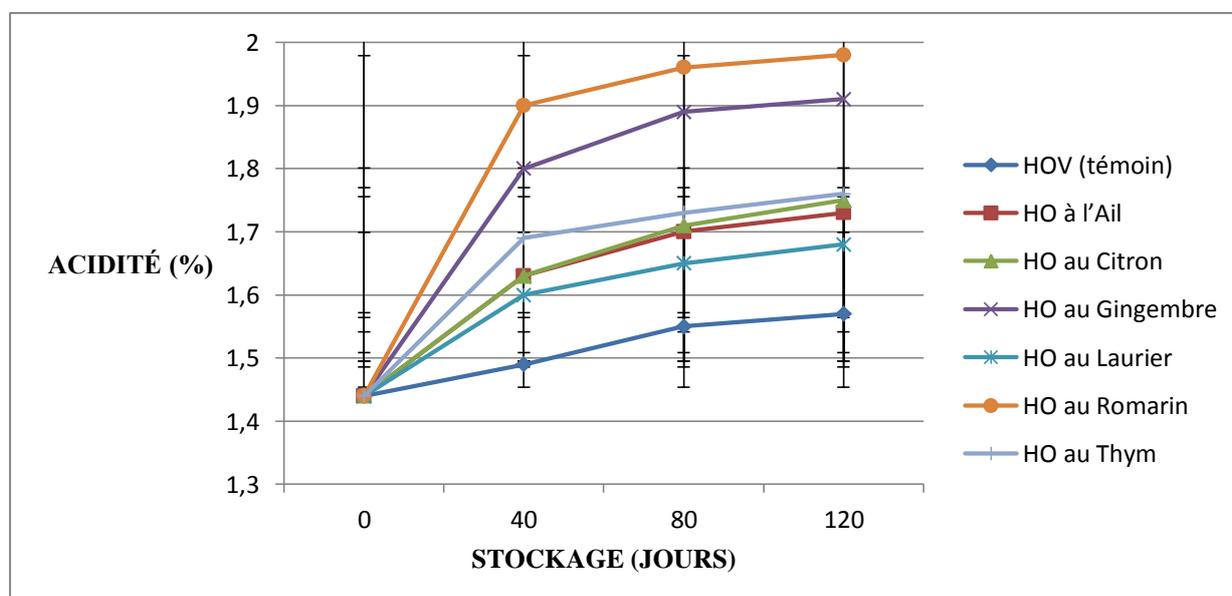


Figure 10 : Évolution de l'acidité exprimée en (%) pour les huiles d'olive aromatisées.

D'après les résultats exprimés dans le tableau VI et la figure 10, les échantillons aromatisés et non aromatisé ont montré de légères augmentations, par rapport à l'huile d'olive vierge analysée avant macération même si, après un stockage de 120 jours, ils sont restés en dessous de la limite fixée par la (COI 2011) qui est de 2% pour les huiles d'olive vierges.

Nous avons cependant remarqué une certaine stabilité au cours du 2 et 3ème mois pour les huiles aromatisées et non aromatisée. Pour les huiles d'olive aromatisées au gingembre et au romarin les taux d'acidité ont été plus au moins élevés par rapport aux autres huiles d'olive, mais ils sont restés conformes à la norme.

1-2- Indice d'acide :

L'indice d'acide nous a permis de déterminer le taux d'acide oléique résultant de l'hydrolyse des triglycérides. Les résultats sont présentés dans le tableau VII et la figure 11.

Tableau VII : résultats de l'indice d'acide des huiles d'olives étudiées exprimée en (mg/g).

ÉCHANTILLONS	STOCKAGE (JOURS)				NORME COI, 2011
	0	40	80	120	
Huile d'olive vierge (témoin)	2,85	2,9	3,04	3,12	≤4 (mg/g)
HO à l'Ail	2,85	3,25	3,36	3,44	
HO au Citron	2,85	3,2	3,40	3,47	
HO au Gingembre	2,85	3,58	3,75	3,80	
HO au Laurier	2,85	3,19	3,28	3,34	
HO au Romarin	2,85	3,79	3,90	3,93	
HO au Thym	2,85	3,37	3,43	3,50	

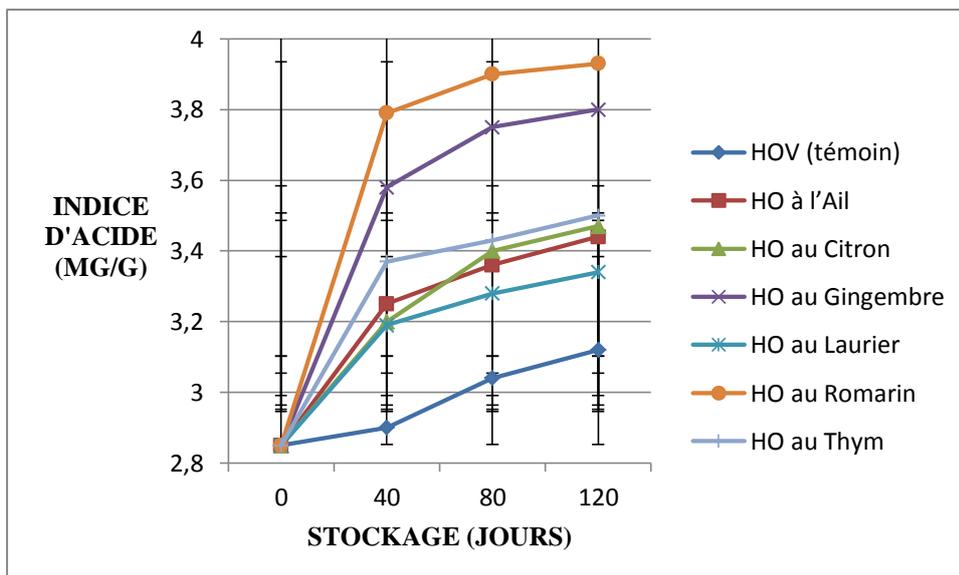


Figure11 : évolution de l'indice d'acide exprimée en (mg/g) pour les huiles d'olive aromatisées.

En ce qui concerne l'indice d'acide, les résultats exprimés dans le tableau VII et la figure 11, montrent une légère augmentation, par rapport au témoin (l'huile d'olive vierge avant stockage) avec des valeurs variant de 2,9 à 3,93mg/g. Les valeurs sont toutefois conformes à la norme, fixée par le COI 2011 qui est de 4mg d'acide pour 1g d'huile d'olive vierge propre à la consommation humaine.

1-3- L'indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde est très important, il nous informe sur l'état d'oxydation de l'huile d'olive. La détermination de l'indice de peroxyde en suivant la méthode officielle algérienne n° 11.95.04 équivalente à la méthode ISO 3960 : 2001, nous a permis d'obtenir les résultats notés sur le tableau VIII et présentés par la figure 12.

Tableau VIII : résultats de l'indice de peroxyde des huiles d'olives étudiées exprimée en (meqgO2/kg).

ÉCHANTILLONS	STOCKAGE (JOURS)				NORME COI, 2011
	0	40	80	120	
Huile d'olive vierge (témoin)	8,2	9,65	10,9	12,7	≤20meqgO2/kg
HO à l'Ail	8,2	10,7	11,8	13	
HO au Citron	8,2	10,8	12	13,5	
HO au Gingembre	8,2	10,5	11,6	12,4	
HO au Laurier	8,2	10	11,2	12	
HO au Romarin	8,2	11,1	12,5	14	
HO au Thym	8,2	10,95	12,1	13,9	

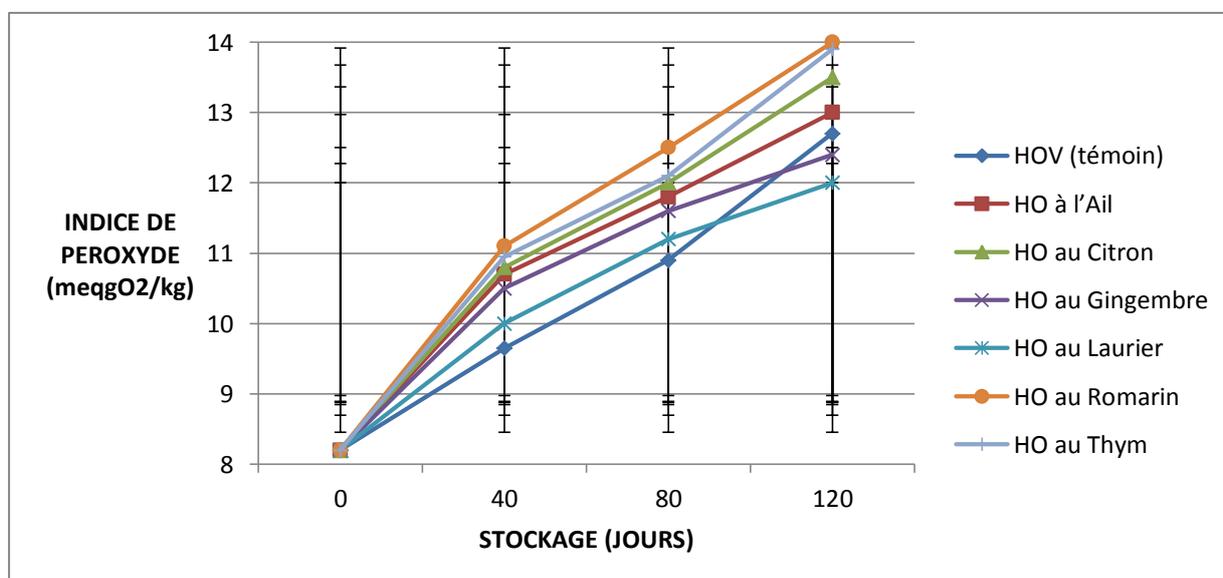


Figure 12 : évolution de l'indice de peroxyde exprimée en 20meqgO2/kg pour les huiles d'olives aromatisées.

L'indice de peroxyde (mesure de l'oxydation primaire) a augmenté dans les huiles d'olive aromatisées après 120 jours de stockage même s'il est resté dessous de la limite fixée par le COI (2011) et qui est de 20 milliéquivalents gramme d'oxygène par kilogramme d'huile d'olive vierge.

L'huile d'olive aromatisée au laurier a montré des valeurs inférieures (10 à 12meqg d'O2/kg) par rapport à l'huile d'olive vierge (témoin).

Les huiles d'olive aromatisées au romarin et au thym ont marqué des valeurs élevées variant de 10,95 à 14meqg d'O2/kg au cours de 120 jours.

1-4- Indice de réfraction :

La détermination de l'indice de réfraction en suivant la méthode officielle algérienne n° 11.95.08 équivalente à la méthode ISO 630 : 2000, nous a permis d'obtenir les résultats notés sur le tableau IX et présentés par la figure 13.

Tableau IX : résultat de l'indice de réfraction des huiles d'olives étudiées.

ÉCHANTILLONS	STOCKAGE (JOURS)				Codex STAN 33-2009
	0	40	80	120	
Huile d'olive vierge (témoin)	1,4671	1,4674	1,4675	1,4675	1,4677-1,4705
HO à l'Ail	1,4671	1,4681	1,4681	1,4682	
HO au Citron	1,4671	1,4681	1,4682	1,4681	
HO au Gingembre	1,4671	1,4687	1,4687	1,4688	
HO au Laurier	1,4671	1,4673	1,4672	1,4673	
HO au Romarin	1,4671	1,4690	1,4690	1,4691	
HO au Thym	1,4671	1,4685	1,4686	1,4686	

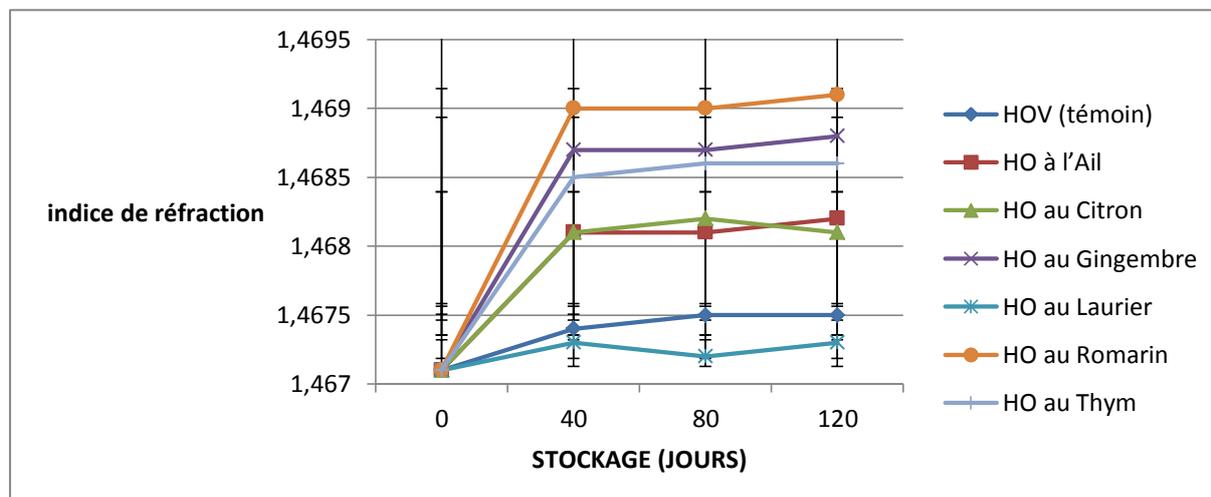


Figure 13 : évolution de l'indice de réfraction pour les huiles d'olives aromatisées.

Indices de réfractions obtenus dans le tableau IX et la figure 13 présentent des valeurs qui varient de 1,4671-1,4691. Toutes les huiles d'olive aromatisées présentent des valeurs conformes à la norme recommandée par le Codex STAN 33-2009 qui est de 1,4677-1,4705.

L'huile d'olive aromatisée au romarin a montré la valeur la plus élevée qui est 1,4690-1,4691 et l'huile d'olive aromatisée au laurier a marqué la valeur inférieure de 1,4673 par rapport au témoin 1,4674-1,4675.

Il n'y a pas de changement de l'indice de réfraction au bout de le stockage de 120 jours pour toutes les huiles d'olive aromatisées, la même remarque pour l'huile d'olive (témoin).

1-4-1. La densité relative :

La détermination de la densité relative à 20°C nous a permis d'obtenir les résultats exprimés dans le tableau X et la figure 14.

Tableau X : résultats de la densité relative des huiles d'olive étudiée

ÉCHANTILLONS	STOCKAGE (JOURS)				Codex STAN 33-2009
	0	40	80	120	
Huile d'olive vierge (témoin)	0,913	0,915	0,914	0,914	0,910-0,916
HO à l'Ail	0,913	0,913	0,912	0,912	
HO au Citron	0,913	0,912	0,911	0,911	
HO au Gingembre	0,913	0,911	0,910	0,910	
HO au Laurier	0,913	0,912	0,911	0,911	
HO au Romarin	0,913	0,910	0,910	0,910	
HO au Thym	0,913	0,910	0,910	0,910	

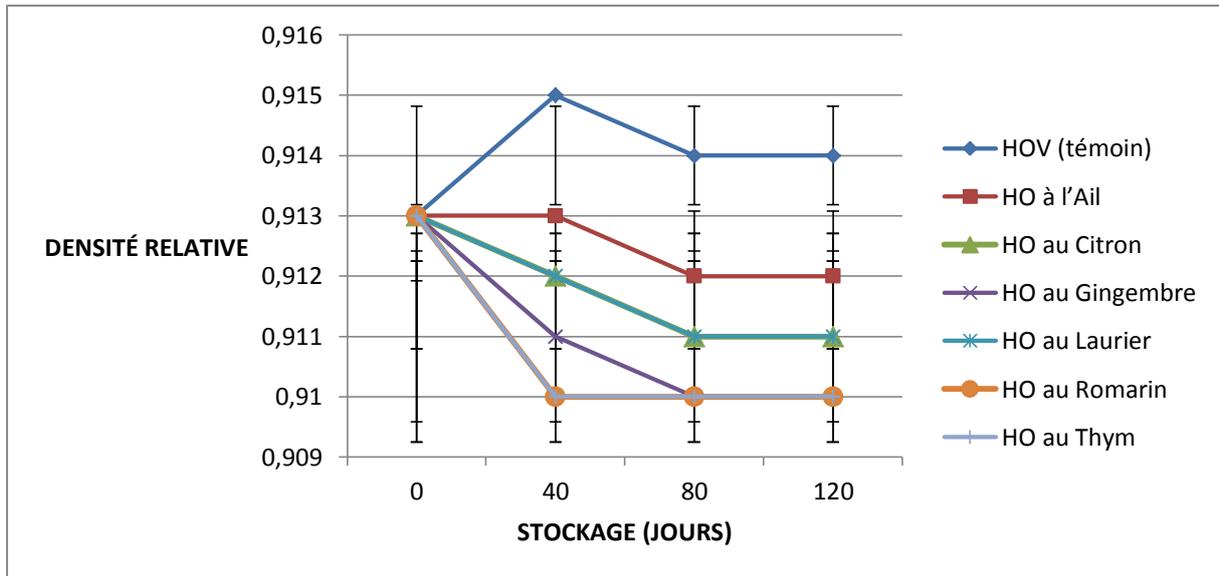


Figure 14 : évolution de la densité relative pour les huiles d'olives aromatisées.

Les résultats obtenus dans le tableau X et la figure 14 présentent des valeurs qui varient de 0,910-0,915. Toutes les huiles d'olive aromatisées et non aromatisée sont conformes à la norme recommandée par le Codex STAN 33-2009 qui est de 0,910-0916.

Les densités des huiles d'olive aromatisées au romarin et au thym sont restés stables après 40 jours et pour les autres huiles, elles ont augmenté jusqu'au 40^e jour de conservation avant de diminuer de 0,01 pour le reste.

1-4-2. La teneur en eau :

La détermination de la teneur en eau en suivant la méthode officielle algérienne n°11.95.07 équivalente à la méthode ISO 662 : 1998, nous a permis d'obtenir les résultats exprimés dans le tableau XI et la figure 15.

Tableau XI : les résultats de la teneur en eau des huiles d'olive étudiée exprimée en (%).

ÉCHANTILLONS	STOCKAGE (JOURS)				NORME COI, 2011
	0	40	80	120	
Huile d'olive vierge (témoin)	0,1	0,1	0,1	0,1	≤0,2 %
HO à l'Ail	0,1	0,19	0,19	0,19	
HO au Citron	0,1	0,18	0,18	0,18	
HO au Gingembre	0,1	0,19	0,19	0,19	
HO au Laurier	0,1	0,13	0,13	0,13	
HO au Romarin	0,1	0,19	0,19	0,19	
HO au Thym	0,1	0,11	0,11	0,11	
HO au Thym	0,1	0,11	0,11	0,11	

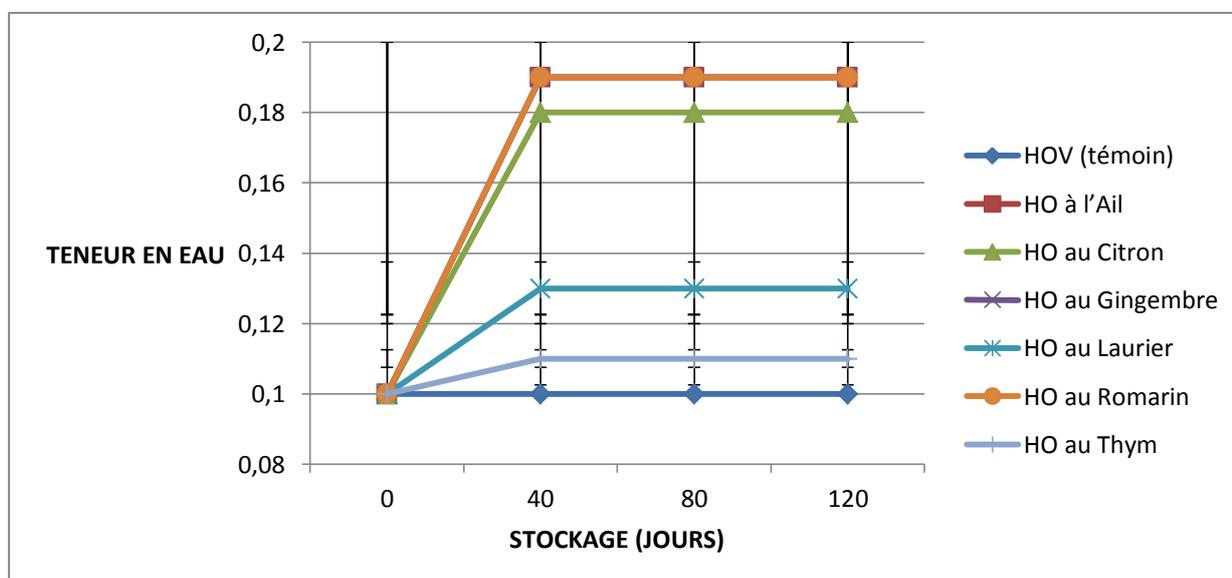


Figure 15 : évolution de la teneur en eau exprimé en pourcentage pour les huiles d'olives aromatisées.

Les résultats obtenus dans le tableau XI et la figure 15 présente des valeurs qui varient de 0,1-0,19%. Toutes les huiles d'olive aromatisées ont des teneurs en eau conformes à la norme recommandée par le COI (2011) qui est de 0,2%. Toutes les huiles d'olive aromatisées et l'huile d'olive (témoin) sont restées stables après 40 jours.

2- ANALYSES MICROBIOLOGIQUES :

La méthode de dénombrement des germes totaux à 30°C, nous a permis d'obtenir les résultats exprimés dans le tableau XII.

Tableau XII : les résultats d'analyse microbiologique des huiles d'olive étudiées

ÉCHANTILLONS	FLORE TOTALE			Norme JORA n°35, 1998
	40	80	120	
Huile d'olive (témoin)	Abs	Abs	Abs	10²
HO à l'Ail	Abs	Abs	Abs	
HO au Citron	Abs	Abs	Abs	
HO au Gingembre	Abs	Abs	Abs	
HO au Laurier	Abs	Abs	Abs	
HO au Romarin	Abs	Abs	Abs	
HO au Thym	Abs	Abs	Abs	

*Abs : Absence.

On note une absence totale de la flore dans toutes les huiles d'olive aromatisées ainsi que dans le témoin durant les 120 jours de conservation.

3- ANALYSES ORGANOLEPTIQUES :

3-1- Évaluation sensorielle :

Les résultats des appréciations des consommateurs sont exprimés dans le tableau XIII.

Tableau XIII : résultats de l'acceptabilité des huiles d'olive aromatisées étudiées.

ÉCHANTILLONS	ACCEPTABILITÉ	ODEUR	SAVEUR
HO à l'Ail	5	Très fort	Piquant
HO au Citron	4	Fort	Acide
HO au Gingembre	3	Moyen fort	piquant
HO au Laurier	2	Faible	Amère
HO au Romarin	3	Moyen fort	Piquant
HO au Thym	5	Très fort	Piquant

Les résultats obtenus d'après une analyse de dégustation ont montré que l'huile d'olive aromatisée à l'ail et au thym est les plus appréciées par les consommateurs. L'odeur a été très forte dans l'huile d'olive à l'ail et au thym, forte dans l'huile au citron, moyen fort dans le gingembre et le romarin et faible dans le laurier.

La plupart des plantes aromatiques ont donné une saveur piquante à l'huile d'olive (ail, gingembre, romarin et thym). Le citron a donné une saveur peu acide et le laurier une saveur amère.

3-2- Détermination de l'aspect et la couleur à 20°C pendant 24 heures :

L'observation visuelle de nos différents échantillons nous a permis d'obtenir les résultats présentés sur le tableau XIV.

Tableau XIV: résultats de l'aspect et la couleur des huiles d'olive étudiées :

ÉCHANTILLONS	ASPECT	COULEUR	NORME COI (2011)
Huile d'olive (témoin)	Limpide	Jaune verdâtre	Limpide Jaune-vert
HO à l'Ail	Trouble	Jaune clair	
HO au Citron	Trouble	Jaune clair	
HO au Gingembre	Trouble	Jaune clair	
HO au Laurier	Limpide	Jaune verdâtre	
HO au Romarin	Limpide	Vert	
HO au Thym	Limpide	Vert	

D'après les résultats obtenus dans le tableau XIV les huiles d'olive aromatisée à l'ail, au citron et au gingembre ont présenté un aspect trouble. Par contre, le reste des huiles d'olive aromatisées et le témoin ont présenté un aspect limpide.

Les couleurs de nos huiles varient de jaune claire à vert. La norme recommandée par la COI (2011) est limitée de la couleur jaune clair à vert et aspect limpide pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine.

II- DISCUSSION :

Au début de l'étude expérimentale, l'huile d'olive vierge utilisée pour la préparation des huiles d'olive aromatisées présentait des caractéristiques typiques d'une huile de bonne qualité : acidité 1,44% d'acide oléique, indice d'acide 2,85mg/g d'huile, indice de peroxyde 8,2meqg d'O₂/kg, indice de réfraction 1,4671, densité relative 0,913 et de teneur en eau 0,1% ainsi une bonne qualité organoleptique.

Les paramètres décrits précédemment ont subi plusieurs changements conséquence de l'aromatisation et du stockage.

L'acidité est le plus ancien paramètre utilisé pour évaluer la qualité de l'huile d'olive. Car elle est étroitement liée à la qualité des matières premières et représente l'étendue des activités hydrolytiques. L'excellente qualité de l'huile d'olive vierge est l'aboutissement d'un processus qui commence par l'arborescence et se termine dans la bouteille. Ainsi, il est nécessaire de prendre soin de chaque étape du processus et des facteurs qui peuvent influencer sur sa durée de vie commerciale (oxygène, la lumière, la température et métaux) conduisant à une détérioration de la qualité à la suite de dégradations oxydatives et à l'hydrolyse. (TAJWEED, 2012).

L'acidité élevée des huiles d'olive est le résultat d'une oxydation poussée qui se traduit par un rancissement de ces huiles. Ce phénomène d'oxydation est le résultat de la dégradation des acides gras libre qui résultent de l'action des lipases sur les triglycérides, ou de toute autre activité hydrolytique de ces triglycérides pouvant se produire avant, pendant ou après la trituration des olives. (CHIMI, 2001).

L'acidité des huiles d'olive aromatisées étudiées exprimée dans le tableau VIII et illustrée dans la figure 18 varie de manière significative ($p < 0,05$) avec l'ajout des plantes aromatiques. Ce résultat est en accord avec ceux obtenus par AYADI et *al*, (2009) qui ont trouvés que les plantes aromatiques ajoutées à l'huile d'olive extra vierge ont augmenté les taux d'acidité de manière significative.

L'augmentation de l'acidité au cours des 120 jours de conservation est le résultat de réactions d'hydrolyse qui se poursuivent à température ambiante du milieu, en présence d'eau des plantes non séchées.

La présence de particules pouvant être le support d'enzymes hydrolytiques expliquerait l'hydrolyse accélérée des huiles. C'est la même conclusion de LECHAT et *al* (2005) après l'étude de l'évolution des paramètres de qualité de l'huile d'olive au cours du stockage.

L'oxydation de l'huile d'olive commence après que les olives soient cueillies de l'arbre, et continue pendant le stockage des fruits et leurs traitements. Les premiers produits formés par l'attaque de l'oxygène, activée sur les doubles liaisons des chaînes d'acides gras, sont des composés peroxydés instables, et des hydroperoxydes dont la structure va dépendre de la nature des acides gras attaqués (acides mono-, di- tri- ou polyinsaturés). (CECCHI et *al*, 2006).

Durant le stockage de l'huile d'olive, l'oxydation continue sous forme de mécanisme radical qui est soutenu par l'oxygène contenu dans l'espace libre des dépôts ou dissous dans l'huile. De plus, il a été démontré dans d'autres études, qu'il n'y a aucune différence entre les huiles d'olive extraites par les procédés de centrifugation et de presse. (BENABID, 2009).

L'oxydation des huiles d'olives vierges résultent de l'auto-oxydation et de la photo-oxydation. L'auto-oxydation dépend de plusieurs facteurs qui sont, entre autres, le degré d'insaturation de l'huile, les acides gras libres, la présence de traces métalliques et d'eau, l'emballage utilisé, la température ambiante, l'oxygène de l'atmosphère et l'exposition à la lumière du jour pour les emballages transparents. En revanche, la photo-oxydation est affectée par la quantité totale de pigments chlorophylliens et d'antioxydants naturels (bêta carotène, tocophérols, phénols) contenus dans l'huile d'olive vierge. (BEN TEKAYA et HASSOUNA, 2005).

L'indice de peroxyde des huiles d'olive aromatisées étudiées exprimé dans le tableau VIII et illustré dans la figure 12, ne varie pas de manière significative avec l'ajout des plantes aromatiques, l'augmentation de l'indice de peroxyde au cours de 120 jours de conservation est dû à la durée de macération prolongée. Néanmoins, l'ajout de ces plantes a également déterminé un enrichissement en composés antioxydants qui, en limitant la formation d'hydroperoxydes, a ralenti l'oxydation.

Les résultats obtenus dans notre étude étaient inférieurs à ceux rapportés par GAMBACORTA et *al* (2007), en raison des bonnes conditions de stockage.

L'huile d'olive étaient stockée dans des bouteilles en verre hermétiquement fermés avec un volume d'air de 1ml et à l'obscurité à une température ambiante (25-28°C), ces conditions de stockage a permis à PRISTOURI et ces collaborateurs (2010) d'obtenir une meilleure qualité de l'huile d'olive extra vierge durant 6 mois de stockage.

L'indice de réfraction dépend de l'insaturation et peut être utilisé en tant que paramètre de commande facilement accessible à des procédés d'hydrogénation. L'indice de réfraction d'une huile végétale est un test simple pour l'identité et la pureté de l'huile. Il dépend de la température et de la structure des acides gras d'ester de glycérol. (GUNSTONE, 2011).

L'indice de réfraction des graisses et des huiles est une caractéristique importante en raison de la facilité et la rapidité avec laquelle il peut être déterminé avec précision, un peu de quantité d'échantillon nécessaire, et sa relation avec la structure. Il est utile pour l'identification de source d'huile, pour l'observation de progrès des réactions rapidement. À quelques exceptions près les relations générales entre l'indice de réfraction et la composition d'un produit huileux sont les suivants : indices de réfraction augmentent avec la longueur de chaîne, augmentent à mesure que le nombre de double liaison augmente, sont plus élevés pour les triglycérides que pour les acides gras, et sont plus élevés pour monoglycérides que pour les triglycérides correspondants. Les indices de triglycérides mixtes sont proches de triglycérides simples correspondants.

Les valeurs d'indice de réfraction diminuent à mesure que la température augmente. (GUNSTONE, 2002).

L'indice de réfraction des huiles d'olive aromatisées étudiées exprimé dans le tableau IX et illustré dans la figure 13 ne varie pas de manière significative avec l'ajout des plantes aromatiques, ils sont restés à peu près constants après les 40 jours de conservation.

D'après les résultats des indices d'acides, l'huile d'olive vierge avait une valeur inférieure par rapport aux huiles d'olive aromatisées ce qui veut dire que l'hydrolyse des triglycérides était plus importante, on peut dire que c'est la cause pour laquelle les valeurs de l'indice de réfraction des huiles d'olive aromatisées été inférieures par rapport à l'huile d'olive vierge (témoin). D'après SHAHIDI (2005) les triglycérides ont des indices de réfraction plus élevés que ces acides gras libres constitutifs.

La densité relative est considérée comme un critère physique qui permet le contrôle de la pureté de l'huile extraite et elle dépend de la composition en acides gras, les composants mineurs et la température de l'huile végétale. (SHAHIDI, 2005).

La densité des matières grasses augmente avec l'insaturation, mais diminue avec l'augmentation du poids moléculaire et presque linéaire avec la température. (GUNSTONE, 2011).

La densité relative des huiles d'olive aromatisées étudiées exprimée dans le tableau X et illustrée dans la figure 14 ne varie pas de manière significative avec l'ajout des plantes aromatiques, la densité des huiles d'olives aromatisées a diminué au cours des 120 jours de conservation par rapport à l'huile d'olive vierge (témoin).

Nos résultats sont similaires aux résultats de TAJWEED (2012) qui a obtenu des valeurs de 0,911-0,913 après 6 mois de stockage avec des températures variables et il a estimé que la légère différence entre les valeurs est probablement due à l'influence de certaines caractéristiques structurelles sur la viscosité (composition en acide gras de l'huile d'olive).

Une teneur élevée en eau est due à une mauvaise séparation de l'huile des eaux de végétation lors de la décantation ou la centrifugation et/ou l'utilisation de grandes quantités d'eau lors de malaxage, environ 40% à 50% d'eau sont ajoutés ; ceci pourra permettre d'avoir une incidence sur la qualité de l'huile en formant un milieu de développement microbien et d'action enzymatique qui génèrent des phénomènes d'hydrolyse et d'oxydation. (BENOUARET, 2010).

Dans nos résultats, le taux d'humidité dans l'huile d'olive vierge témoin indique une bonne séparation de l'huile d'olive et de l'eau de végétation lors de l'extraction. Les valeurs des huiles d'olive aromatisées ont augmenté légèrement durant les 40 jours de conservation, après il a eu une stabilité par la suite. L'augmentation du taux d'humidité est due probablement à la teneur en eau des plantes aromatiques fraîches, puisque l'ail contient 620 à 680 mg/g d'eau (MENDEZ LAGUNAS, 2007), le gingembre frais est assez riche en eau (85%) (SHIRIN et JAMUNA, 2010), le zeste de citron contient 81,6g/ 100g (TABLE CIQUAL, 2012) et les feuilles fraîches du romarin contiennent 67% d'eau (ATHAMENA, 2009).

D'après CIAFARDINI et *al*, (2004a) ils ont démontrés que les micro-organismes présents sur les fruits sont capables de migrer dans l'huile où ils rejoignent les matières en suspension tout en restant viables pour de nombreux mois.

Ces micro-organismes, principalement des levures, sont capables de modifier les caractéristiques chimiques de l'huile à travers la production de plusieurs enzymes hydrolytiques. Il a également connu une expansion rapide sur le marché des huiles d'olive enrichies en produits aromatiques, commercialisés comme l'huile d'olive aromatisée, dont l'habitat est modifié différemment selon l'ingrédient utilisé.

CIAFARDINI et *al*, (2004b) ont confirmé leur hypothèse d'avoir des microorganismes dans l'huile d'olive aromatisées. Des levures, moisissures ont été trouvées dans les huiles d'olives aromatisées au piment rouge, origan, citron et absence totale des microorganismes dans l'huile à l'ail grâce à l'activité antimicrobienne de l'ail.

Dans nos résultats, l'absence de tous les microorganismes recherchés est probablement due au bon traitement de ses plantes aromatiques avant la préparation des huiles aromatisées et ceci explique aussi que l'huile d'olive est un milieu hostile pour les bactéries et que les plantes aromatiques utilisées ont des activités antimicrobiennes.

L'analyse sensorielle a été réalisée après 40 jours de conservation. Les dégustateurs ont été en mesure de reconnaître la plante ajoutée dans chaque huile.

Dans l'huile aromatisée à l'ail, les dégustateurs ont détecté le goût fruité et piquant, une très forte odeur. En outre un faible goût et odeur dans l'huile aromatisée au laurier.

L'huile aromatisée au citron a aussi donné un bon goût un peu acide avec une forte odeur du citron et presque absence totale du goût de l'huile d'olive.

L'huile aromatisée au romarin et au gingembre ont donné une odeur moyenne et un goût piquant. Les dégustateurs ont aussi apprécié l'huile aromatisée au thym avec une très forte odeur et goût piquant et fruité.

AKÇAR et *al* (2011) ont effectué un test de préférences des consommateurs avec des huiles aromatisées à l'ail, basilic, orange amère, origan et romarin. Les panélistes ont préféré les huiles d'olive aromatisées avec 0,05% d'arôme naturel d'origan et 0,07% de basilic,

d'arômes de romarin et d'orange amère, les huiles d'olive aromatisées avec 20% d'extrait d'origan et de 40% de basilic et l'extrait de piment.

L'intensité de la couleur est généralement un caractère variétal, mais qui peut être influencée par le procédé d'extraction.

La couleur jaune est due au broyage d'olive à complète maturité.

La couleur verte des huiles est due à la présence de feuilles en trop grande quantité lors de l'extraction. (BENOUARET, 2010).

L'aspect limpide de nos huiles est un signe de leur pureté et cela est le résultat d'un bon effeuillage, lavage et séparation des phases, d'où l'élimination des impuretés susceptibles d'interférer dans l'aspect de l'huile extraite (AHMADI et KHELIFI, 2011).

L'évaluation de la couleur des huiles est donnée par les pigments végétaux, la couleur jaune intense et jaune est respectivement traduite par leurs richesses en pigments caroténoïdes, tandis que la présence de la couleur verdâtre signifie une huile riche en pigments chlorophylliens. (ACHOUR, 2007).

Dans nos résultats les huiles d'olive aromatisées au citron, ail et gingembre ont un aspect trouble causé par la présence de nombreuses particules solides et liquides en suspension dans la masse grasse. (CIAFARDINI et *al*, 2004).

Par contre l'huile d'olive vierge ainsi les huiles d'olive aromatisées au laurier, au romarin, et au thym ont présenté un aspect limpide.

La couleur des huiles aromatisées à l'ail, citron et le gingembre a viré au jaune clair.

Les huiles aromatisées au romarin et au thym ont viré au vert.

Le laurier n'a pas changé ni l'aspect ni la couleur de l'huile d'olive vierge.

CONCLUSION

CONCLUSION

L'huile d'olive vierge est synonyme de santé et symbole de qualité. Une qualité sur laquelle il faut insister lors de son contrôle et de sa conception, non pas comme un acte isolé mais comme un processus obligatoire. Un processus qui commence déjà dans le verger et sur l'arbre, qui continue par la cueillette et la sélection des meilleurs produits et qui finit par le conditionnement, l'étiquetage de garantie, la promotion dans les circuits de distribution et de commercialisation.

L'aromatisation de l'huile d'olive se fait très majoritairement par des plantes méditerranéennes telles que le thym, le romarin et le laurier. Ces produits sont très prisés par les consommateurs, ils permettent aux oléiculteurs non seulement de diversifier leur gamme mais surtout d'avoir des produits à forte valeur ajoutée qui se vendent donc plus facilement.

Dans la présente étude, notre objectif s'est basé sur l'étude du changement des paramètres physico-chimique d'huiles d'olive après aromatisation par des plantes aromatiques.

À la lumière des résultats obtenus, nous concluons que :

L'analyse de l'acidité des huiles d'olive aromatisées montre que l'incorporation des plantes aromatiques n'a pas influencé ce paramètre. L'huile d'olive a gardé son appartenance à la catégorie « huile d'olive vierge » durant les 120 jours de conservation.

Toutes les plantes aromatiques ajoutées, ont des activités antioxydantes qui leur ont permis de freiner la formation de produit d'oxydation primaire (peroxyde). Cela a été observé par l'analyse d'indice de peroxyde qui n'a pas dépassé 14meqg d'O₂/kg durant les 120 jours. Aussi ce résultat signe d'une bonne conservation fait ressortir le respect des conditions de stockage.

Parmi les plantes aromatiques, le laurier et le gingembre semblent avoir une activité antioxydante plus élevée que le romarin et le thym.

Sur le plan des caractéristiques microbiologiques, les résultats indiquent que toutes les huiles aromatisées analysées sont restées des huiles de qualité microbiologique satisfaisante, ce qui est probablement dû aux propriétés antimicrobiennes des plantes aromatiques et de l'huile d'olive vierge.

L'ajout des plantes aromatiques a amélioré les caractéristiques sensorielles de l'huile d'olive vierge. Toutes les huiles aromatisées ont été jugées comme acceptables par les

consommateurs à l'exception de celle parfumée au laurier.

De par leurs caractéristiques sensorielles et nutritionnelles et leur durée de conservation plus longue. Les huiles d'olive aromatisées pourraient représenter un produit avec une grande valeur ajoutée.

D'autres études sont actuellement en cours pour améliorer la technologie de production des huiles aromatisées.

Il serait intéressant que cette étude soit élargie sur un nombre plus élevé de produits et réaliser d'autres analyses telles que le dosage des composés mineurs de fraction insaponifiables (tocophérols, les chlorophylles, les caroténoïdes, les composés phénoliques).

L'aromatisation des huiles d'olives vierges par des huiles essentielles de plantes aromatiques préférable, extraite par ultrason ou par arôme naturel.

Une durée de conservation plus prolongés pour une meilleure caractérisation de l'influence d'extrait de plantes aromatiques à l'huile d'olive.

RÉFÉRENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

ACHOUR K., 2007 Influence des techniques de trituration sur certaines propriétés physico-chimiques de l'huile d'olive. Mémoire d'ingénieur d'état en Agronomie. Université SAAD DAHLEB BLIDA. 91p.

AHMADI I., KHELIFI S., 2011. Étude Comparatives des huiles d'olives Algériennes, cas d'une région saharienne (El Oued). Mémoire d'ingénieur d'état en biologie. Université SAAD DAHLEB BLIDA. 50p.

AKÇAR H. H., GÜMÜŞKESEN A. S. 2011. Sensory Evaluation of Flavored Extra Virgin Olive Oil. GIDA Turkiye. Vol 36. N° 5. p249-253.

ALLOUN Dj., 1974. L'oléiculture Algérienne. L'olivier. Revue options méditerranéennes. N° 24. Ed CIHEAM. Paris. p 45.

AMANI G.G., TETCHI F.A. AND AISSATOU COULIBALY. 2004. Propriétés Physico-Chimiques De L'amidon De Gingembre (*Zingiber Officinale Roscoe*) De Côte d'Ivoire. TROPICULTURA. Vol. 22. N°2. P 77-83.

ANGEROSA F., BASTI C. and VITO R. 1999. Virgin olive oil volatile compounds from lipoxygenase pathway and characterization of some Italian cultivars. *J. Agric Food Chem*, Vol 47. N° 3. p9-836.

ANGEROSA F., SERVILI M., SELVAGGINI R. TATICCHI A., ESPOSTO S. AND MONTEDORO G. F. 2004. Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality. *Journal of chromatography*. Vol 1054. p.17-31.

APARICIO R. et LUNA G. 2002 Characterisation of monovarietal virgin olive oils. *European Journal Of Lipid Science And Technology*. Vol 104. N° 9-10. p.1-12.

ARGENSON C., REGIS S., JOURDAIN J.M. et VAYASSE P., 1999. L'olivier. Ed. CTIFL. 204p.

ATHAMENA S. 2009. Étude Quantitative Des Flavonoïdes Des Graines De Cuminum Cyminum Et Les Feuilles De Rosmarinus Officinalis Et L'évaluation De L'activité Biologique. Mémoire Présenté Pour L'obtention Du Diplôme De Magister En Biochimie Appliquée. Université El-Hadj Lakhdar-Batna. P7-10.

ATIK BEKKARA F., BOUSMAHA L., TALEB BENDIAB S.A., BOTI J.B. et CASANOVA J. 2007. Composition chimique de l'huile essentielle de Rosmarinus Officinalis L poussant à l'état spontané et cultivé de la région de Tlemcen. *Biologie & Santé* vol. 7. n° 1. P6-11.

AYADI M.A., GRATI-KAMOUN N., ATTIA H. 2009. Physico-chemical change and heat stability of extra virgin olive oils flavoured by selected Tunisian aromatic plants. *Food and Chemical Toxicology*. Vol. 47. N° 10. P2613-2619.

AYADI S., JERRIBI C., ABDERRABBA M. 2011. EXTRACTION ET ETUDE DES HUILES ESSENTIELLES DE Rosmarinus Officinalis Cueillie DANS TROIS REGIONS DIFFERENTES DE LA TUNISIE. *Journal De La Société Algérienne De Chimie*. Vol 21. N°1. P 25-33.

BADRELDIN H.A., GERALD.B. MUSBAH O.T., NEMMAR A., 2008. Some phytochemical, pharmacological and toxicological propertes of ginger (*zingiber officinale*

Roscoe) : A review of recent research. Food and chemical toxicology. Vol.46. N°2 P.409-420.

BAIANO A., GAMBACORTA G. AND LA NOTTE E. 2010. Aromatization of Olive Oil. Transworld Research Network. Vol. 37/661. n°2. p 1-29.

BENABID H., 2009. Caractérisation de huile l'olive Algérienne Apports des méthodes chimioéthiques. Thèse de Doctorat en sciences spécialité : sciences alimentaires. Université MENTOURI de Constantine (INATAA).p10-66.

BENLEMLIH.M et GHANAM J., 2012. Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé. Ed MEDICATRIX. Paris P.130.

BENOUARET H., 2010. Évaluation de la qualité de quelques huiles d'olives vierges Algérienne. Mémoire d'ingénieur d'état en Biologie. Université SAAD DAHLEB BLIDA. 69p.

BEN TEKAYA I. et HASSOUNA M. 2005. Étude De La Stabilité Oxydative De L'huile D'olive Vierge Extra Tunisienne Au Cours De Son Stockage. Revue OCL. Vol. 12. N° 5. P447-454.

BEN TEKAYA I., HASSOUNA M., 2007. Effets des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. Revue OCL. Vol. 14 N° 1. P 60-67.

BOUHADJRA K., 2011. Étude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Thèse de magister en chimie. Université Mouloud Mammeri, TIZI-OUZOU. 94p.

BOUHDID S., IDAOMAR M., ZHIRI A., BAUDOUX D., SKALI N.S and ABRINI J. 2006. Thymus essential oils: chemical composition and in vitro antioxidant and antibacterial activities. Biochimie, Substances Naturelles et environnement. Congrès International de Biochimie. AGADIR. Vol .09 .p 324-327.

BOUSKOU D. BLEKAS G. TSIMIDOU M., 2006. Olive Oil composition in : Olive oil chemistry and technology Ed AOCS press Greece . P.41-63.

CECCHI T., DE MARCO C., PASSAMONTI P. and PUCCIARELLI F. 2006. Analytical Definition Of The Quality Of Extra-Virgin Olive Oil Stored In Polyethylene Terephthalate Bottles. Journal Of Food Lipids. Vol. 13. P251-258.

CHIMI H. 2001. Qualité Des Huiles D'olive Au Maroc. Bulletin Mensuel D'information Et De Liaison. PNTTA. N°79. 4p.

CHIMI.H., 2002. Séminaire international sur l'olivier. Amélioration de la qualité de l'huile d'olive. Restructuration et modernisation des unités trituration des olives. INRA Maroc. Marrakech. P.335-351.

CHIMI H, 2006. Technologie d'extraction de l'huile d'olives et gestion de sa qualité ; bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA N°141. 4p.

CHIMI H., OUAOUICH A., 2007. Guide du producteur de l'huile d'olive. ONUDI. Vienne. P.13.

CIAFARDINI G., CIOCCIA G., PECA G., ZULLO B.A. (2004a). Transfer of Selected Yeasts To Oil Through Olive Inoculation. Dans Micro-Flore Des Huiles D'olive Vierge. Qualit'olive Afidol. Juillet/Août 2005. P1-4.

CIAFARDINI G., ZULLO B.A., PECA G. (2004b). Presence of Microorganisms in Flavoured Extra Virgin Olive Oil. Annals Of Microbiology. Vol.54. N° 2. P161–168.

COI, 2006. L'oléiculture en Algérie. E.108/Doc. N°4. COI. p1-4.

COI(a), 2011. Newsletter Marché. N°53. p1-2.

COI(b), 2011. Newsletter Marché N°52. p1.

COI, 2012 Production et consommation mondiale de l'huile d'olives.

DAMECHKI M., SOTIROPOULOU S. AND TSIMIDOU M. 2001. Antioxidant And Pro-Oxidant Factors In Oregano And Rosemary Gourmet Olive Oils. Grasas Y Aceites Vol. 52. Fasc. 3-4. p 207-213.

DELPLANQUE. B., JUSSELIN I, LEROY B., MOTTA C., 1999 Intérêt nutritionnel des huiles d'olive. Revue OCL. Vol 6. N°1. P.86-93.

DEMIR V., GUHAN T., YAGCIOGLU A.K., DDEGIRMENCIOGLU A. 2004. Mathematical modeling and the Determination of some Quality Parameters of Air-dried Bay leaves. Biosystems Engineering. Vol 88. N° 3. P325-335.

ELEAZU C. O. AND ELEAZU K. C. 2012. Physico-Chemical Properties and Antioxidant Potentials of 6 New Varieties of Ginger (*Zingiber Officinale*). American Journal of Food Technology. Vol. 7. N° 4. P 214-221.

FAIVRE F., LE JEUNE R., STAUB H., GOETZ P. 2006. *zingiber officinale* Roscoe phytothérapie. Vol.4 N°2. P.99-102.

GAMBACORTA G., FACCIA M., PATI S., LAMACCHIA C., BAIANO A. and LA NOTTE E. 2007. Changes In The Chemical And Sensorial Profile Of Extra Virgin Olive Oils Flavored With Herbs And Spices During Storage. Journal Of Food Lipids. Vol. 14. P202-215.

GIGON F. 2012. Le gingembre, une épice contre la nausée. Phytothérapie. Vol.10 N°2 P.87-91.

GONZALEZ-TRUJANO M.E., PEÑA E.I., MARTINEZ A.L., MORENOA J., GUEVARA-FEFER P., D'ECIGA-CAMPOS M., L'ÓPEZ-MUNOZ F.J. 2007. Evaluation of the Antinociceptive Effect of *Rosmarinus Officinalis* L. Using Three Different Experimental Models in Rodents. Journal of Ethnopharmacology. Vol 111. N° 3. p 476–482.

GUERFEL M., MANSOUR M.B., OUNI Y., GUIDO F., BOUJNAH D. AND ZARROUK M., 2012. Chemical composition of Virgin olive oils from the Chemlali cultivar with regard to the method of the olive tree propagation. Grasas Y Aceites. 63 (3). p290-295

GUNSTONE F. 2002. Vegetable Oils in Food Technology: Composition, Properties And Uses. Blackwell Publishing. Oxford. P40-210.

GUNSTONE F. 2011. Vegetable Oils in Food Technology: Composition, Properties And Uses. Blackwell Publishing. Oxford. P88-149.

HARRIS J.C., COTT RELL S.L., PLUMMER S., LLOYD D., 2001. Antimicrobial properties of *allium sativum* (garfic). Appl. Microbiol.Biotechnol.Vol:57 N°3 P.282-286.

HENRY S., 2003. L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisation en pharmacie et en cosmétique. Thèse en vue d'obtention de docteur en pharmacie. Université HENRI POINCARÉ. NANCY 1. P.121.

HUDAIB M., SPERONI E., PIETRA A. M. D. and CARVIN V. 2002. GC/MS evaluation of thyme (*Thymus vulgaris* L.) oil composition and variations during vegetative cycle. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis. vol29. N°4. P 691-700.

ISERIN P., 2001. Encyclopédie des plantes médicinales 2^{ème} Ed. LAROUSSE Londres. p225-226.

KALUA C.M., ALLEN M.S., BEDGOOD D.R., BISHOP A.G., PRENZLER P.D. AND ROBARDS K. 2007. Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. Food Chemistry. Vol. 100, n°1 p. 273-286.

KATHIJ. 2000. Garlic (*Allium Sativum*). Longwood Herbal Task Force: [Http://Www.Longwoodherbal.Org/Garlic/Garlic.Pdf](http://Www.Longwoodherbal.Org/Garlic/Garlic.Pdf).

KAURINOVIC B., POPOVIC M. AND VLAISAVLJEVIC S. 2010. *In Vitro* and *in Vivo* Effects of *Laurus nobilis* L. Leaf Extracts. Molecules Open Access Journal. Vol 15. N° 5. P 3378-3390.

KIRITSAKIS A.K., 1998. Flavor comportants of Olive Oil. JAOCS, Vol.75, N°06. P673-681.

KULIŠIĆ T., DRAGOVIĆ-UZELAC V. and MILOŠ M. 2006. Antioxidant Activity of Aqueous Tea Infusions Prepared from Oregano, Thyme and Wild Thyme. Food technology & biotechnology. Vol. 44. N° 4. P 485-492.

LANGER.P., 2008. L'olivier. Ed. ÉDISUD. Paris. 127p.

LECHAT H., ARNAUD J.N., LACOSTE F. 2005. Évolution des Paramètres Physico-Chimiques et Sensoriels des Huiles D'olive Vierges Lors de Leur Stockage Prolongé In : Évolution des Paramètres de Qualité de L'huile D'olive au Cours du Stockage. Qualit'olive. Afidol. Mars 2012. P1-2.

LEGER C.L., 2003. L'huile d'olives : sa place dans l'alimentation humaine dans : Lipide et corps gras alimentaire. Ed TEC & DOC. Paris. P.81-151.

LEROY I., 2011. L'huile d'olive dans tous ses états. Thèse pour le diplôme d'états de Docteur en pharmacie. Université de Lille 2 .P24-54.

LUCHETTI F., 2001. Fiche santé sur huile d'olive. COI. Madrid, P.45.

MĂRCULESCU A., VLASE L., HANGANU D., DRĂGULESCU C., ANTONIE I. and NELI-KINGA O. 2008. Polyphenols Analyses from Thymus Species. Proc Rom Acad B Chem Life Sci Geosci n°3. p. 117–121.

MARUTI J. D., CHIDAMBER B. J., JAI S. G. AND KAILASH D. S. 2011. Study Antimicrobial Activity of Lemon (*Citrus lemon* L.) Peel Extract. British Journal of Pharmacology and Toxicology vol. 2. N° 3. P119-122.

MASSIOUN D., AOUAD K., 2006. Caractéristiques physico- chimiques de l'huile d'olive de quelques variétés algériennes. Mémoire de fin d'étude pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en contrôle de qualité et analyses. Université Abdrrahmanemira de BEJAIA.p38-41.

MAUREL J.P. 2011. L'olivier dans le cœur. GRUPPO PIERALISI. DON BATTISTONI. ITALY. p3.

MENDEZ LAGUNAS L. 2007. L'effet des conditions variables de séchage sur cinétique de séchage et la qualité de l'ail. Thèse de doctorat en sciences et technologie des aliments. Université LAVAL QUEBEC. P12-28.

MEZGHACHE M., HENCHIRI C., MARTINE L., BERDEAUX O., AOUF N., JUANEDA P. 2010. Contribution à l'étude de la fraction insaponifiable de trois huiles d'olive issues des variétés Guasto, Rougette et Blanquette plantés dans l'est algérien. Revue OCL. VOL. 17. N° 5. P 337-344.

MOYANO M. J., HEREDIA F. J. AND MEL'ENDEZ-MART'INEZ A. J. 2010. The Color of Olive Oils: The Pigments and Their Likely Health Benefits and Visual and Instrumental Methods of Analysis. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety. Vol 9. P278-291.

OLIVAE. 2010. Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olives. COI. N°113. P.35-36.

OLIVAE. 2012. Le marché mondial en chiffres COI. N°117 - p30.

OLLIVIER D., BOUBAULT E., PINATEL C., SOUILLOL S., GUÉRÈRE M. et ARTAUD J. 2004. Analyse de la fraction phénoliques des huiles d'olive vierges. Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique. N°965. P.169-196.

OZCAN B., ESEN M., SANGUN M. K., COLERI A. AND CALISKAN M. 2010. Effective antibacterial and antioxidant properties of methanolic extract of *Laurus nobilis* seed oil. Journal of Environmental Biology. Vol. 31. n°5. p 637-641.

POLESE J.M., 2009. Oliver pas à pas. Ed. ÉDESUD. Paris. 95p.

PRISTOURI G., BADEKA A. AND KONTOMINAS M.G. 2010. Effect of Packaging Material Headspace, Oxygen And Light Transmission, Temperature And Storage Time On Quality Characteristics Of Extra Virgin Olive Oil. Food Control. Vol. 21. P412-418.

RAHMAN M.H., FAZLICV., SAAD N.W., 2012. Antioxidant properties of raw garlic (*allium sativum*) extract. International food research journal. 19 (2). p589-591.

SALVADOR M.D., ARANDA F. and FREGAPANE G. 2001. Influence of fruit ripening on « Cornicabra » virgin olive oil quality a study of four successive crop seasons. Food chemistry. Vol. 73. N°1. p.45-53.

SANGUN M.K., AYDIN E., TIMUR M., KARA DENIZ H., 2007. Comparaison of chemical composition of the essential oil of *Laurus nobilis L.*, leaves and fruits from different regions of Hatay, Turkey, Journal of environmental Biology. 28(4). P.731-733.

SANJAY B., SUBIR M., 2002. Effect of garlic on cardiovascular disorders: a review. Nutrition journal. 1.4. P.1-14.

SHAHIDI F. 2005. Quality Assurance of Fats and Oils. In: Bailey's Industrial Oil and Fat Products. . John Wiley & Sons. Vol.1. p565-575.

SHIRIN A. P. R. and JAMUNA P. 2010. Chemical composition and antioxidant properties of ginger root (*Zingiber officinale*). Journal of Medicinal Plants Research Vol. 4. N°24. p. 2674-2679.

Table CIQUAL, 2012. Composition nutritionnelle des aliments. ANSES

TAJWEED H. N. 2012. Temperature and Storage Age-Dependence of Olive Oil Viscosity in Different Locations in Palestine. Thesis for the Degree of Master of Physics. An- Najah National University - Nablus, Palestine. P5.

TEUSCHERE., ANTON R., LOBSTEIN A., 2005. Plantes aromatiques Épices, aromates, condiments et leurs huiles essentielles. Ed TEC et DOC. Paris. P.213.

VEILLET S., 2010. Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive. Entre tradition et innovation. Thèse pour obtenir le grade de Docteur en sciences. Option sciences des aliments. Université D'Avignon et des pays de vau chasés. P3-115.

VELASCO J., DOBARGANES C. 2002. Oxidative stability of virgin olive oil. European Journal Of Lipid Science And Technology. Vol.104. N° 9-10. p 661–676.

YAKHLEF G. 2010. Etude de l'activité biologique des extraits de feuilles de *thymus vulgaris L.* et *Laurus nobilis L.* mémoire de magister en biochimie appliquée. Université El HADJ LAKHDAR. BATNA. P1-32.

ZEGHAD N., 2009. Etude du contenu polyphénolique de deux plantes médicinales d'intérêt économique (*Thymus vulgaris*, *Rosmarinus officinalis*) et évaluation de leur activité antibactérienne. Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de magister en Biotechnologie végétale. Université MENTOURI Constantine. P5-8.

ANNEXES

ANNEXE 01 :**Tableau XV : Principales variétés d'olivier cultivées en Algérie**

VARIÉTÉS	SYNONYME	ORIGINE	DIFFUSION	UTILISATION	RENDEMENT EN HUILE	PRODUCTIVITE
<i>Abani</i>	Laabani	-Vallée oued El Arab -Chechar khenchela)	Restreinte	Huile	16 à 20 %	Élevée et Alternante
<i>Aberkane</i>	Averkane	Akbou (Bejaia)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	16 à 20 %	Faible et Alternante
<i>Aeleh</i>	Aaleh	Chechar (Khenchela)	Restreinte	Huile	18 à 22 %	Moyenne et Altérante
<i>Aghchren D'el Ousseur</i>	Pas de synonymes connus	Bougaa (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	15 à 20 %	Moyenne et Alternante
<i>Aghchren De Tifst</i>	Pas de synonymes connus	Hammam Guergour (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	14 à 18%	Élevée et Alternante
<i>Aghenfas</i>	Aghenfous	Bougaa (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	16 à 20 %	Moyenne et Alternante
<i>Agrarez</i>	Pas de synonymes connus	Tezmelt (Bejaia)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	16 à 20 %	Faible et Alternante
<i>Aguenaou</i>	Agnaw	Bousselah (Setif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	14 à 18 %	Moyenne et Alternante
<i>Acharoun</i>	Pas de synonymes connus	Haute vallée de la Soummam (Bejaia)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	18 à 22 %	Élevé et peu Alternante

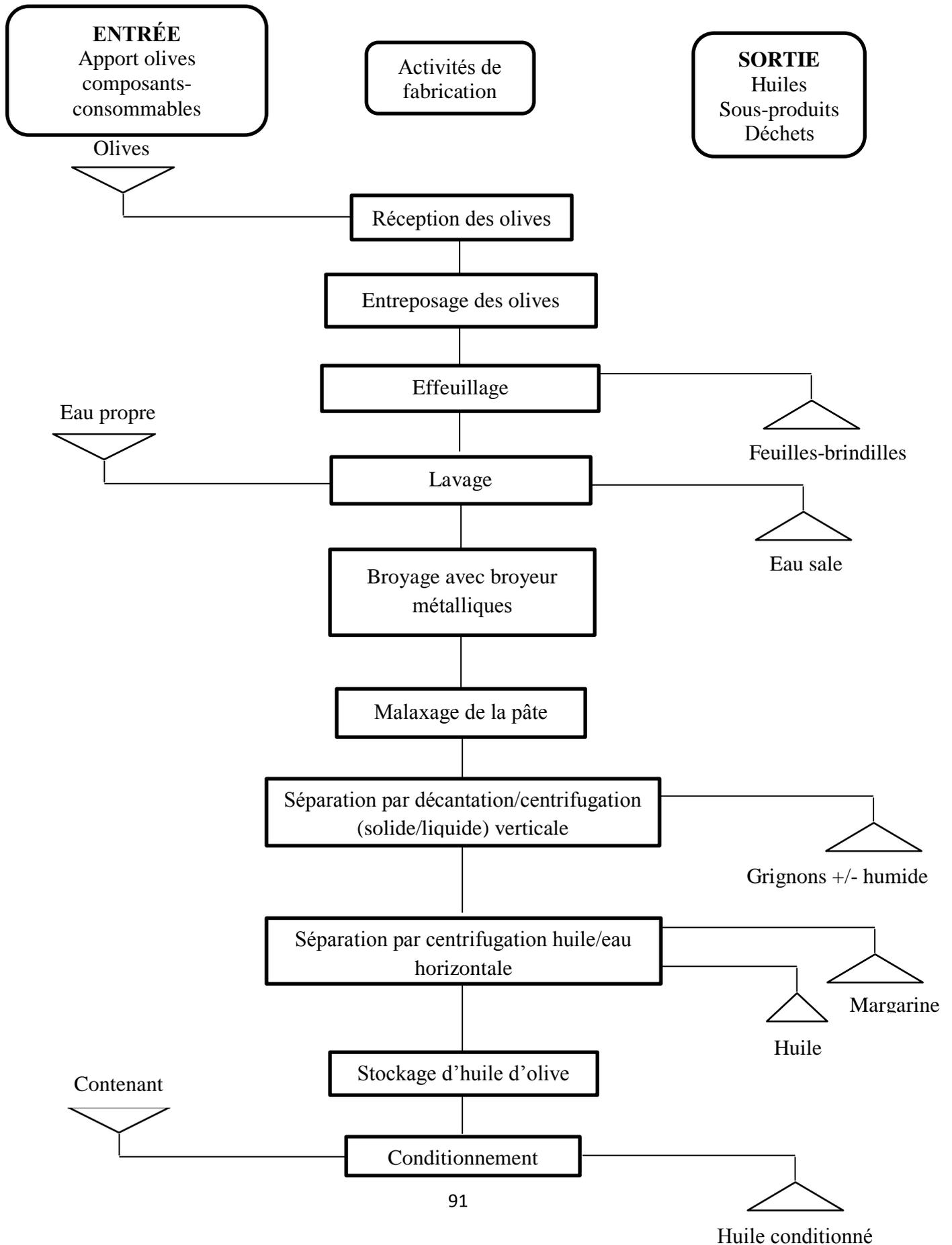
Aimel	Haimel Ayemel	Ait aimel (Bejaïa)	Restreinte	Huile	18 à 22 %	Élevée et Alternante
Akerma	Pas de synonymes connus	Hammam Guergour (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	18 à 22 %	Faible et Alternante
Blanquette De Guelma	Pas de synonymes connus	Guelma	Assez répondue dans le Nord-est Constantinois	Huile	18 à 22 %	Moyenne et Alternante
Bouchouk Guergour	Pas de synonymes connus	Hammam Guergour (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	22 à 26 %	Faible et Alternante
Bouchouk Lafayette	Pas de synonymes connus	Bougaa (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	22 à 26 %	Faible et Alternante
Bouchouk Soummam	Bouchouk Sidi aïch	Sidi aïch(Bejaïa)	La vallée d'oued Soummam	Double aptitude (huile et olive de table)	22 à 24 %	Moyenne et peu Alternante
Boughenfous	Pas de synonymes connus	Boumerdes	Restreinte	Huile	22 à 26 %	Moyenne et Alternante
Bouichret	Avouichert	Tezmelt (Bejaïa)	Locale	Huile	20 à 24 %	Moyenne et Alternante
Boukaila	Pas de synonymes connus	Constantine	Restreinte	Huile	16 à 20 %	Élevée et Alternante

Ferkani	Ferkane	Ferkane (Tébessa)	Région des Aurès	Huile	28 à 32 %	Bonne et peu Alternante
Grosse du Hamma	Oeld ethour	Hamma (Constantine)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	16 à 20 %	Moyenne et Alternante
Hamra	Rougette	Jijel	Nord Constantinois	Huile	18 à 22 %	Faible et Alternante
Longue de Miliana	Pas de synonymes connus	Miliana	El Khemis Miliana Cherrhell Ténès	Double aptitude (huile et olive de table)	/	Moyenne et Alternante
Mekki	Pas de synonymes connus	Khenchela	Restreinte	Huile	12 à 16 %	Moyenne et Constante
Rougette de Mitidja	Pas de synonymes connus	Plaine de Mitidja	Restreinte	Huile	18 à 20 %	Faible et Alternante
Tabelout	Abelout	Zone montagneuse de Bejaïa	Restreinte	Huile	20 à 24 %	Moyenne et Alternante
Zeletni	Zitni	Chechar (Khenchela)	Restreinte	Huile	14 à 18 %	Moyenne et Alternante

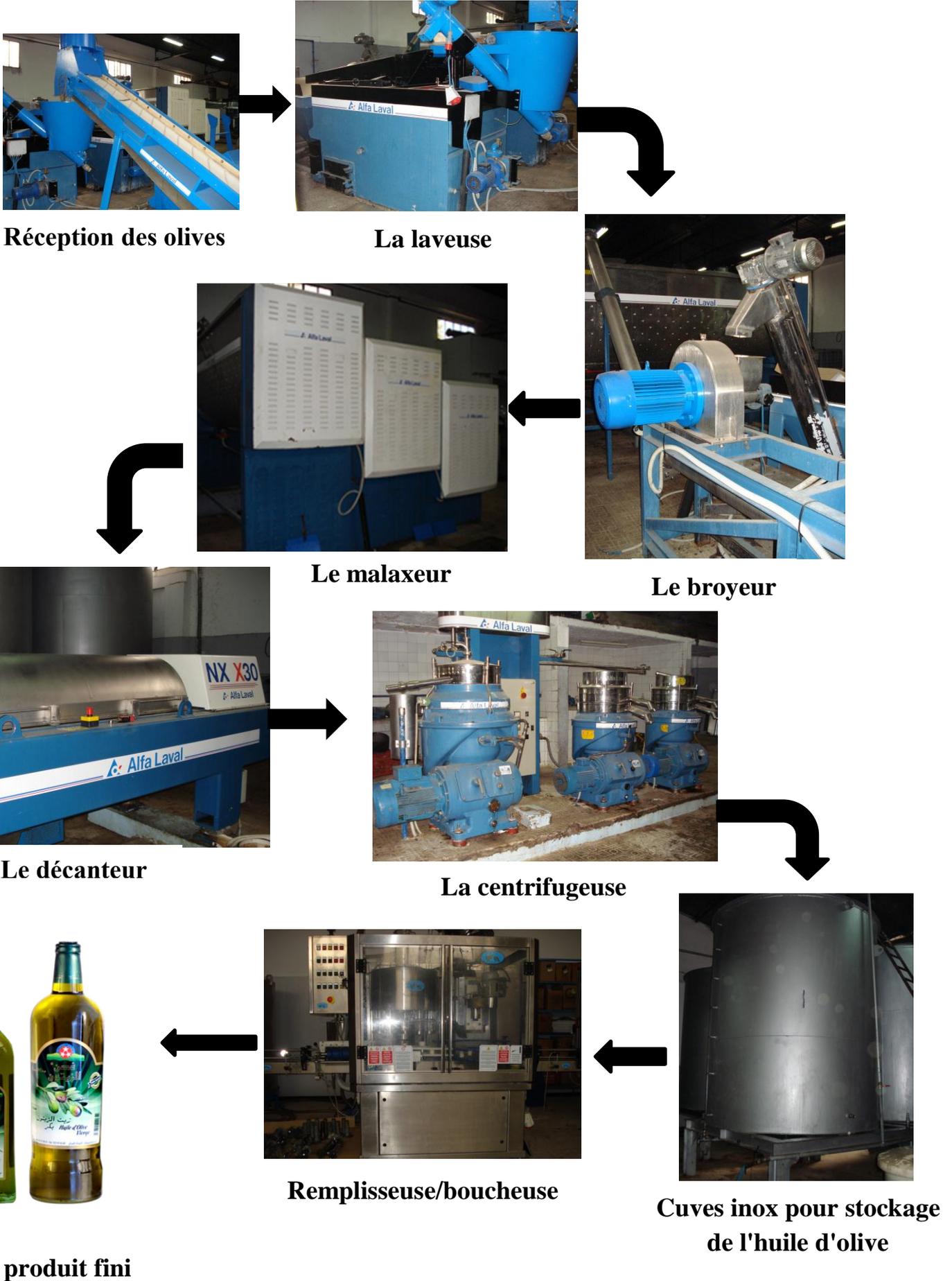
(BENOJARET, 2010)

ANNEXE 02 :

Figure 16 : Diagramme de fabrication de l'huile d'olive de l'huilerie TRISTARS



ANNEXE 03 Figure 17 : Le système continu de l'huilerie TRISTARS



VERRERIE

- 🌿 Fiole conique 250ml
- 🌿 Burette TITONIC universel avec souris
- 🌿 Fiole d'erenmeyer à col rodé, munis de bouchons en verre rodé de 250ml
- 🌿 Éprouvette graduée de 100ml
- 🌿 Capsule en porcelaine, à fond plat 80à90mm de diamètre et d'environ 30mm de profondeur
- 🌿 Pipette graduée
- 🌿 Dessiccateur
- 🌿 Fiole jaugée de 100ml
- 🌿 Pipette automatique de 1ml
- 🌿 Tube à vis
- 🌿 Boite de pétri
- 🌿 Pipette pasteur
- 🌿 Bécher
- 🌿 Anse de platine

APPAREILLAGES

- 🌿 Balance analytique
- 🌿 Bec bunsen
- 🌿 Réfractomètre d'Abbe (AR1000S)
- 🌿 Agitateur magnétique multipostes à plaque chauffante
- 🌿 Thermomètre
- 🌿 Densimètre ALLA
- 🌿 Étuve
- 🌿 La hotte
- 🌿 Autoclave

RÉACTIFS ET SOLUTIONS

- 🌿 Acide acétique cristallisable
- 🌿 Chloroforme de qualité analytique, exempt d'oxygène
- 🌿 Eau distillé
- 🌿 Empois d'amidon
- 🌿 Gélose PCA
- 🌿 Iodure de potassium en solution aqueuse saturée
- 🌿 Hydroxyde de potassium, solution éthanolique titrée $c(\text{KOH}) = 0,1$ mole par litre environ
- 🌿 Oxyde diéthylique/ éthanol à 95 %
- 🌿 Phénolphtaléine
- 🌿 Solution aqueuse de thiosulfate de sodium 0,01 ou 0,002 N
- 🌿 Tween 80

ANNEXE 07 : Tableau XVI : critères de qualités de l'huile d'olive et huile de grignons d'olive

	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive	Huile de grignons d'olive brute	Huile de grignons d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive
4.1- <u>caractéristiques organoleptiques</u>									
- odeur et saveur					acceptable	bonne		acceptable	bonne
- odeur et saveur (sur une échelle continue)									
. médiane du défaut	Me = 0	0 < Me ≤ 3,5	3,5 < Me ≤ 6,0	Me > 6,0					
. médiane du fruité	Me > 0	Me > 0							
- couleur					jaune clair limpide	claire jaune à vert limpide		claire jaune à vert limpide	claire jaune à vert limpide
- aspect à 20°C pendant 24 heures									
4.2. <u>Acidité libre</u>									
% m/m exprimée en acide oléique	≤ 0,8	≤ 2,0	≤ 3,3	> 3,3	≤ 0,3	≤ 1,0	non limitée	≤ 0,3	≤ 1,0
4.3. <u>Indice de peroxyde</u>									
en milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile	≤ 20	≤ 20	≤ 20	non limité	≤ 5	≤ 15	non limité	≤ 5	≤ 15

	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive	Huile de grignons d'olive brute	Huile de grignons d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive
4.4. Absorbance dans l'ultraviolet ($K^{1\%}_{1cm}$) - à 270 nm (cyclohexane)/268 nm (iso-octane) - ΔK - à 232 nm	$\leq 0,22$	$\leq 0,25$	$\leq 0,30$		$\leq 1,10$	$\leq 0,90$		$\leq 2,00$	$\leq 1,70$
	$\leq 0,01$ $\leq 2,50$	$\leq 0,01$ $\leq 2,60$	$\leq 0,01$		$\leq 0,16$	$\leq 0,15$		$\leq 0,20$	$\leq 0,18$
	$\leq 0,2$	$\leq 0,2$	$\leq 0,2$	$\leq 0,3$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 1,5$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$
4.5. Teneur en eau et en matières volatiles % m/m									
4.6. Teneur en impuretés insolubles dans l'éther de pétrole % m/m	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,2$	$\leq 0,05$	$\leq 0,05$		$\leq 0,05$	$\leq 0,05$
4.7. Point éclair	-	-	-	-	-	-	$\geq 120^{\circ}C$	-	-
4.8. Traces métalliques mg/kg fer cuivre	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$		$\leq 3,0$ $\leq 0,1$	$\leq 3,0$ $\leq 0,1$

(COI(c), 2011)

