

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

**UNIVERSITE SAAD DAHLAB BLIDA**  
**FACULTE DES SCIENCES AGRO-VETERINAIRES ET BIOLOGIQUES**  
**DEPARTEMENT D'AGRONOMIE**

**Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en**  
**sciences agronomiques**

**Spécialité : Sciences Alimentaires**

**Thème**

**CARACTERISATION D'UN ECHANTILLON D'HUILE D'OLIVE,**  
**UTILISEE COMME EXCIPIENT ALIMENTAIRE**

Présente par : Janasi Hlupekile

**Devant le jury composé de :**

Mr RAMDANE	MAA	USDB	Président
Mme IDRES	MAA	USDB	Promotrice
Mme ACHEHEB	MCB	USDB	Examineur
Mr AMALOU	MAA	USDB	Examineur

**Année Universitaire : 2012-2013**

## **Remerciements**

*Dieu merci pour le courage et la volonté sans lesquels mon travail n'aurait jamais pu voir la lumière de ce jour.*

*Je tiens tout d'abord à remercier ma promotrice Mme IDRES pour avoir accepté de m'assister à rédiger le mémoire de fin d'étude et pour l'intérêt particulier qu'elle a porté à ce travail et pour sa disponibilité à chaque moment de cette recherche.*

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

*Mr RHAMDANE qui m'a fait l'honneur de présider ce jury.*

*Mme ACHEHEB qui a bien voulu examiner ce travail*

*Mr AMALOU pour avoir accepté de juger ce travail.*

*J'adresse mes remerciements et ma reconnaissance à Mme BECHEUR pour les informations qu'elle a apporté au long de mon travail et pour son assistance qui m'a permis de bien avancer dans cette recherche.*

*Je remercie également Mr NOUANA et l'équipe de laboratoire de corps gras de l'Université de Bourmèdes pour l'aide qu'il m'a apporté.*

## Dédicaces

*A mon frère, Monsieur M. Dube*

*Pour son soutien et son dévouement tout au long des années universitaire,*

*A mes parents et toute la famille entière*

*Pour votre soutien qui ma donne le pouvoir de continue à travaillé,*

*A monsieur M. Mukanda et tous les amis qui m'ont entouré et me permet  
d'avoir une bonne vie universitaire et extra universitaire.*

*Que ce travail soit le témoignage de mon affection et ma profonde  
reconnaissance à vous tous.*

*Que la bonne Dieu continue à vous bénies tous les jours. Gloire à Dieu !*

*Hlupekile*

## Résumé

L'huile d'olive se produit en majeure quantités dans trois régions en Algérie parmi lesquelles on a la région de Bouira située dans le versant nord de Djurdjura à savoir Draa El Misan d'où provient notre échantillon. Le but de ce travail est d'analyser un échantillon utilisé comme excipient alimentaire dans une supplémentation animale pour pouvoir le caractériser selon les normes internationales, en étudiant ses propriétés physicochimiques ainsi que sa composition en acides gras sur la chromatographie en phase gazeuse. Les paramètres physicochimiques étudiés sont le taux d'humidité, l'acidité, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode et l'indice de saponification.

Le résultat de taux d'humidité de 0,12% conforme à celle de la norme internationale. Les valeurs d'acidité libre de 2,51g d'acide oléique par 100g d'huile et celle de l'indice de peroxyde de 22,09 meq d'oxygène/kg d'huile, sont un peu élevées à celles des normes pour les huiles d'olive vierge ce qui traduit une oxydation d'huile lors de stockage. L'indice d'iode de 81,53g d'iode/100g d'huile et l'indice de saponification de 184,42mg de KOH/g d'huile sont dans les normes internationales. L'analyse sur chromatographie nous montre les résultats de la composition en acides gras qui agréent aux normes avec un pourcentage très élevé en acide oléique de 65,7%.

**Mots clés:** l'huile d'olive, composition en acides gras, caractérisation physico-chimiques.

## **Abstract**

Olive oil is majorly produced in large quantities in three regions in Algeria amongst which we have the region of Bouira situated in the northern side of Djurdjura from where our sample of oil originates, namely from Draa El Misan. The aim of this work is to analyze a sample of olive oil used as food excipient in animal supplementation to be able to characterize it according to international norms by studying its physicochemical properties as well as its composition in fatty acids on chromatography. Physicochemical parameters studied are humidity, acidity, peroxide, iodine and saponification values. The result of 0.12% for humidity is in international normalization. The values of 2.51g of oleic acid per 100g of oil for acidity and 22.09 meq of oxygen/kg of oil for peroxide value are a little above those of norms for virgin olive oil which indicates oxidation of oil during storage. The iodine value of 81.53g of iodine/ 100g of oil and the saponification value of 184.42 of KOH/g of oil are in the standard international norms. Analysis on chromatography showed the results of the composition in fatty acids which are in the range of norms, with a high percentage in oleic acid of 65.7%.

**Key words:** olive oil, composition in fatty acids, physicochemical characterization.

\*

## ملخص

ويتم إنتاج زيت الزيتون بكميات كبيرة في ثلاث مناطق بما في ذلك الجزائر و البويرة المنطقة الواقعة في الجانب الشمالي من جوجرة وهي ذراع الميزان الذي عينة لدينا . الهدف من هذا العمل هو تحليل عينة تستخدم سوء الغذاء في أمر *supplémentassions* الحيوان لتوصيف وفقا للمعايير الدولية ، من خلال دراسة الفيزيائية و تكوين الأحماض الدهنية على خصائص الكروماتوغرافي الغاز . درس المعلمات الفيزيائية هي الرطوبة والحموضة ، بيروكسيد واليود و التصبين.

نتيجة الرطوبة 0.12% بما يتفق مع المعدلات القياسية الدولية .قيمة الحموضة الحرة 2.51 غرام من حمض الأوليك في 100g من النفط و قيمة البيروكسيد من 22.09 مل مكافئ أكسجين / كغ النفط ، هي قليلا معايير عالية ل تلك زيوت الزيتون البكر الذي يترجم أكسدة النفط خلال التخزين .قيمة اليود من 81.53 غرام من اليود / 100 غرام من النفط وعدد التصبين من 184.42 ملغ / g KOH من النفط في المعايير الدولية .يبين التحليل اللوني نتائج تكوين الأحماض الدهنية وهي تعتمد المعايير مع نسبة عالية جدا من حمض الأوليك 65.7 % .

**الكلمات الرئيسية :** زيت الزيتون، و الأحماض الدهنية ، وتوصيف الفيزيائية والكيمي

## Table des matières

Introduction Générale.....	1
----------------------------	---

### SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

<b>Chapitre 1 : Lipides.....</b>	<b>2</b>
1.1. Définition .....	2
1.2. Composants de lipides .....	2
1.2.1. Acides gras .....	2
a) Acides gras saturés .....	2
b) Acides gras insaturés .....	3
1.2.2. Les glycérolipides.....	3
a) Glycérides .....	3
b) Phosphoglycerolipides.....	4
1.2.3 Cerides .....	4
1.2.4 Sterides.....	4
1.2.5 Insaponifiables .....	5
1.2.5.1. Vitamines E, tocophérols .....	5
1.5.2.2. Produits d'altération.....	5
1.3. Rôles physiologiques des lipides.....	6
1.4. Rôles technologiques des corps gras .....	6
1.5. Propriétés physico-chimiques des lipides .....	7
<b>Chapitre 2 : L'huile alimentaire végétale .....</b>	<b>8</b>
2.1. Définition .....	8
2.2. Utilisation .....	9

2.3 Conservation .....	10
<b>Chapitre 3 : L'huile d'olive.....</b>	<b>11</b>
3.1. L'olivier.....	11
3.2. Cycle annuel de développement d'olivier .....	13
3.3. Production mondiale d'huile d'olive.....	13
3.4. Oléiculture en Algérie.....	15
3.5. Les principales variétés d'oliviers existant en Algérie.....	17
3.6. La récolte des olives.....	17
3.7. Du fruit d'olive à l'huile d'olive.....	18
3.8. L'olive .....	18
3.9. Définition d'huile d'olive.....	19
3.10. Le processus d'extraction d'huile d'olive.....	20
a) Tri .....	20
b) Lavage .....	20
c) Le broyage.....	20
d) Le malaxage .....	20
e) Extraction d'huile .....	21
3.11. L'extraction de l'huile d'olive par système discontinu .....	22
3.11.1. Inconvénients.....	22
3.12. L'extraction de l'huile d'olive par système continu .....	23
3.12.1. Inconvénients.....	25
3.13. Classification des huiles d'olive .....	25
3.14. Composition d'huile d'olive .....	27
3.14.1. La fraction saponifiable.....	27



3.14.2. La fraction insaponifiable.....	29
3.15. Etude de la composition en acide gras par la chromatographie .....	30
3.15.1. Nature des phases.....	32
3.15.2 Chromatographie en phase gazeuse.....	32
3.16. Les bénéfices des composants d'huile d'olive à la sante .....	34
3.16.1. AGPI (acide gras polyinsaturés) .....	34
3.16.2. AGMI (acide gras mono insaturés) et les maladies cardiovasculaires .....	35
3.16.3. L'action d'acide oléique sur le cholestérol.....	36
3.16.4. Athéroscléroses.....	37
3.16.5 Hypertension artérielle.....	37
3.16.6 Diabètes.....	38
3.16.7. Sur la digestion.....	39
3.16.8. Sur la polyarthrite rhumatoïde.....	39
3.16.9. Sur la fonction immunitaire.....	40
3.16.10. Sur le cancer.....	40
3.16.11. Sur la croissance et minéralisation osseuse.....	40
3.16.12. Sur obésité.....	41
3.16.13. Sur l'hémostase.....	41
3.16.14. Sur le vieillissement.....	42
3.16.15. Les polyphénols de l'huile d'olive et la sante .....	42
3.17. Utilisation de l'huile d'olive .....	43
a. Dans l'alimentation .....	43

b. Dans les pharmaceutiques .....	44
c. Dans les cosmétiques.....	44
d. Usages traditionnels.....	45
3.18. Caractères .....	45
3.18.1. Organoleptique.....	45
3.18.2. Gustatifs .....	46
3.18.3. Physico-chimiques.....	47
3.18.3.1. Acidité .....	47
3.18.3.2. Indice de peroxyde.....	48
3.18.3.3 Point de fumée.....	48
3.18.3.4 Spectre en lumière ultra-violet.....	48
3.19. Dégradation des huiles d'olives.....	49
3.20. Conditionnement et stockage d'huile d'olive.....	50
Conclusion.....	51

## **MATERIEL ET METHODE**

A. Physicochimiques	
1. Humidité .....	53
2. Acidité.....	54
3. Indice de peroxyde.....	55
4. Indice d'iode.....	57
5. L'indice de saponification .....	58
B. L'analyse chromatographique en phase gazeuse (CPG)	
1. Définition .....	60

2. Détermination de la composition des esters méthyliques d'acides gras	
.....	60

## **RESULTATS ET DISCUSSION**

A. Physicochimiques	
1. Humidité.....	62
2. Acidité.....	63
3. Indice de peroxyde.....	65
4. Indice d'iode.....	66
5. Indice de saponification.....	67
B. Chromatographie	
Composition en acides gras.....	68
Conclusion et recommandations.....	71
Références bibliographiques.....	73
Annexe	

## **Liste des abréviations**

A : Acidité

AGMI : Acide gras monoinsature

AGPI : Acide gras polyinsature

COI : Conseil oléicole internationale

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

HDL : Lipoprotéines à haute densité

HOV : Huile d'olive vierge

IA : Indice d'acide

IP : Indice de peroxyde

II : Indice d'iode

IS : Indice de saponification

LDL: Lipoprotéines à bas densité



## Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification des huiles végétales .....	8
Tableau 2 : Composition en acides gras insaturés de quelques huiles végétales....	8
Tableau 3 : Les points de fumage des huiles végétales.....	9
Tableau 4 : Répartition de la production mondiale d'huile d'olive.....	13
Tableau 5 : Consommation mondiale d'huile d'olive.....	14
Tableau 6 : Occupation de la filière oléiculture en Algérie.....	15
Tableau 7 : Production des olives de table et de l'huile d'olive.....	15
Tableau 8 : Différentes catégories d'huile d'olive .....	26
Tableau 9 : Synthèse des acides gras d'huile d'olive.....	28
Tableau 10 : Paramètres intervenant dans la séparation.....	30
Tableau 11 : Mécanismes de séparation par CPG sur différentes support fixe	
Tableau 12 : Conditions opératoires pour les esters méthylique	
Tableau 13 : Résultats des caractéristiques physico-chimiques de l'échantillon d'huile d'olive.....	63
Tableau 14 : Résultat de l'humidité d'échantillon par rapport à la norme.....	63
Tableau 15 : Résultat d'acidité d'échantillon.....	64
Tableau 16 : Résultat d'indice de peroxyde par rapport à la norme.....	65
Tableau 17 : Résultat d'indice d'iode de l'échantillon par rapport à la norme.....	66
Tableau 18 : Résultat d'indice de saponification de l'échantillon par rapport à la norme.....	67
Tableau 19 : Composition en acides gras d'un échantillon de l'huile d'olive étudiée.....	69

## Liste des figures

Figure 1 : Broyage- moulin

Figure 2 : La presse hydraulique

Figure 3 : Les grignons secs restant dans des scourtins

Figure 4 : Système discontinu d'extraction par presse.....22

Figure 5 : système continu d'extraction avec centrifugation à 3 phases.....23

Figure 6 : Schéma de chromatographie en phase gazeuse.....33

Figure 7 : Chromatogramme des esters méthyliques des acides gras de l'échantillon de l'huile d'olive.....68

## Introduction générale

L'huile d'olive est connue depuis l'histoire méditerranéenne pour ses vertus bénéfiques à la santé des êtres humains. Un apport important de graisses végétales apparaît dans les populations des pays développés, et il a été démontré que cet apport est associé à une incidence élevée de certaines maladies chroniques, notamment les maladies cardiovasculaires, certains types de cancer et le vieillissement [**Committee on Diet and Health, 1989**]. Une attention particulière a été portée sur la qualité des graisses plus que les quantités ingérées [**Willett, 1997**]. Il a été rapporté que l'huile d'olive vierge (riche en acides gras monoinsaturés) protège le plasma sanguin et les membranes intracellulaires contre les dommages oxydatifs mieux que les huiles de graines (riches en acides gras polyinsaturés) [**Mataix, 1998 et Ramirez et al., 1997**].

Son pouvoir contre les maladies cardiovasculaires s'exerce par son action à diminuer le mauvais cholestérol (LDLc), de ce fait l'homme la considère comme sa source d'or liquide et l'utilise, comme assaisonnement à la table pour les salades et pour la cuisine. L'acide oléique qui renferme presque 80% de la fraction d'huile d'olive confère à cette l'huile ses biens faits pour la sante et une longue durée de conservation. L'huile d'olive a une action positive sur l'athérosclérose, le diabète, l'hypertension artérielle, l'obésité, la croissance et minéralisation osseuse, le vieillissement, quelques cancers comme le cancer du sein, de l'ovaire, de la prostate, de l'utérus et du côlon, facilite aussi la digestion, et plusieurs d'autres qui sont encore en étude [**Henry, 2003**]. Il a été rapporté que l'huile d'olive vierge (riche en acides gras mono insaturés ) protège le plasma et les membranes intracellulaires contre les dommages oxydatifs mieux que les huiles de graines (riches en acides gras polyinsaturés) **Mataix, 1998**

L'objectif de notre étude est d'essayer de caractériser un échantillon d'huile d'olive ayant utilisé comme excipient alimentaire dans un model de supplementation animale selon la norme du Conseil Oléicole Internationale, en réalisant un certains nombre de paramètres physicochimiques à savoir le taux d'humidité, l'indice d'acide, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode, l'indice de saponification et sa composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse.



# **SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE**

## Chapitre 1 : Lipides

### 1.1. Définition

Un lipide est un composé naturel formé de carbone, d'hydrogène et d'oxygène, présentant une solubilité restreinte dans l'eau et qui peut être extrait à partir d'organismes vivants grâce à des solvants organiques apolaires. La partie grasse des aliments ou corps gras alimentaire qui comprennent les huiles et les graisses d'origine végétale ou animale sont des lipides [**Mc murry, 2005**].

Les lipides sont constituées des triglycérides ou triacylglycérols, des triesters de glycérol avec trois acides carboxyliques à longue chaîne appelés aussi acides gras (soit saturés ou insaturés) et autres constituants mineurs comme les phosphatides, les cérides, l'insaponifiable, les chlorophylles et les produits d'altérations [**Graille, 2003**].

### 1.2. Composants de lipides

#### **1.2.1. Acides gras**

Ce sont des acides carboxyliques R-COOH dont le radical R est une chaîne aliphatique d'hydrocarbure de longueur variable qui donne à la molécule son caractère hydrophobe. Ils présentent en générale :

- Une seule fonction carboxylique
- Une chaîne linéaire avec un nombre pair de carbones
- Ils sont soit saturés ou en partie insaturés avec un nombre de double liaison maximal de 6 [**Anonyme, 2005**].

#### **c) Acides gras saturés**

Formule générale,  $C_nH_{2n}O_2$  ou  $CH_3(CH)_n COOH$ . Ils s'agissent des acides gras simples et ne peuvent fixer aucun autre corps sur leur molécule. Le point de fusion de ces acides s'élève quand le nombre d'atomes de carbone s'accroît. En générale le point de fusion des triglycérides étant lié à la nature de ses acides gras constitutifs [**Berrada, 2009**].

#### d) Acides gras insaturés

Formule générale  $C_nH_{(2n-2x)}O_2$ .  $X$  allant essentiellement de 1 à 3 ;  $C_a : x (n-y)$  où  $a$  = nombre d'atomes de carbone,  $x$  = nombre de doubles liaisons,  $n$  = carbone de méthyle ( $CH_3$ ) terminal,  $n-y$  = premier carbone engagé dans une double liaison en comptant à partir du carbone  $n$ . L'acide gras est dit insaturé car il y a une double liaison. On a des acides gras monoinsaturés, comportent une seule double liaison éthylénique, par exemple acide oléique ( $C_{18} :1, \omega 9$ ), et des acides gras polyinsaturés qui comportent 2 à 6 double liaisons parmi où on a l'acide linoléique ( $C_{18} :2, \omega 6$ ), et l'acide linoléique ( $C_{18} :3, \omega 3$ ) [Graille, 2003].

Les acides gras polyinsaturés mentionnés précédemment sont indispensables pour l'homme et sont apportés essentiellement par les huiles végétales.

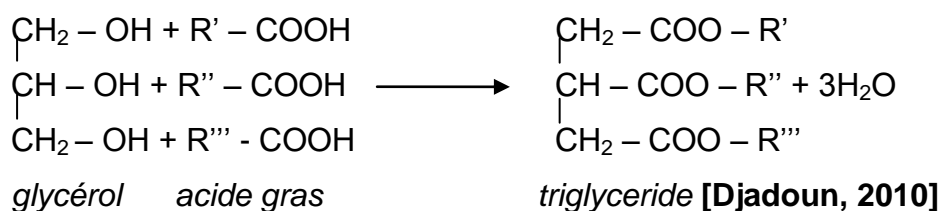
#### 1.2.6 Les glycérolipides

On distingue les glycérolipides simples (glycérides) qui jouent un rôle énergétique et les glycérolipides complexes (phosphoglycérolipides) qui participent à la structure des membranes plasmiques et le vitellus des œufs [Berrada, 2009].

#### c) Glycérides

Selon le nombre de fonctions alcools d'un glycérol estérifiées par les acides gras, ils existent dans les corps gras un mélange des mono, di- ou tri- glycérides [Bouhadjra, 2011].

Réaction d'estérification de glycérol par des acides gras.



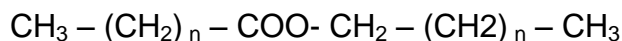
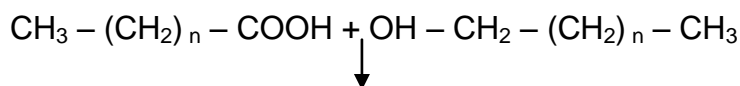
#### d) Phosphoglycerolipides

C'est des esters de glycérol dont une fonction alcool est naturellement estérifiée par une molécule d'acide phosphorique. Ils s'agissent des lécithines ou phosphatidylcholines présentes dans le jaune d'œuf, le soja, et de nombreux tissus. Ces sont des molécules amphiphile qui présentent une affinité pour les milieux hydrophobes par l'extrémité apolaire et une affinité pour les milieux hydrophiles par l'autre extrémité polaire et donc a des propriétés émulsifiantes **[Bouhadjra, 2011]**.

#### 1.2.7 Cerides

Sont des esters d'alcool à longue chaîne et ils sont les principaux constituants des cires animales, végétales et bactériennes. Chez les végétaux, elles interviennent à la formation des pellicules protectrices des graines et des fruits. Elles sont responsable de l'apparition de trouble à basse température chez certaines huiles plus particulièrement l'huile de tournesol. Les cerides sont en général des alcools primaires, à nombre pair de carbones, saturés et non ramifiés.

Ils sont solide à température ambiante, ont une très forte insolubilité dans l'eau et inerte chimiquement.



La longueur des chaînes carbonées varie de 14 à 30 carbones pour l'acide gras et de 16 à 36 carbones pour l'alcool gras **[Anonyme, 2005]**.

#### 1.2.8 Sterides

Résultent de l'estérification d'acides gras par des stérols. On a les phytostérols dont le principal est le  $\beta$ -sitostérol de la règne végétale et dans le règne animale, le principal stérol est le cholestérol **[Bouhadjra, 2011]**.

### 1.2.9 Insaponifiables

C'est l'ensemble des constituants qu'après saponification sera très peu soluble dans l'eau et solubles dans les solvants apolaires comme le chloroforme, ils représentent 0,2 à 2% d'un lipide non raffiné. On trouve des alcools divers (stérois, tocophérols...) provenant de la saponification d'esters d'acides gras [Djadoun, 2010]. Les constituants de l'insaponifiable sont principalement des :

- Hydrocarbures aliphatiques saturés et insaturés
- Hydrocarbures triterpeniques ou tetraterpeniques
- Alcools triterpeniques
- 4-methylsterols et des stérois
- Carotènes
- Xanthophylles
- Alcools gras
- Vitamines (A, D et E)
- Autres composés divers en faibles quantités

#### 1.2.5.1. Vitamines E, tocophérols

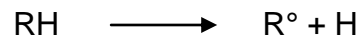
Les tocophérols (E307) sont des antioxydants efficaces largement répandus dans la nature où ils contribuent à préserver les lipides végétaux contre les agressions oxydatives. Ils agissent en cédant les atomes d'hydrogène à des radicaux libres éventuellement présents en s'opposant ainsi à des réactions radicalaires [Sarai-Manchado et Cheymier, 2006].

#### 1.2.5.2 Produits d'altération

Des acides gras libres qui résultent d'une dégradation biochimique des triglycérides à l'action d'oxygène de l'air donnant des saveurs désagréables soit dans des huiles brutes obtenues industriellement.

Mécanisme d'oxydation : la réaction d'oxydation se passe au niveau des acides gras insaturés, on a trois étapes, initiation, propagation et terminaison.

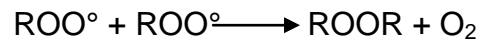
- a) L'initiation – formation de radicaux libres puis de radicaux hydroperoxydes sous l'effet de la chaleur, les traces de sels et l'oxygène atmosphérique.



- b) Propagation – formation rapide d'hydroperoxydes traduisent par une forte consommation d'oxygène



- c) Terminaison – les radicaux libres réagissent entre elles pour donner des composés non radicalaires



### **1.3. Rôles physiologiques des lipides**

- Source énergétique : les lipides sont la principale source d'énergie en comparaison selon leur masse (1kg de lipides = 9kcal). Cette rôle est assuré par les acides gras saturés et les acides gras monoinsaturés.
- Rôle structural : les membranes des êtres vivants sont constituées des lipides sous forme de phospholipides.
- Précurseurs de prostaglandines et de leucotriènes
- Apport et véhicule des vitamines liposolubles (A, D, E)
- Sources d'acides gras essentiels qui sont indispensables pour la santé humaine.

### **1.4. Rôles technologiques des corps gras**

- Les corps gras ont un rôle de transporteur des nombreux composés liposolubles par exemple les antioxydants, les colorants, les vitamines, les fongicides, les bases d'arôme et ils peuvent aussi solubiliser les composés indésirables comme les pesticides.
- Ils jouent un rôle de barrière contre l'humidité, l'oxygène et les microbes
- Ils contrôlent et modifient la viscosité
- Emulsion : est une dispersion d'un liquide ou d'un gaz dans un autre liquide. Dans la fabrication de mayonnaise, le principe repose sur l'œuf et plus particulièrement sur un de ses constituants : les lécithines.

- Hydrogénation : c'est la saturation des doubles liaisons par des atomes d'hydrogène, une opération qui permet de doucir et de transformer les huiles en graisses solides (margarines) dont le point de fusion deviendra plus élevé et moins sensibles à l'oxydation. Dans l'industrie agroalimentaire, les acides gras partiellement hydrogénés sont utilisés comme agents de texture pour rendre les aliments plus fermes ou comme conservateurs pour éviter le rancissement [Berrada, 2009].

### **1.5. Propriétés physico-chimiques des lipides**

- Les lipides sont insoluble dans l'eau et soluble dans des solvants organiques qui est une propriété employée pour l'extraction totale des lipides dans la fabrication des huiles.
- Le point de fusion des triglycérides est lié au point de fusion des acides gras qui entrent dans la composition. Les triglycérides formés d'acides gras à courte chaîne et ceux ayant une double liaison ont un point de fusion plus bas que ceux qui ont des acides gras à chaînes saturées longues. Le point de fusion d'une graisse alimentaire ne doit pas être supérieur à 43°C car elle serait mal digérée [Graille, 2003].
- La chaleur apporte les modifications aux lipides qui entraînent la production des corps chimique nouveaux soit volatils (provenant principalement de l'oxydation des acides gras insaturés qui sont responsable de l'odeur dégagée par les fritures) ou qui restent dans le bain de friture et dont une partie serait imprègne dans les aliments.
- A température ambiante, les l'huiles sont liquides et les graisses sont solides.
- La viscosité diminue avec l'insaturation des acides gras et augmente avec le poids moléculaire.
- Au traitement basique de corps gras (saponification), les acides gras se libèrent de glycérol en formes des savons [Anonyme, 2005].
- A l'air et à la lumière les corps gras subissent des réactions d'autoxydation qui se traduisent par l'apparition d'une odeur de rance et la formation de composes nouveaux. Plus les doubles liaisons sont nombreuses plus la vitesse d'autoxydation est élevée [Berrada, 2009].

## Chapitre 2 : L'huile alimentaire végétale

### 2.1 Définition

C'est une huile comestible extrait à partir des pulpes de fruits ou des graines oléagineux et qu'à température ambiante selon les acides gras constitutifs soit les acides gras saturés ou les acides gras insaturés existe à l'état liquide ou solide respectivement [Anonyme, 2013].

**Tableau 1** Classification des l'huiles végétales

Consistance	Huiles fluides	Huiles concrètes
Exemples	Arachide, colza, soja, pépins de raisins, noix, olive	Palme, coprah

[Anonyme, 2011]

La composition en acides gras est différente d'une espèce végétale à un autre. Le tableau 2, nous donne composition en acides gras insaturés de quelques huiles végétales.



**Tableau 2:** Composition en acides gras insaturés de quelques huiles végétales

Acide gras	Acide oléique (%)	Acide linoléique (%)	Acide $\alpha$ -linoléique (%)	Acide $\gamma$ -linoléique (%)
Tournesol	20	66	-	-
Mais (germe de)	30	59	-	-
Arachide	40 - 54	27 – 35	-	-
Colza	59 - 63	19 – 21	9 – 10	-
Soja	20	50 – 55	7 – 8	-
Sésame	41 - 46	42 – 45	-	-
Olive	70 - 81	6 – 8	-	-
Amande	75	15	-	-
Palme	40 - 43	8 – 10	-	-
Coprah	10	2	-	-
Coton	31	40 – 44	-	-
Blé (germe de)	15	50 – 53	5 – 8	-
Noix	14 - 22	55 – 60	10 – 13	-
Avocat	50	10	3	-
Lin	15 - 18	20 – 24	50 – 60	-
Karité	50	7	-	-
Noisette	75 - 81	11 – 16	-	-
Raisin (pépins de)	15	71	-	-
Cameline	20	18	40	-
Chanvre	11	55	18	2,5
Carthame	12 - 15	75 – 78	-	-

[Lambert, 2005 ; Anonyme, 2011]

## 2.2. Utilisation

Les huiles végétales sont utilisées comme corps gras de cuisson et friture. Le point de fumage d'une huile alimentaire (température dans laquelle l'huile fume et commence à se dégrader) doit être respecté afin d'éviter les composés toxiques.

**Tableau 3** Les points de fumage des huiles végétales

<b>Origine</b>	<b>Point de fumage (°c)</b>
Arachide	232 (raffiné), 160 (non-raffiné)
Tournesol	232 (raffiné ou semi-raffiné), 107 (non-raffiné)
Soja	232 (raffiné), 177 (semi-raffiné), 160 (non-raffiné)
Olive	242 (raffiné), 216 (vierge), 191 (vierge extra)
Sésame	232 (semi-raffiné), 177 (non-raffiné)
Carthame	200
Noix	204 (semi-raffiné), 160 (non-raffiné)
Pépin de raisin	216 (raffiné)
Pépin de courge	140
Palme	240 à 260
Colza	204 (raffiné), 177 (semi-raffiné), 107 (vierge)
Germe de maïs	232 (raffiné), 160 (non-raffiné)
Avocat	271

[Anonyme, 2013]

### 2.3 Conservation

Les huiles doivent être protégées de l'air, de la lumière et de chaleur. Les huiles vierges pré-emballées peuvent se conserver jusqu'à un an dans leur bouteille d'origine, à l'abri de la lumière de préférence. Après ouverture, l'huile doit être :

- A l'abri de la lumière (à température ambiante ou au réfrigérateur) : pour les huiles d'olive, de carthame oléique, de pépins de courge, de tournesol oléique ou de sésame ;
- Au froid et pas plus de 6 mois pour les plus riches en acides polyinsaturés ;
- Au froid entre 1 et 3 mois pour les plus riches en acides  $\alpha$ -linoléiques ;
- Quand il s'agit de l'huile de lin, il est à consommer rapidement.

Les huiles les plus riches en acides oléiques comme l'huile d'olive, se figent plus complètement donc il est plus pratique de les conserver à température ambiante [Anonyme, 2013].

## Chapitre 3 : L'huile d'olive

### 3.1. L'olivier

La culture de l'olivier a été dans des régions méditerranéennes depuis l'histoire de civilisation, où l'arbre a parfaitement adapté à ses conditions xérothermiques. L'olivier n'est pas un arbre qui est seulement cultivé pour ses fruits mais possède une très grande symbolique reconnue :

- Symbole de paix et de réconciliation
- Symbole d'éternité, d'immortalité et d'espérance
- Symbole de sacrifice
- Symbole de puissance et de force
- Symbole de victoire
- Symbole de fécondité, de fertilité, de richesse
- Symbole de lumière, de pureté **[Henry, 2003 ; Brugerolles, 2009]**

L'olivier est dit d'être immortel car il peut vivre jusqu'à 1000 ans et, si à cet âge on le coupe, il produira immédiatement un rejet qui vivra lui aussi des centaines d'années. De 1 à 7 ans ce sera une juvénile qui ne produira pas d'olive. De 7 à 35 ans, il commencera à produire tout en poursuivant sa croissance. De 35 à 150 ans, il est en pleine maturité et sa production sera abondante. Au delà de 150 ans, son tronc commencera à se creuser, il perdra une partie de son écorce et sa production déclinera **[Brugerolles, 2009]**.

Dans un paysage essentiellement caractérisé par la rareté et la dispersion du manteau végétal, l'olivier retient l'attention de ceux qui en déplorent l'âpreté sauvage, désertique même parfois, et ne manquent jamais de se louer de la providentielle présence des olivaies. Sans elle, la garrigue ne serait souvent qu'un désert de pierres et buissons épineux épars, et des versants montagneux serait totalement dénudés.

L'olivier appartient à la famille d'*Oleaceae* et on distingue deux formes d'olivier : l'olivier sauvage, *Olea europea sylvestris* ou *Olea europea oleaster*, et l'olivier cultivé, *Olea europaea sativa*. L'olivier sauvage s'adapte facilement à tout type de terrains et végète même dans des endroits inaccessibles. Il supporte parfaitement des sécheresses prolongées mais craint les froids trop vifs et humidité

stagnante. C'est un arbre qui ne supporte pas des températures très basses, au dessous de -7 à -8°C surtout si la durée de froid est longue et humide, l'arbre peut commencer à perdre ses jeunes rameaux. Un hiver doux avec une moyenne de 8 à 9°C est nécessaire pour entre en végétation. La floraison printanière sera déclenchée par des températures entre 20 à 22°C **[D'Aygalliers, 1899]**.

Le cycle de végétation de l'olivier est régulé par le climat méditerranéen et se différencie des autres arbres fruitiers par le fait qu'il produit ses fruits pendant l'hiver. Le printemps, des bourgeons apparaissent sur les bois de l'année d'avant et de nouvelles pousses se développent. Ce sont ces nouveaux rameaux qui portent les olives pendant automne. L'arbre est objet de nombreux soins : l'olivier est souvent taillé pour le débarrasser de ses rameaux inutile, de freiner le vieillissement, d'éliminer ses bois morts afin de l'aider dans sa croissance et pour que les branches soient plus près du sol et que la cueillette des olives soit plus facile **[Fouin et Sarfati, 2002]**.

L'engrais est apporté à la terre travaillée pour favoriser emmagasinage de l'eau. Pendant l'été le fruit se grossir peu à peu avant d'arriver à sa taille définitive vers le mois d'octobre. La cueillette des olives de table se fait quand le fruit est encore vert alors que les olives destinées à l'huile sont ramassées plus tard, quand le fruit se colore : il passe du jaune vert au brun-violet puis au noir. L'olivier s'adapte à des sols varies ; sur des sédiments, siliceux ou calcaires, seuls les terrains très argileux ne lui conviennent pas. Les sols argileux provoquent l'asphyxiations des racines durant les saisons pluvieuses et un manque d'eau pendant l'été. L'olivier a un système racinaire très puissant qui lui permet d'aller chercher les éléments nutritifs dans les couches les plus profondes du sol. Le vent provoque des pertes importantes pendant la floraison ou la maturation des fruits.

Avec une pluviosité de 600mm de pluie bien repartis, l'olivier végète et produit normalement. Entre 450 et 600 mm, la production est possible à condition que les capacités de rétention en eau du sol soient suffisantes. L'olivier étant exigeant en lumière, l'insolation est à considérer dans le choix d'orientation des arbres, la densité de plantation et les tailles d'éclaircie. Les vents chauds au cours de la floraison, les brouillards et les fortes hygrométries, la grêle et les gelées printanières sont autant des facteurs favorables à la floraison et la fructification. Les

rendements sont variables en fonction de l'âge des arbres (oliviers), des densités de plantation et des soins culturaux [Henry, 2003].

### 3.2 Cycle annuel de développement d'olivier

- Janvier à Février – induction, initiation et différenciation florale
- Mars – inflorescences au rameaux de l'année précédente
- Avril – pleine floraison
- Fin Avril au début Mai – fécondation et nouaison des fruits
- Juin – début de développement et grossissements des fruits
- Septembre – véraison
- Octobre – maturation de fruit et enrichissement en huile
- Mi-novembre au Janvier – récolte des fruits [Sekour, 2012].

### 3.3. Production mondiale d'huile d'olive

**Tableau 4:** Répartition de la production mondiale d'huile d'olive (campagne 2009/2010) (COI, 2009a)

<b>Pays</b>	<b>Production (1000 tonnes)</b>	<b>Production (% total Mondiale)</b>
Espagne	1200	41.6
Italie	540	18.7
Grèce	348	12.1
Syrie	150	5.2
Turquie	147	5.1
Tunisie	140	4.9
Maroc	95	3.3
Algérie	50	1.7
Portugal	50	50
France	5	0.2

[Veillet, 2010]

La production de l'huile d'olive a toujours été concentrée dans le bassin méditerranéen dont le climat favorisé la culture d'olivier. L'Espagne est le plus grand

producteur d'huile d'olive, avec production de 41.6% qui est presque un demi de la production mondiale, suivie par l'Italie (18.7%) et la Grèce (12.1%) comme pays producteurs dominant les marchés d'huile d'olive mondiale. Dans la production mondiale, l'Algérie fait partie des pays méditerranéen producteurs avec une valeur de 1.7% très significative car elle montre la production d'une l'huile d'olive qui est l'un des meilleures dans le monde.

**Tableau 5:** Consommation mondiale d'huile d'olive (campagne 2009-2010) (COI, 2009a)

<b>Pays</b>	<b>Consommation (1000 tonnes)</b>	<b>Consommation (% total Monde)</b>
Italie	710	25.0
Espagne	560	19.7
USA	260	9.2
Grèce	220	7.7
Syrie	120	4.2
France	108.8	3.8
Turquie	98	3.5
Portugal	74	2.6
Maroc	70	2.5
Royaume-Uni	55.5	2.0
Allemagne	51.4	1.8
Algérie	50	1.8
Brésil	42.5	1.5
Tunisie	35	1.2
Japon	29.5	1.0

**[Veillet, 2010]**

L'Italie, l'Espagne et la Grèce ont une superficie largement d'oliviers, elles consomment et exportent largement. La consommation mondiale de 65% est dans la communauté européenne, qui est aussi eux qui ont une grande production mondiale. Les USA sont les premiers importateurs mondiaux. Ensuite les pays comme : la

Syrie, le Maroc, la Turquie, l'Algérie, la Tunisie et le Portugal ont connu la consommation locale des olives et son l'huile. La Tunisie, le Maroc et la Turquie arrivé à exportent dans une moindre mesure et augmente leur plantations [Henry, 2003].

### 3.5. Oléiculture en Algérie

**Tableau 6:** Occupation de la filière oléiculture en Algérie

Période	Superficie occupé
1970 - 2000	+ 16 millions des plants
2000 - 2012	+240.200ha de plantations
2009 - 2012	+89.064ha ont été planté
Aujourd'hui	389.000 ha occupé

[El Wakab, 2013]

L'extension de l'oléiculture sur toute l'Algérie durant les dix dernières années résulté d'une production significative et couvrant 38,7% des superficies arboricoles. Selon les données présentées lors du 1<sup>er</sup> Salon international de l'oléiculture, le chiffre des plants avait triplé de 16,8 millions de plants en 2000 à 48 millions de plants, fin 2012. Cette intégration d'oléiculture a permis de mettre en jeux cette filière avec une extension sur l'ensemble du territoire. Des systèmes de production ont été améliorés par mode de production extensif au mode intensif [El Wakab, 2013].

**Tableau 7** Production des olives de tables et de l'huile d'olive

	2000	2011	2012
<b>Production des olives de tables</b>	346.730quintaux		+1.4million quintaux
<b>Production de l'huile d'olive</b>	333.200hl	728.000hl	

[El Wakab, 2013]

Les olives de table ont quadruplé de l'année 2000 à 2012 et la production d'huile d'olive avait relativement augmentée avec des valeurs très importantes dans les années mentionnées ci-dessus. Il a été constate que de l'année 2011 à 2012, la

production de l'huile d'olive avait chuté de 41% et puis rétabli en 2012. Les faibles rendements de l'oléiculture algérienne sont liés aux conditions climatiques et les techniques culturales pratiques.

Le plan de développement national de l'oléiculture vise d'atteindre 1 million d'ha pour une production annuelle de 100.000 tonnes d'huile d'olive en 2014. Pour réaliser cet objet, le programme d'action vise l'extension du verger oléicole à travers :

- L'identification de nouveaux sites
- L'utilisation des systèmes d'irrigation pour économiser et maximiser l'utilisation d'eau
- Maîtrise des techniques de plantation et d'entretien
- L'acquisition d'équipements spécialisés pour améliorer les conditions de récolte
- La modernisation de l'industrie oléicole

1953 huileries, dont 408 huileries modernes ont assurée la transformation des olives en huile. Entre 2000 et 2011, 248 huileries ont été créées, 153 confiseries ont été mises en place pour le conditionnement des olives de tables dont 113 confiseries dans les années mentionnés précédemment.

Le Ministère de l'Agriculture et du Développement rural, M. Rachid Benaissa a estimé pendant le 1<sup>er</sup> salon d'oléiculture internationale que la filière oléicole était une « éveille » qui va mettre en charge le progrès d'extension des superficielles pour répondre à la demande nationale et mondiale d'huile d'olive. Il a insisté sur l'introduction de techniques modernes de plantation et de production pour accélérer le système régulier de production [**EI Wakab, 2013**].

En **Algérie** la surface oléicole est répartie en trois régions :

- la région centrale de pays (Kabylie (Tizi Ouzou, Bejaia, Bouira), Bourmedes, Blida, et Ain Defla)
- la région Ouest (Tlemcen, Ain Timouchent, Mascara, Sidi Belabes et Relizan)
- la région Est (Jijel, Skikda, Mila, Guelma) [**Sekour, 2012**]



### 3.5. Les principales variétés d'oliviers existant en Algérie

Il ya des variétés locales comme Chemlal rencontre dans toute la Kabylie; Limli, Azaradj et Bouchouk qui sont des variétés rencontre dans la vallée de la Soummam; à l'Ouest de pays on a une variété Sigoise.

Il ya aussi des variétés d'origine italienne ou française : la Cornicabra, la Servillance, la Lucque, la Frontio et la Leccino qui sont bien adaptées aux conditions climatiques de pays **[Sekour, 2012]**.

### 3.6. La récolte des olives

Le période optimal de la récolte des olives est déterminé par les conditions climatiques et la région de production qui ont l'impact sur la vitesse de maturation des olives. Les techniques de cueillette des olives varient selon les caractéristiques de l'arbre, la nature de sol, la superficie de l'exploitation, ainsi que la destination finale de ces olives et le type d'huile souhaité à obtenir **[Henry, 2012]**. La récolte peut se faire à la main (la méthode la plus utilisée pour les olives de tables, qui ne doit pas être endommagé) **[Veillet, 2010]**, au peignes, gaules ou cornes de bélier et certaines des outils sont mécanisés pour facilité la cueillette. Pour remuer le tronc et les branches des arbres et faire tomber les olives, des secoueurs mécaniques sont employés.

La récolte des olives nécessite aussi de disposer des sacs de cueillettes et d'échelles mobiles légères pour améliorer la productivité et exécuter une cueillette de qualité. Des filets plastiques étendus sous les arbres sont utilisé pour éviter de salir les olives **[Fouin et Sarfati, 2002]**. Suivant le degré de maturité des fruits, les olives sont classes en : olives vertes, tournantes, noires et noires ridées. Pour des olives destinées à l'extraction d'huile, le transport en vrac doit être éviter pour n'est pas y avoir échauffement des fruits et des lésions donnant une huile de forte acidité.

La qualité de l'huile d'olive est déterminée depuis l'époque de plantation de telle ou telle variété et continue à travers la conduite culturale de l'olivier jusqu'à récoltes. Les travaux préliminaires, la durée de stockage au niveau de l'oliveraie, les

conditions de transport des fruits à l'unité, la durée de stockage avant transformation et la conduite technologique d'extraction ainsi que les conditions de stockage et la distribution de l'huile [Ouaouch et Chimi, 2007].

### 3.7. Du fruit d'olive à l'huile d'olive



### 3.8. L'olive

C'est une drupe de forme ovale qui pèse de 2 à 12g selon les variétés, constitue d'un péricarpe (peau et pulpe) et d'un endocarpe (noyau). L'épicarpe passe de vert clair au noir avec la maturation de fruit. Elle est composée de la partie solide qui donne les grignons au cours d'extraction de l'huile et la partie liquide (huile et eau). Les principaux composants d'olive est :

- L'eau – occupe 40 à 70% de fruit dans la pulpe, est à l'origine des margines au cours de l'extraction et contient des composés hydrosolubles.
- Des substances solides – occupent 20 à 30% de fruit dans la pellicule et le noyau.
- L'huile – occupe 6 à 25% de fruit surtout dans la pulpe.
- Des composés chimiques – occupent 1 à 2.5% de fruit. Ils s'agissent des composés phénoliques, des tocophérols en particulier, des composés aromatiques, des composés colorantes...

La composition d'olive varie selon les facteurs qui sont liés les uns des autres : la variété, le terroir, le climat, des conditions culturaux, de la date et des conditions de récolte et stockage des olives **[Carrière, 2013]**.

### **3.9. Définition d'huile d'olive**

L'huile d'olive, l'or liquide, est un vrai jus directement issue d'un fruit d'olivier (*Olea europea L.*) obtenue uniquement par des procédés physiques sans recourir à des étapes de raffinage à l'exclusion des huiles obtenues par solvant **[Fouin et Sarfati, 2002 ; Anonyme, 2002]**.

La teneur de l'huile d'olive obtenue varie non seulement selon de la variété, le terroir, les pratiques agronomiques locales et le stade de maturité à la récolte mais aussi des nombreux facteurs comme le cycle de production, de transformation des olives. L'objectif le plus important de l'extraction d'huile d'olive est d'avoir le maximum de quantité d'huile sans altéré sa qualité d'origine. L'huile d'olive est obtenue par trituration du péricarpe des olives dans des moulins spécifiques. Le processus de fabrication est une opération purement mécanique, dont l'objet est d'extraire l'huile des drupes de l'olivier, ce qui veut dire que le produit final est du jus pur de fruit qui n'a subi aucune transformation chimique.

L'extraction de l'huile d'olive comprend deux étapes fondamentales qui comprennent : la préparation de la pulpe (broyage) suivie de la séparation de la fraction huileuse des autres composants solides et liquides qui est l'extraction proprement dite **[Anonyme, 2013]**.

### **3.10 . Le processus d'extraction d'huile d'olive**

Avant l'extraction les olives sont préparées :

#### **f) Tri**

Une opération qui consiste le nettoyage où les olives sont séparées de la terre, des feuilles et des petits rameaux dans des cribles statiques ou vibrants. Quelques fois une petite quantité des feuilles sont laissés pour donner à l'huile un arôme plus fruité. Après triage, les olives peuvent être stockées en couche mince dans un endroit aéré et à l'abri de la lumière. Leur durée de stockage doit être plus courte dans le but d'éviter les événements d'altération de l'huile **[Anonyme, 2003]**.

#### **g) Lavage**

Une opération entre le stockage et la fabrication qui permet d'améliorer les qualités organoleptiques de l'huile. Les olives sont immergées dans un bac d'eau propre ou lavées par un courant d'eau froide.

#### **h) Le broyage**

Une opération destinée à libérer les gouttelettes d'huiles contenues dans les vacuoles par broyage des cellules. Les olives sont soumises à des actions mécaniques qui provoquent la rupture des parois cellulaires et des membranes entraînant la libération de l'huile. Cette opération est assurée par des chocs de dispositifs mécaniques en rotation à grande vitesse provoquant un frottement des fragments de noyaux sur la pulpe. Une pâte d'huile est obtenue qui est une masse semi-fluide composée d'une fraction solide et d'une fraction liquide. Le broyage peut se faire à meule, à marteaux, à couteaux, et à disques **[Veillet, 2010]**.

#### **i) Le malaxage**

Une opération effectuée dans un malaxeur, qui consiste à renforcer l'effet d'écrasement et uniformiser la pâte ainsi d'augmenter le rendement de l'extraction. L'émulsion l'eau/l'huile est rompue et les particules d'huile s'agglomèrent en gouttes plus grosses qui se séparent spontanément de l'eau de végétation. L'efficacité du malaxage dépend de la méthode utilisée pour le broyage. Un faible degré

d'émulsion est donnée par l'utilisation de meules qui permet le malaxage à froid d'être suffisant pour avoir un bon rendement. Le broyage à marteaux donne en revanche une émulsion plus stable qui nécessite un réchauffage modéré de la pâte pour obtenir un rendement acceptable **[Henry, 2003]**.

#### **j) Extraction d'huile**

Consiste à la séparation d'huile et des grignons. On a l'extraction par pression qui est une méthode ancienne permettant de séparer le moût d'huile du grignon par filtration sous l'effet de la pression. L'extraction par centrifugation permet de séparer deux à trois phases sous l'effet des différences de poids spécifiques. On a aussi l'extraction en Sinolea d'où son principe réside sur la différence entre la tension superficielle de l'eau et celle de l'huile, l'huile tend à adhérer plus facilement sur une surface métallique que l'eau. Les gouttelettes d'huiles s'adhèrent à la surface métallique quand le peigne de Sinolea est plongé dans la cuve de pâte, il suffit de le retirer et racleur pour avoir l'huile d'olive pure. Néanmoins, le procédé de Sinolea est relativement long et a des faibles rendements en huile **[Veillet, 2010]**.

Une quantité résiduelle d'eau contenue dans le moût d'huile doit être éliminée par la décantation ou la centrifugation. La décantation naturelle est la méthode la plus ancienne de séparation de l'huile aux eaux de végétation sur leur immiscibilité. La centrifugation verticale est employée dans toutes les installations pour séparer l'huile de l'eau. A la sortie de centrifuge, l'huile contient des résidus solides en suspension, il s'agit des mucilages et graisses, et présente un aspect trouble donc au repos, le résidu solide se dépose sur le fond et l'huile se clarifie spontanément. L'huile d'olive continue à évoluer après la sortie du moulin : les premiers deux mois, l'huile s'affine ; au bout de deux ans, les saveurs sont plates et l'oxydation commence.

Après l'extraction de l'huile on récupère les margines et les grignons comme les déchets, les grignons peuvent être utilisés comme engrais ou comme combustible pour le chauffage **[Djadoun, 2010]**.

### 3.11. L'extraction de l'huile d'olive par système discontinu

Cette méthode d'extraction par presse considéré comme une méthode traditionnelle depuis la fabrication de l'huile d'olive. Les meules en pierre sont utilisé pour le broyage, elles se glissent légèrement sur le sol (aussi en pierre) en permettant de malaxer la pâte, ce dernier est obtenu en environ 30 minutes. A l'origine après le broyage (figure 1), la pâte est mise dans des scourtins, des doubles disques de fibre de coco tressée, reliés par le bord extérieur et percés au centre environ 5 kilos de pâte par scourtin, puis empilait les disques puis les presser à la force des bras **[Henry, 2003]**.

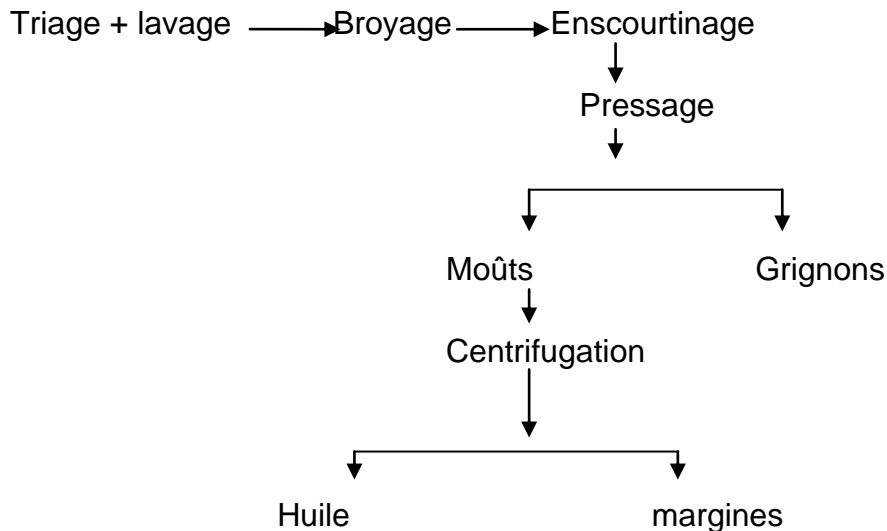
Aujourd'hui le principe a resté la même sauf les fibres de nylon ont remplacé celles de coco et les disques ne sont plus reliés entre eux par le bord extérieur, ce qui permet un meilleur nettoyage des disques et limite une forte oxydation et le développement des moisissures. La presse manuelle été aussi remplacé par un système hydraulique plus puissant et automatisé montré par figure 2. Selon l'humidité de la pâte d'olive, la pression exercée varie de 200 à 400 bars et le mélange d'eau et huile sortira par le bord extérieur de scourtins ou par le centre, l'opération dure d'environ 45 minutes. Cependant, les résidus « grignons », secs (figure 3) comme il n'avait pas d'eau ajouté au cours de procédé, restent emprisonnées dans les scourtins. La séparation de l'huile/margines est faite par décantation **[Veillet, 2010]**.

#### 3.11.1. Inconvénients

- Ce système génère une large quantité des margines en plus de l'huile et grignons, celui-ci peut provoquer des problèmes à l'environnement.
- Il nécessite le lavage des scourtins régulièrement
- Le risque d'auto oxydation car les opérations de broyage et de pressage sont conduites en plein air qui entraînent l'altération de l'huile par oxydation résultant de l'exposition de la pâte à l'air atmosphérique.
- Le risque de chaumage des olives lié au stockage au moulin avant trituration **[Bouhadjra, 2011]**.

Malgré tous les inconvénients, l'extraction par presse permet d'obtenir huile d'olive très riche aux polyphénols ainsi une préservation des qualités

organoleptiques et nutritionnelle. A la fin de trituration, des grignons secs produits sont facile à utiliser. La figure 4 schématisé un système discontinue d'extraction par presse.



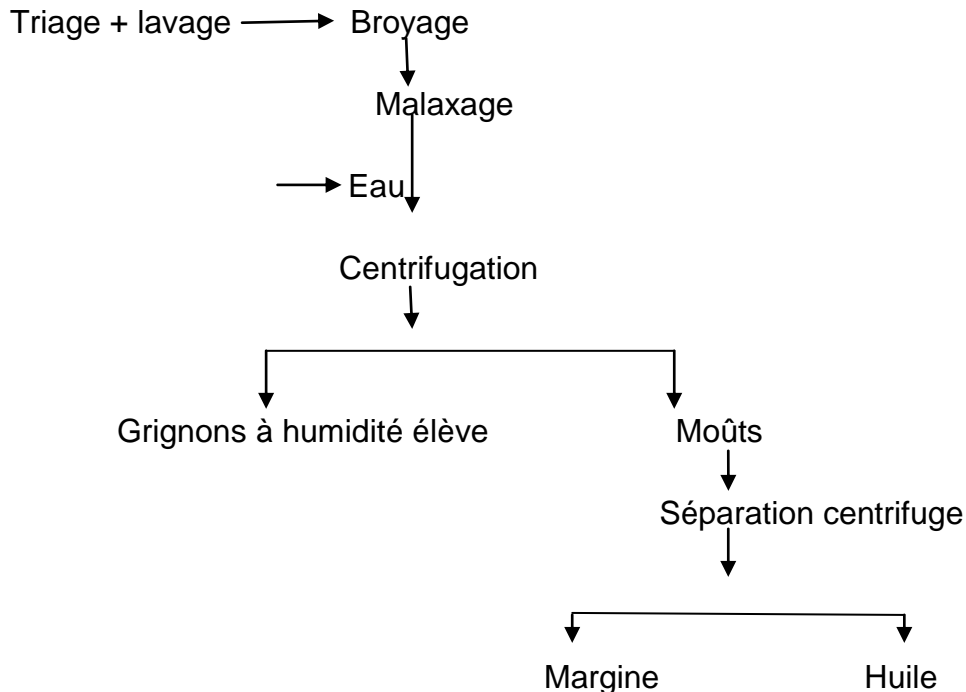
**Figure 4** : Système discontinue d'extraction par presse [Sekour, 2012].

### 3.12 L'extraction de l'huile d'olive par système continu avec centrifugation

Dans le système continu, c'est des broyeurs mécaniques qui agissent comme des presses en travaillant continuellement pour donner la pâte instantanément. La pâte est amenée dans un bac en inox, dans lequel tourne une spirale ou vis sans fin qui sera aussi en inox. La pâte est ensuite injectée par une pompe dans un appareil appelé décanteur à horizontal qui est une centrifugeuse dont l'axe est horizontal, permettant de séparer l'huile d'olive des margines.

Il y a des **centrifugeuses à 3 phases**, car elles séparent les grignons, l'huile avec un peu d'eau et les margines avec un peu d'huile. Pourtant, ce système requiert un grand ajout d'eau pour fonctionner qui sera mélangé avec les margines en augmentant le volume de coproduits à éliminer. A la sortie de centrifugeuse, il aura des grignons à teneur en humidité élevée et une émulsion huile/eau. L'eau utilisée est souvent chaude qui appauvrit l'huile en composés phénoliques et aromatiques. Ce système a l'avantage de réduire les coûts de transformation et la

durée de stockage des olives ainsi une production d'huile de moindre acidité [Henry, 2003 et Veillet, 2010].



**Figure 5:** Système continu d'extraction avec centrifugation à 3 phases [Bouhadjra, 2011].

On a aussi de système continu d'extraction avec **centrifugeuses à deux phases**, huile et grignon. Aucune étape supplémentaire ne requise après centrifugation, huile d'olive est directement séparée de grignons. Il y a les avantages liés au système continu à deux phases :

- Un cycle court avec une capacité de traitement importante, des risques de dégradation sont moindres car le temps de contact avec l'air au moment de trituration sont réduits.
- Stabilité de l'huile accrue, huile plus riches en polyphenols
- Rendements en huile plus élevés
- C'est un système plus respectueux de l'environnement [Carriere, 2013].



### 3.12.1. Inconvénients

- huile est parfois amère et aromatique ainsi deviens difficile à consommer jeune.
- Obtention de grignons humides qu'il faut sécher pour les valoriser.

### 3.13. Classification des huiles d'olive

Les huiles d'olives sont classées en dénominations de vente qui font l'objet d'une réglementation européenne selon une méthodologie définie par le Conseil Oléicole Internationale (COI). Il s'agit des analyses physico-chimiques permettant d'évaluer la qualité des matières premières, la fraîcheur des produits et puis une dégustation par un jury d'experts. Parmi tous les produits alimentaires, l'huile d'olive est la seule à laquelle l'évaluation organoleptique est faite pour déterminer sa classification [Anonyme, 2002].

On trouve **l'huile d'olive** selon les définitions ci-après :

- a. Les huiles d'olive vierges – sont les huiles obtenues uniquement par des procédés physiques dans des conditions thermiques 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. Parmi les huiles d'olive vierges on a :
  - l'huile d'olive vierge propre à la consommation en état dans laquelle on distingue :
    - ✓ L'huile d'olive vierge extra
    - ✓ L'huile d'olive vierge
    - ✓ L'huile d'olive vierge courante
  - L'huile d'olive vierge non propre à la consommation en état dénommée l'huile d'olive lampante – elle est destinée aux industries du raffinage ou à des usages techniques.
- b. L'huile d'olive raffinée – est huile obtenue des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modification de la structure glycéridique initiale.
- c. L'huile d'olive – est l'huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierges propres à la consommation en l'état.

On a aussi l'**huile de grignons d'olive** qui est obtenue par traitement aux solvants ou d'autres procédés physiques, des grignons d'olive et on le trouve selon les définitions ci-après :

- a. L'huile de grignons d'olive brute – elle est destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques.
- b. L'huile de grignons d'olive raffinée – est l'huile obtenue à partir d'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage qui n'entraînant pas de modification de la structure glycéridique initiale.
- c. L'huile de grignons d'olive – est l'huile constituée par le coupage de l'huile de grignons d'olive raffinée et d'huile d'olive vierges propres à la consommation en l'état [Anonyme, 2008]. Le tableau 8 nous montre les différentes catégories d'huile d'olive.

**Tableau 8:** Différentes catégories d'huile d'olive

Catégorie	Acidité (%)	Indice de peroxyde (mEq O <sub>2</sub> /kg)	Acides saturés en position 2 du triglycéride (%)	Note de l'analyse sensorielle
Huile d'olive vierge extra	≤ 1,0	≤ 20	≤ 1,3	≥ 6,5
Huile d'olive vierge fine	≤ 2,0	≤ 20	≤ 1,3	≥ 5,5
Huile d'olive vierge courante	< 3,3	≤ 20	≤ 1,3	≥ 3,5
Huile d'olive vierge lampante	≤ 3,3	< 20	≤ 1,3	< 3,5
Huile d'olive raffinée	≤ 0,5	≤ 5	≤ 1,5	
Huile d'olive	≤ 1,5	≤ 1,5	≤ 1,5	
Huile de grignon d'olive brute	Variable	-	≤ 1,8	
Huile de grignon d'olive raffinée	≤ 0,5	≤ 0,5	≤ 2,0	
Huile de grignon d'olive	≤ 1,5	≤ 1,5	≤ 2,0	

[Graille, 2003]

### 3.14. Composition d'huile d'olive

Comme tout les lipides l'huile d'olive est compose de deux parties : une fraction saponifiable qui comprises les acides gras et les triglycérides, et une fraction insaponifiable [Veillet, 2010].

#### 3.14.1. La fraction saponifiable

Elle est comprise les triglycérides qui sont des esters du glycérol et d'acides gras. La fraction saponifiable représente entre 98 à 99% de l'huile d'olive.

##### a. Acides gras satures

Ils représentent 12 à 18% de la teneur en lipides de l'huile d'olive et on a :

Acide palmitique (C16:0) représente aussi comme  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{14}\text{-COOH}$

Acide stéarique (C18:0) aussi comme  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{16}\text{-COOH}$

##### b. Acides gras monoinsaturés

Contiens une double liaison et représente 55 à 83% de la teneur en lipides de l'huile d'olive.

Acide oléique  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_7\text{-CH=CH-(CH}_2\text{)}_7\text{-COOH}$

Acide palmitoléique  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_6\text{-CH=CH-(CH}_2\text{)}_5\text{-COOH}$

##### c. Acides gras polyinsatures

Représente 7 à 13% de la teneur en lipides de l'huile d'olive. Ils s'agissent des acides gras essentiels que le corps humain doit apportent par alimentation car il ne peut pas les synthétiser. Selon l'emplacement de la première double liaison sur la chaine carbonée on distingué deux famille :

##### i. Famille en $\omega$ 6

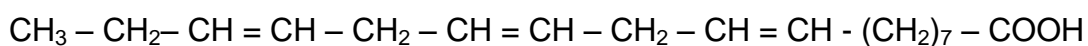
Acide linoléique C18: 2 $\omega$ 6 aussi  $\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_4\text{-CH=CH-CH}_2\text{-CH=CH-(CH}_2\text{)}_7\text{-COOH}$

C'est un acide gras polyinsaturés de 18 atomes de carbone comptant deux doubles liaisons dont la première en position 6 [Henry, 2003].

ii. Famille en  $\omega$ 3

AGPI qui compte trois double liaisons dont la première en position 3, il s'agit d'acide  $\alpha$ -linoléique.

Acide  $\alpha$ -linoléique C18: 3 $\omega$ 3



**Tableau 9:** Synthèse des acides gras d'huile d'olive

Acide gras	Formule brute	Norme du codex alimentarius
Acide Myristique	C14 : 0	<0.1
Acide Palmitique	C16 : 0	7.5-20
Acide Palmitoléique	C16 : 1	0.3-3.5
Acide Heptadécanoïque	C17 : 0	<0.5
Acide Stéarique	C18 : 0	0.5-5
Acide Oléique	C18 : 1	55-83
Acide Linoléique	C18 : 2	3.5-21
Acide Linoléique	C18 : 3	<1.5
Acide Arachidique	C20: 0	<0.8
Acide Gadoléique	C20 : 1	Traces
Acide Behénique	C22 : 0	<0.2
Acide Lignocérique	C24 : 0	<0.2

[Veillet, 2010]

L'huile d'olive est exceptionnellement riche en acide gras monoinsaturés, assez pauvre en acides gras saturés et contient une fraction non négligeable des acides gras polyinsaturés qui sont majoritairement composés d'acide linoléique. L'huile d'olive se distingue des autres huiles car c'est celle la plus riche en acide oléique qui représente près de 70% de ces acides gras.

### 3.14.2. La fraction insaponifiable

Cette fraction contient des constituants mineurs par leur faible proportion dans la composition chimique de l'huile d'olive mais qui apportent une valeur biologique d'une grande richesse. Elle représente 0,4 à 0,8% de l'huile d'olive. Parmi les constituants on a : d'hydrocarbures, de stérols, d'alcool terpéniques, de tocophérols, de composés phénoliques, de phospholipides et de pigments.

- Les hydrocarbures : il y a des hydrocarbures aromatiques qui confèrent à l'huile d'olive arôme et saveur et ils ont aussi un effet positif sur la digestion.

Les stérols : son quantité totale varie avec la variété des olives et leur degré de maturité. Le  $\beta$ - sitostérol, qui est le principal stérol, s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol alimentaire [Djadoun, 2010].

- Les alcools terpéniques : ils ont un intérêt d'augmenter l'excrétion des acides biliaires, favorisant l'élimination fécale du cholestérol.
- Les tocophérols : Ils s'agissent des vitamines liposolubles. Parmi les vitamines solubles on a l'alpha-tocophérol, qui au sein d'organisme est un puissant antioxydant capable de neutraliser les radicaux libres jouant ainsi un rôle significatif de protection des membranes cellulaires, des globules rouges, des revêtements des vaisseaux sanguins, de la peau et des acides gras essentiels indispensables précurseurs des prostaglandines. On a aussi le  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$  tocophérols qui existe en petite quantités.
- Les composés phénoliques : Les phénols sont des substances naturelles des huiles d'olive vierges présentant des propriétés antioxydant importantes. Certains composés phénoliques jouent le rôle de ralentissant le processus oxydatif dans l'huile. Les composés les plus abondantes sont l'oleuropeine, tyrosol et hydroxytyrosol d'où le principale responsable des propriétés phénolique est l'hydroxytyrosol qui confère une protection antiperoxyde et donc permettre l'huile d'olive de montre une stabilité face à l'oxydation. La composition en polyphénols de l'huile d'olive dépend de la variété et de la maturité des olives mais aussi des procédés

technologiques utilisés pour séparer la phase aqueuses (margines) de la phase huileuse **[Sarai-Manchado et Cheymier, 2006]**.

- Le pigment : La présence des chlorophylles ou caroténoïdes dans l'huile d'olive détermine son couleur soit en donnant une teinte vert ou jaune. La variation de couleur peut résulter de variété d'olive, niveau de maturation des fruits, terroir, système d'extraction et les conditions de stockage. En présence de la lumière la chlorophylle peut oxyder l'huile mais à l'obscurité elle aura une activité antioxydant donc il est conseillé de conserver l'huile d'olive à l'abri de la lumière. L'exposition de huile d'olive à la lumière au cours de stockage provoque les caroténoïdes de se décomposent et après 4 à 5 ans l'huile devient incolore **[Benlemlih et Ghanam, 2012]**.

### **3.15 Etude de la composition en acide gras par la chromatographie**

La chromatographie est une technique de séparation qui se base sur les différences d'affinités des substances à analyser selon deux phases: phase stationnaire (un support fixe qui peut être un solide ou un liquide) et phase mobile (il s'agit d'un fluide soit un liquide ou un gaz). La chromatographie nous permettons de déterminer la quantité des composants d'une mélange ainsi leur qualité. La séparation des composants entraîne par la phase mobile, résulte soit de leur adsorption et de leur désorption successive sur la phase stationnaire, soit de leur solubilité différente dans chaque phase. Le flux du fluide étant continu, c'est la rétention plus ou moins longues des différentes molécules sur le support fixe qui va les séparer les unes des autres. Le rapport des concentrations est égal au rapport des répartitions dans les deux phases ou coefficient de partage  $K$ . On aura l'expression  $K=C_s/C_m$  d'où  $C_s$  = concentration dans la phase stationnaire et  $C_m$  =concentration dans la phase mobile. Plus  $K$  est grand, plus le composé est absorbé fortement dans la phase stationnaire et plus la rétention est grande et inversement **[Antonot et al., 1988]**. La valeur de  $K$  dépend :

- De la structure du composé déterminant son affinité pour chacune des phases
- De la nature de la phase stationnaire

- De la phase mobile
- De la température qui affecte les pressions de vapeur et les solubilités

**Tableau 10** Paramètres intervenant dans la séparation

<b>Paramètres</b>	<b>Type de chromatographie</b>	<b>Domaine d'application</b>
La charge électrique	Echange d'ions	<ul style="list-style-type: none"> <li>_ Protéines</li> <li>_ Polypeptides</li> <li>_ Acides amines</li> <li>_ Acides nucléiques</li> <li>_ Sucres</li> </ul>
La taille et la forme	Exclusion ou gel de filtration	<ul style="list-style-type: none"> <li>_ Protéines</li> <li>_ Polypeptides</li> <li>_ Acides nucléiques</li> <li>_ Sucres</li> <li>_ Lipides</li> </ul>
L'existence de structures particulières permettant d'établir des liaisons spécifiques	Affinité	<ul style="list-style-type: none"> <li>o</li> <li>_ Protéines</li> </ul>
La polarité et/ ou Hydrophobicité	Polarité de phase inversée ou phase reverse	<ul style="list-style-type: none"> <li>_ protéines</li> <li>_ polypeptides</li> <li>_ acides amines</li> <li>_ acides nucléiques</li> <li>_ sucres</li> <li>_ acides gras</li> </ul>

[Richard, 2001]

### 3.15.1. Nature des phases

Phase stationnaire ou fixe : peut être solide ou liquide. Les solides permettent la séparation des composants par adsorption, ils peuvent être employés comme remplissage d'une colonne ou étalés en couche mince.

Phase mobile : est soit un gaz où la phase mobile est appelée gaz vecteur ou gaz porteur ; soit un liquide où la phase mobile est appelée éluant.

Le placement d'un détecteur à la sortie de la colonne qui répond à la concentration en soluté et si son signal est enregistré en fonction du temps on obtient une série de pics symétriques. Ce graphique, qu'on appelle un chromatogramme nous permet d'avoir une analyse qualitative et quantitative. Selon les positions des pics sur l'axe du temps on peut identifier les constituants de l'échantillon tandis que les aires sous les pics mesurent leur quantité. Le choix d'un détecteur dépend de la nature de l'échantillon mais un détecteur idéal doit présenter les caractéristiques suivantes :

- Sensibilité appropriée
- Temps de réponse rapide qui soit indépendant de la vitesse d'écoulement
- Réponse linéaire qui s'étende sur plusieurs puissances de dix
- Bonne stabilité et bonne reproductibilité
- Grande fiabilité et facilité d'emploi
- Domaine de température de fonctionnement compris entre température ambiante et au moins 400°C
- Préservation de l'intégrité de l'échantillon [**Laverdiere et al., 1999**]

### 3.15.2 Chromatographie en phase gazeuse

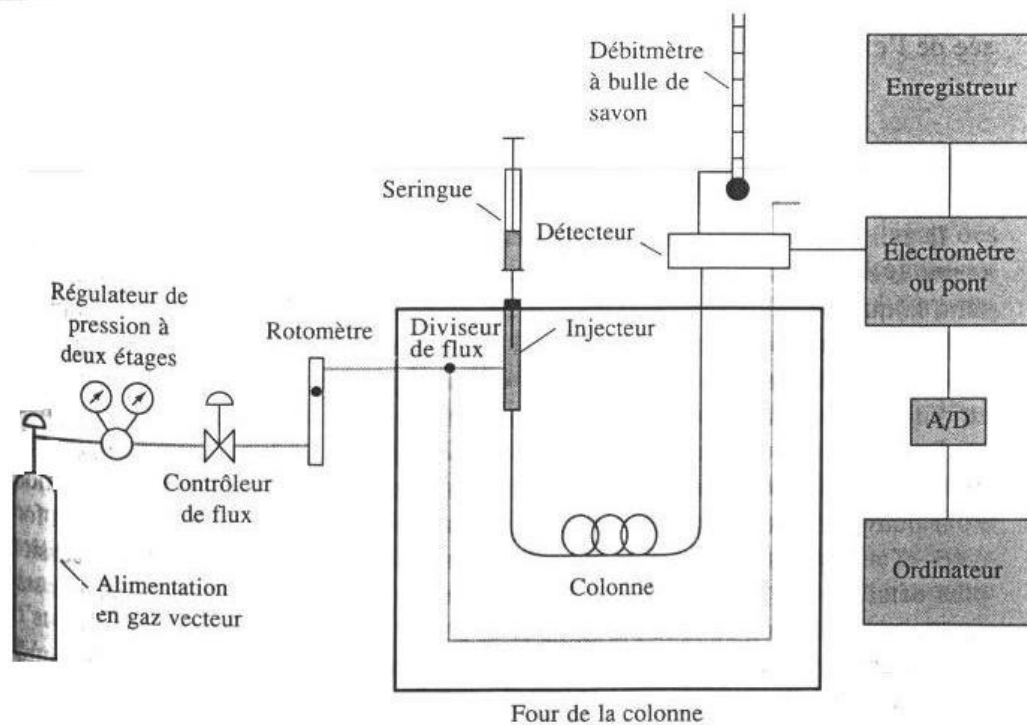
Un chromatographe est constitué de trois organes essentiels :

- L'injecteur – permet d'introduire un liquide qui doit être vaporisé instantanément avant d'être transféré dans la colonne. Sa température doit être supérieure d'environ 20°C à la température du produit le moins volatil.



- Détecteur – il met en évidence le passage des différents gaz séparés par la colonne. En CPG le détecteur le plus utilisé est celui à conductibilité thermique appelé catharomètre. Sa température est généralement la même que celle de l'injecteur **[Antonot et al., 1988]**.
- Colonne – l'organe principal constitué d'un tube généralement métallique de diamètre intérieur de l'ordre du millimètre et ce tube contient la phase stationnaire. On a les colonnes à remplissage (le support remplissant la colonne est constitué de grains à base de matériau réfractaire) et des colonnes capillaires (l'adsorbant est fixé sous forme d'une fine couche collée à la paroi du tube). Ces colonnes sont usuellement formées d'enroulements pour pouvoir les placer dans un four thermostatique. La réussite d'une bonne séparation chromatographique dépend largement du choix de la phase stationnaire. On distingue les phases apolaires et les phases polaires (retiennent plus les composés polaires).

En CPG l'échantillon est vaporisé et injecté au sommet de la colonne, un flux de gaz inerte qui sert de la phase mobile assure l'élution. Le chromatographe est alimenté avec des gaz vecteurs qui sont chimiquement inertes comme l'hélium, l'argon, l'azote ; le dioxyde de carbone et l'hydrogène. Le débit est contrôlé par un régulateur de pression qui équipe le cylindre à gaz, avec des débits variables selon les colonnes soit remplies ou capillaires. On introduit l'échantillon dans la colonne par une microseringue dans une chambre à vaporisation instantanée située au sommet de la colonne **[Laverdière et al., 1999]**.



**Figure 6** : schéma de chromatographie en phase gazeuse [Laverdiere et al., 1999]

### 3.16. Les bénéfices des composants d'huile d'olive à la sante

#### 3.16.1. AGPI (acide gras polyinsaturés)

Ces sont des acides gras essentiels indispensables à notre organisme pour vivre, heureusement, l'huile d'olive en contient en quantité non négligeable. Consommation d'AGPI en oméga 3 diminue le risque cardiovasculaire, facilite l'absorption des vitamines liposolubles et sont aussi des substrats pour la production d'hormones et médiateurs lipidiques. Ils ne sont pas seulement des nutriments essentiels mais peuvent aussi moduler favorablement plusieurs pathologies. Peroxydation in vivo par exemple l'oxydation des lipoprotéines à faible densité (LDL)

passer pour un mécanisme important de la pathogenèse de l'inflammation, de l'athérosclérose et de certains cancers **[Fouin et Sarfati, 2002]**.

Lorsque les AGPI remplacent les acides gras saturés dans le régime alimentaire, il y a une diminution de la concentration en cholestérol total qui est liée aux LDL. Chez les patients atteints de diabète de type 1, les AGPI améliorent la régulation métabolique.

### 3.16.2. AGMI (acide gras mono insaturés) et les maladies cardiovasculaires

L'acide oléique constitue 70 à 80% de la fraction de l'huile d'olive et est reconnu pour ces propriétés thérapeutiques très utiles dans la prévention des maladies cardiovasculaires. Les pays méditerranéens qui sont producteurs et consommateurs d'huile d'olive sont significativement moins touchés par les maladies cardiovasculaires à cause de la présence abondante d'huile d'olive comme principale graisse culinaire **[Carralafuente, 2003]**. Les polyphénols de l'huile d'olive favorisent la réduction de la présence des molécules d'adhérence cellulaire qui augmente la disponibilité du monoxyde d'azote (une diminution de la bioactivité du monoxyde d'azote peut provoquer une constriction des artères coronaires au cours de l'exercice physique), ils suppriment l'agrégation plaquettaire, stimulent les antioxydants endogènes des LDL pour retarder l'artériosclérose et réduisent les réactions inflammatoires. Les antioxydants exogènes augmentent la concentration d'antioxydants présents dans le corps et protègent contre les maladies dégénératives **[Carriere, 2013]**.

Pour montrer l'effet des biosphénols d'huile d'olive vierge extra sur l'inhibition d'oxydation de LDL à l'intermédiaire des cellules par l'augmentation de transcription des enzymes liées au glutathionne, une étude a été faite in vivo. Les composés phénoliques (oleuropein et acide protocatechuique) ont été ajoutés aux cellules qui contenaient LDL et laissés pendant 24hr, une analyse de ces cellules après le temps donné avait montré que l'oxydation des LDL (qui était mesurée par la quantité de peroxyde dégagé) dans les cellules était inhibée totalement. Cependant, une augmentation en glutathionne et des glutathionne peroxydase enzymes a été notée à la fin de 24hr, cela catalysé l'élimination des hydroperoxydes. Il a été conclu que les

bio phénols avait le pouvoir de réagit contre les radicaux puis l'inhibition de peroxydation des gras est en fonction d'accumulation intracellulaire des polyphenols. Après l'ingestion de l'huile d'olive, les bio phénols sont assimilé et elles se liés aux lipoprotéines de plasma. Alors la consommation quotidiennement d'huile d'olive vierge extra augmente les composés phénolique dans le plasma ainsi la résistance de LDL à l'oxydation, ce qui est montre aussi in vivo dans les sujets hyperlipidemique **[Masela et al., 2004]**.

### 3.16.3. L'action d'acide oléique sur le cholestérol

L'augmentation du cholestérol total est lie : à une consommation excessive des graisses totale, à la composition en acides gras de graisses consommées, toute consommation excessive de cholestérol alimentaire. L'acide oléique est hypocholestérolémiant par rapport aux acides gras saturés donc la remplacement de graisses saturées par des graisses mono insaturés conduisait à une réduction du cholestérol plasmatique total et du LDL au moins égale à celle que l'on pouvait obtenir par une simple réduction de l'apport des graisses saturées. Acide oléique est très faiblement oxydable grâce à la présence d'une seule double liaison dans la molécule et quand apporte comme aliment, il abaisse l'oxydabilité de LDL **[Fouin et Sarfati, 2002]**. Consommation d'huile d'olive augmente le taux de HDL (bon cholestérol) dans le sang, qui étant ramène vers le foie pour être traité sans se déposer sur les parois des artères, réduisent ainsi le risque de maladie cardiaque.

Une étude sur la détermination de l'effet d'ingestion d'huile d'olive vierge sur la composition en LDL a été faite in vivo, les volontaires ont suivi un régime absent en phénols pendant 4 jours avant l'administration d'une dose d'huile d'olive vierge. Les échantillons de sang était prélever puis les sujets ont suivi leurs régime habituelle pour une semaine en réduisant d'autre sources des graisse, le dernière échantillon été prélevé le 12eme jour. Les résultats ont montre qu'il avait une diminution d'antioxydants en LDL pendant les premiers 4jours puis le niveau des antioxydants ont augmenté après la dose d'huile d'olive. L'analyse des LDL a montre qu'ils étaient riche en acide oléique, composés phénoliques et en vitamine E, une diminution significatif en cholestérol été noté. Cette étude à explique l'incidence de moindre mortalité dans la méditerranéenne due aux maladies cardiovasculaires, là où l'huile

d'olive est prise quotidiennement. D'une manière générale, une dose journalière de 25ml d'huile d'olive vierge peut permettre d'augmenté la résistance des LDL à l'oxydation [**Gimeno et al., 2002**].

#### 3.16.4. Athéroscléroses

La protection antioxydant des LDL due à un enrichissement en acide oléique joue en faveur d'une meilleure protection contre l'athérosclérose. L'athérosclérose est une pathologie inflammatoire de la paroi artérielle qui résulte de multitude d'agents principalement les lipoprotéines atherogènes. Les formes oxydes des LDL jouent un rôle dans le processus athrogenique, notamment leur capacité à s'incorporer dans une variété particulière des globules blancs et les macrophages. L'acide oléique à un effet vasculaire athéro-protecteur direct car il interfère directement avec la réponse inflammatoire qui caractérise les premiers étapes de l'athérosclérose aboutissant à des modifications de la fonction normale d'endothélium [**Henry, 2003**].

L'action des polyphenols : les antioxydants empêchent la peroxydation des lipides et dont prévenir l'oxydation et la modification des LDL car ces sont des LDL oxydé qui déclenchent des réponses inflammatoires et des réactions aboutissant au dépôt de plaques d'athérome sur les parois artérielles [**Benlemlih et Ghanam, 2012**].

#### 3.16.5 Hypertension artérielle

C'est une condition morbide très répandue dans le monde qui peut être prévenue par une mode de vie sain caractérisé des bonnes habitudes alimentaires. L'élévation de la pression artérielle est clairement associée au risque cardiovasculaire. Le régime méditerranéen, riche en huile d'olive, est associée à une diminution des valeurs de pression artérielle ainsi plusieurs études indique que la consommation élevées de graisses mono insaturés était liée à une faible incidence d'hypertension artérielle.

Une étude espagnole a comparé l'effet d'un régime riche en AGMI provenant d'huile de tournesol à forte teneur en acide oléique et d'huile d'olive, sur les lipides plasmatiques, les lipides des membranes des globules rouges et la pression artérielle chez les femmes hypertendues à taux de cholestérol normal ou élevé. L'étude a porté sur 16 participantes qui ont suivi pendant 4 semaines, soit un régime enrichi en huile de tournesol à forte teneur en acide oléique, soit un régime enrichi en l'huile d'olive. Après une période de repos de 4 semaines, le régime était renversé pendant d'autres 4 semaines. Les résultats ont montré que la pression systolique et diastolique n'ont pas été modifiées après le régime enrichi en huile de tournesol à forte teneur en acide oléique mais elles sont toutes baissées significativement après le régime à base d'huile d'olive d'une manière plus prononcée chez les femmes qui avaient des taux de cholestérol normal que chez celles dont les taux étaient élevés **[Henry, 2003]**.

Il a été conclu que les deux régimes ont amélioré le profil lipidique des patients, cependant, seule l'huile d'olive a provoqué des modifications significatives des membranes des globules rouges, et une baisse de la tension. En outre cette étude suggère que les effets bénéfiques d'un régime à base d'huile d'olive sur la pression artérielle, les lipides plasmatiques et les membranes des globules rouges apparaissent supérieurs à ceux obtenus avec un régime à base d'huile de tournesol enrichi en acide oléique même si les teneurs en acide gras mono insaturés soient identiques **[Carrière, 2013]**.

### 3.16.6 Diabète

Les sujets diabétiques présentent la plupart de temps une hyperlipidémie et l'hypertriglycéridémie est très fréquente, souvent associée à une hypercholestérolémie due à un taux élevé de LDL. Une diminution des taux de HDL est remarquée qui fait les diabétiques être plus exposés aux risques cardiovasculaires. Parmi tous les facteurs agissant sur le diabète, le régime alimentaire est l'élément fondamental. Toutes les études sur les recommandations diététiques habituelles s'accordent sur la diminution au maximum l'apport en acides gras saturés. Un régime à prédominance d'acides gras mono insaturés fait apparaître une amélioration de l'équilibre glycémique évalué par la glycémie, la

glycosurie et l'hémoglobine glyquée, avec une diminution des besoins en insuline selon un nombre des preuves **[Artaud, 2008]**. Les polyphénols de l'huile d'olive, riche en hydroxytyrosol, sont efficaces pour l'inhibition du stress oxydatif et de l'hyperglycémie en outre ils sont utiles dans la prévention des complications diététiques **[Benlemlih et Ghanam, 2012]**.

#### 3.16.7. Sur la digestion

L'huile d'olive est connue depuis des années pour améliorer la digestion et le fonctionnement de l'estomac. Dans l'appareil digestif, les graisses alimentaires sont émulsionnées grâce à la bile qui permet l'attaque enzymatique des triglycérides par les lipases pancréatique ainsi la formation de mono et de diglycérides et d'acides gras libres. L'huile d'olive présente les avantages d'une plus grande stimulation de la sécrétion de la bile et une plus grande stimulation de la lipase pancréatique. L'acide oléique libre par l'huile d'olive est absorbé presque totalement par l'intestin, ce qui rend l'huile d'olive parfaitement assimilable par l'intestin. L'huile d'olive est aussi utile dans constipations par son pouvoir de faciliter la progression du bol alimentaire **[Fouin et Sarfati, 2002]**.

#### 3.16.8. Sur la polyarthrite rhumatoïde

C'est une auto-immune inflammation chronique des plusieurs articulations qui peut être due à l'hérédité, les hormones et l'alimentation. Le régime méditerranéen qui est composé de l'huile d'olive et des légumes permet de réduire le risque de polyarthrite rhumatoïde. Les effets protecteurs sont attribués à la forte teneur en acide oléique de l'huile d'olive qui peut atténuer la formation de métabolites pro-inflammatoires. **[Henry, 2003]**.

### 3.16.9. Sur la fonction immunitaire

Selon les études sur les animaux, il a été conclu que l'huile d'olive est capable de moduler les fonctions de cellules du système immunitaire qui ont une part importante dans les inflammatoires. L'huile d'olive, riche en acide oléique, a les effets supprimeurs sur la réponse immunitaire **[Sekour, 2012]**.

### 3.16.10. Sur le cancer

La mortalité de plusieurs à l'incidence du cancer est plus basse dans les pays méditerranéen ; c'est le cas des cancers du sein, côlon, des ovaires, de l'utérus et de la prostate. L'alimentation méditerranéenne traditionnelle se caractérise par une forte consommation d'aliments d'origine végétale, de l'huile d'olive et ses produits qui n'a pas les effets favorisant le cancer qu'on observe avec la plupart des autres graisses. Les acides gras mono insaturés ont une action protectrice comparativement aux acides gras saturés qui sont promoteur tumoraux. Les composés phénoliques sont aussi impliqués comme des antipromoteurs des tumoraux en empêchant la dénaturation d'ADN. La qualité des graisses ingérées et sa composition en acides gras est un facteur important qui intervient particulièrement sur le cancer soit du sein et du colon **[Veillet, 2010]**.

### 3.16.11. Sur la croissance et minéralisation osseuse

L'activité physique et la consommation régulière d'huile d'olive sont associées à la minéralisation osseuse. 80% des lipides qui représentent 1% du tissu osseux frais sont des triglycérides parmi laquelle l'acide oléique est l'acide gras le plus abondant. Cette dernière joue un rôle déterminant dans la minéralisation du squelette en permettant l'absorption intestinale de calcium et de vitamine D. Des travaux expérimentaux chez le rat, ont montré qu'un régime riche en acide oléique permettait une meilleure croissance osseuse que des régimes riches en acides gras saturés et même en acides gras polyinsaturés.

L'effet d'une supplémentation en l'huile d'olive à protéger contre l'ostéoporose a été étudié chez les rats dans lesquelles les ovaires ont été excisées, dont en réalité les femmes en ménopause sont des sujets très susceptibles à l'ostéoporose. L'étude se



basé sur deux group des rats excisé des ovaires, l'un a reçu un supplément en huile d'olive et l'autre n'a pas. Un échantillon de sang été prélever pour analysé la composition en calcium, phosphores et nitrates. Après 8 semaine, le niveau de calcium dans le plasma d'un group qui n'a pas été supplémente en huile d'olive avait diminué. Dans l'autre group, la supplementation en huile d'olive avait prévenir significativement cet évènement. Les propriétés anti-inflammatoire et antioxydant d'huile d'olive ont des effets d'augmenté le calcium de plasma ce qui prévenir et atténuer la dégénération osseux **[Saleh, 2011]**.

L'âge est le facteur principal de la déminéralisation osseuse d'où la nécessité de la consommation régulière d'huile d'olive qui a un rôle important de maintien du capital calcique et de protection contre le vieillissement osseux **[Henry, 2003]**.

#### 3.16.12. Sur obésité

L'obésité est considère comme une maladie multifactorielle d'où soit le style de vie ou même l'environnement peut contribue à cette condition. Un régime de type méditerranéen composé essentiellement en graisses insaturées permet d'avoir un effet positif qui est significative sur la perte de poids sur les sujets obèses par rapport à un apport pauvre en graisses. Consommation d'huile d'olive apporte les effets lipidiques désirables comme la diminution des LDL et une augmentation des HDL qui est contraire aux conséquences de l'obésité. Une étude chez les rats montre que les constituants d'huile d'olive augmentent l'oxydation des gras et optimisé l'énergie cardiaque pendant métabolismes dans des conditions obèse **[Ebaid et al., 2010]**.

#### 3.16.13. Sur l'hémostase

Concernant la coagulation, les acides gras mono-insaturés et plus particulièrement l'acide oléique de l'huile d'olive a pour effet de diminuer l'agrégation plaquettaire ainsi en favorisant un environnement moins thrombogénique. Concernant la fibrinolyse, l'acide oléique joue un rôle primordial dans la stabilisation et la progression du thrombus, régulé par l'équilibre entre l'activateur du tissu plasmatique et son inhibiteur naturel. L'acide oléique réduit cet inhibiteur naturel

d'une façon bénéfique entraînant la diminution du risque thrombogénique [**Carriere, 2013**].

#### 3.16.14. Sur le vieillissement

Les acides gras mono-insaturés sont des composants structurels des membranes neuronales et les besoins en ces acides gras augmentent avec l'âge, en plus l'huile d'olive protégerait le déclin des fonctions cognitives chez les personnes âgées. Le vieillissement est défini comme un processus physiologique où plusieurs organes du système se détériorent. L'huile d'olive a un rôle important et bénéfique de longévité chez l'homme, montre par des habitudes l'alimentation méditerranéenne [**Henry, 2003**].

L'action des polyphénols : l'hydroxytyrosol qui est l'un des composés phénoliques puissants de l'huile d'olive, augmente la production de mitochondries car le vieillissement est associé à une réduction mitochondriale. Un nombre élevé de mitochondries dans la cellule montre la jeunesse du corps et de la bonne santé.

#### 3.16.15. Les polyphénols de l'huile d'olive et la santé

L'huile d'olive est riche en polyphénols qui sont des molécules biodisponibles et bioactives, ce qui leur confère plusieurs vertus sur la santé humaine. Les composés phénoliques les plus particulièrement rencontrés avec les effets reconnus sont l'hydroxytyrosol et le tyrosol qui sont aussi des antioxydants. Ils sont antimicrobiens, ont un rôle de renforcer le système immunitaire, de protéger les tissus et les organes contre les dommages oxydatifs, ils permettent de prévenir aussi les maladies cardiovasculaires, les cancers, le diabète, les maladies neurodégénératives, l'inflammation et le vieillissement.

- Les tocophérols, exemple de la vitamine E, sont des antioxydants qui jouent un rôle important dans la réduction cardiovasculaire.
- Les phénols, des vitamines hydrosolubles ont un effet inhibiteur sur une enzyme impliquée dans le développement du cancer et sont également anti-inflammatoires [**Benlemlih et Ghanam, 2012**].

- Les composés aromatiques donnent à l'huile d'olive des effets antimicrobiens. Il a été rapporté que l'eau de végétation (margines) résultant de l'extraction de l'huile d'olive est toxique pour les bactéries phytopathogènes. L'hydroxytyrosol tend à retarder ou à empêcher la croissance microbienne y compris les agents pathogènes humains.
- Les hydrates de carbone, comme le squalène, jouent un rôle protecteur dans le développement des tumeurs.
- Le bêta-sitostérol a des effets bénéfiques sur les cancers du colon, du sein et de l'utérus.
- L'hydroxytyrosol et l'oleuropeine inhibent la transmission du VIH-1 d'une cellule à l'autre et ralentit la multiplication virale.
- L'hydroxytyrosol a un effet d'inhiber l'agrégation plaquettaire

### 3.17. Utilisation de l'huile d'olive

**a- Dans l'alimentation** : elle est utilisée comme l'huile de la table pour l'assaisonnement des salades ou bien pour la cuisine même la friture [Carralafuente, 2003]. L'huile d'olive est très savoureuse et rehausse le goût des salades et des légumes cuits. Son ajout est associé à une consommation élevée de légumes et cela contribue à minimiser aussi des calories contenues dans l'huile d'olive. Elle peut être employée dans toutes les nourritures et est très recommandée en tant que l'huile très digestible.

Comme tous les lipides alimentaires, l'huile d'olive a un apport énergétique importante, elle rend dans les structures cellulaires, apporte des acides gras essentiels et véhicule des vitamines liposolubles [Anonyme, 2008].

Physiologiquement, la consommation de l'huile d'olive a des avantages car elle est rapidement assimilée par rapport aux autres graisses. Elle a pour avantage de faciliter la sécrétion biliaire et la lipase pancréatique.

Nombreuses recherches ont montré la particularité nutritionnelle de l'huile d'olive liée à sa composition en acides gras et en antioxydants, notamment :

- Les rapports des différents acides gras saturés/ monoinsaturés et polyinsaturés.

- Le rapport vitamines E/teneur en acides gras polyinsaturés, afin de protéger les acides gras insaturés à l'oxydation.
- Apport en acides gras essentiels très important **[Sekour, 2012]**.

Les régimes méditerranéennes sont composés des ingrédients qui sont préparés et consommés avec de l'huile d'olive. À cause de son point de fumée très élevé (210°C) par rapport à d'autres huiles, l'huile d'olive est la plus préférable à utiliser pour la cuisson afin d'éviter la formation de composés toxiques issus au point d'ébullition de l'huile. Elle est aussi employée comme conservatrice de nourriture (fromage, légumes, poissons).

La consommation quotidiennement de l'huile d'olive empêche l'apparition d'ulcères peptidiques et peut aider aussi à leur traitement.

Le rythme de fonctionnement du système digestif et d'assimilation des substances nutritives (principalement les vitamines et sels) diminue avec l'âge et l'huile d'olive a nettement des qualités victorieuses de compatibilité et d'assimilation et donc est une préférable graisse alimentaire **[Anonyme, 2008]**.

**b- Dans les pharmaceutiques:** pour la préparation pharmaceutiques des composées à base d'huile d'olive par exemple liniment oléo-calcaire utilisé pour les brûlures superficielles et pour l'érythème fessier du nourrisson ; dans les spécialités pharmaceutiques actuelles où l'huile d'olive est le principe actif par exemple *Olivalax* (laxatif stimulant) ou bien où l'huile d'olive est l'excipient par exemple *Pinorhinol* (décongestionnant nasal et anti infectieux). Il y en a des laboratoires pharmaceutiques qui intègrent des composés de l'huile d'olive dans la formulation de leurs produits **[Henry, 2003]**.

**c- Dans les cosmétiques:** l'huile d'olive est un onguent utilisée comme produit essentiel depuis longtemps dans l'hygiène corporelle. On le trouve dans des savons, baumes, des petites recettes cosmétiques (par exemple contre les pellicules), des crèmes, l'huile de massage et aussi le laque **[D'Aygalliers, 1899]**.

**d- Usages traditionnels:** elle est utilisée pour fortifier les cheveux, contre les pellicules, pour soulager les coups de soleil, contre les rides, pour doucir la

peau, contre les crevasses, contre les engelures, pour blanchir les dents, contre les ongles cassants, contre l'acné... [Henry, 2003].

### **3.18. Caractères**

#### 3.18.1. Organoleptique

L'analyse qualitative de l'huile d'olive est basée sur les standards internationaux qui sont liés au mode de production, degré d'oxydation, et les caractéristiques organoleptiques que les plupart des consommateurs reconnaissent. L'arôme, le goût et la couleur de l'huile d'olive n'est pas des produits de processus mais que des résultats de la variété et mode de préparation, de sol et plantation. La qualité de l'huile d'olive est différente d'une région à l'autre selon les climats et les types de sols qui se trouvent dans ces régions. La couleur de l'huile d'olive reflète le degré de maturation des olives qui varie de vert foncé au jaune; si les olives sont cueillies au début de maturation la chlorophylle sera dominante donc l'huile aura une couleur vert foncé, mais si les olives sont cueillies à la fin de maturation le carotène sera dominant et on aura une huile jaune foncé. Généralement l'huile d'olive est un liquide limpide, transparent, d'odeur caractéristique soit avec le goût fruité. L'odeur et la saveur peuvent être modifiées pendant le stockage par des composés volatils produits qui se développent au cours de fabrication. On a le goût amer qui est défini comme le goût élémentaire caractéristique de l'huile obtenue d'olives vertes ou au stade de la véraison. Le goût fruité caractéristique de l'huile de la variété des olives provenant de fruits sains et frais. Finalement, le goût piquant caractéristique des huiles produits au début de la campagne, principalement à partir des olives encore vertes.

Concernant les caractères organoleptiques, les huiles d'olives sont définies comme cela :

- L'huile d'olive vierge est une huile claire, de couleur jaune à vert, d'odeur et de saveur spécifiques, exemptes d'odeurs ou de saveurs révélant une altération de l'huile.

- L'huile d'olive raffinée est une l'huile claire, limpide, sans sédiment, de couleur jaune clair, sans odeur ou saveur spécifique et exempte d'odeurs ou de saveurs révélant une altération de l'huile.
- L'huile de grignons d'olive raffinée est une huile claire, limpide, sans sédiment, de couleur jaune clair à jaune brun, sans odeur ou saveur spécifique et exempte d'odeurs ou de saveurs révélant une altération de l'huile [Veillet, 2010].

### 3.18.2. Gustatifs

Au moment de sensation gustative, l'odorat joue le rôle important dans la perception des arômes, les récepteurs olfactifs participe largement à la sensation car elles captent les arômes volatils libérés.

- ❖ le fruité : définit la nature et la puissance des arômes développés, en fonction de la variété des olives et leur degré de maturité à la cueillette. On distingue le fruité vert, le fruité mur, et le fruité noir.

Le fruité vert est obtenu par des olives cueillies au début de maturité et s'accompagnent d'une bonne amertume et ardeur.

Le fruité mur provenant de récolte d'olives à pleine maturité avec l'évolution des composés aromatiques.

Le fruité noir, qui résulte de la fermentation contrôlée pendant la trituration de la pâte des olives mures.

- ❖ L'amertume : c'est un goût de l'huile d'olive obtenue au moment de véraison. Elle est décelée par les papilles et dépend de la variété, du moment de la récolte et de la technique d'extraction. Elle résulte de la présence de l'oleuropeine, l'un des polyphénols de l'huile d'olive. L'oleuropeine est un antioxydant qui protège l'huile du rancissement, il disparaît avec le vieillissement de l'huile.
- ❖ L'ardeur : c'est une sensation tactile de piquant, caractéristique des huiles produites à partir des olives vertes qui disparaît avec le temps plus vite que l'amertume.
- ❖ L'onctuosité : dans ce cas l'huile laisse en bouche une impression de fluidité, de rondeur, de souplesse, de moelleux qui est une variation selon les

moulins. Les huiles un peu amères et ardentes paraissent plus fluides que les huiles douces [**Ouaouch et Chimi, 2007**].

Il existe des attributs négatifs d'huile d'olives qui résulte du stockage des olives et de la technique de trituration employé. Parmi les défauts d'huile d'olive on a des saveurs :

Rance – caractéristique des huiles qui ont été oxydées.

Humide – caractérisé par des huiles obtenues à partir des olives stockées dans l'humidité pendant plusieurs jours.

Chrome – qui résulte de l'huile triturée à partir des olives qui ont subi la fermentation anaérobie pendant leur stockage.

Vinaigre – résulte de l'huile tirée d'olives ou de pâte d'olive qui a subi la fermentation aérobie dans les courtins qui n'auraient pas été bien lavés.

Métallique – caractéristique de l'huile qui a été longtemps en contact avec des surfaces métalliques.

Brûlé – résulte d'un réchauffement excessif et du prolongement de la pâte lors du malaxage [**Carrière, 2013**]

Vers – l'huile extraite d'olives ayant subi une attaque de la mouche de l'olivier

Bois humide – résulte d'olives qui ont été congelées sur l'arbre avant récolte.

### 3.18.3. Physico-chimiques

Ces sont des paramètres qui permettent d'évaluer le degré de dégradation de l'huile d'olive :

#### 3.18.3.1. Acidité

C'est un critère le plus utilisé d'évaluation de l'huile d'olive pour déterminer sa valeur commerciale. La dégradation des triglycérides libère des acides gras libres et leur taux dans l'huile désigné l'acidité d'huile. L'acidité est un indicateur permettant d'évaluer l'altération de matière grasse qui peut être due aux mauvais traitements ou à une mauvaise conservation. Elle est exprimée en % d'acide oléique et mesurée par la quantité de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras. L'acidité de l'huile d'olive nous renseigne sur :

- Vierge extra <1
- Vierge <2
- Vierge lampante <3.3
- Raffinée <0,3
- Grignons d'olive <1,5 **[Veillet, 2010]**

#### 3.18.3.2. Indice de peroxyde

Il mesure l'autoxydation de l'huile qui est inévitable mais peut être ralentie par des précautions prises lors de la récolte, de la fabrication et de stockage de l'huile. Cette oxydation débute par formation d'un peroxyde. La détermination de cet indice est basée sur l'oxydation des iodures en iode par l'oxygène actif de peroxyde. L'indice de peroxyde est exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kg de corps gras. Une indice de peroxyde bas indique que l'huile a été rapidement extraite après la récolte et qu'elle a été stockée dans de bonnes conditions. Le minimum de cet indice recommandé par la norme internationale pour les huiles d'olive a été fixé sur 20mEq d'oxygène actif par kg de corps gras d'huile **[Bouhadjra, 2011]**.

#### 3.18.3.3 Point de fumée

L'huile d'olive se comporte parfaitement à la cuisson avec son point de fumée de 210°C, la température normale de friture est de 180°C donc elle est une excellente huile de cuisson. Pour tous les corps gras il n'est pas recommandé d'atteindre son point de fumée car il y aura des modifications à la composition chimique d'huile qui peut libérer des composés toxiques et une risque d'inflammation à cette température **[Henry, 2003]**.

#### 3.18.3.4 Spectre en lumière ultra-violet

La pureté et le degré d'oxydation d'huile d'olive peut être mesurée en utilisant la technique de spectrométrie en UV. La spectrophotométrie est utilisée pour détecter les composés oxydés anormaux dans une huile d'olive vierge. Cette huile présente un pic d'absorption entre 203 à 208 nm et est transparente au delà de 210 nm. La qualité d'huile est étudiée en mesurant les caractéristiques d'absorption dans la bande de longueur d'onde 200 à 300 nm, pour révéler l'état d'oxydation d'huile.



Les composés oxydés anormaux dans une l'huile présentent des absorptions dans des longueurs d'onde suivantes :

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

En pratique l'extinction spécifique dans l'UV est calculée à partir d'une solution à 1% sous une épaisseur de 1cm, à l'aide de longueur d'onde de 232 à 270 nm. Pour l'huile d'olive vierge extra, la norme internationale recommande  $K_{270} < 0,20$  [Bouhadjra, 2011].

### 3.19. Dégradation des huiles d'olives

- L'oxydation: aussi connue sous le nom de rancissement et caractérisé par des composés colorés, en jaune et l'odeur désagréable. Cette dégradation est favorisée par la présence d'oxygène de l'air et augmente en présence de la lumière. Conservation de l'huile dans des récipients bouchés ou coloré et à l'obscurité ralentissent l'oxydation de l'huile.
- Acidité : les acides gras libres augmentent avec l'hydrolyse des triglycérides ainsi une augmentation d'acidité de l'huile. Cette dégradation modifie les qualités gustatives de l'huile et réduit la stabilité de l'huile à l'oxydation. Dégradation par l'acidité est liée aux conditions de stockage des olives ou de trituration au moulin. Les facteurs favorisant l'augmentation de l'acidité agissent sur tout aux olives : moisissures, fermentations, maturité trop élevée, mouche de l'olive etc. Ces précédents entraînent des lyses cellulaires dans la pulpe des olives et provoquent la mise en contact de l'huile qui est initialement contenue dans les vacuoles avec les systèmes enzymatiques et l'eau du cytoplasme. Un goût de moisi trahira une acidité élevée [Carrière, 2013].

### 3.20. Conditionnement et stockage d'huile d'olive

Les récipients utilisés pour le conditionnement doivent être en bon état, inertes à l'égard d'huile, étanches pour protéger l'huile des odeurs d'environnement et souvent ces sont des matériaux en verre foncé. Les matériaux utilisés ne doivent pas donner lieu

à une contamination, ils doivent être opaques et protéger l'huile aux amplitudes thermiques. Concernant le remplissage des récipients, le volume occupé par l'huile ne devra en aucun cas être inférieur à 90% de la capacité du récipient. Le conditionnement doit se réaliser : dans les fûts métalliques en bon état dont les parois intérieures sont recouvertes d'un vernis ; dans des citernes, containers, cuves, permettant le transport en vrac ; dans des bidons et des boîtes métalliques recouvertes de vernis et dans des bombonnes et bouteilles de verre ou de matériau macromoléculaire approprié **[Ouaouch et Chimi, 2007]**.

La production oléicole doit être stockée de manière individualisée, selon l'acidité. Cette huile d'olive doit être conservée à l'abri de lumière et de l'air pour éviter l'oxydation qui provoque le rancissement d'huile et ainsi une altération de la qualité. Les récipients contenant l'huile d'olive doivent être stockés loin des produits parfumés pour garder l'odeur uniquement d'huile d'olive. L'huile d'olive se conserve parfaitement dans des endroits frais et sombres sur une température de 15 à 18°C, cependant aux températures au-dessous de 8°C l'huile d'olive risque de se figer et présente un aspect de trouble qui peut avoir un effet sur sa qualité. Une variation des températures doit être évitée car il nuit au goût. Après chaque usage, le récipient doit être renfermé hermétiquement dans le but d'éviter les odeurs extérieures, la perte d'arôme et de goût.

A l'inverse de vin qui se bonifie avec l'âge, la fraîcheur de l'huile d'olive est son qualité prioritaire, seuls quelques caractéristiques s'atténuent avec le temps comme l'amertume. L'huile d'olive reste consommable et se conserve pendant deux ans sans problème, afin de connaître son date de péremption car la date de conditionnement n'assure pas sa fraîcheur si l'huile a été stockée avant remplissage, au-delà elle rancit. Il est conseillé de consommer l'huile d'olive l'année suivante sa péremption pour plus apprécier son arôme et sa saveur **[Henry, 2003]**.

## Conclusion

L'utilisation de l'huile d'olive comme principale graisse alimentaire a des répercussions positive dans la prévention et diminution de pathologies, parmi lesquels il y a : les maladies cardiovasculaires, l'athérosclérose, le diabète, l'hémostasie, les cancers, les carences osseuses, l'obésité, l'hypertension artérielle, les maladies neuro-dégénératives, la polyarthrite rhumatoïde, la fonction immunitaire.

Les vertus à la sante de l'huile d'olive sont liées à sa composition chimique en acides gras monoinsaturés et en composés phénoliques qui sont naturellement présent. En plus de l'effet hypolipidémiant de l'huile d'olive vierge, un apport de 25ml/jour pourrait augmenter la résistance des LDL à l'oxydation, car il devient plus riche en l'acide oléique et en antioxydants. Ces avantages pourraient être atteints en incluant l'huile d'olive vierge quotidiennement dans notre alimentation

Néanmoins, les molécules d'huile d'olive sont sensibles à l'oxydation ce qui altère sa qualité. L'olive a développé des mesures de défenses contre l'oxydation, grâce à sa richesse en composés phénoliques ou en antioxydants. Ils ont eux aussi des bénéfices énorme à la sante, plus particulièrement dans la stabilisation des radicaux libres. Ces composés phénoliques protège l'huile d'olive contre l'oxydation et permettent de prolonger sa durée de vie. Pour la stabilité de l'huile après l'extraction, les récipients contenant cet « or » doivent être conserve à l'abri de la lumière et de l'air atmosphérique. Après chaque usage, les bouteilles doivent être fermées hermétiquement et empêcher l'air de rentrer.

Le choix d'une technique d'extraction qui donne un rendement élève en composés phénoliques est importante afin de garantir la stabilité de l'huile. Concernant la friture et la cuisson, il n'y a pas une meilleure graisse alimentaire plus préférable que l'huile d'olive car elle résistante aux températures élevés sans se détériorer. Il s'agit d'une huile à gout savoureuse, utilisé cuit ou cru sans endommager l'organisme, elle convient bien aux nourrissons et même aux plus âgés. L'huile d'olive est considérée à la fois comme aliment et médicament.

# MATERIELS ET METHODES

## **Objectif**

Les analyses effectuées ont pour objectif de caractériser un échantillon d'huile d'olive ayant été utilisé comme excipient alimentaire dans un modèle de supplémentation animale.

## **Problématique**

A quelle dénomination et définition appartient cet échantillon d'huile d'olive, quelle est sa composition en acides gras?

## **Lieux de stage**

Les analyses sont effectuées au laboratoire de Technologie des corps gras à l'université M'hamed Bougara Bourmedes, sur un échantillon d'huile d'olive de la région de Draa El Misan, cet échantillon a servi comme excipient dans un modèle de supplémentation animale. La détermination des différents paramètres est effectuée selon les méthodes décrites dans **[Becheur, 2011]** selon la normalisation européenne.

## **Les paramètres à déterminer dans cette étude sont**

- L'humidité
- L'indice d'acidité
- L'indice de peroxyde
- L'indice d'iode
- L'indice de saponification
- L'analyse de la composition en acides gras par CPG

## Matériel et Méthode

### A. Paramètres Physicochimiques

#### 1. Humidité

##### Principe

L'échantillon chauffé à 103°C permet de déterminer l'eau et les matières volatiles qui comprise un poids perdu dans un temps suffisamment courts pour éviter l'oxydation mais qui permettre l'élimination de l'eau et substances volatils. La méthode ne s'applique pas aux l'huiles siccatives qui s'oxydé notablement avant que l'élimination de l'eau ne soit pas complété.

##### **Matériels**

Capsule en porcelaine ou en verre

##### **Mode opératoire**

- Peser un poids allant de 5 à 10g d'huile dans une capsule en porcelaine, ou en verre, préalablement lavée, séchée et tarée.
- Introduire cette capsule dans une étuve réglée 103 ± 0.2°C, pendant 1heure
- Retirer la ensuite, déposer la dans un dessiccateur jusqu'à refroidissement
- Peser cette capsule et noter le poids
- Remettre l'échantillon dans l'étuve pour 30min et le peser après refroidissement
- La perte à l'étuve est terminée quand la diminution de poids ne dépassé pas 0.05% par 30min de chauffage.

##### **Calcul**

$$\% \text{ humidité} = \frac{P_2 - P_3}{P_2 - P_1}$$

$P_1$  = poids capsule vide

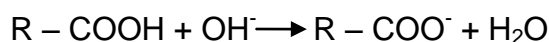
$P_2$  = poids (capsule + huile) avant séchage

$P_3$  = poids (capsule + huile) après séchage [NE.1.2.-1985]

## 2. Acidité

L'acidité est la teneur en acides gras libres exprimée selon la nature du corps gras, exprimée en pourcentage en masse, en fonction de type de corps gras soit en acide oléique, palmitique ou laurique.

Le principe est basé sur la mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvant, puis titrage avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium en présence d'un indicateur. L'indice d'acidité est la masse de KOH en mg nécessaire pour neutraliser l'acidité libre d'1g de corps gras.



### Matériels

- Fiole conique 150ml
- Burette de 25 ou 50ml graduée en 0,1ml
- Ether diéthylique
- Alcool éthylique
- Phénophtaléine

### Méthode opératoire

- Peser 3 à 5g d'huile à la précision de 0,0001 près de corps gras dans une fiole conique de 150 ml soit P ce poids
- Dans une autre fiole faire un mélange de 50ml d'alcool éthylique- ether diéthylique à proportion 1/2, neutralisé par de la soude N/10 en présence de phénophtaléine jusqu'à coloration rose pale.
- Verser ce mélange dans la fiole contenant la prise d'essai ainsi que 2ml de phénophtaléine
- Agiter très énergétiquement, si l'huile se dissoudre mal chauffer légèrement et titrer avec une solution N/10 de soude jusqu'à coloration rose persistant, soient V le volume de soude utilisé.

## Calculs

$$\text{Indice d'acidité (IA)} = \frac{V \times 5,61}{P} \quad (\text{mg KOH/g de corps gras})$$

V= volume de soude utilisé; P= prise d'essai

Si le titre de la potasse n'est pas exactement 0,1N il y a lieu d'employer la formule

$$\text{IA} = \frac{V \times 5,61 \times N}{P} \quad N : \text{normalité exacte de soude}$$

$$\text{Acidité en \%} = 0.5 \times \text{IA} \quad [\text{NF EN ISO660,1999}]$$

### 3. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde d'un corps gras est défini comme étant le nombre de microgrammes actifs du peroxyde contenu dans un gramme de produit et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode.

Le principe consiste au traitement du corps gras, en solution dans l'acide acétique et du chloroforme, par une solution d'iodure de potassium, puis titrage de l'iode libère par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

## Matériaux

- Ballons de 250ml
  - Pipettes de 2ml
  - Eprouvette de 25ml
  - Creuset en verre
  - Fiole jaugée de 100ml
  - Eprouvette de 100ml
  - Burette de 25ml
- Tout matériel lavé et séché



## Mode opératoire

- Dans un ballon de 250ml, peser exactement 2g de corps gras
- Ajouter 25ml d'un mélange composé de 2/3 d'acide acétique glacial et 1/3 de chloroforme
- Ajouter 1ml d'une solution saturée d'iodure de potassium
- Mélanger pendant 1mn
- Abandonner ensuite le tout à l'abri de la lumière pendant 5mn
- Ajouter ensuite 75ml d'eau distillée et 1ml d'empois d'amidon
- Mélanger
  - Si le mélange reste incolore, l'indice de peroxyde est nul
  - Si le mélange présente une coloration, même légère, titré avec une solution de thiosulfate de sodium N/100 jusqu'à décoloration,  $V_1$  le volume versé
- Réaliser en même temps, un essai à blanc, qui ne contiendra que les réactifs et produits chimiques
- Dans les mêmes conditions, si l'essai à blanc est incolore, le titrage n'est pas nécessaire ; si par contre une coloration apparaît, titrer avec même solution de thiosulfate de sodium N/100,  $V_2$  le volume versé **[NFT 6220,1995]**

## Calcul

$$\text{Indice de peroxyde} = \frac{(V_1 - V_2) \times 10}{P} \quad (\text{meq d'oxygène/kg d'huile})$$

$V_1$  = volume du titrage pour l'échantillon en ml

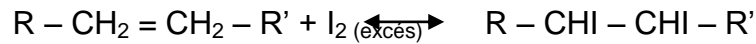
$V_2$  = volume du titrage pour l'essai à blanc en ml

P = prise d'essai

## 4. Indice d'iode

L'indice d'iode est le nombre de gramme d'iode fixé par 100g de corps gras. Cet indice augmente en même temps que la proportion des acides gras non saturés, il est constant pour une matière grasse donnée. Le principe consiste à additionner à

une prise d'essais une solution de mono chlorure d'iode dans un mélange d'acide acétique et de tétrachlorure de carbone. Après un temps de réaction donné on détermine l'excès d'halogène par addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau distillée, puis par titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium N/10.



Réaction équilibre, déplacée par un excès d'I<sub>2</sub> et c'est une réaction lente qui est accélérée par un catalyseur. L'indice d'iode permet de calculer le nombre de doubles liaisons de l'acide gras présent dans un triglycéride pur homogène.

### Matériel

- Flacon de verre, bouchon émeri de 300 à 500ml
- Burette de 50ml graduée en 0,1ml
- Pipette de 25ml
- Eprovettes de 25ml
- Thiosulfate N/10
- Solution à 10% d'iodure de potassium
- Tétrachlorure de carbone ou chloroforme
- Réactif d'Hanus ou Wijs
- Empois d'amidon

### Mode opératoire

- Peser 0,200g de matière gras et introduire la prise d'essai P dans un flacon bouchant à l'émeri préalablement lavé et séché et la dissoudre dans 15ml de tétrachlorure de carbone ou chloroforme puis ajouter 25ml, exactement mesuré du réactif de Wijs ou de Hanus
- Boucher, agiter légèrement et placer le flacon à l'abri de la lumière, pendant 1 à 2 heures
- Au bout de ce temps, ajouter 20ml de la solution d'iodure de potassium à 10% et environ 150ml d'eau.
- Agiter et titrer d'iode libéré avec le thiosulfate de sodium 0,1N en présence d'empois d'amidon comme indicateur
- A la fin du titrage agiter vivement

- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions que l'essai et sans échantillon

### Calcul

Soient  $V$  et  $V_0$  les volumes en ml de thiosulfate à 0,1ml versés dans l'essai avec l'huile et dans l'essai à blanc,  $P$  le poids en g de la prise d'essai et 126,9 la masse moléculaire de l'iode **[NF EN ISO 3961]**.

L'indice d'iode est donné par : 
$$I_i = \frac{(V_0 - V)}{P} \times 126,9 \quad (\text{g d'iode/100g de huile})$$

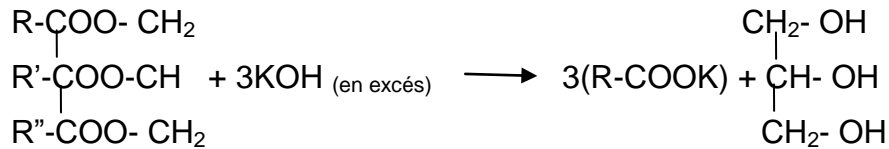
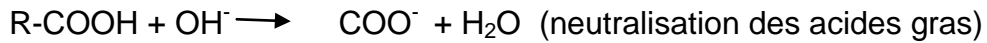
## 5. L'indice de saponification

L'indice de saponification est la quantité d'hydroxyde de potassium, en milligrammes nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. Cet indice nous enseigne sur la longueur moyenne des chaînes des acides gras constituant le corps gras. La réaction de saponification est lente et incomplète, pour accélérer et rendre aussi complète que possible il faut opérer en phase homogène, à température élevée et en présence d'un excès de base. La réaction est d'autant plus rapide que le point d'ébullition du solvant est élevé.

La saponification est obtenue à chaud, par ébullition à reflux d'un échantillon avec une solution ethanolique d'hydroxyde de potassium, et titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium par une solution titrée d'acide chlorhydrique en présence de phénophtaléine.

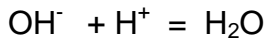
Les corps gras à l'action des bases se décomposent en donnant glycérol et des savons. La réaction de saponification se produisant en deux étapes :

- Transformation des glycérides en esters éthyliques
- Saponification des esters formés



Les bases fortes réagissent sur les esters du glycérol selon la réaction au dessus

En fin on aura le dosage de KOH restant par HCL



### Materiel

- Acide chlorhydrique en solution 0,5N HCL
- Potasse en solution 0,5N dans l'alcool éthylique à 95% exempt d'aldéhyde, cette solution est décantée après repos et conservée dans un flacon en verre brun ou jaune convenablement bouché
- Phénophtaléine en solution à 1% dans l'alcool éthylique
- Erlen meyer col large ou ballon plat 250ml

### Mode opératoire

- Peser dans un ballon ronds à fond plat environ 2g de matière aux 0,001 près
- Ajouter à la pipette 25ml de potasse alcoolique 0,5N ainsi que quelques graines de pierre ponce.
- Porter à l'ébullition sous un réfrigérant à reflux pendant 1 heure en agitant de temps en temps
- Titre l'excès de potasse alcoolique dans la solution savonneuse chaude avec chlorhydrique 0,5N en présence de phénophtaléine

### Calcul

$$\text{Indice de saponification} = \frac{(V_0 - V) \times 28}{P} \text{ (en mg de KOH/g d'huile)}$$

$V_0$  : le volume d'acide chlorhydrique nécessaire pour l'essai à blanc

V : le volume d'acide chlorhydrique nécessaire pour l'échantillon

P : la prise d'essai

N : la normalité de la solution d'acide chlorhydrique [NF ISO 3657,1990]

## **B. L'analyse chromatographique en phase gazeuse (CPG)**

### **1. Définition**

La chromatographie est la méthode physique de séparer les constituants d'un mélange dans laquelle les molécules à séparer sont entraînées par un fluide (phase mobile) sur un support fixe (phase stationnaire) et il aura une distribution ou partition des composants entre ces deux phases. Le flux du fluide vecteur étant continu, la rétention des différentes molécules plus ou moins longues sur le support fixe permettra leur séparation les unes des autres. Dans la chromatographie en phase gazeuse, la phase mobile est appelée gaz vecteur ou gaz porteur.

### **2. Détermination de la composition des esters méthyliques d'acides gras**

#### Principe

Le corps gras est estérifié en présence de méthanol. Les esters méthyliques d'acides gras sont séparés sur une colonne polaire et sont élevés en fonction de leur poids moléculaire. La surface correspondant à chacun d'eux est calculée et rapportée à la surface totale des différents acides gras pour obtenir un pourcentage.

#### **Matériel**

Réactifs : KOH méthanolique à 2N et Hexane

Cette analyse se fait dans les conditions indiquées à l'annexe 1

#### **Mode opératoire**

##### 1) Fabrication des esters

- Dans un tube à essais de 10ml, introduire 0,200g d'huile

- Ajouter 5ml d'hexane
- Ajouter 0,200ml de KOH méthanolique à 2N
- Agiter énergiquement puis laisser décanter

## 2) Injection

- Prélever 1 $\mu$ l à l'aide d'une micro-seringue de 10 $\mu$ l
- Injecter à température isotherme
- Rincer la seringue à l'hexane

### **Expression des résultats**

Le signal d'un détecteur est enregistré en fonction du temps, on obtient une série de pics symétriques à l'aide d'un microordinateur. Ce graphique, qu'on appelle chromatogramme, est utilisé à la fois en analyse qualitative et quantitative. On peut identifier les constituants de l'échantillon par les positions des pics sur l'axe du temps alors que les aires sous les pics mesurent leur quantité **[Afnor ISO 5509]**.

# RESULTATS ET DISCUSSION

**Tableau 13:** résultats des caractéristiques physico-chimiques de l'échantillon d'huile d'olive.

<b>Caractéristiques</b>	<b>Echantillon analysé</b>	<b>Normes Internationales pour l'huile d'olive vierge</b>
Humidité (%)	0.12	0.2
Acidité libre (g d'acide oléique par 100g d'huile)	2.51	<3.3
Indice de peroxyde (meq d'oxygène/kg d'huile)	22.09	<20
Indice d'iode (mg de KOH/g d'huile)	81.53	75 - 94
Indice de saponification (en mg de KOH/g d'huile)	184.42	184 – 196

## **A. Physicochimiques**

### **6. Humidité**

**Tableau 14:** résultat de l'humidité de l'échantillon par rapport à la norme

	<b>Echantillon étudiée</b>	<b>Limite maximale de norme pour les huiles d'olives vierges</b>
Humidité (%)	0.12	0.2



A la lumière de ces résultats, la valeur de 0.12% trouvée dans notre échantillon est conforme à celle de la norme. La quantité d'eau existant dans notre huile n'est pas élevée pour hydrolyser les enzymes et provoquer l'altération de l'huile. La présence d'eau dans l'huile d'olive entraîne l'hydrolyse des triglycérides ainsi une augmentation d'acidité de l'huile. Un produit se conserve mieux en l'absence d'eau. Généralement les lipides commencent à s'oxyder à la teneur d'eau de 0.2%, ça veut dire que la valeur de l'humidité de notre échantillon ne favorise pas l'oxydation.

## 7. Acidité

**Tableau 15:** résultat d'acidité de l'échantillon

<b>Acidité de l'échantillon</b> (g d'acide oléique/100g d'huile)	<b>Indice d'acide de l'échantillon</b> (mg de KOH/g d'huile)
2.51	5

Les normes internationales pour l'acidité des huiles d'olive pour une huile :

- Vierge extra <1
- Vierge <2
- Vierge lampante <3.3
- Raffinée <0,3
- Grignons d'olive <1,5

L'acidité de notre échantillon de l'huile d'olive de 2.51g d'oléique acide/100g d'huile dépasse légèrement la limite de l'acidité exigée par la norme internationale pour l'huile d'olive vierge mais reste dans les limites de vierge lampante. Parmi les composants moléculaires de l'huile d'olive, l'acide gras libre joue un rôle déterminant dans le taux d'acidité. Soit notre échantillon avait déjà commencé à s'oxyder, ce qui a augmenté une quantité des acides gras libres dans l'huile. Comme les analyses des indices n'avaient pas été faites juste après l'extraction de l'huile mais un moment plus tard

après son emploi comme excipient alimentaire. La valeur d'acidité de 2.51g d'oléique acide/100g d'huile peut expliquer la diminution du taux en antioxydants dans l'huile d'olive qui devrait la protéger contre l'oxydation des triglycérides. L'hydrolyse des triglycérides entraînant la libération des acides gras peut avoir lieu dans les mauvaises conditions de stockage de l'huile. Cette oxydation peut être liée à la matière première, les olives, concernant leurs méthodes de récolte, la période et les conditions de stockage avant trituration et les techniques de trituration implique car il y a d'autres techniques qui augmentent l'acidité de l'huile. Les facteurs qui influencé l'hydrolyse dans la chair d'olive sont l'humidité, la température, les enzymes et les micro-organismes **[Ouaouch et Chimi, 2007]**.

Une l'huile de bonne qualité a un faible taux d'acidité. Si l'huile à une haute teneur en acides gras insaturés on remarque facilement une instabilité face à l'oxydation par l'air. Les huiles raffinées ont été traitées pour diminuer leur acidité donc c'est pourquoi la mention raffinée ou non sur l'étiquette des bouteilles est conseillée. L'indice d'acidité nous permettons d'apprécier le degré d'altération d'une huile. La présence des tocophérols dans l'huile d'olive permet de ralentir la formation des radicaux libre et des peroxydes. L'huile d'olive présente cependant la sensibilité à la photo-oxydation, qui est liée au pigment comme la chlorophylle. Cette oxydation arrive au moment d'emballage dans des récipients transparents. En plus, les métaux principalement le cuivre et le fer (provenant des surfaces métalliques des équipements de l'huilerie) agissent comme des catalyseurs d'oxydation d'huile d'olive. Une fois oxydé, l'alpha-tocophérol peut être régénérer par l'acide ascorbique. L'acidité est lie au degré de maturité des olives, leur fraîcheur et sanitaire au moment de broyage et trituration ainsi au procédés technologiques qui été utilisé pour la conservation et la transformation de matière première. Il est nécessaire de triturer les olives saines, très rapidement après la récolte pour produire une huile à faible acidité **[Demnati, 2008]**.

## 8. Indice de peroxyde

**Tableau 16:** Résultat de l'indice de peroxyde

	<b>Echantillon d'huile d'olive analysé</b>	<b>Normes internationales pour l'huile d'olive vierges</b>
indice de peroxyde (meq d'oxygène/kg d'huile)	22.09	<20

L'échantillon étudié a un indice de peroxyde de 22.09 meq d'oxygène/kg d'huile qui est un peu élevé par rapport à la norme. En fonction des résultats obtenu on peut dire que notre échantillon commence à s'oxydé. L'indice de peroxyde permet d'estimer l'état d'autoxydation de l'huile ; un mécanisme lent mais inéluctable. Cette oxydation peut se faire en présence d'oxygène et aussi d'autres facteurs favorisant, comme la température élevée, eau, enzyme, trace de métaux. Dans notre cas, l'échantillon n'est pas gardé au frais et les analyses sont effectuées en été. Au premier temps cet autoxydation conduit à la formation de peroxydes qui se décomposent en dérivés carbonyles aldéhydes et hydrocétone (qui sont responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés comme l'alcool et acides. L'indice de peroxyde s'intéresse au nombre d'O<sub>2</sub> actifs dans les chaînes organiques d'un corps gras (il peut s'agir des acides gras libres, mono ou di ou triglycérides). C'est un indice qui permet d'évaluer le degré d'oxydation des acides gras insaturés de la matière grasse. Plus celui-ci est élevé, plus la matière grasse est oxydée. Dans notre cas la valeur de 22.09 meq d'O<sub>2</sub>/kg d'huile pour l'indice de peroxyde montre que l'huile était extraite à partir des olives mûres qui ont subi un choc thermique car il dépasse la valeur fixée par le CIO pour l'huile d'olive de la catégorie vierge extra (IP ≤ 20 meq d'O<sub>2</sub>/kg d'huile). Comme l'analyse de cet indice n'était pas faite juste après l'extraction mais après quelques temps ce qui peut nous amener à dire que probablement l'autoxydation avait commencé à apparaître ou peut être due à un stockage prolongé [Sekour, 2012].

## 9. Indice d'iode

**Tableau 17:** résultat d'indice d'iode de l'échantillon

	<b>Echantillon d'huile d'olive étudié</b>	<b>Valeur recommandée pour les normes internationales pour les huiles d'olives vierges</b>
Indice d'iode (g d'iode/100g d'huile)	81,53	75 - 94

Selon les normes, l'indice d'iode pour les huiles d'olive vierge varie de 75 à 94g d'iode/100g d'huile, et la valeur de 81,53g d'iode/100g d'huile pour notre échantillon analysé, est dans les normes recommandées. L'indice d'iode nous renseigne sur le nombre d'insaturation de notre corps gras, dans notre cas 81,53g d'iode/100g d'huile indique la présence des acides gras insaturés, il s'agit de l'acide gras monoinsaturés qui se trouve en quantités plus importante. La composition en acide gras d'une huile d'olive est un paramètre significatif dans la durée de conservation et celui-ci est en fonction de la variété de l'olive utilisée pour la production de l'huile. Les acides gras monoinsaturés ont un effet sur la stabilité oxydative des huiles par rapport aux acides gras polyinsaturés qui sont sensibles aux attaques radicalaires car la peroxydation est importante quand le nombre de double liaison est élevé. L'échantillon d'huile d'olive étudié est pauvre en acides gras polyinsaturés mais plutôt riche en acides gras mono insaturés ce qui est recherché dans les huiles d'olives.

## 10. Indice de saponification

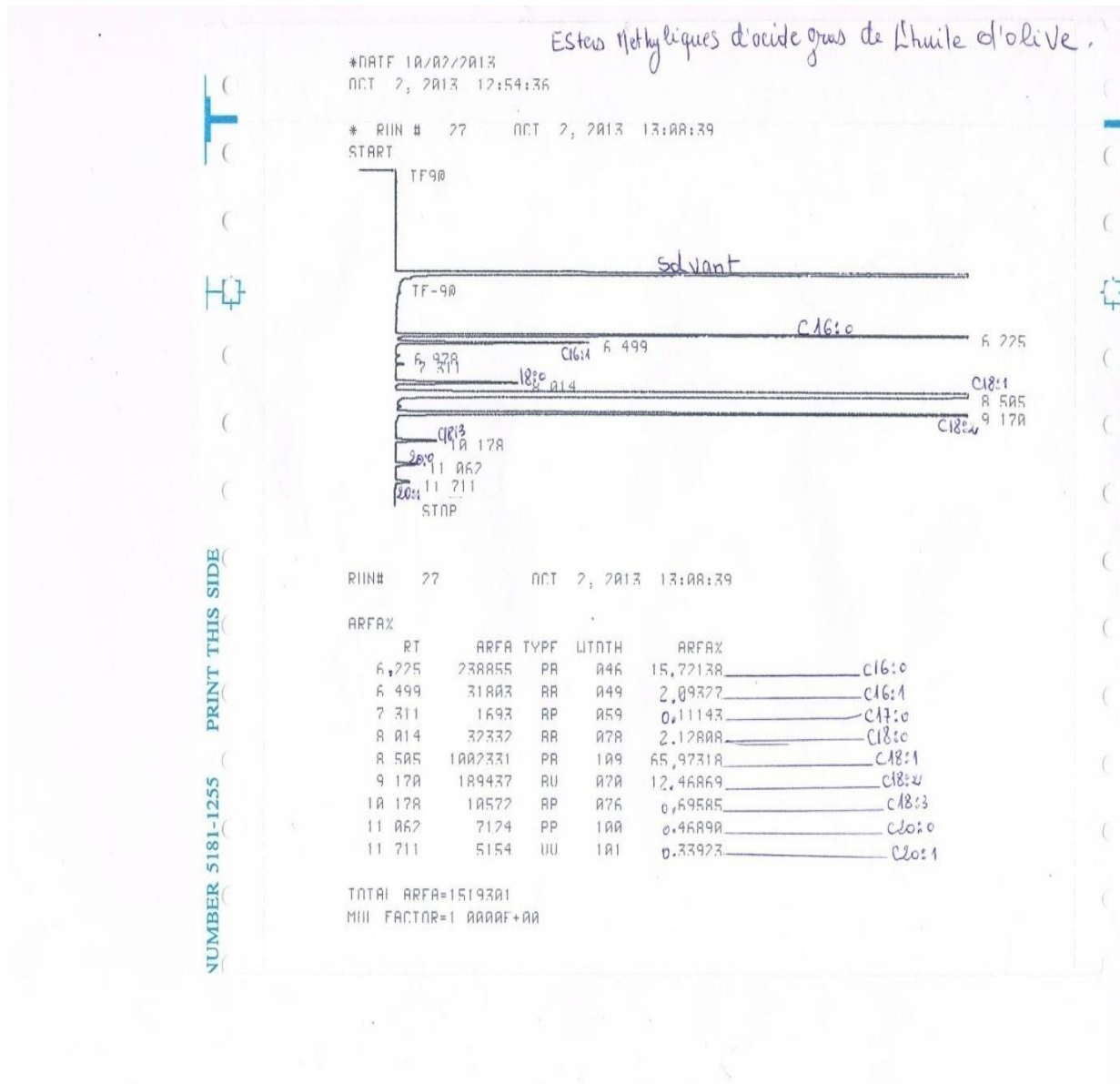
**Tableau 18** : résultat de l'indice de saponification de l'échantillon

	<b>Echantillon étudié</b>	<b>Normes internationale pour les huiles d'olive vierge</b>
Indice de saponification (mg de KOH/ g de l'huile)	184.42	184-194

La valeur de l'indice de saponification de notre échantillon est de 184.42mg de KOH/g d'huile ce qui est conforme aux normes pour les huiles d'olive vierge. Cette valeur indique alors que l'échantillon n'est pas assez très riche en acides gras à courte chaîne. La réaction de saponification avec le KOH exige trois molécules de KOH par molécule de triglycéride car on a trois acides gras par molécule de glycérol. Un indice de saponification faible correspond à des acides gras comportant une chaîne de carbone plus longue. Cet indice nous permet de caractériser un acide gras en fonction de la longueur de sa chaîne.

## B. Chromatographie

### Composition en acides gras



**Figure 7:** chromatogramme des esters méthyliques des acides gras de l'échantillon de l'huile d'olive étudié.

De ces résultats découle la composition en acides gras de notre échantillon d'huile d'olive étudié (Tab. 19)

**Tableau 19** : Composition en acides gras de l'échantillon de l'huile d'olive étudié (%)

<b>Acide gras</b>	<b>Dénomination</b>	<b>Moyenne Normes (%)</b>	<b>L'échantillon d'huile d'olive analysé (%)</b>
C16 :0	Acide palmitique	11,8 à 20	15,72
C16 :1 $\omega$ 7	Acide palmitoléique	0,81 à 2,5	2,09
C18 :0	Acide stéarique	2,2 à 5,00	2,12
C18 :1 $\omega$ 9	Acide oléique	55 à 80	65,7
C18 :2 $\omega$ 6	Acide linoléique	4,0 à 20	12,46
C18 :3 $\omega$ 3	Acide linoléique	0,3 à 0,9	0,69
C20 :0	Acide arachidique	0,00 à 0,6	0,46
C20 :1 $\omega$ 9	Acide gondoïque	0,0 à 0,4	0,33

Le tableau N° 19 nous montre la composition en acides gras de notre échantillon. Il répondre aux normes fixées par le Conseil Oléicole International. Selon ce tableau, on remarque à partir de notre échantillon comme dans toutes les huiles d'olive, un pourcentage très élevée en acide mono insaturés par rapport aux autres acides gras. La valeur de 65,7% pour l'acide oléique se trouve dans les moyennes de la norme considérée pour les huiles d'olive et montre que notre échantillon est riche en cet acide gras. L'échantillon analysé a des compositions très acceptable en acides satures, une valeur de 15,72% d'acide palmitique peut permettre à notre échantillon de se figé à température relativement basse, et on a des pourcentages suffisamment important pour les acides gras polyinsaturés. Une valeur de 12,46% d'acide linoléique, signifie que l'échantillon étudié est très riche en

cet acide qui est indispensable, car il contribue à sa valeur nutritionnelle, biologique, et organoleptique. Les autres acides gras (C16:1, C18:0, C18:3, C20:0) sont faiblement représentés mais non négligeable. Les pourcentages en acides linoléique et linoléique de notre échantillon sont suffisantes pour prévenir un état carenciel en acides gras essentiels.

A la lumière de ces résultats, notre échantillon d'huile d'olive étudié a une composition en acides gras conformes à la norme de commercialisation. Cependant, les compositions obtenues peuvent être modulé par des facteurs géographiques de terroir, ainsi que sa variété. Le climat peut aussi influencer la maturité des olives et donc la composition chimique de l'huile d'olive. Il a été démontré que la composition en acides gras linoléique augmentait avec la diminution de la température. La composition de l'huile d'olive en acide oléique peut aussi être affecté par l'altitude [Abaza et *al.*, 2002 ; Tanouti et *al.*, 2011].



## Conclusion et recommandations

Les études épidémiologiques suggèrent que les régimes méditerranéens sont associés à une faible incidence de maladies athérosclérotique et cardiovasculaire. L'objectif de ce travail est de caractériser un échantillon de l'huile d'olive issu de la région de Draa EL Misan ayant été utilisé comme excipient alimentaire dans un model animale. Pour cela nous avons réalisé l'étude de certains caractères physico-chimiques ainsi que sa composition en acides gras selon les normes exigées par les normes du Conseil Oléicole International.

Le taux d'acidité de 2,51g d'acide oléique par 100g d'huile pour l'échantillon étudié montre que cette huile appartient à l'huile d'olive vierge. Le résultat de l'indice de peroxyde de 22,09 meq d'oxygène/kg d'huile supporte aussi la catégorie de l'huile d'olive dans laquelle on y retrouve notre échantillon. Cependant une légère oxydation affecte notre échantillon, cela pouvait être expliqué par des raisons différentes liées à la chaîne de production par exemple, ce qui est montré par la valeur de l'indice de peroxyde qui est légèrement supérieur à celle exigée par la norme (<20 meq d'oxygène/kg d'huile). L'indice d'iode de 81,53g d'iode/100g d'huile et l'indice de saponification de 184,42mg de KOH/g d'huile ont montré la présence d'acides gras à courtes chaînes dans l'huile d'olive, et les valeurs trouvées sont conformes aux normes. L'analyse de l'huile d'olive par chromatographie gazeuse à montre une variation des acides gras, les résultats obtenus sont conformes à celle des normes. Notre échantillon est très riche en acide gras oléique, un acide gras monoinsaturés, cet à dire elle a beaucoup des bénéfiques à la santé humaine quand apporté comme alimentaire. Elle a aussi des pourcentages satisfaisantes des acides polyinsatures, acides gras indispensables, et des acides gras saturés.

Cependant, il y a plusieurs d'autres analyses qui pouvaient être effectué pour améliorer cette étude telles que :

- Détermination des composés phénoliques.
- Une analyse chromatographique immédiate, après l'extraction de l'huile d'olive.

- Comparaison de cet échantillon avec un autre d'une origine géographique différente.

Il existe une relation très intime entre la qualité d'huile d'olive vierge et sa composition chimique. L'huile de bonne qualité doit avoir un équilibre entre son taux d'acidité et ses composants mineurs qui déterminent ses propriétés organoleptique et sa stabilité contre l'oxydation. L'abondance de l'acide oléique est la caractéristique qui définit l'huile d'olive en dehors des autres huiles végétales.

## Références bibliographiques

1. Abaza, L., Msallem, M., Daoud, D., Zarrouk, M. (2002). Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. Oléagineux, Corps gras, Lipides. Juin 2002. Vol 9. Numéro 2. 174-9.
2. Anonyme. (2008). L'huile d'olive: Composition et altération de l'huile d'olive. 1-4.
3. Anonyme. (2013). Les vertus de l'huile d'olive Algérienne. Mars 2013.
4. Anonyme. (2005). Biochimie 1 : Les lipides-sommaire. Licence STE. Octobre 2005.
5. Anonyme. Huile d'olive : L'olivier, Bien choisir votre huile, Cultures et Paysages, Fabrication de huile, Dérivés et Savoir- faire.
6. Anonyme. Annexe 1 : Informations nutritionnels sur les lipides.13-18.
7. Anonyme. (2011). Les acides gras : Composition des huiles végétales.
8. Antonot, E., Marchal, R., Umber, J. (1988).Chromatographie : théorie. Janvier 1988.
9. Artaud M. 2008. L'olivier : Sa contribution dans la prévention et le traitement du syndrome métabolique.
10. Benlemlih, M., Ghanam, J. (2012). Polyphénols d'huile d'olive, trésors santé. Belgique: Marco pietteur.
11. Benrachou, N., Henchiri, C., Djeghaba, Z. (2010). Caractérisation de trois huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est Algérien. Revue des Sciences et de la Technologie. Décembre 2010. Numéro 22. 12-22.
12. Berrada, S. (2009). Biochimie appliquées dans les filières SBSSA : Les lipides- Structurent, propriétés et application technologiques. Mai 2009.

13. Bouhadjra, K. (2011). Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Mémoire de magister. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.
14. Brugerolles, S. (2009). L'olivier et la cote d'Azur : Sur les chemin de l'Olivier. Septembre 2009.
15. Carralafuente, E. (2003). Les bienfaits de l'huile d'olive : *Diabètes Voice* Décembre 2003. Vol 48. Numéro 4. 36-38p.
16. Carrière, F et MC. (2013). Mieux connaitre l'huile d'olive. France: La Genestière.
17. Commentaires de la communauté Européenne sur la lettre circulaire CL 2002/49-FO : Projet de Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive.
18. Committee on Diet and Health, Food and Nutrition Board, Commission on Life Sciences, National Research Council Diet and Health, *Implications for Reducing Chronic Disease Risk*, National Academy Press, Washington, DC, 1989.
19. Conseil Oléicole International : Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. COI/T.15/NC n° 3/ Rev. 3. Novembre 2008. Madrid.
20. Demnati, D. (2008). Facteurs affectant la qualité d'une huile d'olive vierge. L'huile d'olive vierge : Qualité et Dégustation. Septembre 2008.
21. D'Aygalliers, P. (1899). L'olivier et l'huile d'olive : Histoire naturelle de l'olivier, culture de l'olivier, préparation, falsifications et usages des produits. Paris. Libraire J.-B. Bailliere et Fils.
22. Djadoun, S. (2010). Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes. Mémoire de magister. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou.
23. Dubreuil, P. (1956). Introduction à la chromatographie. 1-4.

24. Ebaid, G., Seiva, F., Rocha, K., Souza, G., Novelli, E. (2010). Effects of olive oil and its minor phenolic constituents on obesity-induced cardiac metabolic changes. *Nutritional Journal*. October 2010.
25. El Wakab. (2013). Troleiculture : Les plantations d'oliviers ont triple entre 2000 à 2012. Novembre 2013.
26. Fouin, J., Sarfati, C. (2002). Le guide des huiles d'olive. Rorgue. Vivree différemment.
27. Gimeno, E., Fito, M., Lamuela-Raventos, RM., Castellote, AL., Covas, M., Farré, M., Torre-Boronat, MC., Lopez-Sabater, MC. (2002). Effect of ingestion of virgin olive oil on human low density lipoprotein composition: *European journal of clinical nutrition*. 114-120.
28. Girard, AL. Les corps gras : Les Bougies et Savons. Paris. Librairie J.-B. Bailliere et Fils. 13-16p.
29. Graille, J. (2003). Lipides et corps gras alimentaire. Paris : Tec et Doc. 87-100p. Sciences et techniques agroalimentaires.
30. Henry, S. (2003). L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique. Thèse de docteur en pharmacie. Université Henri Poincaré- Nancy 1.
31. Khalil, A. (2012). Diète méditerranéenne : Les vertus de l'huile d'olive. Novembre 2012.
32. Lambert, J. (2005). Les huiles végétales : 2000 plantes oléagineuses répertoriées. Décembre 2005. 6.
33. Laverdiere, F., Holstein, A., Thiebaut, L., Mallee, R., Gravejat, G., Desclozeaux, B. (1999). Dossier Couplage: Chromatographie en phase gazeuse. 11-15.
34. Masela, R., Vari, R., D'Archivio, M., Di Benedetto, R., Matarresse, P., Malorni, W., Scazzocchio, B., Giovannini, C. (2004). Extra virgin olive oil biophenols inhibit cell-mediated oxidation of LDL by increasing the mRNA transcription of glutathione related enzymes: *The journal of nutrition*. 785-781.

35. Mataix, J., Quiles, J.L., Huertas, J.R., Battino, M., Manas, M. (1998). Tissue specific interactions of exercise, dietary fatty acids, and vitamin E in lipid peroxidation, *Free Radicals in Biology and Medicine* 24, 511–521.
36. McMurry, J., Begley, T. (2005). Chimie organique des processus biologiques. Belgique : De Boeck Université. 1<sup>er</sup> édition.
37. Mordret F., Coustille J. (1997). Huile d'olive - production et marche : Oléagineux, Corps gras, Lipides. Septembre 1997. Vol 4. Numéro 5. 364-9.
38. M'baye, B.K., Alouemine, S.O., Boubou, B., Basseine, E. (2011). Etude physico-chimiques des huiles consommées en Mauritanie. La science en liberté. Décembre 2011. Vol 4. Numéro 120101.
39. Ouaoouch, A., Chimi, H. (2007). Guide du producteur de l'huile d'olive. 1<sup>er</sup> édition. Vienne.
40. Ramírez-Tortosa, M.C., Quiles J.L., Mataix A.G. and J. Rabbit liver mitochondria coenzyme Q10 and hydroperoxide levels: an experimental model of atherosclerosis, *Molecular Aspects of Medicine* 18 (1997), S233–S236.
41. Richardin, P. (2001). La chromatographie en phase liquide. Paris. 222.19-26.
42. Saleh N., Saleh H. (2011). BMC Complementary and Alternative Medicine: Olive oil effectively mitigates ovariectomy-induced osteoporosis in rats. October 2011.
43. Sarai-Manchado, P., Cheymier, V. (2006). Les polyphénols en agroalimentaires. Paris : Tec et Doc. Collection Sciences et techniques agroalimentaires.
44. Sekour, B. (2012). Phytoprotection de l'huile d'olive (H.O.V) par ajout des plantes végétales (thym, ail, romarin). Mémoire de magister. Université M'hamed Bougara, Bourmedes.

45. Tanouti, K., Serghini-Caid, H., Abid, M., Mihamou, A., Khlar, M., Bahetta, Y., Elamrani, A. (2011). Isly Huile d'olive Vierge : Analyse des triglycérides et composition en acides gras. Numéro 23.
46. Tanouti, K., Serghini-Caid, H., Elamrani, A., Tahani, N. (2009). Caractérisation d'échantillons d'huile d'olive produite dans des coopératives pilotes (Iakrama et Kenine) au niveau du Maroc oriental. Février 2009.
47. Veillet, S. (2010). Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre tradition et Innovation. Thèse de docteur en Sciences. Université d'Avignon et des Pays de Vaucluse.
48. Willett W.C., (1997). Fat, energy and breast cancer, *Journal of Nutrition* 127, 921S–923S.
49. Wikipédia. (2013). Extraction de l'huile d'olive. Mars 2013
50. Wikipédia. (2013). Huile alimentaires. Mars 2013.

## Annexe



**Figure 1:** broyage- moulin



**Figure 2:** la presse hydraulique





**Figure 3** : les grignons secs restant dans des courtins

**Tableau 11:** Mécanismes de séparation par CPG sur différentes support fixe

Phase mobile/ support fixe	Type de séparation	Phase stationnaire
Gaz/solide	Adsorption	Solide poreux
Gaz/liquide	Partage	Dans les colonnes remplies, solide poreux inerte enrobé de liquide Dans les colonnes capillaires, paroi interne de la colonne qui sert de support

[Dubreuil, 1956]

**Tableau 12:** Conditions opératoires pour les esters méthyliques

Chromatographe	Chrompac CP 9002
Détecteur	FID (250°C)
Injecteur	SPLIT 1/100 (250°C)
Gaz vecteur	Azote
Colonne	DB23 (50%)
<b><u>Capillaire</u></b>	Cyanopropyl
Longueur	30m
Diamètre intérieur	0,32mm*0,25UM
Epaisseur	0,25µm
<b><u>Températures</u></b>	
Injecteur	250°C
Détecteur	280°C
Four	200°C
Quantité injecte	0,2µl
Vitesse du papier (intégrateur)	0.5cm/mn