

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



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



## MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

En vue de l'obtention du diplôme de Master  
En Sciences de la Nature et de la Vie  
Option : *Sciences Alimentaires*

Présenté par : Mlle KENNAI Lwiza

### THEME

**Contribution à l'étude de l'effet de conservation  
d'huile d'olive sur les qualités physico-chimiques  
Et l'activité antioxydante**

Devant le jury d'examen composé de :

Mme. ACHEHEB.H	Maître Assistante A	U.S.D.B	Présidente
Mme. HADJ ZIANE.A	Maître Conférences A	U.S.D.B	Promotrice
Mme. FERNANE.S	Maître Assistante B	U.S.D.B	Examinatrice
Mr. BOUSBIA.N	Maître Conférences B	U.S.D.B	Examineur
Mlle. ALILECHE.K	Ingénieur d'Etat en Agronomie	U.S.D.B	Co-promotrice

Soutenu le 23/10/2013

# **REMERCIEMENTS**

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

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

*A ALILECHE Khoukha, notre Co-Promotrice, Ingénieur en Agronomie, Université SAAD Dahleb de BLIDA pour leur aide et leur orientations durant notre stage.*

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

*Mme ACHEHEB .H Maitre Assistante A, l'USDB qui m'a fait l'honneur de présider ce jury.*

*Mme FERNANE .S Maitre Assistante B, l'USDB et Mr BOUSBIA .N Maitre Conférences B, l'USDB pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'examiner ce travail.*

*Je tiens à remercier M<sup>me</sup> RADJI chef de département à l'Institut Technologique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne(ITAFV) de nous avoir accordé l'accès à son laboratoire pour les différentes analyses et tout son personnel du laboratoire.*

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

## ***DÉDICACES***

*Je dédie ce mémoire*

*À mes chers parents*

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

*À mon Cher mari et ma belle famille*

*À mes chers sœurs Rosa , Yasmine et mon frère Oussama  
En témoignage de mes sentiments les meilleurs.*

*À toute ma famille*

*À mes chers amis*

.

*À toute personne*

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

*Je dis « merci »*

***Lwiza***



---

## Résumé

L'objectif de cette étude est de contrôler l'effet de la conservation de l'huile d'olive pendant une année sur les propriétés physicochimiques, organoleptiques et l'activité antioxydante.

L'acidité, l'indice d'acide, l'indice de peroxyde, l'indice de réfraction, l'indice d'iode, indice de saponification et teneur en insaponifiables ainsi que la teneur en eau ont été suivis et une analyse organoleptique complète a été effectuée, ainsi l'extraction des polyphénols et l'évaluation de l'activité antioxydante a travers deux tests : pouvoir réducteur et le test DPPH, au début de conservation de l'huile (HO)N et en fin de la durée d'étude (HO)A.

Les résultats montrent que plus l'huile vieillie plus elle perd ses caractéristiques de bonne qualité, ceci a été mis en évidence par l'augmentation progressive de tous les paramètres physico-chimiques mentionnés ci-dessus avec une dégradation dans la composition en acides gras, et une diminution dans l'activité antioxydante qui est en relation avec la diminution de la teneur en polyphénols.

**Mots clés** : Conservation, paramètre physico-chimiques, DPPH, activité antioxydante, polyphénols.

---

## ABSTRACT

The objective of this study is to check (control) the effect of the preservation of the olive oil during one year on the physico-chemical, organoleptic properties and the antioxidizing activity.

The acidity, the indication of acid, the indication of peroxide, the refractive index, the indication of iodine, Index of saponification and content in unsaponifiable so the moisture content was followed and an organoleptic complete analysis was made ,So extraction of polyphenols and the evaluation of the antioxidizing activity has fault two tests: reducing power and the test DPPH, at the beginning of preservation of the oil ( HO) N and at the end of the duration of study (HO) A.

The results show that more the old-looking oil more she loses her good quality characteristics, this was highlighted by in the progressive increase of all the physico-chemical parameters mentioned above a degradation in the composition in fatty acids, and a decrease in the antioxidizing activity which is in connection with the decrease of the content in polyphenols.

**Keywords:** preservation, physico-chemical parameter, DPPH, antioxidizing activity, polyphenols.

## ملخص

الهدف من هذا العمل هو مراقبة تأثير حفظ زيت الزيتون لمدة سنة واحدة على تَغْيَر الخصائص الفيزيائية و الكيميائية والحسية و نشاط المضادة للأكسدة. تم رصد المعلمات التالية: الحموضة، دليل الحمض، دليل البيروكسيد ومعامل الانكسار و كمية الماء المحتواة. وقيمة اليود، دليل التصبن والتحليل الحسي الكامل. وأيضاً استخراج مادة البوليفينول وتقييم نشاط المضادة للأكسدة من خلال اختبارين: تخفيض الطاقة واختبار **DPPH**. في بداية الحفاظ على الزيت **(HO)N** و في نهاية مدة الدراسة **(HO)A**

بينت النتائج انه كلما زاد عمر الزيت كلما فقدت الخصائص النوعية الجيدة وقد أكد ذلك في الزيادة التدريجية في جميع المعلمات الفيزيائية والكيميائية المذكورة أعلاه مع تدهور في تكوين الأحماض الدهنية، وانخفاض في النشاط المضاد للأكسدة والذي يرتبط مع انخفاض كمية البوليفينول.

**كلمات البحث:** الحفظ، المعلمة الفيزيائية والكيميائية، النشاط المضادة للأكسدة، **DPPH**، البوليفينول.

## Liste des abréviations

---

**AG** : Acide Gras

**ADN** :Acide Désoxyribonucleique

**C** :Carbone

**[C]** :Concentration

**CAT** : Chloramphénicol Acetyltransferase

**CEE** : Communauté Economique Européenne

**Codex STAN** :Codex Standar

**COI** : Conseil Oléicole International

**CPG** : Chromatographie En Phase Gazeuse

**Cu** :Cuivre

**Da** :Dalton

**DLUO** : Date Limite d'Utilisation Optimale

**DO** : Densité Optique

**DPPH** : 2,2 Diphényl 2 Pycril Hydrazil

**E Asc** : Equivalent Acide ascorbique

**ERO** :Espèces réactives d'oxygène

**Fe** :Fer

**(HO)A** : Huile d'Olive Ancienne

**(HO)N** :Huile d'Olive Nouvelle

**INA** :Institut National d'Agronomie

**ISO** : International Organisation for Standardisation

**ITAFV** : Institue Technique d'Arboriculture Fruitière et de la Vigne

## Liste des abréviations

---

**LDL** : Lipoprotéines De Basse Densité (Low Density Lipoprotein)

**Meq** : Milliéquivalent

**N** :Normalité

**nm** : nanomètre

**PI** :Pourcentage d'Inhibition

**P .R** : Pouvoir Réducteur

**SOD** :Superoxyde Dimustase

**UV-VIS** : Ultra-Violet Visible

**VIH** : Virus De L'immunodéficience Humaine

**Figure 01** : Récolte des olives à la main (a) et au peigne manuel (b).

**Figure 02** : Lavage des olives.

**Figure 03** : Système discontinu d'extraction par presse.

**Figure 04** : Système d'extraction continu a trois phases.

**Figure 05** : Structures moléculaires des principaux phénols d'huile d'olive.

**Figure 06** : Extraction liquide- liquide des composés phénoliques

**Figure 07** : Etape d'agitation.

**Figure 08** : Etape de décantation.

**Figure 09** : Etape d'extraction (séparation des phases).

**Figure 10** : Réaction de réduction de la molécule DPPH par un antioxydant.

**Figure11** : Taux de l'acidité libre.

**Figure 12** : l'indice d'acide des huiles d'olive contrôlées.

**Figure 13** : l'indice de peroxyde des huiles d'olive contrôlées.

**Figure 14** : la teneur en eau des huiles d'olive contrôlées.

**Figure 15** : l'absorbance dans l'Ultraviolet à 232 nm des huiles d'olive contrôlées.

**Figure 16** : l'absorbance dans l'Ultraviolet à 270 nm des huiles d'olive contrôlées.

**Figure 17** : Indice de réfraction des huiles d'olive contrôlées.

**Figure 18** : Indice de saponification des huiles d'olive contrôlées.

**Figure 19** : Indice d'iode des huiles d'olive contrôlées.

**Figure 20** : la teneur en insaponifiables des huiles d'olive contrôlées.

**Figure 21** : Quantité des composés phénoliques dans l'huiles d'olive.

## Liste des figures

---

**Figure 22** : le pouvoir réducteur des extraits méthanoliques d'huiles d'olive et de l'acide Ascorbique.

**Figure 23** : Activité scavenging du radical DPPH des extraits méthanoliques d'huiles d'olives et de l'acide Ascorbique.

**Figure 24** : la répartition des acides gras des différents échantillons des huiles d'olive

**Figure 25** : Production mondiale d'huile d'olive 2010-2011 (COI, 2010)

**Figure 26** : les influents sur la composition de l'huile d'olive

**Figure 27** : facteurs conditionnant les caractéristiques qualitatives d'une huile d'olive

**Figure 28** : Feuille de profil de l'huile d'olive vierge

**Figure 29** : Spectrophotomètre ultraviolet-visible

**Figure 30** : Réfrigérant à reflux de type BÜCHI

**Figure 31** : Réfractomètre

**Figure 32** : Chromatographe Chrompack CP 9002

**Figure 33** : Agitateur

**Figure 34** : Dessiccateur

**Figure 35** : Balance analytique

**Figure 36**: Courbe d'étalonnage acide ascorbique.

## Liste des tableaux

---

**Tableau I** : Différentes catégories d'huiles d'olive

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

**Tableau III** : Données relatives aux échantillons d'huile d'olive vierges.

**Tableau IV** : Résultats du taux de l'acidité des huiles d'olive contrôlées.

**Tableau V** : Résultats de l'indice d'acide des huiles d'olive contrôlées

**Tableau VI** : Résultats de l'indice de peroxyde des huiles d'olive contrôlées.

**Tableau VII** : Résultats de l'humidité des huiles d'olive contrôlées.

**Tableau VIII** : Résultats de l'absorbance dans l'Ultraviolet à 232 nm des huiles d'olive contrôlées

**Tableau IX** : Résultats de l'absorbance dans l'Ultraviolet à 270 nm des huiles d'olive contrôlées.

**Tableau X** : Résultats de l'indice de réfraction des huiles d'olive contrôlées.

**Tableau XI** : Résultats de l'indice de saponification des huile d'olives contrôlées.

**Tableau XII** : Résultats de l'indice d'iode des huiles d'olive contrôlées.

**Tableau XIII** : Résultats de la teneur en insaponifiables des huiles d'olive contrôlées.

**Tableau XIV** : détermination de la quantité des composés phénoliques d'huiles d'olive

**Tableau XV** : le pouvoir réducteur des extraits méthanoliques des huiles d'olive et de l'acide Ascorbique.

**Tableau XVI** : Résultats de l'activité scavengning de radical DPPH des extraits méthanoliques d'huiles d'olive et de l'acide Ascorbique.

**Tableau XVII** : Répartition des acides gras (%) des différents types d'huiles d'olive.

**Tableau XVIII** : Résultats de dégustation des huiles d'olive

**Tableau XIX** : Résultats de l'aspect et la couleur des huiles d'olives contrôlées.

**Tableau XX** : La comparaison entre les deux échantillons d'huile d'olive (nouvelle et ancienne).

**Tableau XXI** : Principales variétés d'olivier cultivées en Algérie.

**Tableau XXII** : Critères de qualité de l'huile d'olive

**Tableau XXIII** : Différentes altérations et leurs facteurs

L'huile d'olive est un élément essentiel du régime Méditerranéen. Très présente dans l'alimentation et préconisée par de nombreux diététiciens. Plusieurs recherches scientifiques se sont orientées sur ses propriétés médicinales et cosmétiques. Elle est l'une des huiles végétales les plus anciennes et la seule qui peut être consommée sous sa forme brute sans traitement préalable (BOSKOU, 1996).

L'huile d'olive est une huile de table directement issue d'un fruit sans recourir à des étapes de raffinage, en effet selon les normes officielles, l'huile d'olive ne peut être obtenue qu'à partir du fruit de l'olivier et uniquement par utilisation des procédés physiques, l'absence de l'étape de raffinage permet à l'huile de conserver tous ses produits antioxydants qui ne sont pas éliminés lors de ce procédé (VEILLET, 2010).

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

Elle représente une source typique de lipide de régime, dont la consommation a été associée à une incidence limitée des maladies cardiovasculaires, des désordres neurologiques, cancers du sein et du colon, ainsi qu'aux propriétés antioxydantes (GIMENO ET AL, 2002A ; MEDEIROS, 2001). Ces bienfaits ont été liés l'un ou l'autre à sa composition en acides gras bien-équilibrée, où l'acide oléique est le composant principal et où à la présence des biomolécules mineures, telles que les vitamines et les antioxydants naturels.

La forte demande en huile d'olive vierge de bonne qualité est due non seulement à ses vertus de santé mais également à ses propriétés organoleptiques (Luaces et al, 2003).

L'huile d'olive n'exerce pas seulement un effet positif protecteur face à l'oxydation des lipoprotéines de faible densité (LDL) qui, lorsqu'elles sont oxydées,

sont athérogéniques, mais elle renforce également d'autres cellules de l'organisme face à l'action toxique des oxydants. Sa teneur élevée en antioxydants semble contribuer de manière importante à l'effet que le régime alimentaire Méditerranéen exerce sur l'espérance de vie.

Ces agents antioxydants sont présents dans les légumes verts et dans les fruits. L'huile d'olive étant la seule huile produite directement à partir d'un fruit, elle conserve un grand nombre de ces substances, antioxydants et vitamines, qui lui confèrent une valeur nutritionnelle ajoutée.

Cette richesse en antioxydants est due probablement au fait que l'olive, qui est un fruit exposé à l'air, est obligée de se défendre de l'oxygène et doit par conséquent synthétiser une plus grande quantité de substances antioxydantes que l'on retrouve par la suite dans l'huile dont elle est extraite.

L'huile d'olive vierge, qui n'a subi ni raffinage ni traitement industriel, est particulièrement riche en ces substances ; elle a alors une forte action antioxydante et un effet protecteur contre la lésion des cellules par les radicaux libres (activité scavenger) et contre la formation de cancers.

La Date Limite Optimale d'Utilisation(DLUO) est calculée à partir de la date d'embouteillage à laquelle nous ajoutons 18 mois. Passée cette date, l'huile sera toujours consommable mais il faut savoir que l'huile d'olive, contrairement à d'autres substances, ne se bonifie pas en vieillissant, elle aura donc tendance à perdre progressivement ses arômes caractéristiques.

L'huile d'olive s'oxyde rapidement à la lumière, il est donc conseillé de la garder à l'abri de la lumière ainsi que la chaleur et de l'humidité pour éviter sa dégradation. Sa température idéale de stockage se situe entre 15 et 25 degrés. Une température inférieure risque de faire figer l'huile ce qui ne changera en rien sa qualité mais elle ne sera pas très présentable.

Nous nous sommes penché sur un thème intéressant portant sur la contribution de l'effet de conservation d'huile d'olive sur les qualités physico-chimiques ainsi l'activité antioxydante de cette dernière, en se basant sur la vérification de la conformité de la qualité aux normes internationales durant la période de conservation par la détermination des :

- Caractères physico-chimiques qui sont représentés par : l'acidité libre, l'indice d'acide, l'indice de peroxyde, l'absorbance en Ultra-violet, la teneur en eau, l'indice de réfraction, l'indice de saponification, l'indice d'iode et la teneur en insaponifiables et l'analyse des acides gras par chromatographie en phase gazeuse.
- Caractères organoleptiques qui sont représentés par l'aspect, la couleur et la dégustation.
- Evaluation du pouvoir réducteur et l'activité antioxydante de cette huile.

D'autre part on procède à la comparaison des huiles, au début du stockage et à la fin de la cette période d'étude.

Notre mémoire est structuré comme suit :

- Une partie bibliographique ou sont regroupées des notions théoriques sur l'huile d'olive et les antioxydants
- Une partie expérimentale qui décrit le matériel et méthodes utilisés durant notre pratique
- Des résultats et discussion sont illustrés sur un dernier chapitre

Enfin, on achève par une conclusion générale avec des recommandations et perspectives à envisager pour la continuité du travail.

## **Objectifs :**

L'objectif de notre étude consiste dans un premier temps à caractériser et contrôler la qualité commerciale de notre échantillon d'huile d'olive vierge Algérienne, par la détermination des critères physico-chimiques et aussi par l'identification des critères organoleptiques tels que la couleur, l'aspect et la dégustation des huiles analysées. Dans un second temps nous avons étudié la cinétique de vieillissement d'une huile. Les résultats obtenus sont comparés avec les normes préconisées dans le but de classer ces huiles et aussi pouvoir mettre en évidence l'effet de la conservation de l'huile sur les qualités citées auparavant.

Notre stage pratique a été effectué dans différents laboratoires :

L'acidité, l'indice d'acide, l'indice de peroxyde, l'humidité, l'absorbance, l'indice de réfraction, activité antioxydant et l'analyse organoleptique ont été réalisés au niveau du laboratoire agro-alimentaire de l'Institut Technique de l'Arboriculture Fruitière et de la Vigne (ITAFV) à Tassala el-Mardja. L'indice d'iode a été réalisé au niveau du laboratoire de la chimie à l'unité SAIDAL de MEDEA.

La deuxième partie des analyses (l'indice de saponification et la teneur en insaponifiable) a été réalisée au niveau du laboratoire d'analyse de la qualité et de la conformité LABO-BIO-QUAL Bougara-BLIDA.

L'Extraction des polyphénols a été réalisée au niveau de laboratoire de génie chimique au département de chimie industrielle à l'université de Blida.

L'estérification de l'huile d'olive vierge et la Chromatographie en phase gazeuse ont été réalisées au niveau du laboratoire de physique instrumentale au département technologique à l'INA d'EL -HARRACH.

## **I.1.Matériel :**

### **I.1.1. Matériel végétal :**

Le matériel végétal utilisé dans le cadre de cette étude est une huile d'olive vierge de la population CHEMLAL, les analyses ont été réalisées en deux étapes ; juste après la production (huile nouvelle) et après une certaine durée de conservation (huile ancienne).

### **I.1.2.Matériel de laboratoire :**

- Verreries : annexe XI
- Appareillages : annexe IX.
- Réactifs et solutions : annexe X

**I.1.3. Echantillonnage :**

L' échantillon a été prélevé dans des flacons en verres fumés de 500 ml de capacité, le prélèvement a été effectué rapidement pour réduire au maximum le contact de l'huile avec la lumière et l'air.

Les flacons sont remplis à 9/10 de volume avec un étiquetage qui comporte les informations concernant la date du prélèvement, l'huilerie concernée et la variété d'olivier de cette huile.

Le transport de l' échantillon au laboratoire a été fait dans une glacière, afin d'éviter toute modification de la qualité de notre huile. À son arrivé au laboratoire, l' échantillon est placé dans un réfrigérant à 4°C pour préserver ses qualités.

Le tableau III résume toutes les informations concernant l'échantillon d'huile d'olive vierge étudiée.

Echantillon	Région	Variété	Date de récolte	Type d'extraction
(HO)N	L'akhdaria-	Chemlal	Janvier 2012	Centrifugation a 3 phases
(HO)A	BOUIRA-			

**Tableau III** : Données relatives à l'échantillon d'huile d'olive vierge.

**I.2. Méthodes :****I.2.1. Détermination des critères physico-chimiques :****I.2.1.1. Détermination de l'acidité libre**

La détermination de l'acidité selon la méthode CEE 2568-1991 équivalente à la méthode ISO 660-1996.

- **But :**

La détermination de l'acidité exprimée en pourcentage d'acide oléique présent dans l'huile. Nous informons sur l'état d'hydrolyse des triglycérides.

- **Principe :**

Mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants (Oxyde diéthylique /Ethanol) puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution d'Hydroxyde de potassium.

- **Mode opératoire :**

- Prélever une prise d'essai de 2,5g d'huile d'olive (pesée à l'aide d'une balance analytique ;
- Dissoudre la prise d'essai dans 50ml (25/25 .V/V) de mélange oxyde di-éthylique. ( $\text{CHCl}_3$ ) / éthanol ( $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_3$ ), préalablement neutralisé.
- Titrer, en agitant avec la solution d'hydroxyde de potassium (KOH) à 0,1 N en présence de quelques gouttes de phénolphaléine ( $\text{C}_2\text{OH}_{14}\text{O}_4$ ), jusqu'au virage de l'indicateur. (apparition de la couleur rosé, persistante durant au moins 10 secondes)
- Effectuer deux déterminations sur le même échantillon.

- **Expression des résultats :**

L'acidité est exprimée en (%) de masse :

$$\text{AC} = \text{V.C.M.100/1000.m} = \text{V.C.M/10.m}$$

Où:

**V:** Le volume en millilitre de la solution titrée d'hydroxyde de potassium utilisée.

**C:** La concentration exacte, en mole par litre de la solution titrée d'hydroxyde de potassium.

**M:** La masse molaire, en gramme par mole de l'acide oléique (282 g/mol).

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

Prendre la moyenne arithmétique des deux déterminations comme résultat.

- **Norme :**

La norme de l'acidité, préconisée par le COI(2010) est  $\leq 3,3\%$  pour les huiles d'olive vierges propres a la consommation en état.

**I.2.1.2. Détermination de l'indice d'acide :**

La détermination de l'indice d'acide selon la méthode CEE 2568-1991 équivalente à la méthode ISO 660-1996.

- **Définition :**

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

- **Principe :**

Le principe et le mode opératoire pour la détermination de l'indice d'acide sont les mêmes que ceux de l'acidité.

- **Norme :**

La norme de l'indice d'acide, préconisée par le COI(2010)est  $\leq 6.6$  (mg/g) pour les huiles d'olive vierges propre a la consommation en état.

- **Expression des résultats :**

L'indice d'acide est exprimé en mg de KOH par gramme d'huile.

$$IA = 56,1.V.C/m$$

Où

**V** : le volume en millilitre de la solution titrée de KOH utilisée ;

**C** : concentration exacte en mole / litre de la solution titrée de KOH ;

**m** : la masse en gramme de la prise d'essai ;

**56,1** : est la masse molaire exprimée en gramme par mole de KOH.

### **I.2.1.3. Indice de peroxyde :**

La détermination de l'indice de peroxyde se fait selon la méthode CEE2568-1991 équivalent à la méthode ISO3960-1989.

- **Définition :**

Il indique la teneur en milliéquivalent d'oxygène actif par kg de corps gras présent dans l'huile et formé ou cours de la conservation, par le phénomène de Auto oxydation.

- **But :**

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

- **Principe :**

Mettre la prise d'essai dans une solution d'acide acétique et chloroforme et traiter par solution d'iodure de potassium. L'iode libéré est titré avec une solution de thiosulfate de sodium.

- **Mode opératoire :**

- Peser 1,2 à 2,0 g d'huile d'olive dans un erlenmeyer à col rodé de capacité de 250 ml environ (muni d'un bouchon en verre rodé) ;
- Ajouter à la prise d'essai 10 ml de chloroforme ( $C_6 H_{12}$ ), dissoudre rapidement la prise en agitant ;
- Ajouter 15 ml d'acide acétique ( $C_2H_4O_2$ ), puis 1 ml d'iodure de potassium ( $C_2H_5OH$ ) ;
- Boucher aussitôt l'Erlenmeyer, agiter pendant 1 minute et laisser reposer pendant 5 minutes, exactement à l'abri de la lumière et à une température de 15 à 25° C ;
- Ajouter 75 ml d'eau distillée en agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'Empois d'amidon (KI), comme indicateur colorant .
- Titrer l'iode libéré avec la solution de Thiosulfate de sodium ( $Na_2SO_2$ ) 0,01 N (Disparition de la couleur)
- Effectuer simultanément un essai à blanc.

Effectuer deux déterminations pour le même échantillon

- **Expression des résultats :**

L'indice de peroxyde est exprimé en milliéquivalent d'O<sub>2</sub> actif par kg d'échantillon.

$$IP = (V_1 - V_2) \cdot 1000 \cdot T / M$$

Où :

**V<sub>1</sub>** : le volume en ml de la solution de Na<sub>2</sub> SO<sub>2</sub> 0,01 N utilisée pour l'essai ;

**V<sub>2</sub>** : le volume en ml de la solution de Na<sub>2</sub> SO<sub>2</sub> 0,01 N utilisée pour l'essai à blanc ;

**M** : la masse de la prise d'essai ;

**T** : la normalité de (Na<sub>2</sub> SO<sub>2</sub>) 0,01 N.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations effectuées.

- **Norme :**

La norme de l'indice de peroxyde, préconisée par le COI(2010) est de 20 Meq g D'O<sub>2</sub>/Kg pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

### **I.2.1.4. Détermination de la teneur en eau ou l'humidité :**

La détermination de la teneur en eau ou l'humidité selon la méthode CEE2568-1991 équivalent à la méthode ISO3960-1989.

- **But :**

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

- **Principe :**

Détermination de la différence en masse de l'échantillon, avant et après étuvage.

- **Mode opératoire :**

- Bien nettoyer les béchers et les séchés à l'étuve, puis les refroidir dans un dessiccateur, et soit «P» leur poids ;
- Peser  $10g \pm 0,001g$  d'huile d'olive dans les béchers, soit  $P_1 = P +$  la masse de la prise d'essai ;
- Placer les béchers dans l'étuve  $110^\circ C$  pendant 24 heures ;
- Faire sortir les béchers puis les laisser refroidir dans un dessiccateur, pendant 15 minutes ;
- Peser les béchers puis les placer dans l'étuve pendant une heure ;
- Répéter cette opération jusqu'à ce que le poids des béchers « $P_2$ » soit constant.
- Effectuer deux déterminations pour le même échantillon.

- **Expression des résultats :**

$$TE(\%) = (P_1 - P_2) \cdot 100 / P_1 - P$$

Où :

**P** : masse du bécher ;

**P<sub>1</sub>** : masse du bécher et de la prise d'essai ;

**P<sub>2</sub>** : masse constante de **P<sub>1</sub>** après chauffage.

Prendre comme résultat, la moyenne arithmétique des deux déterminations.

- **Norme :**

La norme de l'humidité, préconisée par le COI(2010) est de 0,2% pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

### **I.2.1.5.Détermination de l'absorbance spécifique en rayonnement ultraviolet :**

La détermination de l'absorbance spécifique en rayonnement ultraviolet s'est faite selon la méthode CEE 2568-1991 équivalente à la méthode ISO 3980-1995.

La présente norme décrit une méthode de détermination de l'absorbance spécifique des huiles par mesurage de la spectrophotométrie en rayonnement UV dans un domaine spécifique de longueur d'onde 232 nm et 270 nm.

## • But

La détermination de l'absorbance à 232 nm et à 270 nm nous renseigne sur l'état d'oxydation linoléique.

## • Principe :

L'huile d'olive est dissoute dans le cyclohexane, puis l'extinction de la solution est déterminée aux longueurs prescrites par apport à l'hexane. Les extinctions spécifiques sont déterminées à partir des lectures spectrophotométriques.

## • Mode opératoire :

- Peser exactement 0,25 g de l'échantillon ainsi préparé dans une fiole jaugée de 25 ml, compléter avec le cyclohexane ( $5H_2O$ ) jusqu'à 25 ml et homogénéiser ;
- Remplir une cuve avec la solution obtenue et mesurer les absorbances en utilisant comme référence le cyclohexane pur, à des longueurs d'ondes de 232 nm et 270 nm.

## • Norme :

La norme de l'absorbance préconisée par le COI(2010) à une longueur d'onde de 232 nm est de 2,6, et à une longueur d'onde 270 nm est de 0,3 pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

### I.2.1.6. Détermination de l'indice de réfraction :

La détermination de l'indice de réfraction selon la méthode ISO 6320- 1995.

#### • Définition :

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

- **Principe :**

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

- **Mode opératoire :**

- Mesurer l'indice de réfraction à la température de 20°C à laquelle, l'huile d'olive est complètement liquide ;
- Maintenir la température du prisme du réfractomètre au moyen d'une circulation d'eau assurée par un bain marie ;
- Lire l'indice de réfraction à 0,0002 près en valeur absolue et noter la température du prisme de l'appareil ;
- Après chaque mesurage nettoyer la surface du prisme avec un chiffon doux, puis avec l'hexane.
- Effectuer deux déterminations pour le même échantillon.

- **Expression des résultats :**

Si la différence entre la température de mesurage  $T_1$  et la température de référence  $T$  est inférieure à 3°C, l'indice de réfraction  $n_D^t$  (à température de référence  $t$ ) est donnée par la formule :

$$\text{Si } T_1 > T : n_D^t + (T_1 - T) F.$$

$$\text{Si } T_1 < T : n_D^t + (T - T_1) F.$$

Où :

$n_D^t$  : Indice de réfraction ;

$T_1$  : est la température de mesurage ;

$T$  : est la température de référence ;

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

Prendre comme résultat, la moyenne arithmétique des deux déterminations noter le résultat arrondi à la quatrième décimale.

- **Norme :**

La norme de l'indice de réfraction préconisée par le COI(2006) est de 1,468 à 1,470 pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

**I.2.1.7. Détermination de l'indice de saponification :**

La détermination de l'indice de saponification selon la méthode ISO 3657-1988.

**• Définition :**

L'indice de saponification est le nombre de milligramme d'hydroxyde de potassium nécessaire pour saponifier un gramme d'huile.

**• Principe :**

L'échantillon est soumis à l'ébullition sous réfrigérant à reflux avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, l'excès d'hydroxyde de potassium est titré avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique.

**• Mode opératoire :**

- \* Peser  $2 \pm 0,001$  gramme d'huile d'olive dans une fiole. ;
- \* Ajouter 25 ml de solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. Sachant que l'éthanol est à 96% et l'hydroxyde de potassium à 0,5N ;
- \* Adopter, au réfrigérant, la fiole contenant la prise d'essai et la solution éthanolique d'hydroxyde de potassium ;
- \* Porter à légère ébullition en agitant de temps en temps ;
- \* Après une heure, arrêter le chauffage, ajouter 4 à 5 gouttes de solution de phénolphthaléine. ;
- \* Titrer la solution savonneuse encore chaude avec la solution d'acide chlorhydrique à 0,5N ;
- \* Effectuer simultanément un essai à blanc.
- \* Effectuer deux déterminations pour le même échantillon.

**Expression des résultats :**

$$IS = (V_0 - V_1) \cdot T \cdot 56,1/M$$

Où :

**V<sub>0</sub>** : est le volume de la solution d'acide chlorhydrique, utilisé pour l'essai à blanc, exprimé en millilitre ;

**V<sub>1</sub>** : est le volume de la solution d'acide chlorhydrique, utilisé pour la détermination, exprimé en millilitre ;

**T** : est le titre de la solution d'acide chlorhydrique ;

**56,1** : est la masse molaire exprimée en gramme par mole de KOH ;

**M** : est la masse de la prise d'essai.

Prendre comme résultat, la moyenne arithmétique des deux déterminations.

- **Norme :**

La norme de l'indice de saponification préconisée par le COI(2006) est de 184 à 196 pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

### **I.2.1.8.Détermination de l'indice d'iode :**

La détermination de l'indice d'iode s'est faite selon la méthode T 60-203-1968.

- **Définition :**

C'est la masse d'iode absorbé par l'échantillon, il est exprimé en nombre de gramme d'iode par 100 gramme d'échantillon.

- **Principe :**

Addition à une prise d'essai un mélange de solvant et réactif de wijs. Après un temps déterminé de réaction, déterminé l'excès d'iode par addition d'iodure de potassium et d'eau, titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium.

- **Mode opératoire :**

- Peser dans une fiole de 250 ml 0.1 à 0,15 g d'huile d'olive ;
- Ajouter à la prise d'essai d'huile d'olive 15 ml de tétrachlorure de Carbone et 25 ml de réactif de wijs ;
- Boucher, agiter doucement et placer la fiole dans un endroit sombre à une température comprise entre + 15 et +25°C pendant une heure ; après un laps de temps écoulé ajouter 20 ml de solution d'iodure de potassium et 150 ml d'eau distillée ;
- Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium 0,1N en présence d'empois d'amidon, jusqu'à disparition de la couleur bleue, après avoir agité très vigoureusement ;
- Effectuer simultanément un essai à blanc.
- Réaliser deux déterminations pour le même échantillon.

**Expression des résultats :**

$$I.I = 12,69.T. (V_0 - V_1) / M$$

Où :

$V_0$  : est le volume de la solution de thiosulfate de sodium, utilisé pour l'essai à blanc, exprimé en millilitre ;

$V_1$  : est le volume de la solution de thiosulfate de sodium, utilisé pour l'échantillon, exprimé en millilitre ;

$M$  : est la masse en gramme de la prise d'essai ;

$T$  : est le titre de la solution de thiosulfate de sodium.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations.

- **Norme :**

La norme de l'indice d'iode préconisée par le COI(2006) est de 74 à 94 mg /100g pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

### **I.2.1.9.Détermination de la teneur en insaponifiables :**

La détermination de la teneur des insaponifiables s'est faite selon la méthode AFNOR NFT 60-309-1976.

- **Définition**

Les insaponifiables c'est l'ensemble de constituants insolubles dans l'eau, qui ne sont pas susceptibles d'être modifiés par la réaction de saponification en donnant un sel.

- **Principe :**

Les échantillons sont soumis à une saponification, puis extraction des produits insaponifiables dans l'éther de pétrole (ou l'hexane).

- **Mode opératoire :**

- Peser 5g d'huile d'olive ;
- Ajouter 50 ml de solution éthanolique d'hydroxyde de potassium 1N dans un ballon à col rodé ;
- Adopter le ballon au réfrigérant à reflux et laisser pendant 1 heure ;
- Après l'ébullition, ajouter 50 ml d'eau distillée ;
- Laisser refroidir. Verser l'échantillon dans une ampoule et ajouter 50 ml d'éther de pétrole (ou l'hexane). Bien mélanger, laisser décanter ;
- Soutirer la phase inférieure du 2<sup>ème</sup> ampoule et ajouter 50 ml d'éther de pétrole. Bien agiter et laisser décanter ;

- Soutirer la phase inférieure du 3<sup>ème</sup> ampoule et ajouter 50 ml d'éther de pétrole. Bien agiter et laisser décanter ;
- Eliminer la phase inférieure ;
- Rassembler les 3 phases hexaniques dans une ampoule ;
- Préparer le mélange avec 50 ml d'eau + 50 ml d'alcool ;
- Laver 03 fois les phases rassemblées en présence de phénolphtaléine avec 25 ml du mélange préparé ;
- Eliminer la couche alcoolique après chaque lavage ;
- Laver encore jusqu'à disparition de la couleur rose ;
- Mettre dans un ballon (séché et taré :P<sub>0</sub> poids à vide) ;
- Chasser le solvant par rota vapeur ;
- Porter à l'étuve pendant 30 minutes ;
- Laisser refroidir dans le dessiccateur et peser. Poursuivre l'opération jusqu'au poids constant.

### Expression des résultats :

$$\text{Insaponifiables (\%)} = (P_e - P_0) \cdot 100 / P_E$$

Où :

P<sub>E</sub> : prise d'essai ;

P<sub>0</sub> : poids du ballon vide et séché ;

P<sub>e</sub> : poids constant du ballon.

- **Norme :**

La norme de la teneur en insaponifiables préconisée par le COI(2010) est ≤ 15 (g /Kg) pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

## I.2.2. Analyse des esters méthyliques d'acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG) :

La détermination des esters méthyliques d'acides gras s'est faite selon la méthode ISO 5509.

- **Principe :**

Le corps gras est estérifié en présence de méthanol. Les esters méthyliques d'acides gras sont préparés 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.

- **Préparation des esters méthyliques (applicable aux huiles et grasses) :**

- \* Dans un tube de 10 ml, introduire 0,200g d'huile ;
- \* Ajouter 5 ml d'hexane ;
- \* Ajouter 0,2 ml KOH méthanolique 2N ;
- \* Agiter énergiquement puis laisser décanter.

- **Les conditions opératoires :**

- Cette analyse se fait dans les conditions opératoires suivantes :
- Chromatographe : Chrompack CP 9002.
- Détecteur : FID.
- Injecteur : SPLIT 1/100.
- Gaz vecteur : Azote.
- Colonne capillaire : DB 23.
- Longueur : 30m.
- Diamètre intérieur : 0,32 mm.
- Epaisseur : 0,25 $\mu$ m.
- Température : 250°C.
- Four : 200°C.
- Quantité injectée : 0,1 $\mu$ l.
- Vitesse du papier : 0,5 cm/mn

- **Injection :**

- \* Prélever, à l'aide d'une seringue de 10  $\mu$ l à 1  $\mu$ l ;
- \* Injecter et démarrer la programmation ;
- \* Rincer la seringue à l'hexane.

- **Expression des résultats :**

D'après TANOUTI (2011) :

- **IMI = rapport de la somme des AG monoinsaturés sur la somme des AG saturés ;**
- **IPI = rapport de la somme des AG polyinsaturés sur la somme des AG saturés ;**
- **IIT = rapport de la somme des AG mono et polyinsaturés sur la somme des AG saturés.**

### **II.2.3. Détermination des critères organoleptique :**

- **Accessoires :**

Chaque cabine doit être munie des accessoires nécessaires et à la portée du dégustateur afin de lui permettre de remplir convenablement sa tâche ,a savoir :

- Verres (normaliser) contenant les huiles des échantillons, codes, recouverts d'un verre de montre et maintenus à  $28^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  .
- Feuille de profil sur papier ou format électronique respectant les conditions de la feuille de profil( Voir annexe VI)
- Stylo ou encre indélébile.
- Plateau avec des tranches de pomme et/ou eau, eau gazeuse et/ou pain grille.
- Verre d'eau à température ambiante.

#### **I.2.3.1. Dégustation :**

La dégustation de nos huiles d'olive a été faite suivant la méthode prescrite par le COI T20/DOC n°15 Revue 1/ 2010.

- **But**

La dégustation, consistante à percevoir, analyser, et juger les caractères organoleptiques et plus particulièrement les caractères olfacto-gustatifs, tactiles et kinesthésiques de L'huile d'olive.

- **Conditions de l'essai :**

Pour chaque essai il faut disposer de 8 à 12 dégustateurs qui déterminent les attributs positifs et négatifs de l'échantillon et de les noter sur la feuille de profil (cette

dernière porte une échelle gradué de 1 à 10 présentant les intensités des différents attributs).

- Un dégustateur devra toujours travailler avec les mêmes présentations.
- Pour la dégustation des huiles, les heures optimales de travail sont celles de la matinée.
- Les analyses de dégustation de nos échantillons ont été réalisées par cinq experts.

- **Présentation de l'échantillon :**

Le verre doit contenir 14-16 ml d'huile ou bien entre 12,8 et 14,6 g si les échantillons sont pesés et être recouvert d'un verre de montre.

Chaque verre doit être marqué au moyen d'un système inodore, d'un code composé de chiffres ou de chiffres et de lettres pris au hasard.

### **A. Critères olfactifs :**

- **Principe :**

Le dégustateur doit prendre le verre, en le maintenant couvert avec le verre de montre, puis l'incliner légèrement et, dans cette position, il le fera tourner entièrement afin d'en mouiller le plus possible la surface intérieure. Après cette opération, le dégustateur approchera l'ouverture du verre de son nez et pratiquera de brèves inspiration (environ 3 fois) c'est le «flairage» qui augmente énormément le débit de l'air sur la muqueuse olfactive.

Le dégustateur renouvellera cette opération de «flairage» tant que la ou les odeurs dominantes ne sont pas bien identifiées.

### **B. Critères gustatifs :**

COI/T.20/Doc. No 15/Rev.4 novembre 2011

- **Principe :**

Après une ou deux minutes de repos, le dégustateur peut procéder à l'étape suivante, consistant à analyser le produit en bouche. Pour ce faire, prendre une petite gorgée d'huile, de 3 ml environ. Il est très important de distribuer l'huile sur toute la cavité buccale, depuis la partie antérieure de la bouche et la langue, en passant par les parties latérales et la partie postérieure.

Jusqu'au voile du palais et la gorge ; comme chacun sait, les Saveurs et les sensations tactiles sont en effet perçues avec une intensité variable selon les différentes zones de la langue, Du palais et de la gorge.

- **Interprétation :**

Les dégustateurs notent les résultats obtenus sur la fiche de dégustation ; le responsable du jury saisit les données et les étudie statistiquement puis fixe les résultats finals.

### **I.2.3.2. Détermination de l'aspect et de la couleur à 20°C pendant 24h :**

L'aspect et la couleur sont déterminés selon la méthode prescrite par le COI.T 20/DOC n°15.

La détermination de l'aspect et la couleur consiste à observer l'aspect de l'huile après une exposition de 24h à une température de 20°C.

- **Mode opératoire :**

Peser 10g d'huile dans une fiole conique ou un bécher en verre transparent bien nettoyé et séché.

Laisser la fiole à une température de 20°C à l'abri de la lumière pendant 24h; Après le temps écoulé, l'apparence et la couleur de l'huile sont notées en utilisant un arrière plan blanc afin d'éviter toute interférence de la couleur du milieu avec la couleur réel de l'huile.

- **Norme :**

La norme préconisée par le COI (2006) est un aspect limpide, et une couleur varie entre le jaune clair et le vert.

### **I.2.4. Analyse statistique :**

Les valeurs des paramètres étudiés ont été exprimées en moyenne, le nombre de répétition est de deux (ou trois dans des cas), et on a pris la moyenne arithmétique des deux (ou trois) déterminations, selon la formule suivante:

$$(E_1+E_2+E_3)/3$$

E<sub>1</sub> : Premier essai ;

E<sub>2</sub> : Deuxième essai ;

E<sub>3</sub> : Troisième essai.

### I.2.5.Détermination de L'activité antioxydante :

#### I.2.5.1.Extraction liquide - liquide des composés phénoliques d'huile d'olive( méthode décrite par BLEKAS,G et al,2002) :

- Principe :

La méthode utilisée est celle de ( TSIMIDOU et al,1992), modifiée. Elle est utilisée dans la (figure 6),elle consiste à une introduction d'une solution d'échantillon (50g d'huile dans 50ml d'hexane) dans une ampoule à décanter ,l'ajout du mélange méthanol/eau(80/20),après agitation( 5min) et décantation, la phase polaire(phase méthanolique contenant les composés phénoliques est récupérée, tandis que la phase apolaire subit une 2<sup>e</sup> et une 3<sup>e</sup> extraction pour récupérer la fraction phénolique restante. Chaque phase polaire récupérée subit un lavage par l'hexane.

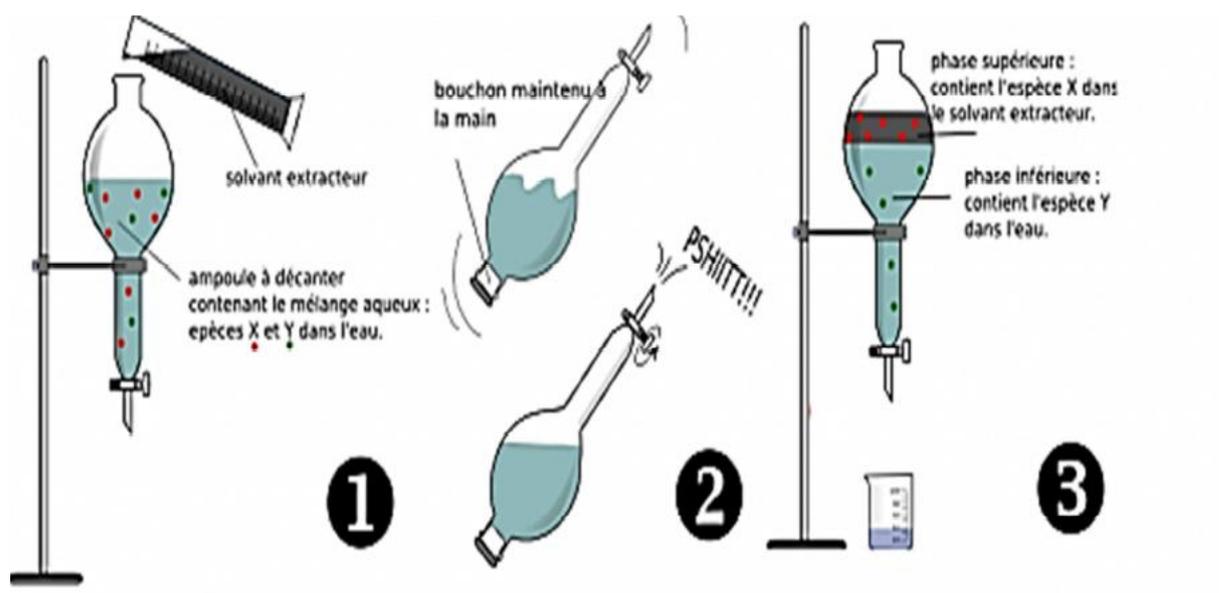


Figure 6 : Extraction liquide- liquide des composés phénoliques



Figure 7 : Etape d'agitation



Figure 8 : Etape de décantation



Figure 9 : Etape d'extraction(séparation des phases)

### **I.2.5.2. Activité antioxydante des composés phénoliques de l'huile d'olive :**

Des nombreuses méthodes sont utilisées pour l'évaluation de l'activité antioxydante des composés phénoliques purs ou des extraits. La plupart de ces méthodes sont basées sur la coloration ou la décoloration d'un réactif dans le milieu réactionnel. Dans notre étude nous avons utilisé deux test chimiques à savoir : le test ferric Reducing / Antioxydant Power Assay qui mesure le pouvoir de réduction des ions de fer, et le test DPPH.

### **A-Pouvoir réducteur : (Reducing Power Assay)**

le pouvoir réducteur mesure la capacité des antioxydants à donner un électron pour réduire l'ion ferrique ( $\text{Fe}^{3+}$ ) en ion ferreux ( $\text{Fe}^{2+}$ ) en présence d'agent chromogène, ferricyanure de potassium ( $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ ) et en milieu acidifié par l'acide trichloracétique. La forme réduite donne une couleur verte qui est proportionnelle au pouvoir réducteur des extraits phénoliques (BALASUNDRAM et al, 2005).

#### • **Mode opératoire :**

Un millilitre de l'extrait de différentes concentrations est mélangé avec 2,5 ml d'une solution tampon phosphate 0,2 M (pH 6,6) et 2,5 d'une solution de ferricyanure de potassium  $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$  à 1%.

- L'ensemble est incubé au bain marie à 50°C pendant 20 minutes ensuite :
- 2,5 ml d'acide trichloracétique à 10% sont ajoutées pour stopper la réaction :
- Les tubes sont centrifugés à 3000 tours/min pendant 10 minutes :
- 2,5 ml du surnageant sont mélangés 2,5 ml d'eau distillée et 0,5 ml d'une solution de chlorure ferrique fraîchement préparé à 0,1%.

La lecture de l'absorbance du milieu réactionnel se fait à 700 nm contre un blanc semblablement préparé, un remplaçant l'extrait par l'eau distillée qui permet de calibrer l'appareil (UV-VIS spectrophotomètre).

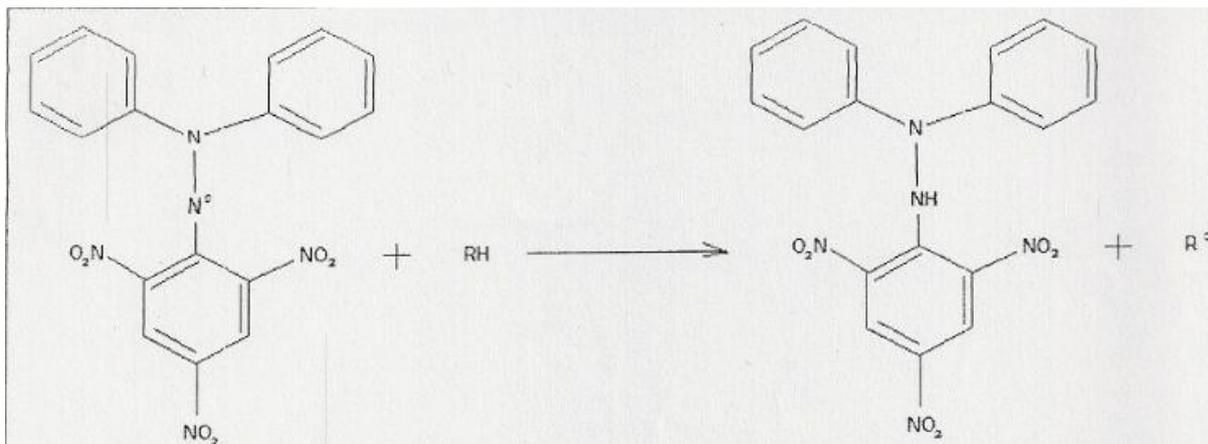
L'activité antioxydante est mesurée avec un nouveau terme appelé **AEAC** : qui présente l'activité antioxydante en équivalant de l'acide ascorbique des extraits étudiés (Ascorbic Acid Equivalent Antioxydant Capacity).

L'évolution de l'activité antioxydante de nos extraits est comparée par rapport à l'acide ascorbique (vitamine C) et cela en traçant une courbe d'étalonnage de ce dernier. (Annexe XIII)

**B- activité scavenging du radical DPPH :**• **Principe :**

Le DPPH( 2,2-Diphénol-2-picryl-hydrazyl) est un radical libre stable, de couleur violette, vire au jaune, en présence de capteurs de radicaux libres. Ceci permet de suivre la cinétique de décoloration à 515nm .(MOLYNEUX.P,2004).

Le radical DPPH est représenté par Z et le donneur d'hydrogène par RH (antioxydant),la réaction primaire est (MOLYNEUX.P,2004) :



**Figure 10 :** Réaction de réduction de la molécule DPPH par un antioxydant(PRAKASH.A,2001)

• **Mode opératoire :**

0,1 ml d'extrait est additionné à 2,9 ml de la solution du DPPH. Après 30 min ,l'absorbance est mesurée a 515nm( KECALI.TET GORDON M.H,2001).

L'activité scavenging du radical DPPH est estimée par l'équation suivante :

$$\%d'inhibition = [(A_t - A_e) / A_t ] * 100$$

Où  $A_t$  : Absorbance du témoin

$A_e$  : Absorbance de la solution du DPPH contenant l'extrait .

## **I.L'huile d'olive :**

### **I.1-Définition de l'huile d'olive :**

Selon le CODEX STAN 33-1981 est l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.), à l'exclusion des huiles obtenues par solvants ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

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

### **I.2.Classification d'huile d'olive :**

Selon le COI(2006), les huiles d'olive sont représentées par 4 catégories, qui sont illustrées dans le tableau I comme suit :

<b>Huile d'olive vierge</b>	Huile d'olive vierge propre à la consommation	Huile d'olive vierge extra	L'acidité libre, exprimée en acide oléique $\leq$ 0,8% et /ou la note au test organoleptique $\geq$ 6,5/9.
		Huile d'olive vierge « fine »	L'acidité libre, exprimée en acide oléique $\leq$ 2% et /ou la note au test organoleptique $\geq$ 5,5/9.
		Huile d'olive vierge «courante»	L'acidité libre, exprimée en acide oléique $\leq$ 3,3% et /ou la note au test organoleptique $\geq$ 3,5/9.
	Huile d'olive lampante		L'acidité libre, exprimée en acide oléique $\geq$ 3,3% et /ou la note au test organoleptique $<$ 3,5/9.
<b>Huile d'olive raffinée</b>			Huile d'olive obtenue à partir d'huile d'olive vierge par les méthodes de raffinage qui n'altère pas la structure de l'huile.
<b>Huile d'olive</b>			Mélange d'huile raffinée et d'huile vierge propre à la consommation.
<b>Huile de grignons d'olive</b>	Huile de grignons d'olive brute		Huile obtenue à partir des grignons à des fins de consommation.
	Huile de grignons d'olive raffinée		Huile obtenue par extraction de l'huile brute sans altérer la structure de l'huile.
	Huile de grignons d'olive		Huile obtenue par mélange des huiles brutes et raffinées.

**Tableau I:** Différentes catégories d'huiles d'olive (COI,2006)

### **1.3.Méthodes de production d'huile d'olive :**

L'extraction de l'huile d'olive est un procédé simple et facile mais pour obtenir un produit de bonne qualité et un rendement acceptable, on doit respecter des étapes insaturées par l'oléotechnie (LOUSSERT et BROUSSE, 1978).

### I.3.1. La récolte des olives :

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

Il existe de nombreuses techniques de récolte des olives variant en fonction de la destination finale de ces olives, de la nature du sol et de la superficie de l'exploitation. La méthode traditionnelle est la récolte à la main (Figure 01a) ; c'est la plus respectueuse de l'arbre mais la récolte est fastidieuse et très longue donc cette technique n'est plus utilisée que pour les olives de table (car elles ne doivent pas être abimées). La méthode la plus communément utilisée en Provence est la cueillette au peigne manuel (Figure 01b) : les oléiculteurs déposent un filet sur le sol et utilisent un peigne qui va arracher les olives de la branche et les faire tomber sur le filet.



**Figure 1** : Récolte des olives à la main (a) et au peigne manuel (b)

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

### **I.3.2.Triage et effeuillage :**

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

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

### **I.3.3.Lavage :**

Cette opération est importante pour éliminer les matières étrangères. La qualité de l'eau (de lavage) est évidemment importante en raison de la présence éventuelle de contaminant. Les olives devraient subir deux ou plusieurs lavages en moyenne puis un égouttage plus ou moins long afin qu'elles soient suffisamment ressuyées. (BENOUARET, 2010).

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



**Figure 2 :** Lavage des olives (ROSSINI, 1999).

### **I.3.4. Le broyage :**

Les olives propres sont soumises sans chauffage ni cuisson à un broyage poussé qui vise à faire éclater la drupe pulpeuse gorgée d'huile, à permettre le concassage du noyau et l'écrasement de l'amande contenue. Au fur et à mesure l'huile exsude de la pâte broyée.

Ce broyage est réalisé dans un broyeur à moule en pierre opérant à plat . Qui illustre toute l'imagerie de l'huilerie d'olive. Dans des installations plus récentes. On utilise des broyeurs à marteau ou à disque (KARLESKIND, 1992).

## **I.3.5.Le malaxage :**

Cette opération vise à parfaire le broyage et à donner à la pâte une bonne régularité et homogénéité .Elle est aussi une étape d'attente avant l'opération suivante (KARLESKIND, 1992).

## **I.3.6.L'extraction d'huile :**

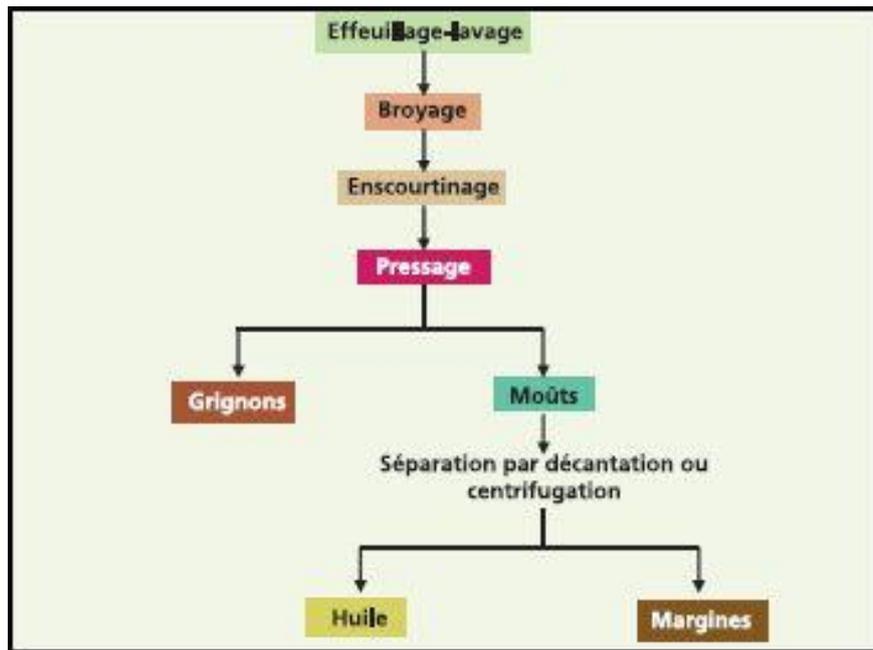
Le traitement des olives en vue de l'extraction de l'huile peut se faire par des moyens mécaniques (par pression ou centrifugation). Divers systèmes d'extraction sont employés pour extraire l'huile des olives.

### **3.6.1.Système discontinu d'extraction par presse :**

Ce système, dont le processus d'extraction est illustré dans la figure (03), utilise des presses métalliques à vis ou, le cas échéant, des presses hydrauliques.

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

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



**Figure 3** : Système discontinu d'extraction par presse

Les avantages et les inconvénients de ce système sont :

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

**3.6.2. Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases :**

D'après BENYAHIA et ZEIN (2003), la centrifugation est réalisée par des centrifugeuses horizontales tournant à une vitesse de 900 tours / min. Par effet de la

vitesse et de l'addition d'eau, les différents composants de la pâte se séparent selon leurs densités en trois phases d'où le nom «Centrifugation à trois phases».

- Une phase solide (grignons) se dépose dans la partie la plus éloignée de l'axe du tour.
- La phase aqueuse ou eau de végétation (margine), se trouve sur l'anneau intermédiaire.
- L'huile reste autour de l'axe.

L'huile et la phase aqueuse sont soumises à des centrifugations verticales, l'une pour extraire l'huile résiduelle et l'autre pour éliminer les impuretés (DI-GIOVACCHINO, 1991).

La centrifugation à trois phases, est un moyen rapide qui nécessite l'addition d'eau, ce qui se répercute négativement sur la qualité de l'huile (DI-GIOVACCHINO, 1991).

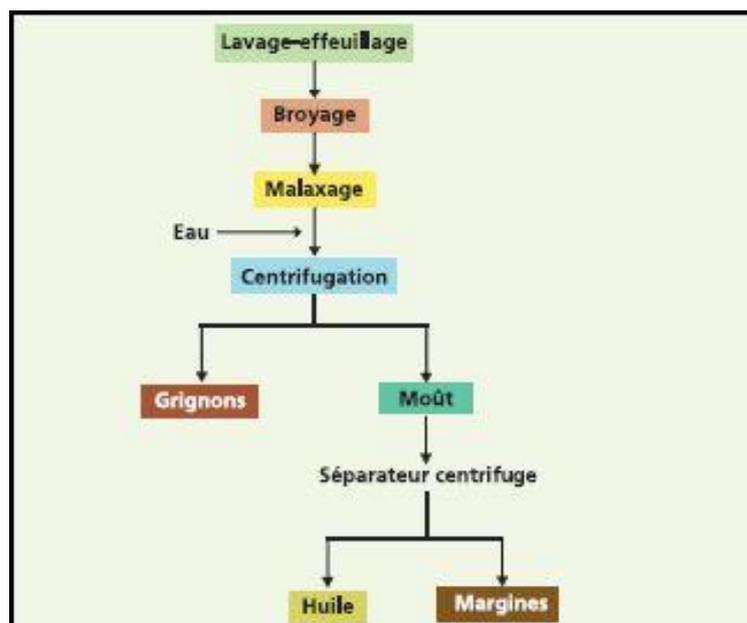


Figure 4: Système d'extraction continu a trois phases (CHIMI,2006)

### **3.6.3. Système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases :**

Le procédé technologique d'extraction des huiles d'olive fonctionne avec un nouveau décanteur avec centrifugation à deux phases (huile et grignon) qui ne nécessite pas

l'ajout d'eau pour la séparation des phases huileuse et solide contenant le grignon et les margines.

Ce procédé d'extraction à deux phases est caractérisé par sa capacité de traitement qui est élevée, le décanteur à 2 phases permet d'obtenir une huile riche en polyphénols totaux et en orthodiphénols, il est donc plus stable. Ce système est plus respectueux de l'environnement car il ne procède pas à l'augmentation du volume d'effluent liquide. (CHIMI,2006)



## I.4.Facteurs de modification des qualités d'huile d'olive :

### I.4.1. Facteurs pédoclimatiques :

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

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

D'après une étude menée par APARICIO et LUNA (2002), les huiles issues des variétés de vallée présentent des taux plus élevés en stérols, en polyphénols et

en tocophérols, mais des taux faibles en chlorophylles et en acides gras insaturés par rapport à celles des variétés montagneuses.

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

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

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

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

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

## **I.4.2. Influence des variétés des olives et leur degré de maturité sur la qualité de l'huile d'olive :**

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

Plusieurs recherches ont prouvé que durant la maturation d'olive, les composés volatiles spécialement trans-2-hexanal augmentent jusqu'à une concentration maximale lorsque la couleur de la pulpe d'olive évolue de la couleur

jaune vert vers la couleur rose. Au-delà, la concentration des composés volatiles diminue à cause de l'activité faible de la lipoxygénase (LOX) responsable de leur production, ce qui contribue à la diminution de la note organoleptique (ANGEROSA et al, 2004).

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

### **I.4.3. Influence de la température, la concentration en oxygène et la lumière sur l'oxydation de l'huile d'olive :**

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

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

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

Les chlorophylles *a* et *b* et leurs produits immédiats de dégradation, phéophytines *a* et *b*, sont des photosensibilisateurs. En présence de lumière, ces pigments passent de leur état singulet fondamental à un état singulet excité puis à un état triplet excité métastable. Les pigments ont alors tendance à revenir à l'état singulet fondamental en transformant l'oxygène atmosphérique ( $^3O_2$ ) en oxygène singulet très réactif ( $^1O_2$ ). Ce dernier réagit directement sur les acides gras insaturés de l'huile en donnant des hydroperoxydes très instables qui peuvent se décomposer pour donner des composés volatils à faible poids moléculaire qui sont à l'origine du rancissement de l'huile d'olive vierge.

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

### **I.5. Composition et valeurs nutritive de l'huile d'olive :**

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

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

### **I.5.1. Les triglycérides :**

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

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

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

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

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

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

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

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

### **I.5.2. Les tocophérols :**

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

L'huile d'olive contient des tocophérols  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ . Le  $\alpha$ -tocophérol est majoritaire à plus de 88% avec une teneur moyenne d'environ 12 à 25 mg/100g. (BENABID, 2009).

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

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

### **I.5.3. Les pigments :**

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

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

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

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

## **I.5.4. Les composés phénoliques :**

Les huiles d'olive sont riches en composés phénoliques appartenant à diverses familles (phénols et hydroxyphénols, acides et alcools phénols, sécoïridoïdes, lignanes, flavonoïdes, tyrosol et l'hydroxytyrosol....), Certains de ces composés confèrent aux huiles une saveur amère et une sensation de piquant et ils ont des propriétés antioxydantes. (OLLIVIER et *al*, 2004).

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

## **I.5.5. Les composés aromatiques :**

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

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

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

## **I.5.6. Les hydrocarbures :**

Ce sont quantitativement les principaux composants de la fraction insaponifiable. Deux hydrocarbures sont présents en quantités considérables dans l'huile d'olive, le squalène et le  $\beta$ -carotène, Le squalène dans plus de 90% de la fraction d'hydrocarbures. Elle varie de 200 à 7500 mg par kg d'huile, c'est un

hydrocarbure polyénique dont la teneur est plus élevée que dans n'importe quelle autre huile végétale ou animale. (HENRY, 2003 et BOSKOU et *al*, 2006).

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

### **I.5.7. Les stérols :**

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

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

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

**II. Les composés phénoliques et stress oxydant****II.1. Les composés phénoliques:****II.1.1. Définition :**

Avec environ 9000 structures naturelles élucidées à ce jour, les polyphénols constituent une famille importante de métabolites secondaires du règne végétal (AKOWAH et al, 2004), de faible poids moléculaire et correspondent à une très large gamme de structures chimiques et constituent de bons témoins de l'extraordinaire capacité de biosynthèse des plantes. Ce sont des corps dont la molécule contient plusieurs fonctions phénols (FERGUSON L, 2000), ces corps jouent un rôle fondamental car sont des éléments importants de qualités sensorielles (couleur et caractère organoleptique.) et nutritionnelles des végétaux que consomme l'Homme et leur intervention dans la santé et maintenant reconnue dans des domaines variés, anticarcinogène, antioxydant, la lutte contre le vieillissement des cellules (SARNI MANCHADO et CHEYNIER, 2006), anti-ostrogénique et anti-inflammatoire, certains d'eux sont dits non nutritionnels car ils ne jouent aucun rôle dans la plante.

**II.1.2. Classification des composés phénoliques :**

Les composés phénoliques présents dans l'huile d'olive sont une classe très importante d'antioxydants qui affectent non seulement la stabilité de l'huile, mais aussi ses propriétés biologiques et sa qualité nutritionnelle (VISIOLI et al, 2004).

Parmi ses composés phénoliques, on retrouve le 4-acétoxy-éthyl-1,2-dihydroxy benzène, le 1-acétoxy-pinorésinol, l'apigénine, l'acide caféique, les acides coumariques, l'acide férulique, l'acide gallique, l'acide homovanillique, l'acide p-hydroxybenzoïque, l'hydroxytyrosol et ses dérivés, le lutéoline, l'oleuropéine, le pinorésinol, l'acide protocatéchique, l'acide sinapique, l'acide syringique, le tyrosol et ses dérivés (BOSKOU et al, 2005). (Fig. 5)

Les formes dialdéhyde de l'acide elléolique, liées à l'hydroxytyrosol et tyrosol, le 1-acétoxy-éthyl-1, le 2-dihydroxybenzène, le 1-acétoxy-pinorésinol, le pinorésinol, l'aglycone d'oleuropéine, l'aglycone de ligstroside et le lutéoline, sont les phénols ayant la concentration la plus élevée dans l'huile d'olive ( Fig. 5).

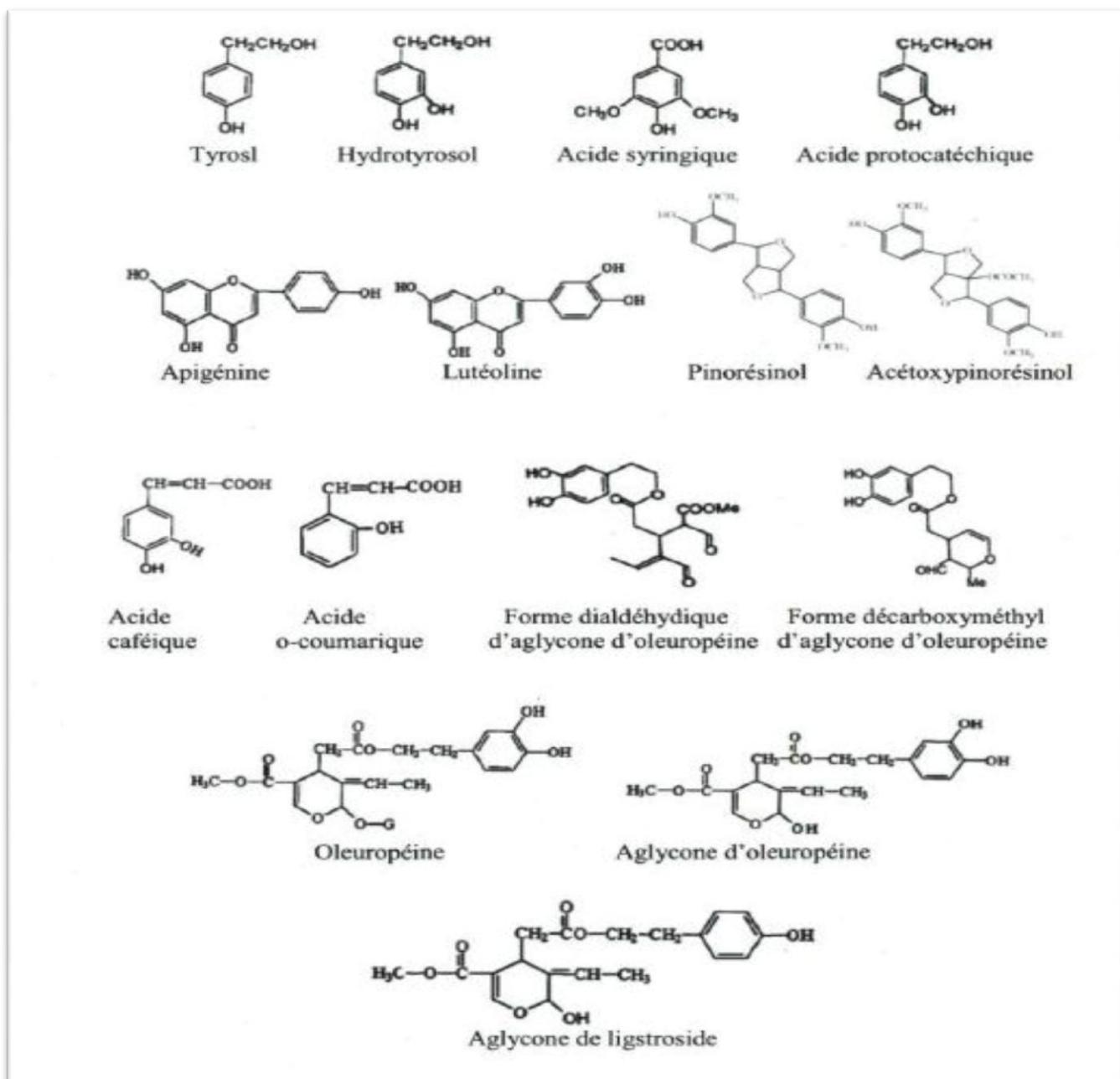


Figure 5 : Structures moléculaires des principaux phénols d'huile d'olive

### II.1.3.Rôle et intérêt des polyphénols :

Le rôle des composés phénoliques est maintenant reconnu dans différents aspects de la vie de la plante et dans l'utilisation que fait l'Homme des végétaux. Ils peuvent en effet intervenir :

- dans certains aspects de la physiologie de la plante (lignification, régulation de la croissance, interactions moléculaires avec certains microorganismes symbiotiques ou parasites...).
- dans les interactions des plantes avec leur environnement biologique et physique (relations avec les bactéries, les champignons, les insectes, résistance aux UV), soit directement dans la nature soit lors de la conservation après récolte de certains végétaux.
- dans les critères de qualité (couleur, astringence, amertume, qualités nutritionnelles...) qui orientent les choix de l'Homme dans sa consommation des organes végétaux (fruits, légumes, tubercules...) et des produits qui en dérivent par transformation.
- dans les variations de certaines caractéristiques des végétaux lors des traitements technologiques (préparation des jus de fruits, des boissons fermentées...) pendant lesquels apparaissent fréquemment des brunissements enzymatiques qui modifient la qualité du produit fini.
- dans la protection de l'Homme vis-à-vis de certaines maladies en raison de leur interaction possible avec de nombreuses enzymes et de leurs propriétés antioxydantes (JEAN-JACQUES MACHEIX *et al*, 2005).

### **II.1.4. Importance nutritionnelle des polyphénols :**

Les composés phénoliques jouent un rôle important dans la qualité organoleptique des fruits et légumes, utilisés frais ou après transformation industrielle.

L'intérêt thérapeutique potentiel des polyphénols date de la découverte de la vitamine C par SZENT GYORGYI (Prix Nobel 1937), chercheur à l'Université Szeged (Hongrie), qui a constaté que les symptômes hémorragiques du scorbut, liés à la fragilité ou l'hyperperméabilité des vaisseaux, étaient guéris par des extraits de paprika ou du jus de citron, riche en vitamine C et flavonoïdes. Cette action a été appelée propriété vitaminique P (P étant la première lettre de mot perméabilité). Malgré ces premiers résultats encourageants, les recherches ne permirent par ensuite d'attribuer un rôle essentiel aux divers polyphénols d'origine végétale. A partir des années quatre-vingts, c'est la découverte du rôle des radicaux libres dans

les processus pathologiques qui a relancé l'intérêt pour les polyphénols dont les propriétés antioxydants sont remarquables.

## II.2.stress Oxydant :

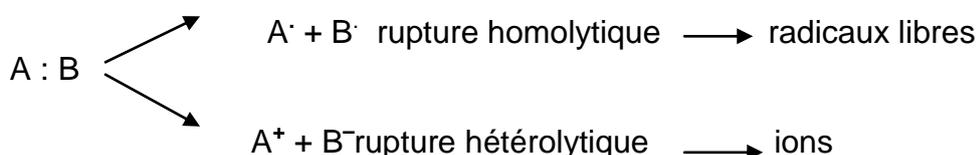
### II.2.1. Radicaux libres :

#### II.2.1.1.Historique :

Radicaux libres, les espèces réactives d'oxygène (ERO), le stress oxydant et Antioxydants, deviennent des termes de plus en plus familiers pour les professionnels de la santé et même pour le grand public. Ces notions ne sont toutefois pas nouvelles puisqu'il faut rappeler que dans les années 50, R. GERSCHMAN puis D. HARTMAN évoquaient déjà la toxicité de l'oxygène et la « free radical theory » pour expliquer le processus du vieillissement. En 1969, les Américains MCCORD et FRIDOVICH isolent à partir de globules rouges humains un système enzymatique antioxydant la SOD et démontrant ainsi pour la première fois que notre organisme produit bel et bien des ERO pour se protéger. Cette découverte sera le point de départ d'une intense recherche scientifique dans le monde entier sur le stress oxydant et les antioxydants (FAVIER, 2003).

#### II.2.1.2.Définition d'un radical libre :

La majeure partie de la toxicité de l'oxygène provient de la formation de radicaux libres, c'est-à-dire, selon la définition proposée par HALLIWELL et GUTTERIDGE, d'espèces capables d'existence indépendante, contenant un ou plusieurs électrons non appariés dits électrons célibataires, ces radicaux peuvent se former par transferts mono-électroniques ou par scission homolytique de liaison covalente selon le schéma suivant : (BONNEFONT-ROUSSELOT *et al.* 2003).



Après une rupture homolytique, chacun des deux électrons intervenant dans la liaison entre les atomes A et B gagne l'orbitale externe de ces atomes, qui deviennent alors des radicaux libres (BONNEFONT-ROUSSELOT *et al.* 2003).

Du fait de leur instabilité énergétique, les radicaux libres ont tendance à revenir immédiatement à un état stable en donnant un électron ou en prenant un à une autre molécule : ils peuvent donc être réducteurs ou oxydants. En jouant le rôle d'accepteur ou donneur d'électrons, les radicaux libres ont donc la propriété d'être extrêmement réactifs vis-à-vis des autres molécules, possédant un temps de demi-vie extrêmement court (de la nano- à la milliseconde) (KOECHLIN-RAMONATXO, 2006). Bien que le terme de radical libre ait souvent été assimilé à une espèce réactive ou à un oxydant, il est important de signaler que tous les radicaux libres ne sont pas forcément des oxydants. De même que, tous les oxydants ne sont pas des radicaux libres (DIALLO, 2005).

### **II.2.1.3. Principaux radicaux libres et leurs origines :**

Parmi toutes les espèces radicalaires susceptibles de se former dans les cellules, il convient de distinguer un ensemble restreint de composés radicalaires qui jouent un rôle particulier en physiologie et que nous appellerons radicaux primaires. Les autres radicaux libres, dits radicaux secondaires, se forment par réaction de ces radicaux primaires sur les composés biochimiques de la cellule (FAVIER, 2003).

Du point de vue de la terminologie, il est souvent fait mention d'espèces réactives de l'oxygène. Ces espèces incluent non seulement des radicaux libres dérivés de l'oxygène : anion superoxyde ( $\text{O}_2\cdot^-$ ), radical hydroxyle ( $\cdot\text{OH}$ ), radical hydroperoxyde ( $\text{HO}_2\cdot$ ), radical peroxyde ( $\text{RO}_2\cdot$ ), radical alcoxyde ( $\text{RO}\cdot$ ), mais d'autres espèces non radicalaires dérivées de l'oxygène : peroxyde d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), acide hypochloreux ( $\text{HOCl}$ ), Ozone ( $\text{O}_3$ ), Oxygène singulet ( $\text{1O}_2$ ), peroxydinitrite ( $\text{ONOO}^-$ ) (Bonfont-rousselet *et al.*, 2003), qui ne sont pas réactives mais peuvent être des précurseurs de radicaux (FAVIER, 2003). Par ailleurs, tous les radicaux libres ne sont pas des dérivés de l'oxygène, par exemple le monoxyde d'azote ( $\cdot\text{NO}$ ) est un radical libre dérivé de l'azote (BONNEFONT-ROUSSELOT *et al.*, 2003).

Il ne faut pas penser que tous les radicaux d'oxygène sont extrêmement réactifs, cette réactivité étant très variable selon la nature du radical. Ainsi parmi les radicaux formés chez les êtres vivants, l'anion radicalaire superoxyde comme le monoxyde d'azote ne sont pas très réactifs, mais constituent des précurseurs d'autres espèces plus réactives (FAVIER,2003).

### **II.2.1.4.Rôles des radicaux libres :**

Le paradoxe des radicaux libres en biologie est qu'ils constituent des espèces extrêmement dangereuses, susceptibles d'engendrer un nombre considérable de maladies, tout en étant des espèces indispensables à la vie. Ils remplissent en effet de très nombreuses fonctions utiles, qui à part la phagocytose, ont été découvertes récemment.

Les radicaux libres participent au fonctionnement de certaines enzymes, à la transduction de signaux cellulaires, à la défense immunitaire contre les agents pathogènes, à la destruction par apoptose des cellules tumorales, à la régulation de la dilatation capillaire, au fonctionnement de certains neurones et notamment ceux de la mémoire, à la fécondation de l'ovule, à la régulation des gènes (FAVIER, 2003), à la production énergétique, au règlement de la croissance des cellules et à la signalisation intracellulaire (ARDESTANI et YAZDANPARAST ,2007).

### **II.2.2 Stress oxydant :**

#### **II.2.2.1.Définition du stress oxydant :**

Dans les circonstances quotidiennes normales, des radicaux libres sont produits en permanence et en faible quantité et cette production physiologique est parfaitement maîtrisée par des systèmes de défense, d'ailleurs adaptatifs par rapport au niveau de radicaux présents.

Dans ces circonstances normales, on dit que la balance antioxydants/pro-oxydants est en équilibre. Si tel n'est pas le cas, que ce soit par déficit en antioxydants ou par suite d'une surproduction énorme de radicaux, l'excès de ces radicaux est appelé stress oxydant (FAVIER, 2003).

Chaque individu ne possède pas le même potentiel antioxydant selon ses habitudes alimentaires, son mode de vie, ses caractéristiques génétiques ou l'environnement dans lequel il vit (DIALLO, 2005). L'importance des dommages du stress oxydant dépend de la cible moléculaire, de la sévérité de l'effort et du mécanisme par lequel l'effort oxydant est imposé (ARUOMA, 1999).

### **II.2.2.2. Origine du stress oxydant:**

La rupture d'équilibre, lourde de conséquence, peut avoir de multiples origines. L'organisme peut avoir à faire face à une production beaucoup trop forte pour être maîtrisée, qui sera observée dans les intoxications aux métaux lourds, les ischémies/réperfusions suivant des thromboses (FAVIER, 2003), le dysfonctionnement de la chaîne mitochondriale, l'activation de systèmes enzymatiques, la libération de fer libre à partir des protéines chélatrices ou d'une oxydation de certaines molécules (PINCEMAIL, 2002).

Les radicaux libres sont produits pendant l'irradiation, par la lumière UV, par rayons X et par les rayons  $\gamma$ , ils résultent des réactions métal-catalysées, sont présent comme des polluants dans l'atmosphère, sont produits par des neutrophiles et des macrophages pendant l'inflammation, sont des sous-produits des réactions mitochondrie-catalysées de transport d'électron et d'autres mécanismes (VALKO *ET AL.*, 2006).

L'ingestion d'alcool est suivie par la formation de radicaux libres, également des antibiotiques, des anticancéreux. L'infection au VIH a pour effet d'accroître la production de radicaux libres dans l'organisme (MOHAMMEDI, 2006). Enfin, une mauvaise alimentation pauvre en antioxydants contribuera également à l'apparition d'un stress oxydant (PINCEMAIL, 2002).

Généralement, le stress oxydant sera la résultante de plusieurs de ces facteurs et se produira dans un tissu et un type cellulaire bien précis, objet de la défaillance et non pas dans tout l'organisme (FAVIER, 2003).

### **II.2.2.3. Les conséquences du stress oxydant :**

L'attaque des radicaux libres au sein des doubles liaisons lipidiques membranaires,

induit des processus de peroxydations en cascade aboutissant à la désorganisation complète de la membrane, altérant de ce fait ses fonctions d'échange, de barrière et d'information. (KOECHLIN-RAMONATXO, 2006)

La toxicité des EOR( Espèces réactives de l'oxygène )(s'exerce également sur les protéines qui sont en effet capables de réagir avec différents acides aminés des chaînes de protéines, altérant également leur fonction. Les plus sensibles à leur action sont le tryptophane, la tyrosine, l'histidine, la cystéine et la méthionine. Les EOR sont aussi capables de couper des liaisons peptidiques et de former ainsi des fragments protéiques.

L'ADN, qu'il soit nucléaire ou mitochondrial, est également une cible majeure des EOR. Ceux-ci peuvent en effet interagir avec les désoxyriboses de l'ADN, mais aussi avec ses bases puriques et pyrimidiques. Ces altérations structurales lorsqu'elles ne sont « réparées » entraînent à long terme des altérations géniques (KOECHLIN-RAMONATXO, 2006).

Si la chimie de l'attaque radicalaire des polysaccharides a été beaucoup moins étudiée que celle des autres macromolécules, il n'en demeure pas moins que les EOR attaquent les mucopolysaccharides et notamment les protéoglycanes du cartilage.

Les conséquences biologiques du stress oxydant seront extrêmement variables selon la dose et le type cellulaire. De légers stress augmenteront la prolifération cellulaire et l'expression de protéines d'adhésion, des stress moyens faciliteront l'apoptose, alors que de forts stress provoqueront une nécrose et des stress violents désorganiseront la membrane cellulaire, entraînant des lyses immédiates. De nombreuses autres anomalies biologiques sont induites par le stress oxydant : mutation, carcinogenèse, malformation des fœtus, dépôt de protéines anormales, fibrose, formation d'auto-anticorps, dépôt de lipides oxydés, immunosuppression (FAVIER, 2003).

### **II.2.2.4. Les maladies liées au stress oxydant :**

La plupart des maladies induites par le stress oxydant apparaissent avec l'âge, car le vieillissement diminue les défenses anti-oxydantes et augmente la production mitochondriale de radicaux. En faisant apparaître des molécules biologiques anormales et en sur-exprimant certains gènes, le stress oxydant sera la principale cause initiale de plusieurs maladies : cancer, cataracte, sclérose latérale amyotrophique, syndrome de détresse respiratoire aigu, œdème pulmonaire, vieillissement accéléré.

Le stress oxydant est aussi un des facteurs potentialisant l'apparition de maladies plurifactorielles tel que le diabète, la maladie d'Alzheimer, les rhumatismes et les maladies cardiovasculaires (FAVIER, 2003).

### **II.2.3. Les antioxydants :**

#### **II.2.3.1. Définition d'un antioxydant :**

On désigne par antioxydant toute substance qui, lorsqu'elle est présente en faible concentration comparée à celle du substrat oxydable, retarde ou prévient de manière significative l'oxydation de ce substrat (DIALLO, 2005).

#### **II.2.3.2 Principaux antioxydants :**

##### **A. Les antioxydants endogènes :**

La production physiologique d'ERO, est régulée par des systèmes de défense composés d'enzymes (SOD, CAT, hème oxygénase, peroxyrédoxine...), de molécules antioxydantes de petite taille (glutathion, acide urique, bilirubine, ubiquinone, ...) et de protéines (transferrine, ferritine, ...).

Enfin, un système secondaire de défense composé de phospholipases, d'ADN endonucléases, de ligases et de macroxyprotéinases empêche l'accumulation dans la cellule de lipides, d'ADN et de protéines oxydés et participe à l'élimination de leurs fragments toxiques (PINCEMAIL, 2002).

##### **B. Les antioxydants exogènes :**

Toutes ces défenses peuvent être renforcées par des apports exogènes en :

- **Médicaments :**

Ils constituent une source importante d'antioxydants. Actuellement, les classes

thérapeutiques comme les anti-inflammatoires non stéroïdiens, les antihyperlipoprotéïnémiques, les bêta-bloquants et autres antihypertenseurs ont été évalués pour leurs propriétés anti-oxydantes.

- **Antioxydants naturels :**

La vitamine C ou acide ascorbique :

C'est un puissant réducteur. Il joue un rôle important dans la régénération de la vitamine E.

La vitamine E ou tocophérol :

Prévient la peroxydation des lipides membranaires *in vivo* en capturant les radicaux pyroxyles.

Le sélénium :

Les effets bénéfiques de cet oligo-élément sur l'organisme ne sont connus que depuis un quart de siècle. Il neutralise les métaux toxiques (plomb, mercure). Il aurait aussi une action préventive sur certains cancers.

Le  $\beta$ -carotène :

Outre l'activité pro vitaminique A, possède la capacité de capter l'oxygène singulet.

Les flavonoïdes :

Les relations structure-activités anti-oxydantes des flavonoïdes et des composés phénoliques ont montré que l'activité anti-oxydante était déterminée par la position et le degré d'hydroxylation.

Les tanins :

Ces tanins sont des donneurs de protons aux radicaux libres lipidiques produits au cours de la peroxydation.

Les coumarines :

Ils sont capables de prévenir la peroxydation des lipides membranaires et de capter les radicaux hydroxyles, superoxydes et pyroxyles.

Les phénols :

Les acides phénoliques, comme l'acide rosmarinique, sont fortement antioxydants et anti-inflammatoires et peuvent avoir des propriétés antivirales (DIALLO, 2005).

### **II.2.3.3.Mécanismes d'actions des antioxydants :**

Les mécanismes d'action des antioxydants sont divers, incluant le captage de l'oxygène singulet, la désactivation des radicaux par réaction d'addition covalente, la réduction de radicaux ou de peroxydes, la chélation des métaux de transition (DIALLO, 2005).

## Liste des références

---

1. **ACHOUR K., 2007** Influence des techniques de trituration sur certaines propriétés physico-chimiques de l'huile d'olive. Mémoire d'ingénieur d'état en Agronomie. Université SAAD DAHLEB BLIDA. 91p.
2. **AFNOR 1976.** Association française de normalisation ; Tour Europ codex 7. P 368.
3. **AHMADI I et KHELIFI S, 2011.** Etude comparatives des huiles d'olive algériennes : cas d'une région saharienne « EL-Oued ». mémoire d'ingénieur d'état. Université de Blida. P 53.
4. **AKÇAR H. H., GÜMÜŞKESEN A. S. 2011.** Sensory Evaluation of Flavored Extra Virgin Olive Oil.GIDA Turkiye. Vol 36. N° 5. p249-253.
5. **AKOWAH G.A, ZHARI. I, NORGYATI. I, SADIKUN.A ET KHAMSAH S.M.,** The effects of different extraction solvents of varying polarities on polyphenols of *Orthosiphon stamineus* and evaluation of the free radical-scavenging activity 2004. Food chemistry **87**: 559-566.
6. **ALMABOUDA F et KHOUMERI M.T, 2005.** Contribution a l'évaluation de la qualité physico-chimique de l'huile d'olive vierge de la wilaya de Tizi-Ouzou. Mémoire d'ingénieur en biologie. Université Saad Dahlab, Blida. Algérie. P 61.
7. **ANGEROSA F, BOSTI C et VITO R, 1999.** Virgin olive oil volatile compound from lipoxygénase pathway and characterization of some Italian cultivars .J.Agric. Food CHEM. 47, 836.PP 8-29.
8. **ANGEROSA F., SERVILI M., SELVAGGINI R.TATICCHI A., ESPOSTOS. AND MONTEDOROG. F. 2004.**Volatile compounds in virgin olive oil: occurrence and their relationship with the quality.Journal of chromatography.Vol 1054. p.17-31.
9. **APARICIO R. et LUNA G.2002.**Characterisation of monovarietal virgin olive oils. EuropeanJournal Of Lipid Science And Technology. Vol 104. N° 9-10. p.1-12.
- 10.**ARDESTANI, A., YAZDANPARAST, R. (2007)** Antioxidant and free radical scavenging potential of *Achillea santolina* extracts. *Food Chem.* **104**: 21-29.
- 11.**ARUOMA, O I. (1999)** Free radicals, antioxidants and international nutrition. *Asia Pacific J Clin Nutr.* **8**: 53-63
- 12.**BALASUNDRAM N,AI TY,SAMBAMTHAMURTHI R,SUNDRAM K,SAMMAN S.2005** .antioxidant Proprieties of palm fruit extract Asia Pac.J.Clin.Nutr.4,324-446
- 13.**BENABID H., 2009.** Caractérisation de huile l'olive Algérienne Apports des méthodes chimiométhiques. Thèse de Doctorat en sciences spécialité : sciences alimentaires. Université MENTOURI de Constantine (INATAA).p10-66.
- 14.**BENOUARET H., 2010.** Évaluation de la qualité de quelques huiles d'olives vierges Algérienne. Mémoire d'ingénieur d'état en Biologie. Université SAAD DAHLEB BLIDA. 69p.

## Liste des références

---

15. **BEN TEKAYA I. et HASSOUNA M. 2005.** Étude De La Stabilité Oxydative De L'huile D'olive Vierge Extra Tunisienne Au Cours De Son Stockage. Revue OCL. Vol. 12. N° 5. P447-454.
16. **BEN TEKAYA I., HASSOUNA M., 2007.** Effets des chlorophylles, du bêta-carotène, de l'alphatocophérol, du tyrosol et de leurs interactions sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive tunisienne. Revue OCL. Vol. 14 N° 1. P 60-67.
17. **BENYAHIA N et ZEIN K, 2003.** Analyse des problèmes de l'industrie de l'huile d'olive et solution récemment développées. 2ème conférence internationale Swiss. Environmental solution for emerging countries. PP 1-8.
18. **BONNEFONT-ROUSSELOT, D., THEROND, P., DELATTRE, J. (2003)** Radicaux libres et anti-oxydants. In : Biochimie pathologique : aspects moléculaires et cellulaires. Médecine-sciences. Flammarion (Ed). Paris, pp 59-81.
  
19. **BOSKOU D, 1996.** Olive oil composition In olive oil: Chemistry and Technology. Ed ; AOACS Press, USA P
20. **BOSKOU D., BLEKAS G. AND TSIMIDOU M.** Phenolic compounds in olive and olives, Current Topics in Nutraceutical Research 3 (2005), pp. 125-136.
21. **BOSKOU D. BLEKAS G. TSIMIDOU M., 2006.** Olive Oil composition in : Olive oil chemistry and technology Ed AOCS press Greece . P.41-63.
22. **BOUHADJRA K., 2011.** Étude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge. Thèse de magister en chimie. Université Mouloud Mammeri, TIZI-OUZOU. 94p.
23. **BRUNI U., 1994.** Influence des techniques agronomiques des cultivars et des zones d'origines sur les caractères de l'huile d'olive vierge et les niveaux de certains de ses composants mineurs, Revue olivae N° 56, PP 28-34.
24. **BRUNI U., CORTESI N, FIORION P, 1994.** Influence des techniques agronomiques, des cultivars et des zones d'origine sur les caractères de l'huile d'olive vierge et les niveaux de certains de ses composants « mineurs ». oliveae. PP 53.
25. **CHIMI H. 2001.** Qualité Des Huiles D'olive Au Maroc. Bulletin Mensuel D'information Et De Liaison. PNTTA. N°79. 4p.
26. **CHIMI.H., 2002.** Séminaire international sur l'olivier. Amélioration de la qualité de l'huile d'olive. Restructuration et modernisation des unités trituration des olives. INRA Maroc. Marrakech. P.335-351.
27. **CHIMI H, 2006.** Technologie d'extraction de l'huile d'olives et gestion de sa qualité ; bulletin mensuel d'information et de liaison du PNTTA N°141. 4p.
28. **CHIMI H., OUAOUICH A., 2007.** Guide du producteur de l'huile d'olive. ONUDI. Vienne. P.13.
29. **COI, 2003.** Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Résolution N Res- 6/8-IV/03. Ed ; COI. PP 15-29.

## Liste des références

---

30. **COI, 2006.** Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive. Résolution N : 1/94-IV/06. Ed ; COI. PP 1-12.
31. **COI, 2010.** Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive COI/T 15/NC N°3/Revu 5. Ed ; COI. PP 7-8.
32. **COI, 2011.** Normes commerciales applicables aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive COI/ T. 20/DOC. N° 15/Revu 4. Novembre 2011. Ed ; COI. PP 7.
33. **DELPLANQUE. B., JUSSELIN I, LEROY B., MOTTA C., 1999** Intérêt nutritionnel des huiles d'olive. Revue OCL. Vol 6. N°1. P.86-93.
34. **DENIS OLLIVIER, ESTELLE BOUBAULT, CHRISTIAN PINATEL, SYLVIE SOUILLOL1, MICHEL GUERERE1, JACQUES ARTAUD.** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. *Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique, 2ème Semestre 2004-N°965-pp.169-196*
35. **DIALLO A., 2005.** Etude de la phytochimie et des activités biologiques de *Syzygium guineense* willd. (MYRTACEAE). Thèse de Doctorat. Mali.
36. **DI-GIOVACCHINO L, 1991.** L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation et la percolation : Incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. OLIVAE. N° 36 PP 14-36.
37. **DOUZANE M, 2002.** Caractérisation biochimique des huiles de quelques variétés population d'oliviers locales. En vue de l'obtention de diplôme de magister en science agronomique, option science alimentaire. INA, P 170.
38. **FANTANAZZA G, 1989.** Comment cultiver en vue de la qualité de l'huile d'olive. Edit : olivea. P 248.
39. **Favier, A. (2003)** Le stress oxydant Intérêt conceptuel et expérimental dans la compréhension des mécanismes des maladies et potentiel thérapeutique . *L'actualité chimique.* 108-115.
40. **GIMENO E, FITO M, LAMUELA RAVENTOS R.M, CASTELLOTE A, COVAS M et FARRE M, 2002a.** Effect of virgin olive oil on human low-density lipoprotein composition. *European journal of clinical nutrition* PP 56-120.
41. **GOUVEIA, J.M.B, 1997.** Etude comparative entre les huiles d'olives des CVS Cobrançosa, Blanqueta, Azeiteira et Picual et celles du CV Galega Vulgar, produites dans le nord de l'Alentejo. I. Principales caractéristiques chimiques et sensorielles. *Olivæ.* PP 66, 34 – 45.
42. **GUERFEL M., MANSOUR M.B., OUNI Y., GUIDO F., BOUJNAH D. AND ZARROUK M., 2012.** Chemical composition of Virgin olive oils from the Chemlali cultivar with regard to the method of the olive tree propagation. *Grasas Y Aceites.* 63 (3). p290-295
43. **GUNSTONE F. 2011.** Vegetable Oils in Food Technology: Composition, Properties And Uses. Blackwell Publishing. Oxford. P88-149.
44. **GUTIERREZ R, 1966.** Conservation et stockage de l'huile d'olive et prévention de ses altérations. Ed ; COI. P 72.

## Liste des références

---

- 45. HENRY S., 2003.** L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique. Thèse en vue d'obtention de docteur en pharmacie. Université HENRI POINCARÉ. NANCY 1. P.121.
- 46. JACOTOT B, 2001.** Intérêt nutritionnel de l'huile d'olive. *Olivæ*. PP 86, 27-29.
- 47. Jean-Jacques Macheix Annie Fleuriet Christian Jay-Allemand, 2005,** les composés phénoliques des végétaux, un exemple de métabolites secondaires d'importance économique, presses polytechniques et universitaires romandes, p 1, p 67, p 162.
- 48. KALUA C.M., ALLEN M.S., BEDGOOD D.R., BISHOP A.G., PRENZLER P.D. AND ROBARDS K. 2007.** Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: A critical review. *Food Chemistry*. Vol. 100, n°1 p. 273-286.
- 49. KARLESKIND A, 1992.** Manuel des corps gras. Ed ; Lavoisier Paris. P 1517.
- 50. KECELI TET.GORDON M.H.2001.** The antioxidant activity and stability of the phenolic fraction of green olives and extra virgin olive oil. *J.Sci Food Agri*(81):1391-1396
- 51. KIRITSAKIS A.K., 1998.** Flavor components of Olive Oil. *JAACS*, Vol.75, N°06.P673-681.
- 52. KOEHLIN-RAMONATXO, C. (2006)** Oxygène, stress oxydant et suppléments anti-oxydants ou un aspect différent de la nutrition dans les maladies respiratoires. *Nutrition clinique et Métabolisme*. **20**: 165-177.
- 53. LANGER.P., 2008.** L'olivier. Ed. ÉDISUD. Paris. 127p.
- 54. LECHAT H., ARNAUD J.N., LACOSTE F. 2005.** Évolution des Paramètres Physico-Chimiques et Sensoriels des Huiles D'olive Vierges Lors de Leur Stockage Prolongé In : Évolution des Paramètres de Qualité de L'huile D'olive au Cours du Stockage. *Qualité olive. Afidol*. Mars 2012. P1-2.
- 55. LEROY I., 2011.** L'huile d'olive dans tous ses états. Thèse pour le diplôme d'états de Docteur en pharmacie. Université de Lille 2 .P24-54.
- 56. LEGER C.L., 2003.** L'huile d'olives : sa place dans l'alimentation humaine dans : Lipide et corps gras alimentaire. Ed TEC & DOC. Paris. P.81-151.
- 57. LOUSSERT R et BROUSSE G, 1978.** L'olivier : Techniques agricoles et production méditerranéenne. Ed ; GP Maisonneuve et la rose. Paris P 464.
- 58. LUACES, P. PEREZ, A. G., et SANZ, C. (2003).** Role of olive seed in the biogenesis of virgin olive oil aroma. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 51: 4741-4745.

## Liste des références

---

- 59. MASSIOUN D., AOUAD K., 2006.** Caractéristiques physico- chimiques de l'huile d'olive de quelques variétés algériennes. Mémoire de fin d'étude pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en contrôle de qualité et analyses. Université Abdrrahmanemira de BEJAIA.p38-41.
- 60. MARFAK. A., 2003.** Radiolyse gamma des flavonoïdes. Etude de leur réactivité avec les radicaux issus des alcools : formation de depsides. Thèse de doctorat. Université de Limoges, 220 p.
- 61. MEZGHACHE M., HENCHIRI C., MARTINE L., BERDEAUX O., AOUF N., JUANEDA P. 2010.** Contribution à l'étude de la fraction insaponifiable de trois huiles d'olive issues des variétés Guasto, Rougette et Blanquette plantés dans l'est algérien. Revue OCL.VOL. 17.N° 5. P 337-344.
- 62. MOHAMMEDI, Z. (2006)** Etude du pouvoir antimicrobien et antioxydant des huiles essentielles et flavonoïdes de quelques plantes de la région de Tlemcen. Mémoire de magister. Tlemcen
- 63. MONTEDRO G.F, 1989.** Variété et technologie influencent la qualité de l'huile d'olive. Edit : olivea. P 290.
- 64. MOYANO M. J., HEREDIA F. J. AND MEL´ENDEZ-MART´INEZ A. J. 2010.**The Color of Olive Oils: The Pigments and Their Likely Health Benefits and Visual and Instrumental Methods of Analysis.Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety.Vol 9.P278-291.
- 65. MOLYNEUX P.2004.**The use of stable free radical diphenylpicryl hydrazyl (DPPH)for estimating antioxidant activity .Songklanakarin J.Sci Tech 26(2)211-219
- 66. OLIVAE. 2010.** Norme commerciale applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olives. COI. N°113. P.35-36.
- 67. OLLIVIER D., BOUBAULT E., PINATEL C., SOUILLOL S., GUÉRÈRE M. et ARTAUD J. 2004.** Analyse de la fraction phénolique des huiles d'olive vierges. Annales des falsifications, de l'expertise chimique et toxicologique. N°965.P.169-196.
- 68. PINCEMAIL, J., BONJEAN, K., CAYEUX, K., DEFRAIGNE, J.O. (2002)** Mécanismes physiologiques de la défense anti-oxydante Physiological action of antioxidant defences. *Nutrition clinique et métabolisme*. **16**: 233-239.
- 69. POLESE J.M., 2009.**Oliver pas à pas. Ed. ÉDESUD. Paris. 95p.
- 70. PRAKASH A.2001.**Antioxidant activity analytical progress 19.(2):1-9
- 71. ROSSINI G, 1999.** Mémoire de l'olivier, Ed ; Equinoxe. P 54.

## Liste des références

---

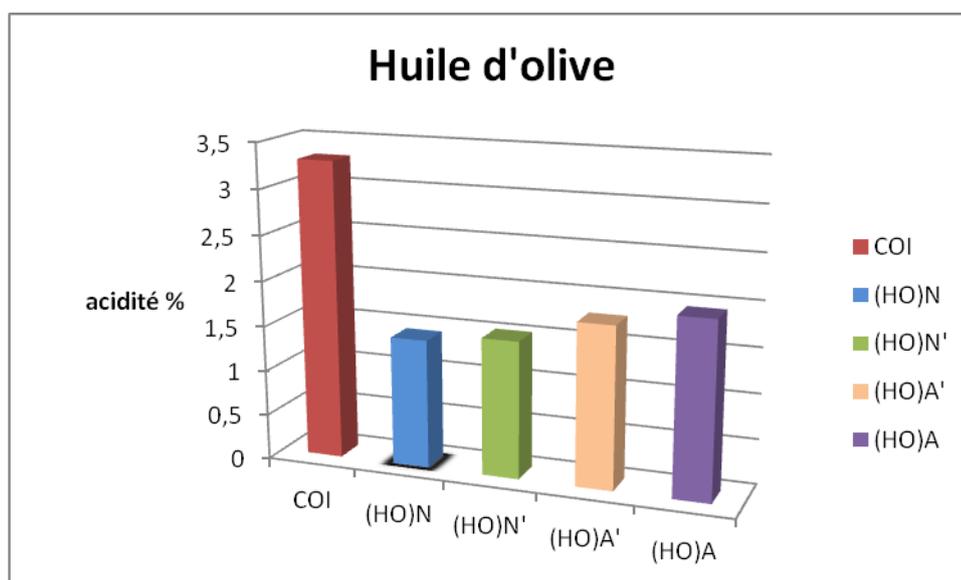
- 72. SAIDOUN A, 1994.** Contribution a l'étude de l'évolution des caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'olive stockée en jarre. Mémoire d'ingénieur d'état en agronomie. Institut national agronomique. El-Harrach. Alger P 78.
- 73. SALVADOR M.D., ARANDA F. and FREGAPANE G. 2001.** Influence of fruit ripening on « Cornicabra » virgin olive oil quality a study of four successive crop seasons. Food chemistry. Vol. 73. N°1. p.45-53.
- 74. SARNI-MANCHADO P ET CHEYNIER.V. 2006.** Les polyphénols en agroalimentaire. Edition ; science et technologie.
- 75. SOUAHLA L, 1996.** Etude comparative d'une huile d'olive vierge stockée dans différents emballages: plastique, métallique et jarre. Mémoire d'ingénieur d'état en agronomie. INA EL HARRACH- ALGER. P 40.
- 76. TAJWEED H. N. 2012.** Temperature and Storage Age-Dependence of Olive Oil Viscosity in Different Locations in Palestine. Thesis for the Degree of Master of Physics. An- Najah National University - Nablus, Palestine. P5.
- 77. TANOUTI K, SERGHINI CAID H, ABID M, MIHAMOU A, KHIAR M, HACHEM M. E, BAHETTA Y et ELAMRANI A, 2011.** Isly virgin olive oil Triacylglycerol and fatty acid analysis. Article original, LES TECHNOLOGIES DE LABORATOIRE, Volume, N° 23 PP 54-63.
- 78. TSIMIDOU M, PAPAPOPOULOS G, et BOSKOU D .1992.** détermination of phénolic compounds in virgin olive oil by reverse-phase HPLC with emphasis on UV détection. Food chemistry. 44 :53-60
- 79. VALKO, M., RHODES, C.J.B, MONCOL, J., IZAKOVIC, M., MAZUR, M. (2006)** Free radicals, metals and antioxidants in oxidative stress-induced cancer. *Chemico-Biological Interactions*. **160**:1-40.
- 80. VEILLET S, 2010.** Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive: entre tradition et innovation. Thèse de doctorat en Chimie. ACADEMIE D'AIX-MARSEILLE. P 160.
- 81. VELASCO J., DOBARGANES C. 2002.** Oxidative stability of virgin olive oil. European Journal of Lipid Science and Technology. Vol.104. N° 9-10. p 661–676.
- 82. VISIOLI F, CARUSO D, GRANDE S, BOSISIO R, VILLA M, GALLI G, SIRTORI C & GALLI C. (2004)** Virgin Olive Oil Study (VOLOS): vasoprotective potential of extra virgin olive oil in mildly dyslipidémie patients. Eur. J. Clin. Nutr. 6: 1-7.

**II.1. Résultats :****II.1.1. Analyses physico-chimiques :****II.1.1.1. Acidité libre :**

La détermination de l'acidité libre, nous a permis d'obtenir les résultats regroupés dans le tableau IV et représentés par la figure 11.

Echantillons	Acidité %	Norme(COI)
(HO)N	1,43	<b>≤ 3,3%</b>
(HO)N'	1,52	
(HO)A'	1,79	
(HO)A	1,95	

**Tableau IV** : Résultats du taux de l'acidité des huiles d'olive contrôlées.



**Figure11** : Taux de l'acidité libre.

A la lumière des résultats expérimentaux donnés dans le tableau IV et illustrés par la figure 11, l'acidité libre de nos huiles varie de 1,43 à 1,95%

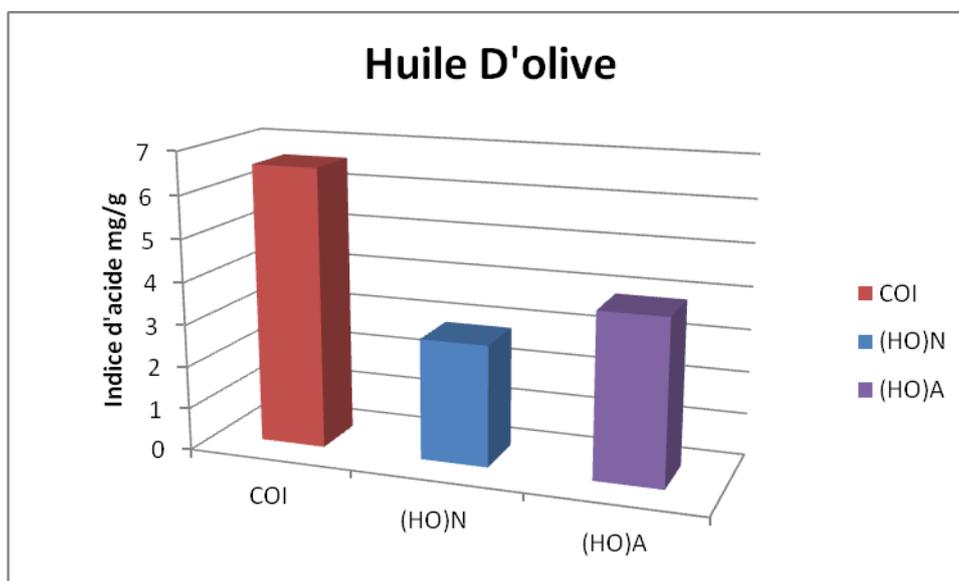
Le taux d'acidité, exprimé en pourcentage d'acide oléique de nos échantillons, permet de mettre en évidence une acidité faible pour les quatre échantillons de l'huile analysée. Ces valeurs sont donc conformes si on les compare avec la valeur normative préconisée par le COI (Conseil Oléicole International 2010) qui est de 3.3% pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

**II.1.1.2. Indice d'acide :**

L'indice d'acide nous permet de déterminer les taux d'acide oléique résultant de l'hydrolyse des triglycérides. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau V et illustrés par la figure 12.

Echantillons	Indice d'acide (mg/g)	Norme(COI)
(HO)N	2,86	≤ 6,6(mg/g)
(HO)A	3,885	

**Tableau V** : Résultats de l'indice d'acide des huiles d'olive contrôlées



**Figure 12** : l'indice d'acide des huiles d'olive contrôlées.

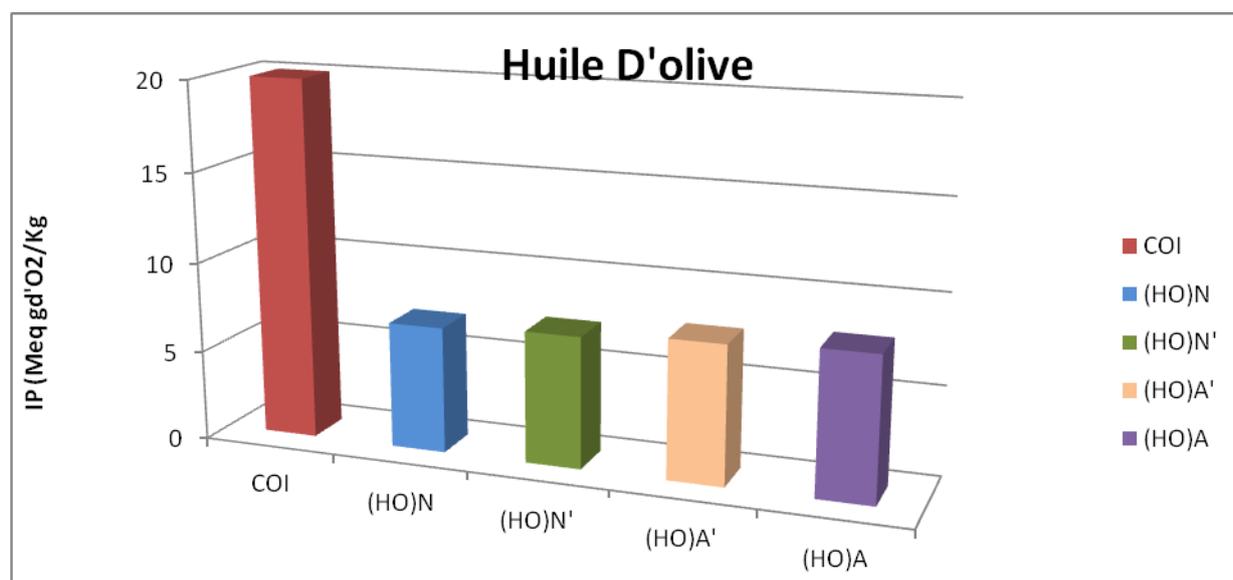
D'après les résultats expérimentaux représentés sur le tableau V et illustrés par la figure 12, l'indice d'acide de nos échantillons d'huile varie de 2,86 à 3,885(mg/g), ces valeurs permettent de mettre en évidence un indice d'acide inférieur pour les deux huiles analysées (l'échantillons (HO)N et (HO)A), respectivement de 2,86 et 3,885(mg/g). Ces valeurs sont donc conformes si on les compare avec la valeur normative préconisée par le COI qui est de 6.6 (mg/g) pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

### II.1.1.3. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde est très important, il nous informe sur l'état d'oxydation de l'huile d'olive. Les résultats d'analyse de ce paramètre sont représentés dans le tableau VI figure 13.

Echantillons	Indice peroxyde (Meq g D'O <sub>2</sub> /Kg)	Norme(COI)
(HO)N	7,0027	≤ 20 Meq g d'O <sub>2</sub> /Kg
(HO)N'	7,3	
(HO)A'	7,7	
(HO)A	7,99	

**Tableau VI** : Résultats de l'indice de peroxyde des huiles d'olive contrôlées.



**Figure13** : l'indice de peroxyde des huiles d'olive contrôlées.

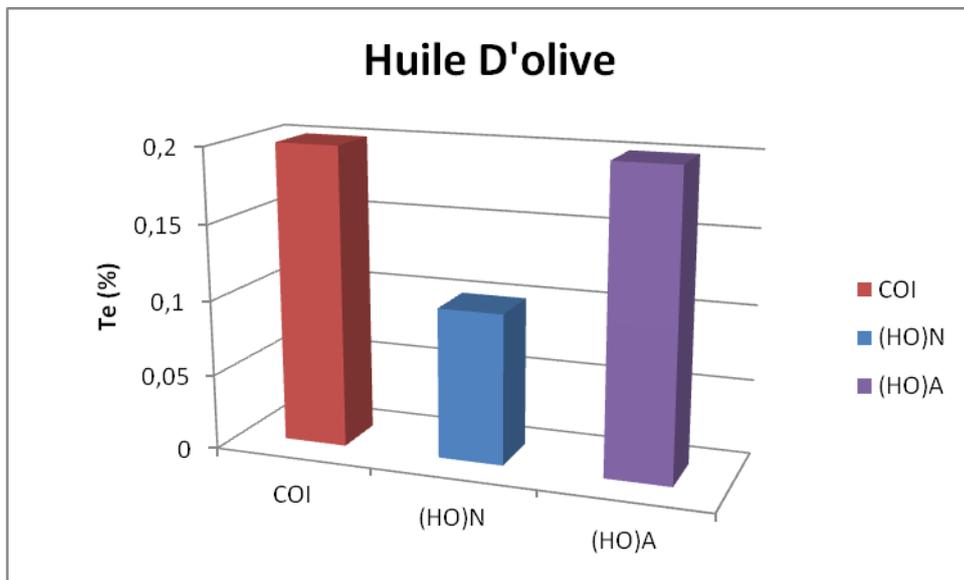
D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau VI et représentés dans la figure 13, l'indice de peroxyde de nos huiles varie de 7,0027-7,99 Meq g d'O<sub>2</sub>/kg d'où leurs conformité selon COI (2003) et COI (2010), à la norme qui est de 20 Meq g d'O<sub>2</sub> /kg pour les huiles vierges consommables.

**II.1.1.4. Teneur en eau :**

La bonne séparation de l'huile des eaux de végétation est contrôlée par la détermination de l'humidité ou la teneur en eau. Les résultats d'analyse de ce paramètre sont représentés dans le tableau VII et la figure 14.

Echantillons	Teneur en eau (%)	Norme(COI)
(HO)N	0,1	≤ 0,2 %
(HO)A	0,2	

**Tableau VII :** Résultats de l'humidité des huiles d'olive contrôlées.



**Figure 14 :** la teneur en eau des huiles d'olive contrôlées.

D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau VII et représentés dans la figure 19, les teneurs en eau de nos huiles varient de 0,1 à 0,2%.

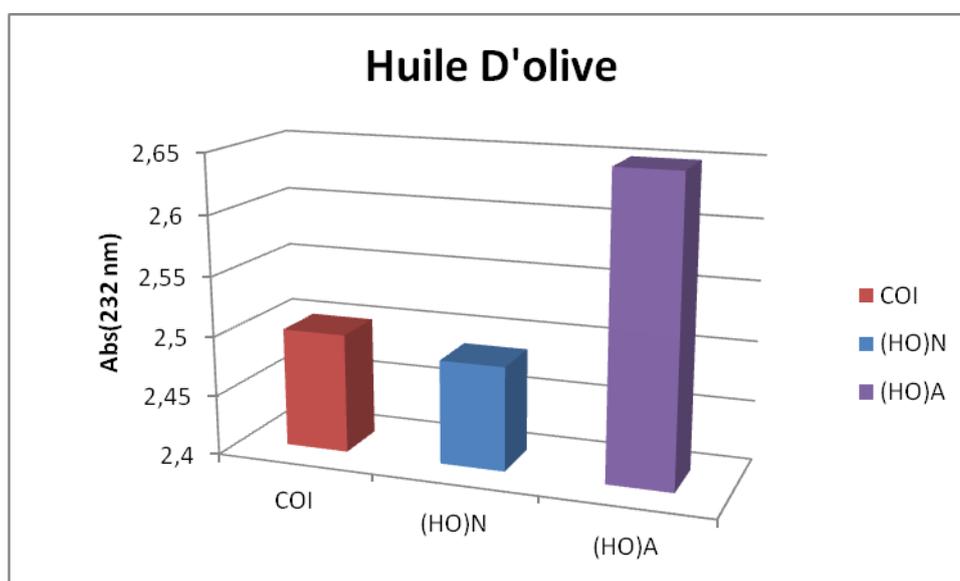
Tous les échantillons sont conformes à la norme établie par le COI (2010) qui est d'une valeur maximale de 0,2%.

**II.1.1.5. Absorbance dans l'Ultraviolet :****A. Absorbance à 232 nm :**

Les résultats d'analyse de l'absorbance à 232 nm nous renseignent sur l'état d'oxydation primaire. Ils sont illustrés dans le tableau VIII et la figure 15.

Echantillons	Absorbance à 232 nm	Norme(COI)
(HO)N	2,487	≤ 2,5
(HO)A	2,65	

**Tableau VIII** : Résultats de l'absorbance dans l'Ultraviolet à 232 nm des huiles d'olive contrôlées



**Figure 15** : l'absorbance dans l'Ultraviolet à 232 nm des huiles d'olive contrôlées.

D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau VIII et représentés par la figure 15, l'absorbance de nos huiles varie de 2,487-2,65

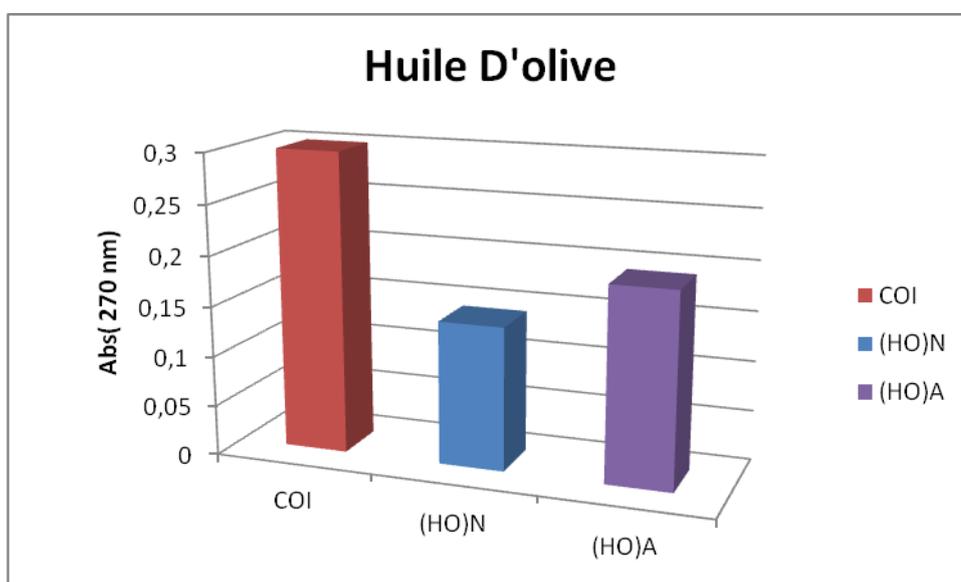
L'absorbance à 232 nm de nos échantillons, permet de mettre en évidence une absorbance faible pour les deux huiles analysées (l'échantillon (HO)N et (HO)A ), avec des valeurs de 2,487et 2,65 nm. Ces valeurs sont donc conformes si on les compare avec la valeur normative préconisée par le COI qui est de 2.5 nm pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

### B. Absorbance à 270 nm :

La détermination de l'absorbance à 270 nm nous renseigne sur l'état d'oxydation secondaire, les résultats sont illustrés sur le tableau IX et la figure 16.

Echantillons	Absorbance à 270 nm	Norme(COI)
(HO)N	0,143	≤ 0,30
(HO)A	0,1935	

**Tableau IX** : Résultats de l'absorbance dans l'Ultraviolet à 270 nm des huiles d'olive contrôlées.



**Figure 16** : l'absorbance dans l'Ultraviolet à 270 nm des huiles d'olive contrôlées.

D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau IX et représentés dans la figure 16, l'absorbance de nos huiles varie de 0,143-0,1935

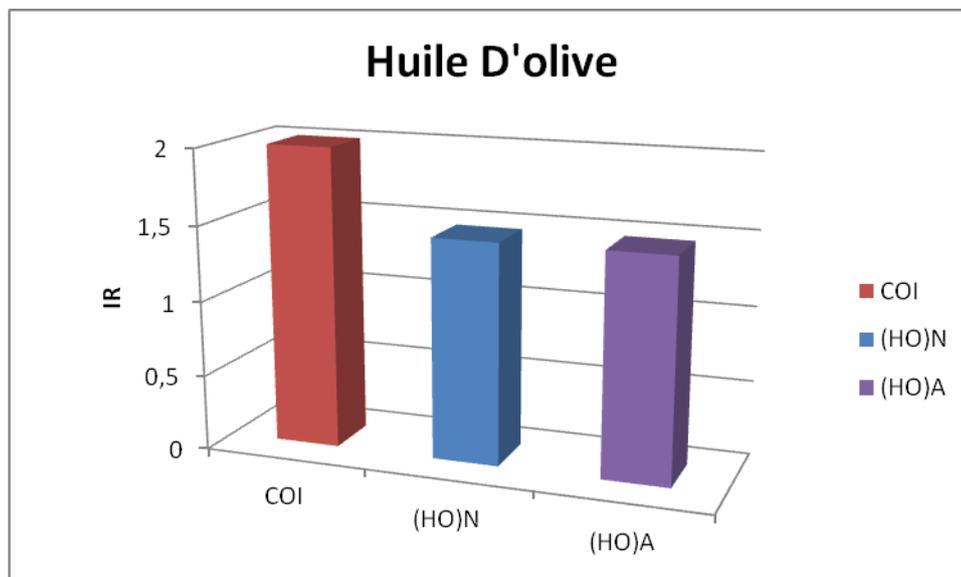
Ces valeurs sont donc conformes si on les compare avec la valeur normative préconisée par le COI qui est de 0.22 pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

**II.1.1.6. Indice de réfraction :**

Les résultats sont illustrés dans le tableau X et la Figure 17.

Echantillons	Indice de réfraction	Norme Algérienne 1992
(HO)N	1,4705	1,4705-1,4665
(HO)A	1,4665	

**Tableau X** : Résultats de l'indice de réfraction des huiles d'olive contrôlées.



**Figure 17** : Indice de réfraction des huiles d'olive contrôlées.

D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau X et représentés dans la figure 17, l'indice de réfraction de nos huiles varie de 1,4665- 1,4705.

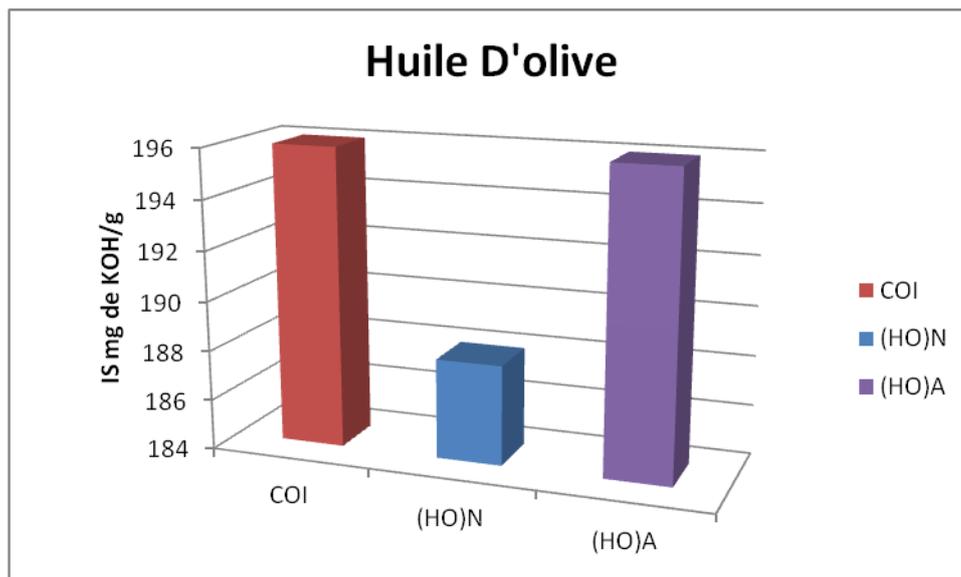
Les échantillons (HO)N et (HO) A présentent des valeurs conformes à la norme qui sont respectivement 1,4665 et 1.4705.

**II.1.1.7. Indice de saponification :**

Les résultats sont illustrés dans le tableau XI et la Figure 18.

Echantillons	Indice de saponification	Norme (COI 2006)
(HO)N	188	1,84-196(mg KOH/g)
(HO)A	196	

**Tableau XI** : Résultats de l'indice de saponification des huiles d'olives contrôlées.



**Figure 18** : Indice de saponification des huiles d'olive contrôlées.

D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau XI et représentés par figure 18, l'indice de saponification de nos huiles varie de 188 - 196 (mg de KOH/g).

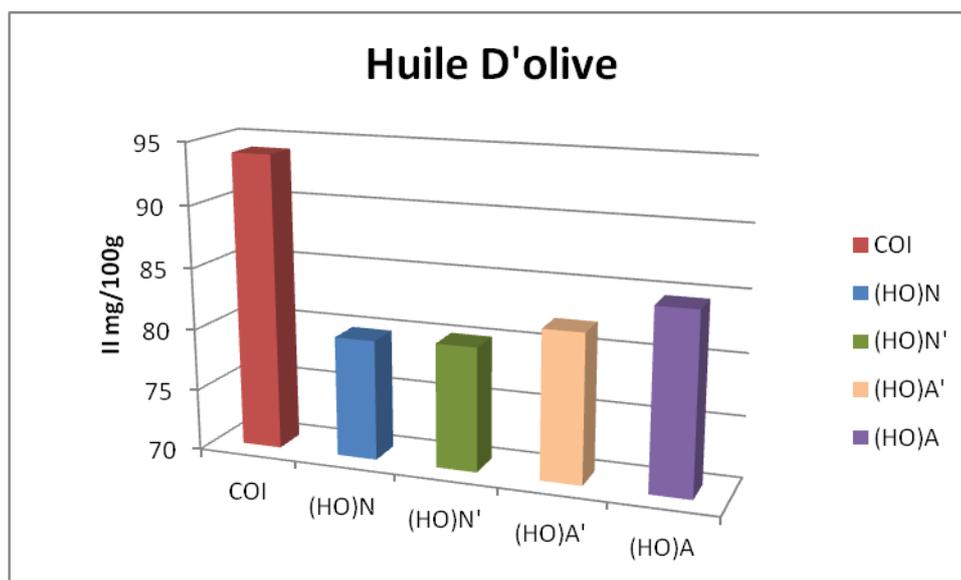
L'indice de saponification permet de mettre en évidence un indice de saponification important pour les deux huiles analysées (l'échantillon (HO)N et (HO) A), avec des valeurs de 188 et 196. Ces valeurs sont conformes à la norme préconisée par le conseil Oléicole International 2006) qui est comprise entre 184 et 196 (mg de KOH/g) pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

**II.1.1.8. Indice d'iode :**

Les résultats sont illustrés dans le tableau XII et la Figure 19.

Echantillons	Indice d'iode(mg/100g)	Norme (COI 2006)
(HO)N	79,80	74-94 mg/100g
(HO)N'	80,1	
(HO)A'	82,08	
(HO)A	84,6	

**Tableau XII:** Résultats de l'indice d'iode des huiles d'olive contrôlées.



**Figure 19 :** Indice d'iode des huiles d'olive contrôlées.

D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau XII et représentés dans la figure 19, l'indice d'iode de nos huiles varie de 79,80-84,6(mg/100g).

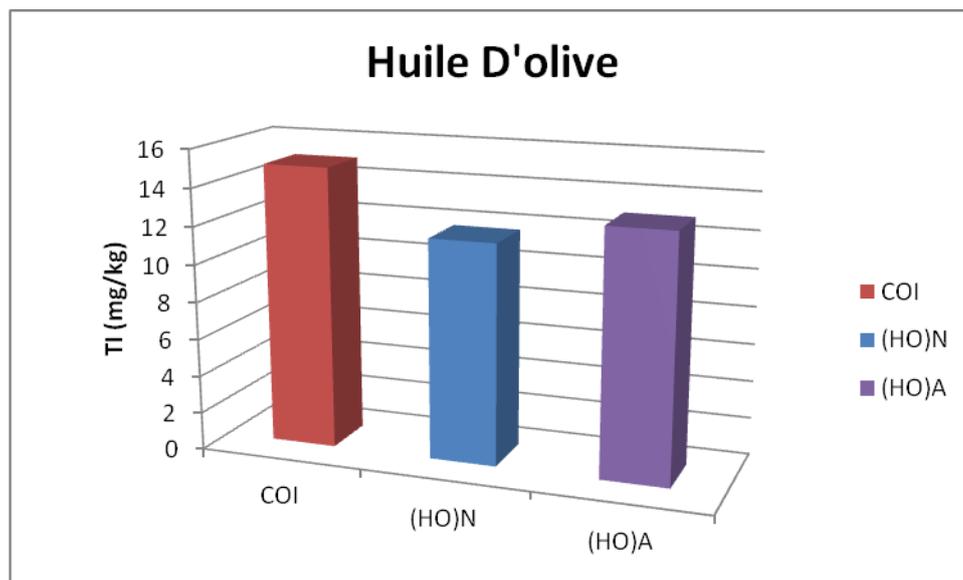
Ces valeurs sont conformes à la norme préconisée par le COI 2006 qui varie de 74- 94 (mg/100g) pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

**II.1.1.9. Teneur en insaponifiables :**

Les résultats sont illustrés dans le tableau XIII et la Figure 20.

Echantillons	Teneur en insaponifiable (g/kg)	Norme(COI 2010)
(HO)N	11,73	≤ 15
(HO)A	13	

**Tableau XIII** : Résultats de la teneur en insaponifiables des huiles d'olive contrôlées.



**Figure20** : la teneur en insaponifiables des huiles d'olive contrôlées.

D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau XIII et représentés dans la figure 20, les insaponifiables de nos huiles varie de 11, 73-13.

Ces valeurs sont conformes à la norme préconisée par le COI qui varie de 7- 15 (g/Kg) pour les huiles d'olive vierges propres à la consommation en état.

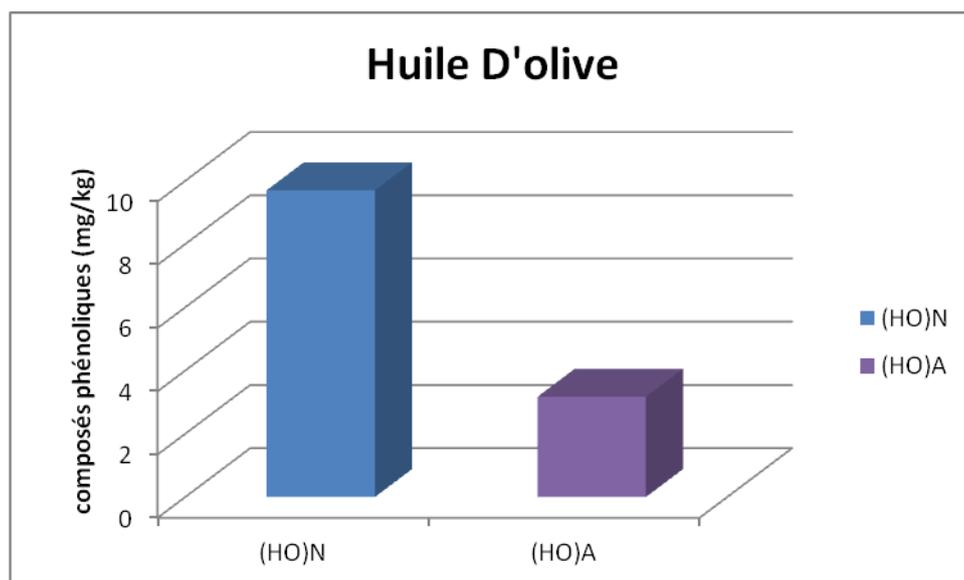
### II.1.1.10. Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive :

#### A. Détermination de la quantité des composés phénoliques :

Les résultats sont illustrés dans le tableau XIV et la figure 21.

Echantillons	Composés phénoliques (mg/Kg)
(HO)N	9,70
(HO)A	3,17

**Tableau XIV** :détermination de la quantité des composés phénoliques d'huiles d'olive



**Figure 21** : Quantité des composés phénoliques dans l'huiles d'olive.

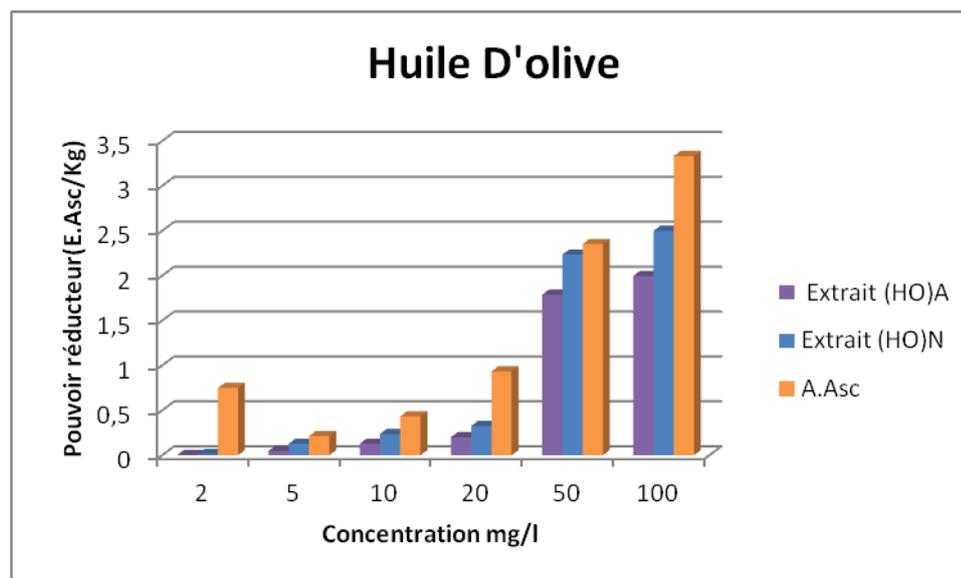
D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau XIV et représentés dans la figure 21, les quantités de polyphénols de nos huiles varie de 3,17 -9,70 respectivement.

#### B.Le pouvoir réducteur :

Les résultats sont illustrés dans le tableau XV et la Figure 22.

[C]A.Asc mg/ml	2	5	10	20	50	100
DO A.Asc	0,75	0,213	0,434	0,934	2,353	3,333
DO (HO)N	0,012	0,129	0,237	0,326	2,235	2,5
DO (HO)A	0,004	0,05	0,128	0,201	1,789	1,998

**Tableau XV** : le pouvoir réducteur des extraits méthanoliques des huiles d'olive et de l'acide Ascorbique.



**Figure 22** :le pouvoir réducteur des extraits méthanoliques d’huiles d’olive et de l’acide Ascorbique.

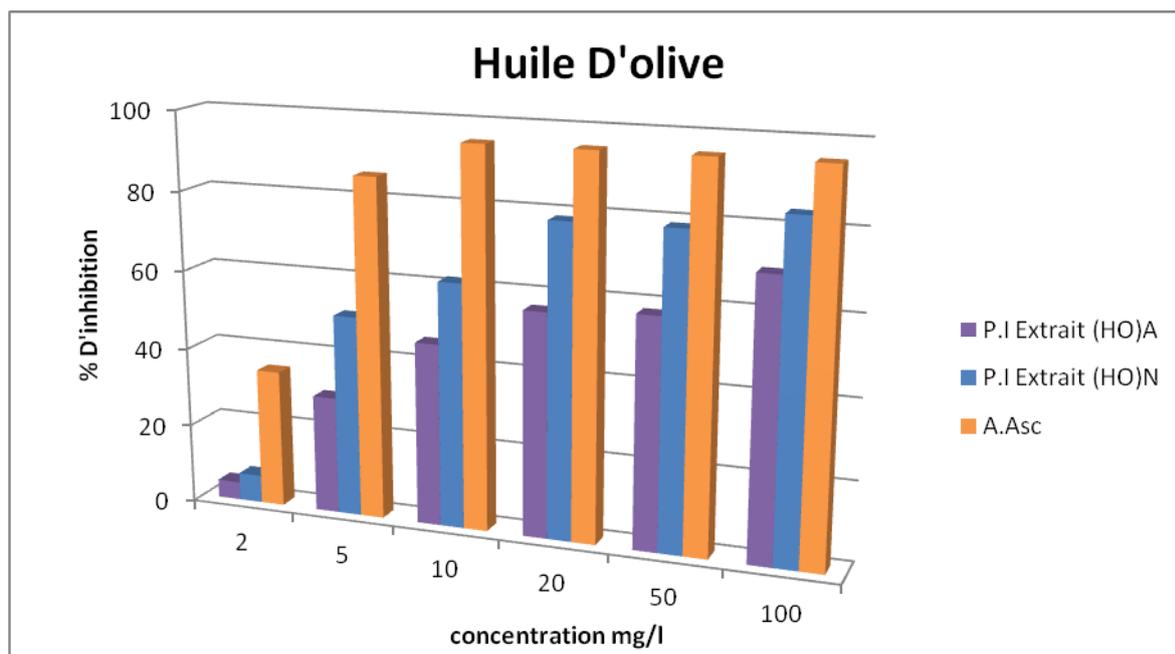
D’après les résultats du pouvoir réducteur exprimé en milligramme d’équivalent d’acide ascorbique /kg, qui sont représenté dans la figure 22,. on a remarqué que la densité optique d’acide ascorbique mesurée a 700 nm présente la valeur la plus élevé (3,333 mg/E.Asc) .Or que la DO de l’extrait méthanolique de (HO)N présente la meilleur capacité de piégeage à (2,5 mg/E.Asc ) par rapport à l’extrait de (HO)A (1,998 mg/E .Asc) et ils possèdent une corrélation positive avec la concentration d’acide Ascorbique.

### **C .Activité scavenging du radical DPPH :**

Les résultats sont illustrés dans le tableau XVI et la Figure 23.

[C]A.Asc mg/ml	2	5	10	20	50	100
P.I A.Asc	34,87	85,87	95,22	95,27	95,34	95,34
P.I (HO)N	7,03	50,85	61,6	78,4	78,66	83,59
P.I (HO)A	4,56	29,67	45,98	56,4	57,88	69,8

**Tableau XVI:** Résultats de l’activité scavenging de radical DPPH des extraits méthanoliques d’huiles d’olive et de l’acide Ascorbique.



**Figure 23** : Activité scavenging du radical DPPH des extraits méthanoliques d'huiles d'olives et de l'acide Ascorbique.

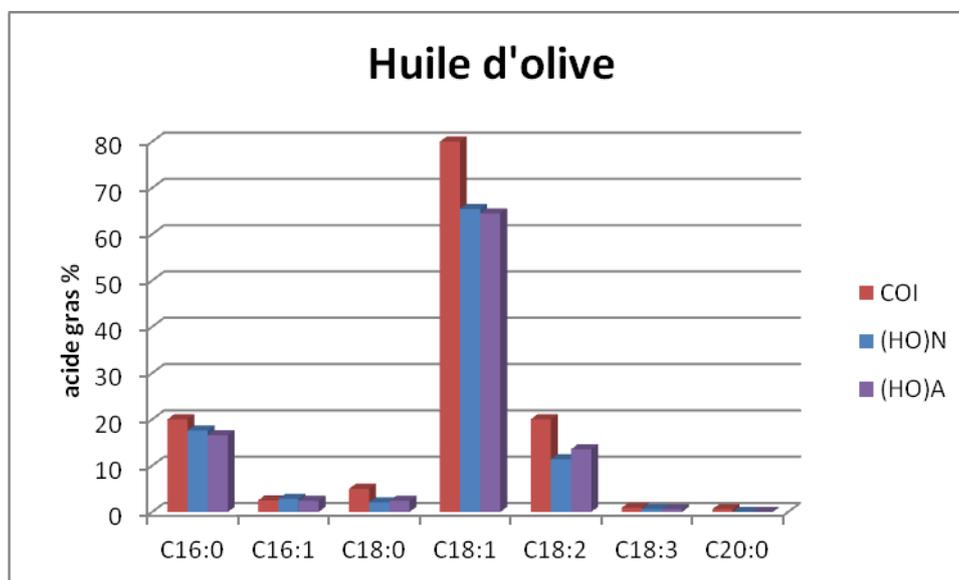
D'après les résultats expérimentaux de l'activité antiradicalaire des extraits méthanoliques, exprimés en pourcentage d'inhibition de radical DPPH dans le tableau XVI et représentés dans la figure 23, indiquent que le pourcentage d'inhibition d'acide ascorbique (95,34 %) est plus élevé que les extraits méthanoliques de nos huiles d'olive (N et A) analysées et qui possèdent la capacité de piéger le radical DPPH à une valeur de 83,59 % et 69,8% respectivement et qui sont corrélés positivement avec la Concentration du standard (A.Asc).

### II.1.2. Analyse des esters méthyliques d'acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG) : (selon ISO 5508) :

D'après les résultats des chromatogrammes (Annexe III), la concentration exprimée en pourcentage des acides gras est résumée dans le tableau XVII et présenté par la figure 24.

Répartition des acides gras %	(HO)N	(HO)A
Acide palmitique (C16 :0)	17,59	16,57
Acide patmitoleique (C16:1)	2,83	2,38
Acide Stéarique (C18 :0)	2,08	2,39
Acide oleique (C18 :1)	65,46	64,48
Acide linoleique (C18 :2)	11,38	13,53
Acide linoléique (C18 :3)	0,63	0,62
Acide arachidique (C20 :0)	Trace	Trace

**Tableau XVII** : Répartition des acides gras (%) des différents types d'huiles d'olive.



**Figure 24**: la répartition des acides gras des différents échantillons des huiles d'olive

A partir des résultats obtenus dans le tableau XVII on constate que :

\* **Pour les acides gras saturés :**

- Acide palmitique (C16 :0), les pourcentages d'acides gras des deux échantillons varient de 16,57-17,59 % ; on observe que tous les huiles sont conformes à la norme qui est comprise entre 7.5-20 %
- Acide stéarique (C18 :0), les pourcentages d'acides gras des deux huiles varient de 2,08-2,39 % d'où leur conformité à la norme qui est de 0.5 à 5% selon COI (2010).

\* **Pour l'acide gras mono-insaturé :**

- -Acide palmitoleique (C16 :1), pourcentages d'acides gras des deux huiles varient de 2,38-2,83 % d'où leur conformité à la norme qui est de 0,3-3,5% selon COI (2010).
- Acide oléique (C18 :1), les pourcentages d'acides gras des deux huiles varient de 64,48-65-46 % d'où leur conformité à la norme qui est de 55-83 % selon COI (2010).

\* **Pour l'acide gras poly-insaturé :**

- Acide linoléique (C18 :2), les pourcentages d'acides gras des deux huiles varient de 11,38 -13,53 % d'où leur conformité à la norme qui est comprise entre 3.5-21.0 % selon COI (2010)
- Acide linolénique(C18 :3), les pourcentages d'acides gras des deux huiles varient de 0,62-0,63 % d'où leur conformité à la norme qui est  $\leq 1,0$  % selon COI (2010)

### **II.1.3. Résultats des analyses organoleptiques :**

#### **II.1.3.1. Dégustation :**

Les résultats obtenus par le Jury de dégustation de l'ITAFV selon le COI/T.20/Doc. No 15/Rev.4 novembre 2011 sont représentés dans le tableau XVIII.

Echantillon	Résultats	Norme
(HO)N	Vierge courante	3.5 < médiane du défaut $\leq$ 6
(HO)A	Vierge courante	Médiane du fruit = 0

**Tableau XVIII:** Résultats de dégustation des huiles d'olive

Nos huiles (A et N) ont des attributs négatifs (Chômé, Moisi, Rance et Lies), alors on peut les classer comme des huiles d'olive vierge courantes. (Annexe III).

### **II.1.3.2. Aspect et couleur :**

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

Echantillon	Aspect	Couleur
(HO)N	Limpide	Jaune
(HO)A	Limpide	Jaune

**Tableau XIX:** Résultats de l'aspect et la couleur des huiles d'olives contrôlées.

D'après les résultats expérimentaux donnés dans le tableau XIX, on constate que l'ensemble des échantillons présentent un aspect limpide et une couleur jaune au vert qui est dans la fourchette de la norme préconisée qui se limite selon COI (2010), COI (2006) et GACEM et *al* (1995), entre le jaune clair à vert et un aspect limpide pour les huiles propres à la consommation en état.

**II.1.4. Etude comparative entre les huiles d'olive contrôlées :**

La comparaison entre les huiles, nous a permis d'obtenir les résultats notés sur le tableau XX.

Analyse		(HO)N	(HO)A
Acidité (%)		1,43	1,95
Indice d'acide		2,86	3,885
Indice de peroxyde (Meq g d'O <sub>2</sub> /Kg)		7,0027	7,99
Humidité (%)		0,1	0,2
Absorbance	232 nm	2,487	2,65
	270 nm	0,143	0,1935
Indice d'iode (mg/100g)		79,80	84,6
Indice de saponification (mg de KOH/g)		188	196
Teneur en insaponifiable (g/Kg)		11,73	13
Indice de réfraction		1,4665	1.4705
Acide palmitique (C16 :0)		17,59	16,57
Acide palmitoleique (C16 :1)		2,83	2,38
Acide stéarique (C18 :0)		2,08	2,39
Acide oléique (C18 :1)		65,46	64,48
Acide linoléique (C18 :2)		11,38	13,53
Acide linoléique (C18 :3)		0,63	0,62
Acide arachidique (C20 :0)		Trace	Trace
Somme AGS		19,67	18,96
Somme des AGMI		68,29	66 ,86
Somme des AGPI		12,01	14,15
Indice de mono-insaturation (IMI)		3,46	3,52
Indice de poly-insaturation (IPI)		0 ,61	0,74
Indice d'insaturation totale (IIT)		4,08	4,27

Tableau XX: La comparaison entre les deux échantillons d'huile d'olive (nouvelle et ancienne).

- IMI = rapport de la somme des AG monoinsaturés sur la somme des AG saturés ;
- IPI = rapport de la somme des AG polyinsaturés sur la somme des AG saturés ;
- IIT = rapport de la somme des AG mono et polyinsaturés sur la somme des AG saturés.

**II. 2 Discussion :**

Initialement, l'huile d'olive vierge utilisée a présenté des caractéristiques typiques d'une huile de bonne qualité : acidité 1,43% d'acide oléique, indice d'acide 2,86mg/g d'huile, indice de peroxyde 7,0027meqg d'O<sub>2</sub>/kg, indice de réfraction 1,4665, et de teneur en eau 0,1% ainsi que de bonnes qualités organoleptiques.

Après une durée déterminée de conservation, les paramètres préalablement cités ont subi plusieurs variations par effet de vieillissement.

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

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

En plus, l'acidité est influencée négativement par la détérioration des olives qui peut être causée par : la biodégradation, les attaques d'insectes, nématodes, de champignons phytoparasites, de virus, de rongeurs et d'oiseaux (ANGEROSA et *al.*, 1996).

D'après les valeurs de l'acidité des huiles d'olive vierges étudiées exprimée dans le tableau IV et illustrée dans la figure 11, on remarque une légère augmentation de l'acidité entre (HO) N et (HO) A qui varie entre 1,43 à 1,95 respectivement.

L'augmentation de l'acidité au cours de la conservation est le résultat de réactions d'hydrolyse qui se poursuivent à température ambiante du milieu.

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

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

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

L'indice de peroxyde des huiles d'olive vierges étudiées exprimé dans le tableau VI et illustré dans la figure 13 augmente très légèrement d'une valeur de 7,0027 à 7,99 meq d'O<sub>2</sub> /Kg respectivement, mais qui répond aux normes du (COI 2003) qui est de 20 meq d'O<sub>2</sub>/Kg.

L'indice de peroxyde de nos huiles reflète la présence des teneurs acceptables en peroxydes et cela par présence de substances anti-oxydantes telles que les tocophérols et les polyphénols qui bloquent la formation des peroxydes qui surviennent en présence d'oxygène, de température élevée et de certains catalyseurs.

L'augmentation de l'indice de peroxyde peut être attribuée à la teneur élevée en acides gras libres, qui s'oxydent en présence de l'oxygène pour donner des peroxydes, produits primaires d'oxydation, qui sont instables et se décomposent

immédiatement pour former principalement un mélange de composés volatils (aldéhydes et cétones) responsables de la saveur rance de l'huile (BENYAHYA, N et ZEIN, K., 2003)

Par ailleurs, la filtration peut également altérer la qualité de l'huile d'olive du fait qu'elle engendre une exposition excessive de l'huile à l'air (BENYAHIA, N et ZEIN, K, 2003). Ce dernier, contenu dans l'espace libre de tête des bouteilles utilisées pour le conditionnement des huiles peut avoir un effet sur la stabilité oxydative des huiles (BENYAHIA, N et ZEIN, K, 2003, .c'est le cas des bouteilles qu'on a utilisé pour le conditionnement des huiles.

Nos résultats sur la teneur en eau nous indiquent des valeurs incluent dans la fourchette de la norme qui est inférieure ou égale à 2%. Cette eau est selon KARLESKIND (1992), considérée comme une substance étrangère qui trouve son origine du procédé d'extraction des olives (environ 40% à 50% d'eau), ce qui permet d'avoir une incidence sur la qualité de l'huile en formant un support de développement microbienne, d'actions enzymatiques qui génèrent des phénomènes d'hydrolyse et d'oxydation (COI, 2003 ; SOUAHLA, 1996).

Les absorbances à l'UV sont significatives de l'auto-oxydation de l'huile d'olive au cours du stockage. Les hydroperoxydes absorbent au voisinage de 232 nm et les produits d'oxydation secondaires tels que les aldéhydes et cétones sont quantifiés à 270 nm.

L'absorbance à 232 nm de nos échantillons est conforme à la norme, on remarque une augmentation de l'absorbance qui varie entre 2,487 -2,65 nm pour (HO) N (HO)A respectivement ,cette augmentation s'explique par le fait que pendant la phase primaire d'oxydation, les acides gras insaturés se transforment en hydroperoxyde (hydroperoxyde linoléique) par fixation de l'oxygène sur le carbone de la double liaison (SAIDOUN, 1994).

L'absorbance à 270 nm de nos huiles est conforme aux normes établies par le (COI 2003).

L'indice de réfraction dépend de l'insaturation et peut être utilisé en tant que paramètre de commande facilement accessible à des procédés d'hydrogénation. L'indice de réfraction d'une huile végétale est un test simple pour l'identité et la pureté

de l'huile. Il dépend de la température et de la structure des acides gras d'ester de glycérol. (GUNSTONE, 2011).

L'indice de réfraction étant dépendant de la composition chimique de l'huile et de la température, il croît avec de degré d'insaturation (CHIMI H, 2010).

Les valeurs relatives à l'indice de réfraction de nos huiles sont conformes à la norme Algérienne 1992, qui fixe une limite de 1,4705-1,4665.

L'indice de saponification nous renseigne sur la longueur de la chaîne hydrocarbonée des acides gras (BRUNI et *al.*, 1994). Selon les résultats obtenus, nous avons noté un indice de saponification qui présente une valeur incluse dans la fourchette qui varie entre 184 et 196 (mg de KOH/g). Au contraire une valeur faible de saponification nous informe que les huiles analysées présentent des acides gras à longue chaîne hydrocarbonée (BRUNI et *al.*, 1994).

L'indice d'iode nous donne des indications sur l'état d'insaturation de nos huiles (DOUZANE, 2002). Toutes nos huiles présentent des valeurs presque identiques et conformes à la norme qui est entre 74 et 94 (mg/100g).

Les insaponifiables c'est l'ensemble des constituants insolubles dans l'eau qui ne sont pas susceptibles d'être modifiés par la réaction de la saponification (AFNOR, 1976 et AHMADI et KHELIFI, 2004).

Les résultats de la teneur en insaponifiables de nos huiles présentent des valeurs moyennement variables et conforme à la norme.

Dans le présent travail, il s'agit de comparaison de profils d'acides gras d'huiles d'olives analysées « (HO) N et (HO) A »

L'acide oléique est l'acide dominant dans la composition des huiles d'olive. Celui-ci représente 65 à 80% des acides gras de cette huile (JACOTOT, 2001). (HO)N présente la proportion la plus élevée. Ces pourcentages entrent dans la fourchette de 55%-83% qui est fixée par le COI 2003, et il en est de même pour l'acide stéarique, palmitique, palmitoléique, linoléique et linoléique.

Selon GOUVEIA (1997), les teneurs en acides gras saturés, monoinsaturés, polyinsaturés et les rapports entre eux peuvent contribuer à la caractérisation variétale des huiles d'olive et constituer une méthode de classification des huiles de différentes origines de culture et variétale.

Nos résultats sont contradictoires avec ceux de GUTIERREZ (1966), c'est au cours du stockage que l'acide oléique diminue, parallèlement il y a une augmentation des acides gras poly-insaturés (acide linoléique et l'acide linoléique); cette diminution pourrait s'expliquer par l'oxydation rapide de ces derniers, plus l'insaturation est grande plus la vitesse d'oxydation est grande et probablement par leur transformation éventuelle en acide oléique (la transformation de l'acide linoléique en acide linoléique et ce dernier se transforme en acide oléique); l'acide palmitoléique diminue pendant le stockage, cela pourrait s'expliquer par l'oxydation de ce dernier

L'augmentation des acides gras saturés (acide stéarique et acide palmitique) pourrait s'expliquer par le fait que l'acide oléique se transforme en acide stéarique et l'acide palmitoléique en acide palmitique.

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

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

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

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

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

L'ensemble de nos échantillons présente l'aspect limpide préconisé par la norme et une couleur jaune et qui sont classés comme huile d'olive vierge, courante. Or ils ont gardé ces qualités au cours de conservation.

Les composés phénoliques de l'huile d'olive vierge ont des propriétés antioxydantes qui réduisent les risques de maladies cardiovasculaires. Ceci est surtout vrai pour les ortho-diphénols comme l'hydroxytyrosol et l'oléuropéine aglycone. Leurs propriétés antioxydantes sont dues à leur capacité à former une liaison hydrogène intramoléculaire entre l'hydrogène libre du groupement hydroxy et l'hydroxyle du radical phénoxy pour conduire à la formation d'une quinone.(VISIOLI F, et al ). Lors du vieillissement des huiles, les phénols complexes (secoïridoïdes...) se décomposent en libérant de l'hydroxytyrosol et du tyrosol.

L'hydroxytyrosol est un anti-oxydant qui protège l'huile de l'oxydation. Dans une huile fraîche et non dégradée, les teneurs en hydroxytyrosol et en tyrosol sont très faibles car ils se trouvent principalement sous forme complexe (secoïridoïdes) et très faiblement sous forme libre. (DENIS, et al.2004).

L'huile d'olive vierge est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénoliques naturelles. Ces composés sont responsables du goût si particulier, à la fois amer et fruité et contribuent pour une grande partie à la stabilité de l'huile, en augmentant sa résistance à l'autoxydation (BOSKOU, 1996). Ces composés contribuent à la bonne stabilité d'une huile de deux manières : d'une part ces composés, antioxydants naturels vont s'oxyder préférentiellement

aux acides gras insaturés; d'autre part, on attribue aux phénols la capacité de piéger les radicaux OH (GUTIERREZ *et al.*, 2001).

Toutefois l'effet antioxydant ne peut être attribué à tous les composés phénoliques à la fois, en effet, (MARFAK .2003) a rapporté que plusieurs chercheurs ont confirmé qu'il ya une relation entre la structure de ces composés et leur effet antiradicalaire.

<b>Introduction</b> .....	1
---------------------------	---

## ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE :

### **Chapitre I : L'huile d'olive**

1. Définition de l'huile d'olive.....	4
2. Classification d'huile d'olive.....	4
3. Méthode d'extraction d'huile d'olive.....	5
3.1. La récolte des olives.....	6
3.2. Triage et effeuillage.....	7
3.3. Lavage.....	8
3.4. Broyage.....	8
3.5. Malaxage.....	9
3.6. Extraction de l'huile.....	9
3.6.1. Système discontinu d'extraction par presse.....	9
3.6.2. Système d'extraction continu avec centrifugation à trois phases.....	10
3.6.3. Système d'extraction continu avec centrifugation à deux phases.....	11
4. Facteurs de modification des qualités d'huile d'olive .....	12
4.1. Facteurs pédoclimatiques .....	12
4.2. Influence des variétés des olives et leur degré de maturité sur la qualité d'huile d'olive.....	13
4.3. Influence de la température, la concentration en oxygène et la lumière sur l'oxydation de l'huile d'olive.....	14
5. Composition et valeurs nutritives de l'huile d'olive.....	15
5.1. Les triglycérides.....	16
5.2. Les tocophérols.....	17
5.3. Les pigments.....	18
5.4. Les composés phénoliques.....	19
5.5. Les composés aromatiques.....	19
5.6. Les hydrocarbures.....	19
5.7. Les stérols.....	20

## **Chapitre II : Les composés phénoliques et stress oxydant**

1. Les composés phénoliques .....	21
1.1. Définition .....	21
1.2. Classification des composés phénoliques .....	21
1.3. Rôle et intérêt des polyphenols .....	22
1.4. Importance nutritionnelle des polyphénols.....	23
2. Stress Oxydant .....	24
2.1. Radicaux libres .....	24
2.1.1.Historique .....	24
2.1.2.Définition .....	24
2.1.3.Principaux radicaux libres et leurs origines.....	25
2.1.4.Rôle des radicaux libres.....	26
2.2.Stress oxydant.....	26
2.2.1.Définition.....	26
2.2.2.Origine du stress oxydant.....	27
2.2.3.les conséquences du stress oxydant.....	28
2.2.4. les maladies du stress oxydant.....	29
2.3.Les antioxydants.....	29
2.3.1.Définition.....	29
2.3.2.principaux antioxydants.....	29
A-les antioxydants endogènes.....	29
B-les antioxydants exogènes.....	29
2.3.3.Mécanisme d'action des antioxydants.....	31

## **ÉTUDE EXPÉRIMENTALE**

### **Chapitre I : matériel et méthodes :**

Objectifs.....	32
1.Matériel.....	32
1.1.Matières végétales.....	32

## Table des matières

---

1.2. Matériel de laboratoire.....	32
1.3. Échantillonnage.....	33
2. Méthodes.....	33
2.1. Détermination des critères physicochimiques.....	33
2.1.1. Détermination de l'acidité libre.....	33
2.1.2. Détermination de l'indice d'acide.....	35
2.1.3. Détermination de l'indice de peroxyde.....	36
2.1.4. Détermination de la teneur en eau.....	37
2.1.5. Détermination de l'absorbance spécifique.....	38
2.1.6. Détermination de l'indice de réfraction.....	39
2.1.7. Détermination de l'indice de saponification.....	41
2.1.8. Détermination de l'indice d'iode.....	42
2.1.9. Détermination de la teneur en insaponifiables.....	43
2.2. Analyses des esters méthyliques d'acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG).....	45
2.3. Détermination des critères organoleptiques.....	46
2.3.1. Dégustation.....	46
2.3.2. Détermination de l'aspect et la couleur.....	48
2.4. Analyse statistique.....	48
2.5. Détermination de l'activité antioxydante.....	49
2.5.1. Extraction liquide liquide des composés phénoliques d'huile d'olive.....	49
2.5.2. Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive.....	50
A-Le pouvoir réducteur.....	51

B-Activité scavenging du radical DPPH.....	52
--	----

## **Chapitre II : résultats et discussion :**

1 .Résultats .....	53
1.1.Analyses physico-chimiques.....	53
1.1.1 Acidité libre.....	53
1.1.2 Indice d'acide.....	54
1.1.3 Indice de peroxyde .....	55
1.1.4 Teneur en eau .....	56
1.1.5 Absorbance dans l'ultraviolet.....	57
A-Absorbance à 232 nm .....	57
B-Absorbance à 270 nm.....	58
1.1.6 Indice de réfraction.....	59
1.1.7 Indice de saponification.....	60
1.1.8 Indice d'iode.....	61
1.1.9 Teneur en insaponifiables.....	62
1.1.10 Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive.....	63
A-Détermination de la quantité des polyphénols.....	63
B-Le pouvoir réducteur.....	63
C-L'activité scavenging du radical DPPH.....	64
1.2 Analyse des esters méthyliques d'acides gras par CPG.....	66
1.3 Analyses organoleptiques.....	67
1.3.1 Dégustation.....	67
1.3.2 Détermination de l'aspect et la couleur .....	68
1.4 Etude comparative entre les huiles d'olive contrôlée.....	69
2 Discussion.....	71
<b>Conclusion.....</b>	<b>78</b>

## **Références bibliographiques**

## **Annexes**

# Annexe I

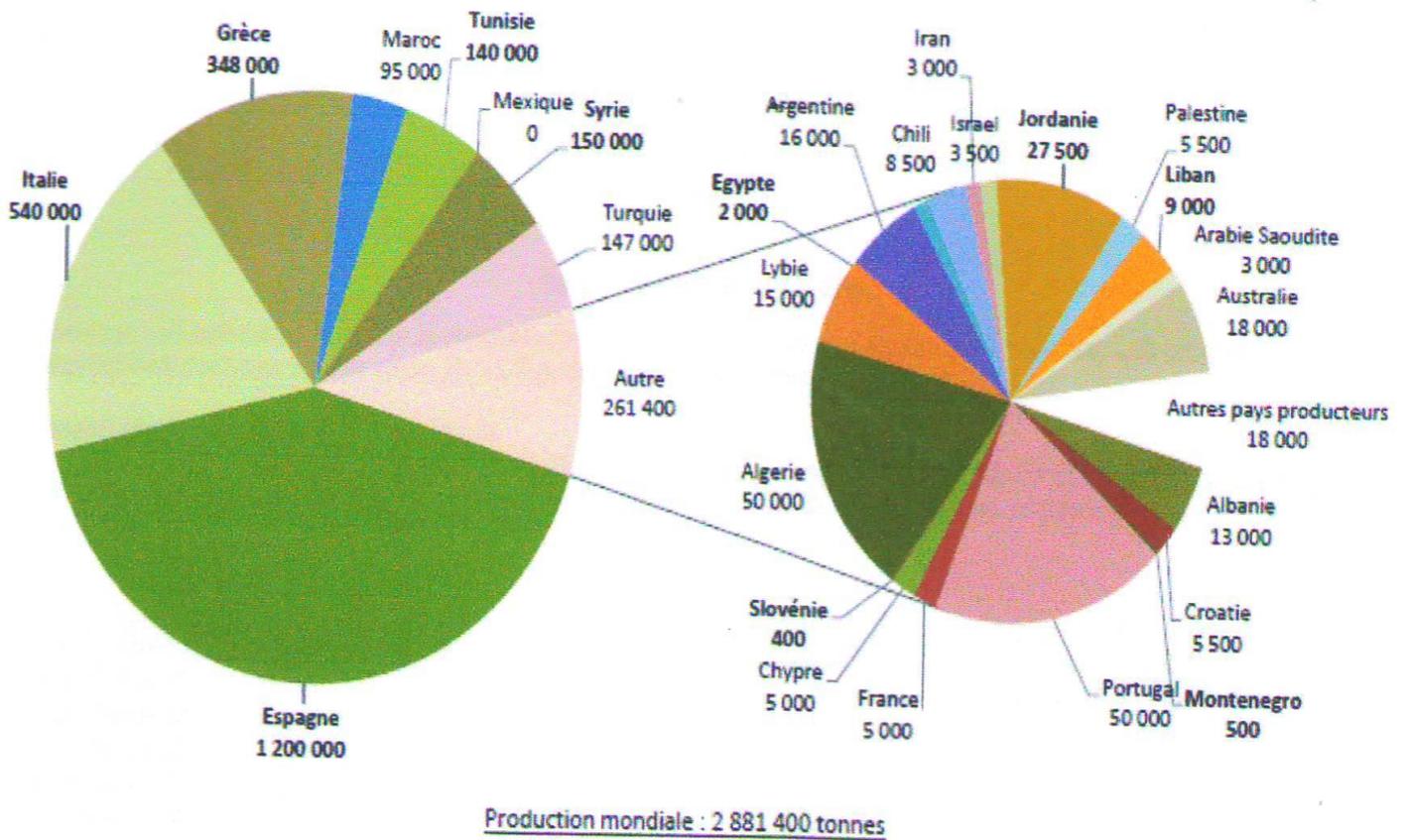


Figure25: Production mondiale d'huile d'olive 2010-2011 (COI, 2010)



# Annexe II

**Tableau XXI** : Principales variétés d'olivier cultivées en Algérie.

Variété	Synonyme	Origine	Diffusion	Utilisation	Rendement en huile	Productivité
<b>Abani</b>	Laabani	- Vallée oued El Arab - Chechar (Khenchela)	Restreinte	Huile	16 à 20 %	Elevée et Alternante
<b>Aberkane</b>	Averkane	- Akbou (Bejaïa)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	16 à 20 %	Faible et Alternante
<b>Aeleh</b>	Aaleh	- Chechar (Khenchela)	Restreinte	Huile	18 à 22 %	Moyenne et Alternante
<b>Aghchren d'El ousseur</b>	Pas de synonymes connus	Bougaa (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	15 à 20 %	Moyenne et Alternante
<b>Aghchren de Titest</b>	Pas de synonymes connus	Hammam Guergour (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	14 à 18 %	Elevée et Alternante
<b>Aghenfas</b>	Aghenfous	Bougaa (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	16 à 20 %	Moyenne et Alternante
<b>Agrarez</b>	Pas de synonymes connus	Tezmelt (Bejaïa)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	16 à 20 %	Faible et Alternante
<b>Aguentaou</b>	Agnaw	Bousselah (Sétif)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	14 à 18 %	Moyenne et Alternante

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

	synonymes connus					Alternante
<b>Bouricha</b>	Olive d'El arrouch	El harrouch (Skikda)	Restreinte	Huile	18 à 22 %	Elevée et Alternante
<b>Ferkani</b>	Ferkane	Ferkane (Tébessa)	Région des Aurès	Huile	28 à 32 %	Bonne et peu Alternante
<b>Grosse du Hamma</b>	Oueld ethour	Hamma (Constantine)	Restreinte	Double aptitude (huile et olive de table)	16 à 20 %	Moyenne et Alternante
<b>Hamra</b>	Rougette	Jijel	Nord Constantinois	Huile	18 à 22 %	Faible et Alternante
<b>Longue de Miliana</b>	Pas de synonymes connus	Miliana	El-khemis Miliana Cherchel Tenes	Double aptitude (huile et olive de table)	/	Moyenne et Alternante
<b>Mekki</b>	Pas de synonymes connus	Khenchela	Restreinte	Huile	12 à 16 %	Moyenne et constante
<b>Rougette de Mitidja</b>	Pas de synonymes connus	Plaine de Mitidja	Restreinte	Huile	18 à 20%	Faible et Alternante
<b>Tablout</b>	Abelout	Zone montagneuse de Bejaïa	Restreinte	Huile	20 à 24 %	Moyenne et Alternante
<b>Zeletni</b>	Zlitni	Chechar (Khenchela)	Restreinte	Huile	14 à 18 %	Moyenne et Alternante

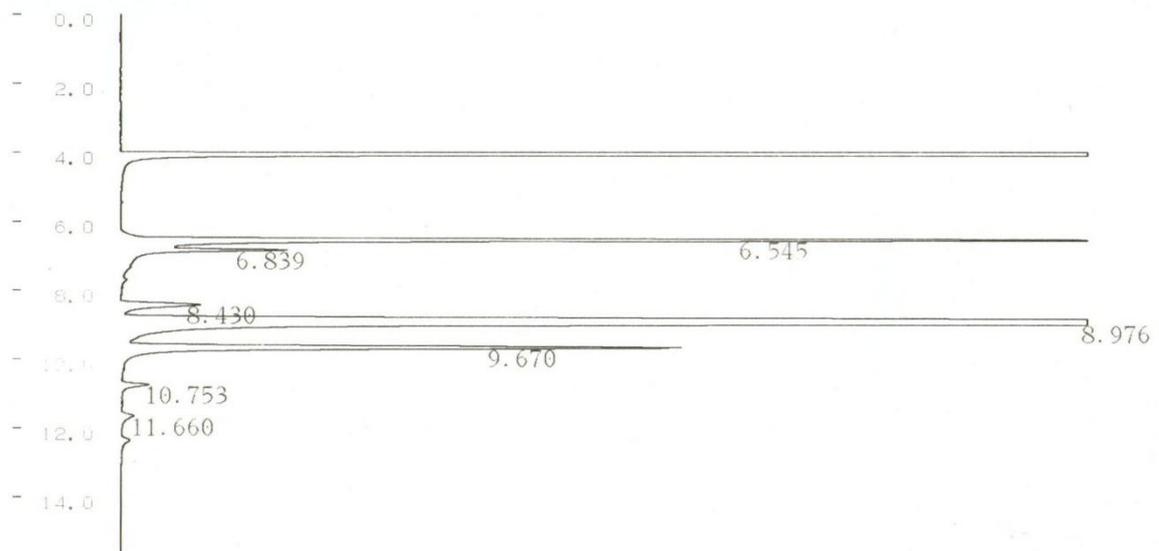
(MENDIL et SEBAI, 2006).



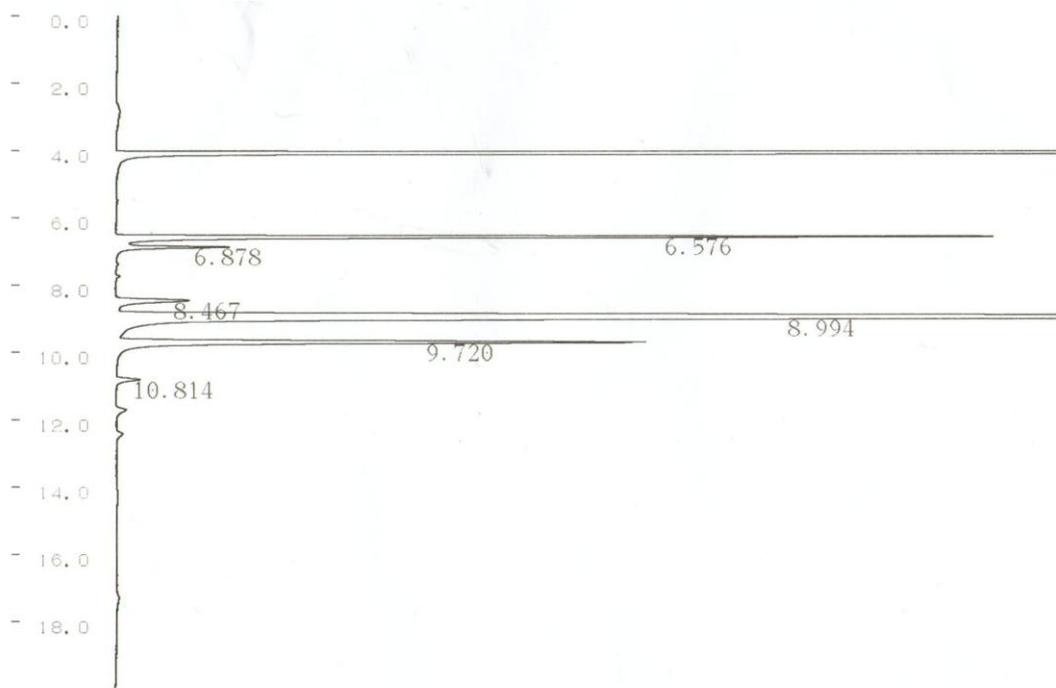
# Annexe III

## Résultats de la répartition des acides gras d'huiles d'olive analysées

### I. Huile d'olive Nouvelle



## II. Huile d'olive Ancienne:



## Résultats des analyses organoleptique

### I- Huile D'olive Nouvelle :

Échant.	Dégust.	Chômé	Moisi	Vineux	Jlive gelée	Métallique	Rance	Autres	Fruité	Amer	Piquant
GL4	Mediane	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	IQR	0,50	2,38	1,73	0,50	0,00	0,00	0,00	1,15	0,00	0,00
	S*	0,16	0,78	0,56	0,16	0,00	0,00	0,00	0,38	0,00	0,00
	CVr%	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	IC sup	0,32	1,52	1,11	0,32	0,00	0,00	0,00	0,74	0,00	0,00
	IC inf	-0,32	-1,52	-1,11	-0,32	0,00	0,00	0,00	-0,74	0,00	0,00

La valeur du coefficient de variation robuste doit être inférieure ou égale à 20%

Courante

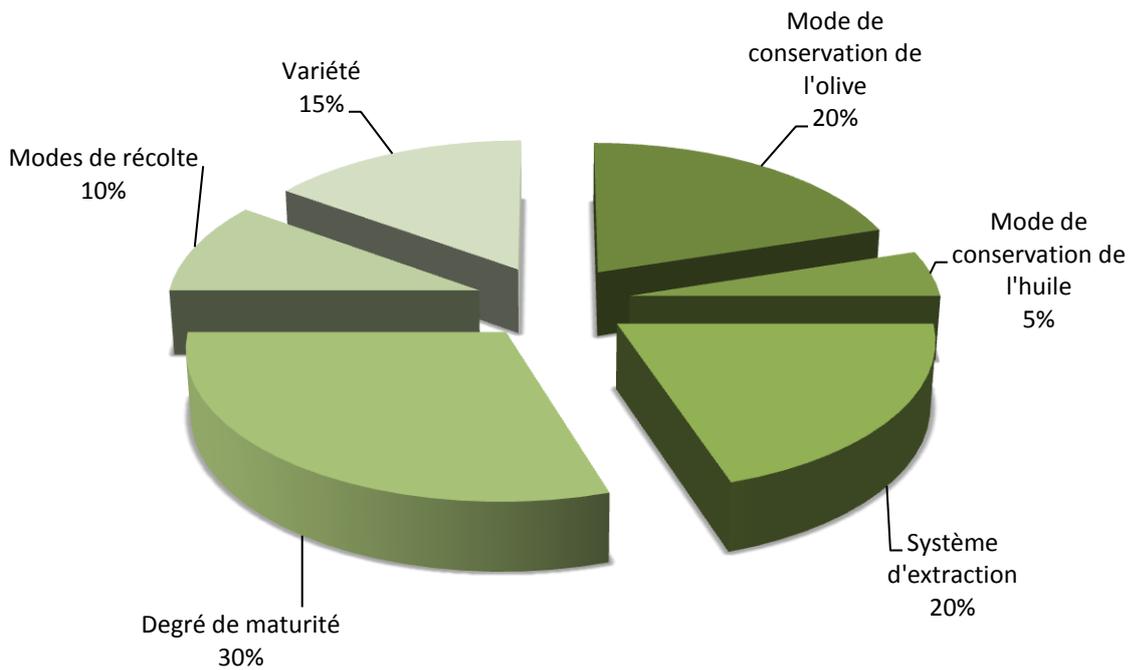
### II-Huile D'olive Ancienne :

Échant.	Dégust.	Chômé	Moisi	Vineux	Jlive gelée	Métallique	Rance	Autres	Fruité	Amer	Piquant
ND6	Mediane	2,38	0,65	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	IQR	2,83	1,88	0,00	0,00	0,00	0,00	1,60	0,00	0,00	0,00
	S*	0,92	0,61	0,00	0,00	0,00	0,00	0,52	0,00	0,00	0,00
	CVr%	38,94	94,43	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	IC sup	4,19	1,85	0,00	0,00	0,00	0,00	1,03	0,00	0,00	0,00
	IC inf	0,56	-0,55	0,00	0,00	0,00	0,00	-1,03	0,00	0,00	0,00

La valeur du coefficient de variation robuste doit être inférieure ou égale à 20%

Courante

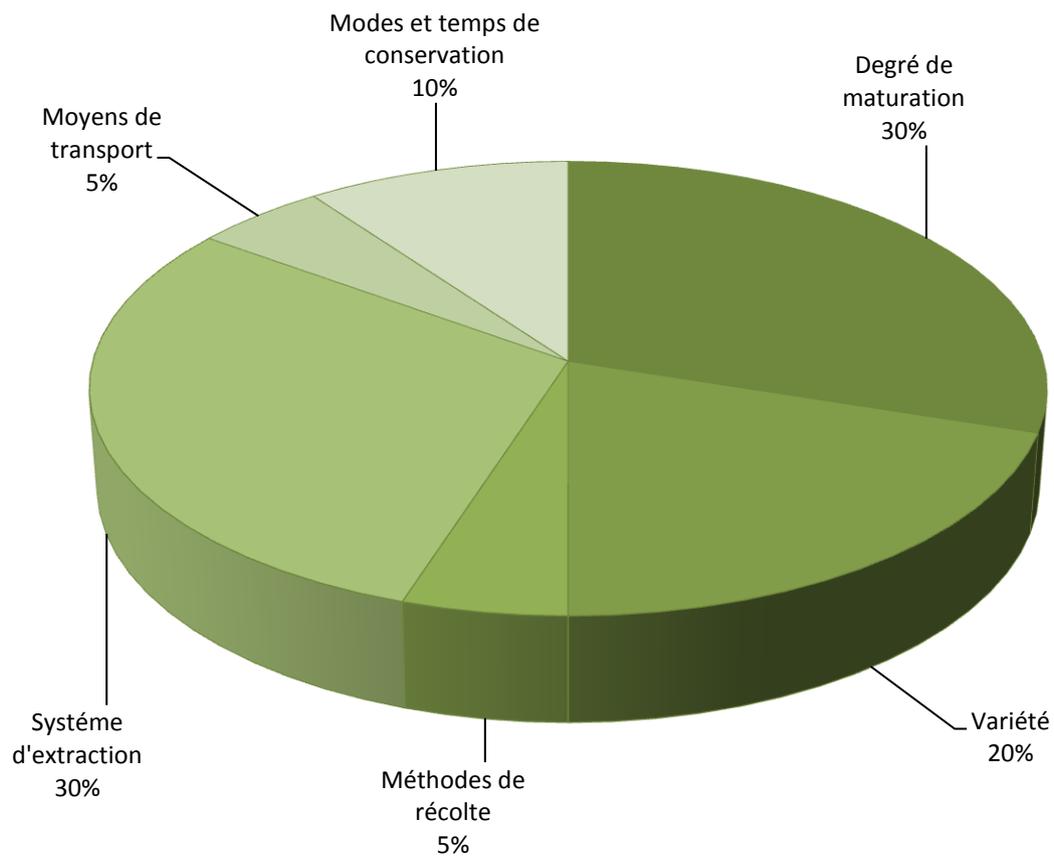
# Annexe IV



**Figure 26: les influents sur la composition de l'huile d'olive**

**(FANTANAZZA ; 1989)**

# Annexe VI



**Figure 27:Facteurs conditionnant les caractéristiques qualitatives d'une huile d'olive**

(MONTEDRO ; 1989)

# Annexe V

Tableau XXII: Critères de qualité de l'huile d'olive

	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante *	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive	Huile de grignons d'olive brute	Huile de grignons d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive
<b>4.1 Caractéristiques Organoleptiques</b>									
- odeur et saveur					acceptable	bonne		acceptable	bonne
- odeur et saveur (sur une échelle continue)									
. médiane du défaut	Me = 0	0 < Me < 3.5	3.5 < Me ≤ 6.0**	Me > 6.0					
. médiane du fruité	Me > 0	Me > 0							
- couleur					jaune clair	claire jaune vert		claire jaune à jaune brun	claire jaune à vert
- aspect à 20°C pendant 24 heures					limpide	limpide		limpide	limpide
<b>4.2. Acidité libre</b> % m/m exprimée en acide oléique	≤ 0.8	≤ 2.0	≤ 3.3	> 3.3	≤ 0.3	≤ 1.0	non limitée	≤ 0.3	≤ 1.0
<b>4.3. Indice de peroxyde</b> En milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile	≤ 20	≤ 20	≤ 20	non limité	≤ 5	≤ 15	non limité	≤ 5	≤ 15

\* La simultanée des critères 4.1, 4.2, 4.3. N'est pas obligatoire; un seul peut suffire.

\*\* Ou lorsque la médiane du défaut est inférieure ou égale à 3,5 et la médiane du fruité est égale à 0.

# Annexe VII

## Feuille de profil (à l'usage du dégustateur)

PERCEPTION DES DÉFAUTS	INTENSITÉ
Chômé	
Moisi-humide	
Vineux-vinaigre	
Lies	
Métallique	
Rance	
Autres (à préciser)	
PERCEPTIONS DES ATTRIBUTS POSITIFS	
Fruité	
Amer	
Piquant	

Nom du dégustateur

Code de l'échantillon

date

Figure 28 : Feuille de profil de l'huile d'olive vierge

# Annexe VIII

## Appareillages utilisé pour effectuer quelques analyses



Figure 29: Spectrophotomètre ultraviolet-visible



Figure 30: Réfrigérant à reflux de type BÜCHI



Figure 31: Réfractomètre



**Figure 32 :Chromatographe Chrompack CP 9002**



**Figure 33 : Agitateur**



**Figure 34 : Dessiccateur**



**Figure 35 : Balance analytique**

# **Annexe IX**

## *Appareillages*

- Agitateur
- Balance analytique
- Etuve
- Réfrigérant à reflux (rota vapeur) Büchi
- Réfractomètre de type MAAKE-K15
- Spectrophotomètre ultraviolet-visible



# Annexe XI

## Verreries

- Ampoule
- Ballon col rodé
- Becher
- Burette graduée
- Dessiccateur
- Eprouvette
- Erlen Meyer à col rodé avec bouchon
- Fiole conique
- Pipettes pasteur
- Pipettes graduée
- Tube à essai.

# Annexe XII

**Tableau XXIII : Différentes altérations et leurs facteurs (AFIDOL, 2003)**

	Type d'altération	Facteurs d'altération	Que mesure-t-on ?
<b>Acidité</b>	Hydrolyse	Moisissures, Fermentation, Maturité trop élevée, Mouche de l'olive	Le pourcentage d'acides gras libres
<b>Indice de peroxyde</b>	Oxydation	Maturité, Gel, Vieillessement, Aération, Chaleur	Les hydroperoxydes (-OOH)
<b>Panel test</b>	Diverses	Divers	L'intensité sensorielle des défauts organoleptiques
<b>K232</b>	Oxydation	Vieillessement, Aération, Chaleur, Mouche de l'olive	Les hydroperoxydes de C18 :2 et diènes conjugués (décomposition)
<b>K270</b>	Oxydation	Vieillessement, Aération, Chaleur	Les produits secondaires d'oxydation (triènes conjugués=raffinage)

# Annexe XIII

Courbe d'étalonnage d'acide ascorbique .

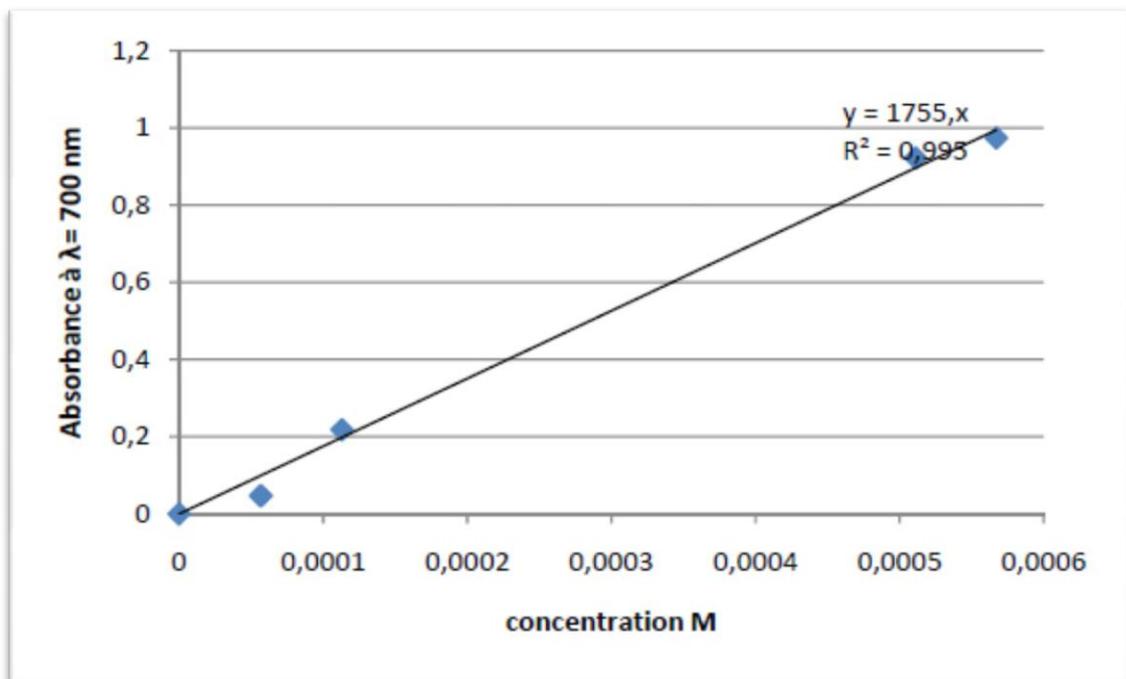


Figure 36: Courbe d'étalonnage acide ascorbique.

## Critères de qualité de l'huile d'olive (suite)

	Huile d'olive vierge extra	Huile d'olive vierge	Huile d'olive vierge courante	Huile d'olive vierge lampante	Huile d'olive raffinée	Huile d'olive	Huile de grignons d'olive brute	Huile de grignons d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive
<b>4.4. Absorbance dans l'ultraviolet</b> ( $K_{1cm}^{1\%}$ )									
- à 270 nm (cyclohexane) / 268 nm (iso-octane)	≤ 0.22	≤ 0.25	≤ 0.30***		≤ 1.10	≤ 0.90		≤ 2.00	≤ 1.70
- AK	≤ 0.01	≤ 0.01	≤ 0.01		≤ 0.16	≤ 0.15		≤ 0.20	≤ 0.16
- à 232 nm*	≤ 2.50**	≤ 2.60**							
<b>4.5. Teneur en eau et en matières volatiles</b> % m/m	≤ 0.2	≤ 0.2	≤ 0.2	≤ 0.3	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 1.5	≤ 0.1	≤ 0.1
<b>4.6. Teneur en impuretés insolubles dans l'éther de pétrole</b> % m/m	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.2	≤ 0.05	≤ 0.05		≤ 0.05	0.05
<b>4.7. Point d'éclair</b>	-	-	-	-	-	-	≥ 120°C	-	-
<b>4.8. Traces métalliques</b> mg/kg									
fer	≤ 3.0	≤ 3.0	≤ 3.0	≤ 3.0	≤ 3.0	≤ 3.0	≤ 3.0	≤ 3.0	≤ 3.0
cuivre	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1	≤ 0.1
<b>4.9. Esters méthvliques (FAME) et éthvliques (FAEE) des acides gras</b>	- $\sum$ FAME + FAEE ≤ 75 mg/kg ou - $\sum$ FAME + FAEE > 75 mg/kg et ≤ 150 mg/kg								

(COI ; 2010)

\* Cette détermination est uniquement d'application par les partenaires commerciaux et à caractère facultatif.

\*\* Les partenaires commerciaux du pays de vente au détail peuvent exiger le respect de ces limites lors de la mise à disposition de l'huile au consommateur final.

\*\*\* Après passage de l'échantillon au travers d'alumine activée, l'absorbance à 270 nm doit être égale ou inférieure à 0,11.