

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université M'hamed Bougara Boumerdes

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master II

Département : Technologie Alimentaire

Filière : Génie des Procédés

Option : Qualité et conservation des aliments.

THEME

Effet de traitement thermique par Micro-ondes sur la qualité physico-chimique de quelques variétés d'huile d'olive d'Algérie

Présenté par : **ZOUGAB NADIA**

Soutenu : **Juin 2016**

Jury :

Président : M ^{er} SEKOUR.B	MA (A) UMBB
Examineur : M ^{me} ABDELLAOUI.R	MA (A) UMBB
Examineur : M ^{elle} LARID.R	MA (B) UMBB
Promotrice : M ^{elle} LECHEB .F	MA (B) UMBB

Promotion 2016

Résumé:

Effet de traitement thermique par Micro-ondes sur la qualité physico-chimique de quelques échantillons d'huiles d'olive d'Algérie.

Lors de ce travail, on a étudié l'évolution des caractéristiques physiques et la composition chimique de six échantillons d'huile d'olive de différentes régions d'Algérie (Bds ;Bej ;Bis ;Gal ;Stf ;Tzo) à des différents temps de chauffage (0 min,5 min,10min et 15 min) par micro-ondes, réglé à une puissance de 800W.

Les paramètres déterminés étaient l'acidité libre, l'indice de peroxyde, le coefficient d'extinction spécifique (K232 et K270), les chlorophylles et les caroténoïdes, l'indice de couleur, l'indice de réfraction, l'humidité et l'analyse des groupements fonctionnels par infrarouge. Cependant, les résultats de six échantillons étudiés, ont montré que le chauffage par micro-ondes produit des pertes dans la qualité des huiles d'olive analysées. Les résultats indiquent clairement que les huiles étudiées restent dans les normes et augmentent de manière significative au-delà de 5min de chauffage, pour atteindre après 15 min de chauffage des valeurs d'acidité de 7,58 % à 5,32 et des valeurs de peroxydes de 20,87 à 37,79 (még O₂.kg⁻¹ d'huile olive) pour Stf et Gal respectivement. Tout de même, une dégradation progressive des taux initiaux des pigments colorés a été enregistrée et varie de 3,78 mg/ kg d'Huile d'olive à 0,86 mg/ kg d'Huile d'olive de chlorophylles, pour l'échantillon de Gal et de 2,57 mg / kg d'Huile d'olive à 1,46 mg / kg d'Huile d'olive de caroténoïdes, pour l'échantillon de Bis pour un temps de chauffage de 0 à 15 min.

L'étude de groupement fonctionnel par IR des huiles chauffées, montre des spectres d'absorbance témoins de la dégradation des l'huiles originaux.

Mots clé : olives, Huile d'olive, caractérisation physico-chimiques; micro-ondes, le chauffage.

Abstract:*Effet of thermal traitement by microwave process of the physico-chimical quality of Algerien olive oil*

This work reflects the effect of different heating time by microwave at 5, 10 and 15 min on the physicochemical characteristics of six olive oils from different regions of Algeria: Boumerdes, Bejaia Biskra; Guelma; Setif ;Tizi Ouzou.

The parameters determined were free acidity, peroxide value, specific extinction coefficients (K232 and K270), color and chlorophylls and carotenoids, color index, refractive index, humidity and infrared analysis.

The results showed that the heating by microwaves affects the quality of the analyzed olive oils. However, heat treatment of the oils does not induce hydrolysis. The decrease observed in the free acidity values is due to the evaporation of water during heating in the microwave. All other parameters were affected differently by the heating time, however, in the first level (0 to 5 min) a reduction in the nutritional quality was observed, and the quality of the oil decreases significantly at along heating. The duration of heating by microwaves also influences chlorophylls and carotenoids.

Keywords: olives, olive oil, physicochemical characterization, microwave

المخلص

تأثير المعالجة الحرارية بالميكروويف على نوعية زيت الزيتون لبعض المناطق الجزائرية

يعكس هذا العمل تأثير وقت التسخين عن طريق الميكروويف في 5 و 10 و 15 دقيقة على الخصائص الفيزيائية لسته أنواع من زيت الزيتون من مختلف مناطق الجزائر: بومرداس، بجاية بسكرة قالمة سطيف، تيزي وزو

الكلوروفيل والكاروتين، ومؤشر اللون، معامل الانكسار والرطوبة وتحليل تمثلت المعايير المحددة في الحموضة الحرة، البيروكسيد، الأشعة تحت الحمراء

وأظهرت النتائج أن التسخين عن طريق الميكروويف يؤثر على جودة زيت الزيتون المدروسة. ومع ذلك، والمعالجة الحرارية للزيوت لا يسبب التحلل. ويرجع ذلك إلى تبخر الماء أثناء التسخين في فرن الميكروويف مما أدى الى الانخفاض الملاحظ في قيم الحموضة الحرة. وتأثرت جميع المعلمات أخرى بشكل مختلف في وقت التسخين، ولكن في المستوى الأول (5-0 دقيقة) لوحظ وجود انخفاض في نوعية التغذية، وجودة الزيت يقل بشكل ملحوظ مع طول التسخين. مدة التسخين عن طريق الميكروويف يؤثر أيضا على الكلوروفيل والكاروتينات

الكلمات الدالة زيتون زيت الزيتون الخصائص الفيزيائية الكيمائية الميكروويف

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de Recherche Technologie Alimentaire LRTA à la faculté des sciences de l'ingénieur de l'Université de Boumerdes, sous la direction de Monsieur LOUHAB. K. Je tiens ici à lui exprimer mes plus vifs remerciements et ma profonde reconnaissance pour m'avoir donné la possibilité de réaliser ce travail.

*Je tiens à remercier vivement Monsieur **BENAKMOUM.A** Chef de Département de Technologie Alimentaire.*

*Je remercie particulièrement Madame **LACHEB .F** ma promotrice, enseignante à l'UMBB, de m'avoir confié ce travail et d'accepter de m'encadrer et de me diriger.*

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

*Je tiens à adresser mes remerciements les plus sincères à madame **HADERBACHE.L.** Enseignante à l'université de Boumerdes (UMBB) j'exprime ma profonde gratitude pour son aide et sa disponibilité.*

J'adresse également mes sincères remerciements à :

- M^r **AKSAS.H** Chef de Département de l'environnement*
- M^r **AKOUCHÉ.B** Ingénieur de laboratoire à la FHC*
- M^r **Hamidouche .f.***

*Mes remerciements vont également à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail en particulier les laborantins(es) du DTA **Farída, Hamída,** et M^r **Tazrouti** de l'environnement **REZKALLAH. N,** **farída** de l'alimentaire.*

*-A mes collègues ; **HADBI.F,** **Hidous.k** et **BENLAMRI .S,** les doctorants de LRTA et de CRAPC.*





Dédicaces

Je dédie ce travail

A mon très cher père

A ma très chère mère

A mon très cher époux Samir

A Mes chers enfants Hicham et feriel

A toute ma belle famille

A mon cher frère et ma belle sœur et leur enfant

A Ma sœur et mon beau frère et leurs enfants

A toute ma famille

A tous mes amis (es)



TABLE DES MATIERES

TABLE DES MATIERES

	Pages
INTRODUCTION GENERALE	1
<u>PREMIERE PARTIE</u> : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
CHAPITRE I: L'HUILE D'OLIVE	
1-Introduction	3
2-Production de l'huile d'olive.....	3
3-Consommation de l'huile d'olive.....	4
4-Critères de qualité.....	5
4-1-Caractères organoleptiques.....	5
4-2-Caractères physico-chimiques.....	6
5- Composition de l'huile d'olive.....	9
5-1- fraction saponifiable	9
5-1-1- Les triglycérides.....	9
5-1-2-Les acides gras.....	10
5-2-Fraction insaponifiable.....	11
6-Les bienfaits de l'huile d'olive sur la santé	12
CHAPITRE II: OXYDATION DES LIPIDES	
1-Introduction	13
2-Les différents types d'altération des lipides.....	13
1- Hydrolyse	13
2-Polymérisation.....	14
3- L'oxydation des lipides	14
3-Les mécanismes généraux de l'oxydation des lipides	15
3-1-L'oxydation enzymatique	15
3-2-L'auto-oxydation.....	15
3-3-L'oxydation par l'oxygène singulet.....	16
4-Mécanismes réactionnels.....	17
1-Initiation.....	17
2-Propagation.....	17
3-Terminaison.....	18
5-Facteurs influençant l'oxydation des lipides.....	19

A-Influence de la température.....	19
B-Influence de l'oxygène.....	19
C- Influence des traces métalliques.....	19
D-Influence de la lumière	19

DEUXIEME PARTIE : ETUDE EXPERIMENTALE

I-MATERIELS ET METHODES

1-Objectif.....	20
2-Préparation des échantillons	20
3-Analyse des caractéristiques physico-chimiques des huiles	21
3-1-Humidité	21
3-2-Indice d'acide.....	22
3-3-Indice de peroxyde.....	24
3-4-Indice de réfraction	26
3-5-Indice de couleur	27
4-Analyse spectrophotométrique dans l'ultra-violet.....	27
4-1-Détermination de l'absorbance et de l'extinction spécifique.....	27
4-2-Détermination de la teneur en chlorophylles et en caroténoïdes	29
5-Analyse par Spectroscopie infrarouge.....	30
Analyse statistique	30

II. RESULTATS ET DISCUSSION

1-Teneur en humidité (H%).....	31
2-Acidité libre (A%).....	31
3-Indice de peroxyde.....	34
4-Extinction dans l'ultra-violet	37
5-Teneur en pigments.....	40
6-Indice de couleur.....	43
7-Indice de réfraction	45
8-Analyse par Spectroscopie infrarouge.....	46
CONCLUSION GENERALE	51

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Liste des tableaux

LISTE DES TABLEAUX	N°
Tableau 1 : Evolution de la production d'huile d'olive de certains pays producteurs. (Campagne 2014/2015) Conseil Oléicole International (COI)	3
Tableau 2: la consommation mondiale d'huile d'olive par pays (campagne2011/2012)	4
Tableau 3 : Données physico-chimiques de classification des huiles COI/T.15/NC n° 3/Rév. Février2015	7
Tableau 4: : Classement des acides gras en fonction du degré d'insaturation et du nombre de carbones	11
Tableau 5: Caractéristiques et codage des échantillons d'huile d'olive	21

LISTE DES FIGURES

LISTE DES FIGURES	N°
Figure 1: le schéma simplifié l'auto-oxydation des lipides	16
Figure 2 : Réaction de l'oxygène singulet avec un lipide insaturé	16
Figure 3: Représentation schématique des principales étapes de l'oxydation des lipides	18
Figure 4: Pourcentage d'humidité des huiles d'olive non chauffés	31
Figure 5: L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de Boumerdes	32
Figure 6: L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de Guelma	32
Figure 7: L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de Setif	33
Figure 8: L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de Bejaia	33
Figure 8: L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de Bejaia	33
Figure 9: L'évolution de l'acidité d'acidité de l'huile d'olive de la région de Tizi-ouzou	34
Figure 10 : L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de Biskra	35
Figure 11: L'évolution de l'indice de peroxyde des huiles d'olive de la région de Boumerdes	35
Figure 12 : L'évolution de l'indice de peroxyde des huiles d'olive de la région de Guelma	36
Figure 13: L'évolution de l'indice de peroxyde des huiles d'olive de la région de Sétif	36
Figure 14: L'évolution de l'indice de peroxyde des huiles d'olive de la région de Béjaia	36
Figure 15: L'évolution de l'indice de peroxyde des huiles d'olive de la région de Tizi-ouzou	37
Figure 16: L'évolution de l'indice de peroxyde des huiles d'olive de la région de Biskra	38
Figure 17: L'évolution K232 ,K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de Boumerde	38
Figure 18: L'évolution K232, K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de Guelma	39
Figure 19 L'évolution K232, K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de Sétif	39
Figure 20: L'évolution K232, K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de Bejaia	39
Figure 21: L'évolution K232, K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de Biskra	40

LISTE DES FIGURES

Figure 22: L'évolution K232, K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de Tizi-Ouzou	40
Figure 23: Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de Boumerdes	41
Figure 24: Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de Guelma	41
Figure 25: Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de Setif	42
Figure 26: Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de Bejaia	42
Figure 27: Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de Tizi-Ouzou	42
Figure 28: Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de Biskra	43
Figure 29: Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de Boumerdes	43
Figure 30: Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de Guelma	44
Figure 31: Evolution de l'indice couleur des huiles d'olive de la région de Setif	44
Figure 32: Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de Bejaia	44
Figure 33: Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de Tizi-ouzu	45
Figure 34 Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de Biskra	45
Figure 35: Indice de réfraction des huiles d'olive des différentes régions	46
Figure 36: Spectre IR de l'huile d'olive de Boumerdes à différentes temps de chauffage	48
Figure 37: Spectre IR de l'huile d'olive de Guelma à différentes temps de chauffage	48
Figure 38: Spectre IR de l'huile d'olive de Sétif à différentes temps de chauffage	49
Figure 39: Spectre IR de l'huile d'olive de Bejaia à différentes temps de chauffage	49
Figure 40: Spectre IR de l'huile d'olive de Tizi-ouzu à différentes temps de Chauffage	50
Figure 41: Spectre IR de l'huile d'olive de Biskra à différentes temps de chauffage	50

LISTE DES ABREVIATIONS

- COI** : Conseil Oléicole International
- CEE** : Communauté économique européenne
- CE** : Communauté européenne
- OOO** : Trioléoyl glycérol ou trioléine
- POO** : Palmitique oleique oleique (triglyceride)
- OOL** : Oleique oleique linoleique (triglyceride)
- POL** : Palmitique oleique linoleinique (triglyceride)
- SOO** : Stéarique oleique oleique (triglyceride)
- AG**: Acide gras
- AGS** : Acide gras saturé
- AGI** : Acide gras insaturé
- AGMI** : Acide gras monoinsaturé
- AGPI** : Acide gras polyinsaturé
- LDL**: Low density lipids :lipides basse densité
- I** : Initiateur
- RH** : Acide gras insaturé ou lipides insaturés
- H**: Proton
- R**: Radical alkyle
- ROO**: Radical hydroperoxyde
- ROOH**: Radical hydroperoxyde
- ROOR**: Peroxyde cyclique
- RO**: Radical alkoxyde
- W**: watt
- AFNOR** : Agence française de normalisation.
- Bds**: Boumerdes
- Stf**: Setif
- Bej**: Bejaia
- Bis**: Biskra
- Tzo**: Tizi-ouzou
- Gal**: Galma
- I.S.O** : Organisation Internationale de Normalisation
- IA**: Indice d'acide **A** : Acidité
- IP**: Indice de peroxyde

LISTE DES ABREVIATIONS

ONFAA : observatoire national des filières agricoles et agroalimentaire.

CACQE : Centre Algérien de contrôle de la qualité et de l’emballage.

H : Humidité

Meq : milliéquivalent

IRTF : Infrarouge transformation du Fourier.

INTRODUCTION GENERALE

L'huile d'olive, un aliment de base des populations vivantes sur le pourtour du bassin méditerranéen, joue un rôle prédominant dans le domaine des *produits de terroir*. Elle a acquis une place essentielle dans la recherche 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.

En plus de l'authenticité de l'huile, le terme « qualité » englobe nombreuses caractéristiques chimiques, physiques et organoleptiques qui peuvent être mesurées par des méthodes d'analyses tout à fait objectives.

La qualité de l'huile d'olive varie non seulement en fonction de la variété du sol ou des conditions climatiques, mais également avec de nombreux facteurs ayant trait au cycle de production, de transformation et de commercialisation des olives et des huiles [1]

L'huile d'olive par excellence est un authentique remède universel de tous les temps dans le pourtour méditerranéen : nutritif, combat le diabète, diurétique, anti-inflammatoire C'est un aliment fonctionnel (aliment ordinaire) doté de propriétés propres ou ajoutées qui le rendent capable d'agir favorablement sur l'état de santé. [1].

L'une des principales causes de perte de la qualité de l'huile d'olive est l'oxydation. Parmi les facteurs technologiques qui influencent la composition et la stabilité à l'oxydation des huiles d'olive, la méthode d'extraction et les conditions de stockage jouent un rôle essentiel dans la qualité. L'oxydation a lieu quand les acides gras insaturés sont exposés à l'air, soit en présence de lumière (photo-oxydation) ou dans l'obscurité (auto-oxydation) et également par l'effet des enzymes (oxydation enzymatique).

L'huile d'olive est considérée comme résistante à l'oxydation par rapport à d'autres huiles végétales en raison de sa faible teneur en acides gras polyinsaturés, et de la présence d'antioxydants naturels. Ceux-ci comprennent les caroténoïdes, les tocophérols et des composés phénoliques qui peuvent agir, par des mécanismes différents, à conférer un système de défense efficace contre les attaques des radicaux libres (Yildirim, G. 2009). L'abondance de l'acide oléique, de 56 à 84% des acides gras totaux, est la caractéristique qui définit l'huile d'olive qui se distingue des autres huiles végétales.

Dans les dernières années, l'invention et le développement de la vie moderne ont apporté des procédures des changements dans les technologies de transformation des aliments et de cuisson . L'utilisation des micro-ondes a augmenté en permanence, à la fois à la maison et dans le secteur de l'industrie, en raison de leurs avantages, qui sont la capacité de transmettre rapidement la chaleur due à sa forte puissance de pénétration, la commodité, la facilité d'utilisation , le temps et l'économie d'énergie. Une autre raison de l'augmentation constante de l'utilisation des micro-ondes four est la tendance de l'industrie à produire des aliments pré-préparés produits notamment pour les décongeler, réchauffer ou cuire en utilisant ce genre d'équipement. Différents travaux ont eu pour but d'évaluer les effets du chauffage

par micro-ondes sur la nourriture et ses constituants, y compris dans la fraction lipidique des graisses animales et des huiles végétales [2].

Le procédé de chauffage par micro-ondes pourrait accélérer les réactions d'oxydation qui favorisent l'implication des radicaux libres. Plusieurs autres facteurs pourraient également intervenir dans l'oxydation des lipides : tels que la composition en acides gras , exposition à l'oxygène , la chaleur, l'eau , la lumière, les traces des métaux , des antioxydants entre autres et la température . [2]

Les objectifs de cette étude étaient de vérifier l'effet de micro-ondes à différents temps de chauffage : 5, 10 et 15 min, qui simulent le chauffage habituel utilisé pour la cuisson , sur six variétés de l'huile d'olives, dont les paramètres utilisés pour évaluer cet effet étaient : acidité libre , l'indice de peroxyde , des coefficients d'extinction spécifiques (K232 et K274) chlorophylles et caroténoïdes , indice de réfraction ; indice de couleur ; humidité et enfin une analyse IR.

Ce travail de recherche est constitué de deux parties :

La partie bibliographique qui regroupe deux chapitres : dont le premier est l'huile d'olive, le deuxième traite l'oxydation des lipides. La partie expérimentale qui comprend deux parties : 1) matériel et méthodes d'analyses, les modes opératoires et l'instrumentation utilisés dans ce travail sont décrits. 2) une partie consacrée à la présentation et à la discussion des résultats.

**PREMIERE PARTIE
ETUDE
BIBLIOGRAPHIQUE**

CHAPITRE I

L'HUILE D'OLIVE

1- Introduction

L'huile d'olive occupe parmi toutes les huiles végétales alimentaires une place particulière. C'est une l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.); est presque totalement consommée à l'état vierge.

C'est un produit typique de la région méditerranéenne est l'un des produits les plus importants de cette région, dont la production est essentiellement le fait de quelques pays situés sur les rives nord et sud de la mer Méditerranée ; mais la consommation demeure très concentrée dans les zones de production, en particulier dans l'Union Européenne.

2- Production de l'huile d'olive :

Selon les données issues de la 24ème session extraordinaire du Conseil Oléicole International (COI), qui a eu lieu entre le 16 et le 19 juin de l'année 2015, la production mondiale d'huile d'olive de la campagne 2014/2015 a connu une régression de 29% comparativement à la campagne écoulée 2013/2014. Ce recul s'explique par les conditions climatiques défavorables qui ont affecté surtout l'Espagne qui enregistre la baisse la plus sensible. A l'inverse, la Tunisie, quant à elle, enregistre une très bonne campagne avec une augmentation de 300% comparativement à la campagne précédente.[3]

Tableau 1 : Evolution de la production d'huile d'olive de certains pays producteurs. (campagne 2014/2015) Conseil Oléicole International(COI).[3]

Pays	Evolution 2014/2015 comparativement à 2013/2014 (%)
Espagne	-53
Italie	-52
Portugal	-27
France	-69
Croatie	-36
Chypre	+17
Grèce	+127
Pays UE	-42
Tunisie	+300
Turquie	+19
Syrie	-70
Maroc	-8
Total	-29

3- Consommation de l'huile d'olive

Les estimations du Conseil Oléicole International (COI) indiquent un niveau de consommation égale à 3,078 millions de tonnes pour la campagne 2011-2012 avec une hausse de 3,2% par rapport à la campagne précédente. [4]

Tableau 2 : la consommation mondiale d'huile d'olive par pays (campagne 2011/2012).

Pays	2009/2010	2010/2011*	2011/2012
(.000 ton)			
Algérie	33,50	45,00	57,00
Arabie Saoudit	6,50	6,50	6,50
Argentine	5,00	5,00	5,00
Australie	44,00	44,00	45,00
Brésil	50,00	61,50	62,00
Canada	37,00	40,00	40,00
Union Européenne	1.846,00	1.856,00	1.889,50
Chili	09,00	11,00	13,00
Croatie	6,50	7,00	7,00
Egypte	7,00	6,00	8,00
Japon	40,50	35,50	35,00
Jordani	2,00	20,00	21,00
Iran	6,50	5,00	10,00
Liban	9,50	10,00	12,00
Lybie	15,00	15,00	15,00
Maroc	90,00	90,00	85,00
Mexique	9,00	10,00	10,0
Norvège	3,50	3,00	3,00
Palestine	8,00	16,00	13,00
Russie	22,00	22,00	23,00
Syrie	120,50	128,50	150,00

États-Unis	258,00	275,00	277,00
Suisse	13,00	13,00	13,00
Taiwan	4,00	5,00	5,00
Tunisie	30,00	30,00	40,00
Turquie	110,00	115,00	125,00
Autres pays	48,00	48,00	48,00
Monde	2.902,00	2.984,00	3.078,50

Source : Projections élaborées en interne et basées sur les données COI.

*Données provisionnelles

** Données prévisionnelles

4- Critères de qualité :

Les huiles d'olive se classent en différentes catégories en fonction de leurs caractéristiques physicochimiques et organoleptiques (**Règlement (CEE) N°2568/91; COI 2015**). [5]

Cependant l'acidité apparaît comme un moyen simple et fiable pour évaluer la qualité.

La caractérisation physico-chimique des huiles d'olive est une étape importante dans la classification des huiles, En effet les caractères organoleptiques sont également à respecter.

Le Conseil Oléicole International (COI, 1990) et le règlement de la Commission Européenne (CE 2568/91, 1991) ont défini la qualité d'huile d'olive, basée sur les paramètres qui incluent le pourcentage d'acide gras libre, la teneur en indice de peroxyde, le coefficient de l'extinction spécifique K232 et K270, ainsi que les caractéristiques sensoriels.

4-1-Caractères organoleptiques :

L'huile d'olive est un liquide limpide, transparent, jaune ou jaune vert, d'odeur Caractéristique, pratiquement insoluble dans l'alcool, miscible à l'éther diéthylique et à l'éther de pétrole [6].

Les caractéristiques organoleptiques sont regroupées en trois rubriques principales :

A- l'amertume : est le seul goût que peut présenter l'huile d'olive. On en détermine l'intensité à la dégustation ;

B- arômes : l'ensemble des sensations aromatiques d'une huile constitue son fruité, on en détermine l'intensité à la dégustation, sa catégorie (fruité mûr, fruité vert, fruité noir)..

C- sensations kinesthésiques et tactiles : une huile d'olive peut présenter une sensation spécifique, l'ardence (ou piquant), et des différences d'onctuosité. On détermine l'intensité du piquant à la dégustation, l'onctuosité peut faire l'objet de commentaires, mais il n'existe pas d'échelle organoleptique pour cette sensation.

Aucune des sensations ci-dessus n'est considérée comme un défaut. Par contre le rance (l'oxydation) est considéré comme défaut [7]

4-2-Caractères physico-chimiques :

Les trois analyses : acidité libre, valeur de peroxyde et l'examen spectrophotométrique à 270 nm et 232 nm sont rapides et nécessitent peu de matériel. Il est donc possible de connaître rapidement l'état général de la qualité de l'huile d'olive à analyser. Cependant, Les normes de qualité en industries agroalimentaires étant de plus en plus rigoureuses, Alors que d'autres critères doivent cependant être pris en considération voir **(Tableau 3)**.

Les limites établies pour chaque critère et chaque dénomination comportent les marges d'erreur de la méthode recommandée :

Tableau 3: Données physico-chimiques de classification des huiles CONSEIL OLÉICOLE INTERNATIONAL COI/T.15/NC n° 3/Rév. février 2015 [5]

	l'huile d'olive vierge extra	l'huile d'olive vierge	l'huile d'olive vierge courante	l'huile d'olive vierge lampante*	l'huile d'olive raffinée	l'huile d'olive	L'huile de grignons d'olive brute	L'huile de grignons d'olive raffinée	L'huile de grignons d'olive
- <u>Caractéristiques organoleptiques</u> - odeur et saveur					acceptable	bonne		acceptable	bonne
- odeur et saveur sur une échelle continue) :									
-médiane du défaut	Me = 0	0 < Me ≤ 3,5	3,5 < Me ≤ 6,0**	Me > 6,0					
-médiane du fruité	Me > 0								
- couleur					Jaune Clair	Claire jaune à vert		Claire jaune à jaune brun	Claire jaune à vert
-aspect à 20o pendant 24 heures					Limpide	Limpide		Limpide	Limpide
- <u>Acidité libre % m/m</u> exprimée en acide oléique	≤ 0,8	≤ 2,0	≤ 3 ,3	>3,3	≤ 0,3	≤ 1,0	non limitée	≤ 0,3	≤ 1,0
- <u>Indice de peroxyde</u> en milliéquivalent d'oxygène des peroxydes par kg d'huile	≤ 20	≤ 20	≤ 20	non limité	≤ 5	≤ 15	non limitée	≤ 5	≤ 15

* La simultanéité 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. suite :

	l'huile d'olive vierge extra	l'huile d'olive vierge	l'huile d'olive vierge courante	l'huile d'olive vierge lampante*	l'huile d'olive raffinée	l'huile d'olive	L'huile de grignons d'olive brute	L'huile de grignons d'olive raffinée	L'huile de grignons d'olive
-Absorbance dans l'ultra violet: -à 270 nm (cyclohexane) /268 nm (isooctane)	≤ 0,22	≤0,25	≤ 0,30		≤ 1,10	≤ 0,90		≤ 2,00	≤ 1,70
-Δ k -à 232 nm*	≤ 0,01 ≤ 2,50**	≤ 0,01 ≤ 2,60**	≤ 0,01		≤0,16	≤ 0,15		≤ 0,20	≤ 0,18
-Teneur en eau et en matières volatiles % m /m:	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,2	≤ 0,3	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 1,5	≤ 0,1	≤ 0,1
-Teneur en impuretés insoluble dans l'éther de pétrole % m /m :	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,05	≤ 0,05		≤ 0,05	≤ 0,05
-Point d'éclair :	-	-	-	-	-	-	≥ 120oC	-	-
-Traces métalliques mg /kg :	≤ 3,0	≤ 3,0	≤ 3,0	≤ 3,0	≤ 3,0	≤ 3,0		≤ 3,0	≤ 3,0
- Fer	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1	≤ 0,1		≤ 0,1	≤ 0,1
- cuivre									
-Esters méthyliques (FAME) et esters éthyliques (FAEE) des acides gras	ΣFAME+FAEE<75mg/kg(campagne 2012/13) FAEE ≤ 40 mg/kg (campagne 2013-2014), FAEE≤35mg/kg (campagnes 2014-2015), FAEE ≤ 30 mg/kg (après 2015)								

* 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.

5- Composition de l'huile d'olives :

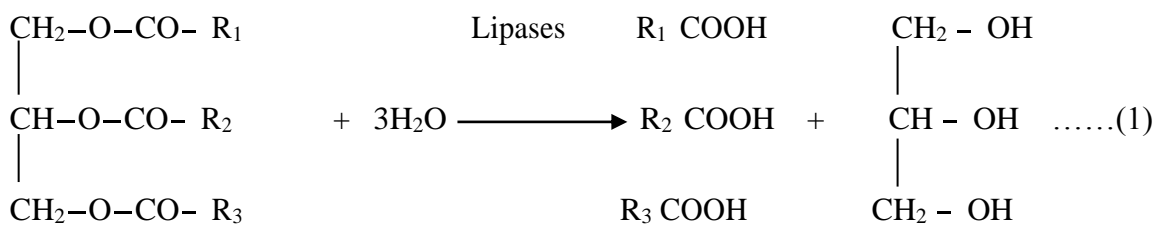
L'huile d'olive contient un grand nombre de composés structurellement hétérogènes dont les principaux sont les triacylglycérols (>95%) qui sont essentiellement mono insaturés, une faible quantité d'acides gras libres, du glycérol, des pigments, et un grand nombre de composants dits «mineurs» présents 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 (Kiritsakis, 1998). (Aparicio et ses collaborateurs 1999) ont estimé la contribution des composés phénoliques, acides gras, l'_-tocophérol et les pigments dans la stabilité de l'huile, à environ 30%, 27%, 11% et 6% respectivement.

De nombreux facteurs affectent la caractérisation de l'huile d'olive, rassemblés dans quatre groupes principaux environnementaux (sol, climat), agronomique (irrigation, fertilisation), culture (maturité et récolte du fruit d'olive) et technologique (entreposage après la récolte, système d'extraction) [8]

5-1-fraction saponifiable :

5-1-1-Triglycérides :

Les triglycérides sont des triesters résultant de la combinaison de trois molécules d'acide gras par leur fonction carboxyle avec les fonctions alcooliques du glycérol (réaction 1).



Triglycéride

Acides gras libres

Glycérol

Ils constituent environ 98% de l'huile d'olive et sont principalement mono insaturés.

Les triglycérides sont couramment désignés par trois lettres correspondant aux abréviations des acides gras qui estérifient le glycérol. Ainsi à titre d'exemple, OOO est le trioléoyl glycérol ou trioléine et POO, le pami toy l, dioléoyl glycérol ou palmitoyl dioléine.

Les triglycérides qui se trouvent dans des proportions significatives dans l'huile d'olive sont: OOO (40-59%), POO (12-20%), OOL (12,5-20%), POL (5,5-7%) et SOO (3-7%) [9]

Quand le glycérol est lié à trois molécules d'un même acide gras, le triglycéride est dit homogène, le triglycéride est dit hétérogène dans le cas contraire. Selon la combinaison et la position des acides gras sur le glycérol, le triglycéride aura une structure différente et pourra être monoacide, symétrique ou asymétrique.

5-1-2- Les acides gras (AG)

Les acides gras peuvent exister à l'état libre dans la nature. Ce sont des composés organiques à base de carbone, d'hydrogène et d'oxygène. Ils sont formés d'une chaîne hydrocarbonée plus ou moins longue terminée par un groupement carboxyle.

La chaîne aliphatique hydrocarbonée peut être saturée ou peut présenter une double liaison (d'acides gras mono insaturés) ou plusieurs doubles liaisons (d'acides gras polyinsaturés) :

- Cette chaîne carbonée peut être dépourvue de toute double liaison carbone-carbone, dans ce cas les acides gras sont dits « **saturés** » **AGS** ils représentent 12 à 18 % (selon les productions) des lipides totaux de l'huile d'olive.)

Exemples :

- L'acide palmitique ($\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{14} - \text{COOH}$) (16:0).
- L'acide stéarique ($\text{CH}_2 - (\text{CH}_2)_{16} - \text{COOH}$) (18:0)

Elle peut également contenir une double liaison ou plusieurs doubles liaisons dans ce cas les acides gras sont dits « **insaturés** » **AGI** :

- une double liaison Acides Gras Monoinsaturés **AGMI** :

Ils représentent 72% des acides gras totaux. Parmi les acides gras monoinsaturés, nous citons :

- l'acide oléique qui est le principal AG de l'huile d'olive :



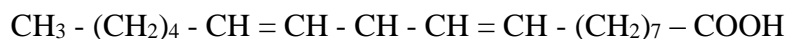
- L'acide palmitoléique: $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_5 - \text{CH} = \text{CH} - (\text{CH}_2)_7 - \text{CO}$ C16:1

- plusieurs doubles liaisons Acides Gras Polyinsaturés **AGPI** :

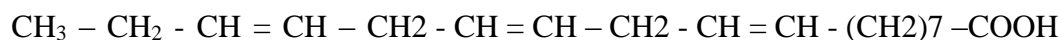
Parmi les Acides gras poly insaturés, on note une majorité d'acide linoléique l'huile d'olive en contient de 3,5 à 21% selon les conditions climatiques, les conditions de culture et bien entendu la variété de l'olivier [10].

Les acides gras essentiels : On distingue deux familles selon la place de la première double liaison sur la chaîne carbonée:

- L'acide linoléique composé de 18 atomes de carbone et qui comprend deux doubles liaisons, dont la première en position 6 :



- L'acide α -linoléique composé de 18 atomes de carbone et qui comprend trois doubles liaisons dont la première en position 3 :



Ce tableau Montre quelques acides gras selon leurs degrés d'insaturation et leur nombre de carbones.

Tableau 4 : Classement des acides gras en fonction du degré d'insaturation et du nombre de carbones [1].

Acide gras	Nombre de carbones	Longueur de la chaîne carbonée	Degré de saturation	Aliments
Caproïque	6	Courte	saturé	Beurre
Caprylique	8	Moyenne	saturé	Noix de coco
Caprique	10	Moyenne	saturé	Palmiste, noix de coco
Laurique	12	Moyenne	saturé	Noix de coco
Myristique	14	longue	saturé	Muscade
Palmitique	16	longue	saturé	Huile de palme
Stéarique	18	longue	saturé	Graisses animales
Oléique	18	longue	monoinsaturé	Huile d'olive
Linoléique	18	longue	polyinsaturé	Huile de maïs
Linoléique	18	longue	polyinsaturé	Huile de soja

5-2-fraction insaponifiable

Représente 2 à 4% de l'huile, ce sont des produits mineurs importants par le rôle qu'ils jouent dans le métabolisme et la structure cellulaire.

Cette fraction est composée essentiellement :

- Phénols qui sont des antioxydants et protègent l'huile contre le vieillissement.
- Vitamines dont les principales sont les vitamines E, K, D et A.
- D'alcools (stérols, méthyle-stérols, alcools tri-terpéniques, alcools aliphatiques....).
- Pigments qui donnent la couleur jaune ou verte à l'huile. Ce sont principalement la

chlorophylle (verte) et le carotène (jaune). Leur proportion dépend beaucoup de la maturité des olives.

- Les hydrocarbures...etc .

6- Les bienfaits de l'huile d'olive sur la santé

Les effets bénéfiques de la consommation d'huile d'olive ne sont pas dus à l'acide oléique seulement .Mais D'autres composants secondaires de l'huile d'olive ont des effets bénéfiques sur la santé. [1].

- Riche en acides gras insaturés, principalement l'acide oléique, en antioxydants (polyphénols), en vitamine E et autres constituants, l'huile d'olive diminue le risque des maladies cardiovasculaires, le taux du mauvais cholestérol (LDL) (Pelletier et al, 1995) dans le sang et protège contre la formation de cellules cancérogènes Ou réduction de plusieurs types de cancers lors de la consommation d'huile d'olive tels que : les cancers du sein, du colon, de l'épidermoïdes de l'œsophage et de la prostate) cela grâce à sa forte proportion en acides gras mono-insaturés (AGMI) et un taux élevé d'antioxydants.[9].[1].

- elle diminue la sécrétion acide de l'estomac et l'acide oléique permet aussi d'améliorer l'absorption intestinale de calcium et de la vitamine D [1].Les propriétés digestives de l'huile d'olive ont conduit à son utilisation dans le traitement des troubles gastriques, biliaires, et de la constipation.

- Selon Berra G., De Gasperi R. (1980), l'huile d'olive joue aussi un grand rôle dans la prévention et le ralentissement de l'apparition du diabète sucré.

CHAPITRE II OXYDATION DES LIPIDES

1- Introduction

Du fait de leur importance nutritionnelle, les acides gras insaturés sont des composants importants dans des nombreuses formulations alimentaires. Toutefois, ces acides gras sont sensibles à l'oxydation.

La dégradation conduisant au rancissement hydrolytique sont la lipolyse enzymatique et l'hydrolyse des lipides. Elles sont caractérisées par une forte augmentation de l'acidité des produits altérés.

Le rancissement oxydatif ou hydrolytique des lipides, limite leur durée de conservation et les rend inaptes à la consommation alimentaire. [11]

2- Les différents Types d'altération des lipides

L'huile d'olive est une matière précieuse et des conditions défavorables peuvent altérer ses qualités. Comme pour la plupart des produits alimentaires, pour ceux ne contenant pas de conservateurs.

Les différentes voies d'altération des lipides sont :

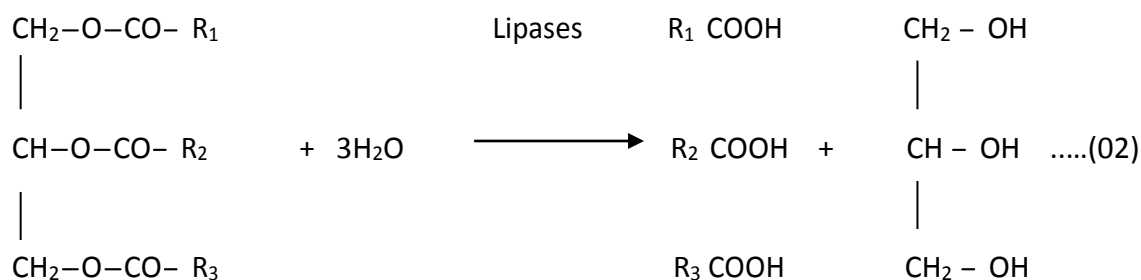
- L'hydrolyse.
- Polymérisation.
- L'oxydation .

L'hydrolyse et l'oxydation sont les principales voies d'altération des lipides au cours de la production, du stockage et de la transformation des huiles.

1-Hydrolyse

L'acidification est le résultat d'une hydrolyse partielle ou totale des triglycérides qui donne des acides gras libres en présence des enzymes: lipases ou les estérases qui hydrolysent les liaisons esters des glycérides, et libèrent à partir des triglycérides des acides gras libres, des diglycérides et des monoglycérides (réaction 01).

Les acides gras libres formés peuvent ensuite servir de substrats pour les réactions d'oxydation car les acides gras s'oxydent facilement lorsqu'ils sont à l'état libre. [1]. Ce qui entraîne la diminution du pH des corps gras.



Triglycéride

Acides gras libres

Glycérol

Ils existent deux types de réactions d'hydrolyse :

- Hydrolyse enzymatique : elle n'affecte que les huiles brutes car le raffinage élimine les lipases qui sont l'origine de la (réaction 02) [12].
- hydrolyse spontanée : elle se produit au cours du stockage et du traitement thermique, auto catalysée par les acides gras libres. [12].

2-Polymérisation

Le chauffage des lipides à des températures supérieures à 100 voire 150 °C, conduit à la formation de polymères, de composés cycliques ou isomérisés. [1].

3- Oxydation des lipides

L'huile d'olive est sensible à l'oxydation ou rancissement des acides gras insaturés à l'état libre ou estérifiés en triglycérides, d'autres composés de nature lipidique sont par ailleurs oxydables : vitamines liposolubles, stérols... [9] ; l'oxydation se fait au niveau des doubles liaisons carbone=carbone. Cette dernière est accélérée par différents facteurs .

Les facteurs qui influencent l'oxydation des lipides : sont nombreux Il s'agit de :

- Fcteurs internes : tels que la composition en acides gras des lipides (nombre et position des insaturations), la présence de pro oxydants (hème, ions métalliques, enzymes).
- Facteurs externes : tels que la température, la lumière, la pression partielle en oxygène, l'activité de l'eau, les conditions de stockage et de transformation [13].

Ces différents facteurs favorisent le développement des réactions d'oxydation, qui induisent la dégradation des propriétés biochimiques, organoleptiques (formation de composés volatils d'odeur désagréable : rancissement) et nutritionnelles (par interaction des produits d'oxydation avec les acides aminés de l'aliment) [13][12].

L'oxydation des lipides conduit également à la formation des peroxydes qui sont des molécules cancérigènes.

Les substrats de ces réactions, sont principalement les acides gras insaturés. Ils s'oxydent en général plus vite lorsqu'ils sont libres et insaturés. Les acides gras saturés ne s'oxydent qu'à une température supérieure à 60°C, tandis que les acides polyinsaturés s'oxydent même lors de l'entreposage des aliments à l'état congelé.

3- Les mécanismes généraux de l'oxydation des lipides

Initialement, l'oxydation des lipides se fait de manière lente, ensuite, elle augmente soudainement, et la durée de la première étape est appelée « période d'induction » ou « temps d'induction » [1]. L'oxydation des lipides peut se dérouler selon diverses voies réactionnelles en fonction du milieu et des agents initiateurs

3-1- L'oxydation enzymatique

L'enzyme principalement impliquée est la lipoxygénase. La lipoxygénase catalyse l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé selon une réaction stéréospécifique, et aboutit à la formation d'hydroperoxydes. Elle agit spécifiquement sur les acides gras non estérifiés. Son activité est donc souvent couplée avec celle des lipases et phospholipases. [1].

3-2- L'auto-oxydation :

L'auto-oxydation de la matière grasse au contact de l'oxygène constitue un ensemble complexe de réactions non encore complètement élucidées. Elles conduisent à la rupture des chaînes carbonées avec le développement de produits pour la plupart volatils, à structure carbonylée figure 1 Les propriétés organoleptiques de la matière grasse sont altérées [1]

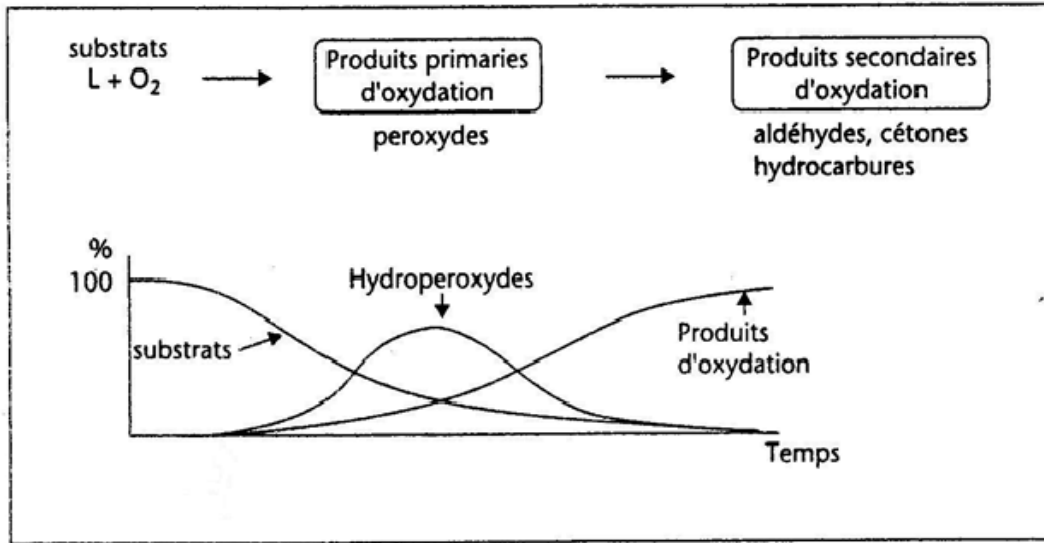


Figure 1: le schéma simplifié l'auto-oxydation des lipides .

3-3-l'oxydation par l'oxygène singulet:

L'oxygène singulet réagit directement par simple addition sur chaque carbone de la double liaison du lipide pour donner un hydroperoxyde. Selon ce mécanisme .[1]

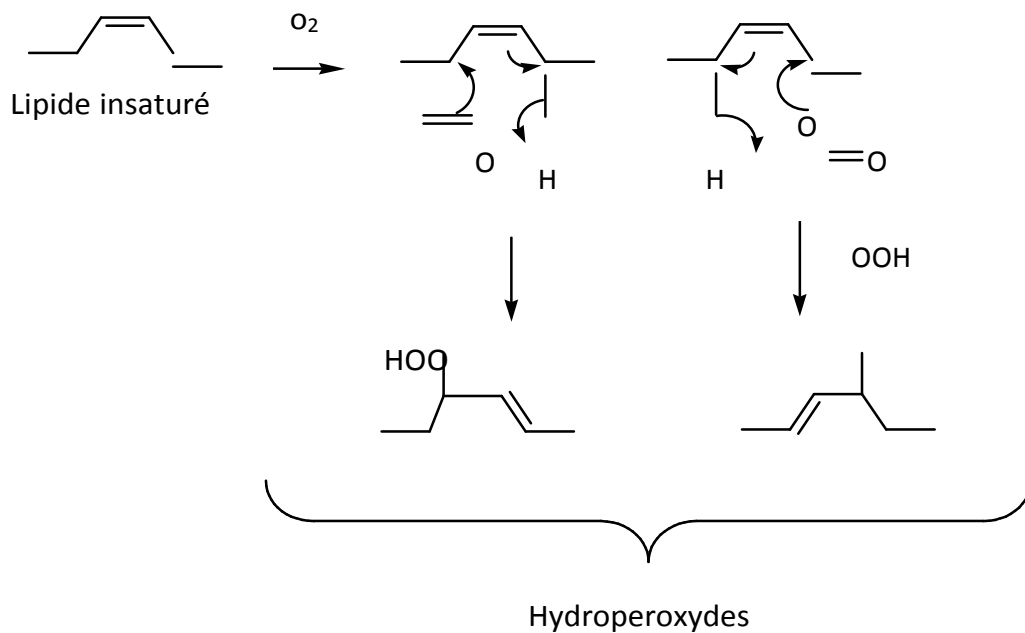


Figure 2 : Réaction de l'oxygène singulet avec un lipide insaturé. [1]

Le bêtacarotène est un antioxydant naturel, agit comme protecteur en désactivant l'oxygène singulet produit par les chlorophylles en filtrant les longueurs d'onde actives des radiations

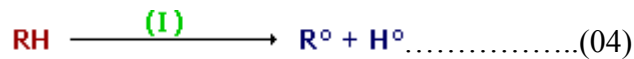
lumineuses et protège ainsi l'huile contre l'activation de l'oxygène par la lumière [1].

4-Mécanismes réactionnels

L'oxydation des lipides est une réaction auto-catalytique. Il s'agit d'un enchaînement de réactions radicalaires se déroulant schématiquement en trois étapes : Initiation, propagation et terminaison . Une première réaction produit un radical libre par élimination d'un hydrogène de l'acide gras (initiation). Puis les réactions s'enchaînent pour produire plusieurs radicaux libres (propagation) qui se combinent pour former des composés non radicalaires (terminaison).

• **Initiation**

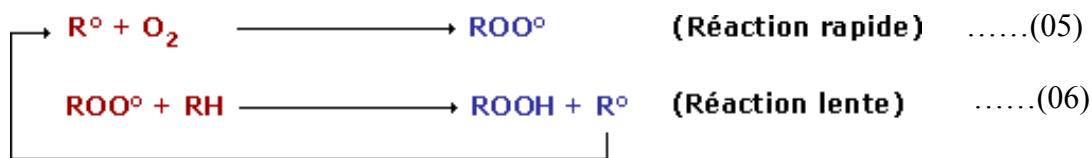
En présence d'un initiateur (I), les acides gras insaturés (RH) perdent un proton (H°) pour former un radical libre de lipide R° radical alkyle (réaction 04) . L'arrachement du proton est facilité tant par la chaleur (agitation moléculaire) que par les rayonnements ou les catalyseurs (métaux tels que Cu, Fe, Co, Mn, Ni...) [12].



Phase d'initiation

• **Propagation**

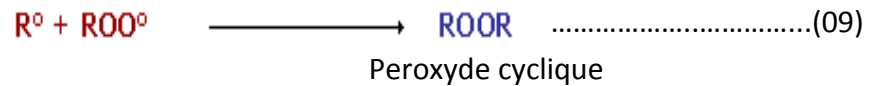
Les radicaux libres formés radical alkyle , très réactif (R°) fixent l'oxygène moléculaire et forment des radicaux libres peroxydes instables (ROO°) (réaction 05) qui peuvent réagir avec une nouvelle molécule d'acide gras (RH) pour former des hydroperoxydes (ROOH) non radicalaire plus stable (produits secondaires) (réaction 06). mais générant une nouvelle espèce radicalaire sur le deuxième acide gras



Phase de propagation

• **Terminaison**

Les radicaux formés réagissent entre eux pour conduire à un produit qui n'est pas un radical libre (espèce non radicalaires), mettant ainsi fin aux cycles réactionnels.



Phase de terminaison

Les hydroperoxydes, les premiers produits de l'oxydation des lipides sont instables. Ils vont donc rentrer dans une série de réactions complexes, qui vont aboutir à une myriade de composés ayant des poids moléculaires variables. A ce stade, le goût et la qualité de la matière grasse est altéré ; ce qui réduit sa qualité marchande et réduit directement sa durée de vie. [12] [11]

La figure 3 représente un schéma simplifié les différentes stades d'oxydation de la matière grasse insaturée (RH) : initiation (amorçage) ; propagation et terminaison.

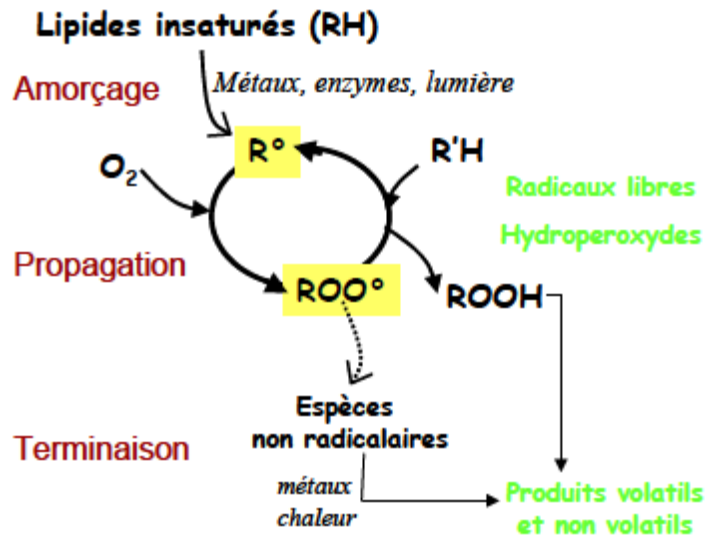


Figure 3 : Représentation schématique des principales étapes de l'oxydation des lipides [14].

4- Facteurs influençant l'oxydation des lipides

Les principaux facteurs impliqués dans l'oxydation des lipides au cours des procédés de transformation et de conservation des aliments sont: la température, la lumière, la pression partielle en oxygène, et les traces métalliques. Le contrôle ou l'inhibition de l'oxydation des lipides est basée sur la maîtrise de ces facteurs. [12]

A. Influence de la Température

Une élévation de température favorise l'oxydation des lipides. Ainsi, les opérations de cuisson sont bien connues pour avoir un effet pro-oxydant marqué. Au contraire, la congélation est un bon moyen pour augmenter la durée de conservation des aliments, car la vitesse d'oxydation des lipides est notablement réduite à faible température.

B. Influence de l'Oxygène

Son incidence est donc à la fois sur la durée de conservation du produit et sur la nature des odeurs perçues quand le produit est oxydé. Plus l'huile est aérée c'est-à-dire la surface de contact est accrue, plus la réaction d'oxydation est avancée.

C. Influence des Traces métalliques

La décomposition des lipides peut être accélérée de manière significative par la présence des métaux lourds tels que le cuivre, le fer et le cobalt.

D. Influence de la lumière

L'énergie lumineuse accélère le processus d'oxydation des lipides. Elle favorise la formation de radicaux libres. Les radiations visibles et ultraviolettes sont les plus actives, elles ont une action catalytique très intense sur la détérioration des acides gras polyinsaturés.

**DEUXIEME
PARTIE
ETUDE EXPERIMENTALE**

**MATERIEL
ET
METHODES**

1- Objectif

L'objectif de ce travail, est d'étudier l'effet du chauffage par micro-ondes sur la qualité de l'huile d'olive de six régions d'Algérie.

2- Préparation des échantillons

Les différentes variétés d'huiles d'olives, ont été procurées du lieu de récolte (huileries) de manière aléatoire. Chaque échantillon d'huile est représentée par un ensemble des variétés non identifier (environ 250 ml de chaque) choisi sur la base de critères de disponibilités.

Les échantillons d'huiles, au nombre de six (Boumerdes ;Guelma ;.Setif ;Bejaia ;Tizi-ouzou ;Biskra), ont été fournies des huileries, durant les mois de janvier et février 2016. Les échantillons ont été conservés dans des flacons sombres à 4°C jusqu'à l'étape de traitement par micro-onde.

Tous les échantillons d'huile d'olive qui ont subi un chauffage par micro ondes, ont été placés individuellement (une quantité de 40 ml dans des boites de pétrie) sans traitement ou modification physique et/ou chimique, la puissance de micro-onde (de marque LG Grill intellowave) est fixée à 800 W (l'équivalent ≈ 200 °C) dans des intervalles de temps de chauffage égale à 0 min (huile non chauffée) ; 5 min ; 10 min et 15 min (**Tableau N°5**), c e s é c h a n t i l l o n s sont mis dans des flacons en verre fumé propres et secs muni d'un bouchon et placé à l'abri de la lumière (réfrigérés) selon la norme AFNOR T60-280. (1987)[15]. Une étiquette est collée sur chaque flacon, indiquant la région oléicole et le temps de chauffage.

Tableau N° 5: Caractéristiques et codage des échantillons d'huile d'olive.

Codage par région	Chauffage (min)			
	* t =0	t =5	t =10	t =15
Boumerdes	Bds 0	Bds 5	Bds10	Bds15
Tizi Ouzou	Tzo0	Tzo 5	Tzo10	Tzo15
Bejaia	Bej0	Bej 5	Bej10	Bej15
Biskra	Bis0	Bis 5	Bis10	Bis15
Guelma	Gal0	Gal 5	Gal10	Gal15
Setif	Stf0	Stf 5	Stf10	Stf15

*:temps par minute.

3- Analyse des caractéristiques physico-chimiques des huiles

3-1-Humidité

La teneur en eau est un des paramètres importants à déterminer. Plusieurs méthodes ont été proposées, la plus simple étant celle de la perte de masse après passage à l'étuve à 105°C. On effectue une double pesée avant et après un passage d'une durée suffisante à l'étuve (vérification de la masse constante).

Les normes internationales comme les normes françaises n'ont retenu comme méthode que la perte de poids dans une étuve chauffée à 100-105 °C jusqu'à poids constant. Nous donnons ci après la méthode la plus employée, celle de la recommandation I.S.O.907 dans la forme de la norme française V03-903[16].

Matériel

- Une balance électronique de marque OHAUS avec une précision de 10⁻⁴.
- Etuve de séchage de marque MELAG réglé à 100-105 °C.
- Un dessiccateur.
- Cristalliseur Pyrex ou creuset en porcelaine.

Mode opératoire

Peser le creuset en porcelaine vide ; noter sa masse p en g. Peser avec précision votre prise d'essai de l'huile dans le creuset en porcelaine noter la masse exacte de l'échantillon en g ; Placer l'échantillon dans l'étuve à 105°C ; faire sortir l'échantillon, le refroidir au dessiccateur, on pèse à nouveau le creuset ; noter sa masse (g).

Expression des résultats

Calculer la teneur en eau, de l'humidité $H(\%)$ selon les formules suivantes :

$$H(\%) = (m_1 - m_2) * 100 / (m_1 - m_0)$$

Avec :

m_0 = masse de la capsule vide (g)

m_1 = masse de l'huile d'olive 1g avant séchage (g).

m_2 = masse de l'huile d'olive après séchage (g)

3-2-Indice d'acidité (A%) :

L'acidité : est la teneur de l'huile d'olive en acides gras libres résultant de l'hydrolyse des triglycérides et exprimée conventionnellement en acide oléique (g/100g d'huile). L'acidité est mesurée selon la norme Organisation Internationale de Normalisation (ISO 660, 1996).[17]

L'indice d'acide : correspond au nombre de milligrammes de potasse (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres dans un gramme de corps gras.

Matériels

- Une burette de 10ml.
- Une éprouvette de 25ml.
- Un erlenmeyer (fiolle conique) de 250ml.
- Une balance de marque OHAUS avec une précision de 10^{-4} .

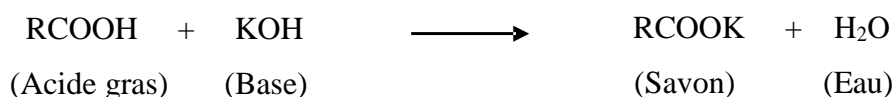
Réactif

- Ethanol à 96%.
- Solution d'hydroxyde de potassium (0,1N) .
- Phénolphtaléine (10g dans 1 litre d'éthanol 96).

Mode opératoire

L'acidité libre, exprimée en pourcentage d'acide oléique, a été déterminée sur une prise d'essai de 1g d'huile d'olive dissoute dans 50 ml d'éthanol neutralisée. Les fonctions carboxyliques libres (Le mélange) sont dosées par une solution de d'hydroxyde de potassium KOH éthanolique à 0,1 N en présence de quelque gouttes de phénolphtaléine à 1% dans l'alcool absolu .La fin du dosage est marquée par l'apparition d'une couleur légèrement rose persistant .

La méthode consiste à doser les acides gras libres par une solution titrée de potasse pour donner des savons selon la réaction acido-basique suivante:



Expression des résultats :

L'indice d'acide est calculé selon la formule :

$$\text{IA} = \frac{56,1 * V * N}{P}$$

Où :

V : le volume en ml de la solution titrée de KOH éthanolique utilisé pour le titrage .

N : la normalité de KOH éthanolique 0,1 N

P : la prise d'essai en grammes.

56,1 : nombre de mg de KOH

L'indice d'acide est exprimé en mg de KOH /g d'huile

L'acidité, exprimée en pourcentage est égale à :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{N * V * 282,5}{1000 * P} * 100$$

P : Masse de la prise d'essai en gramme ;

N : Normalité de la solution d'hydroxyde de potassium en eq.g/l;

V : Volume de titrage en ml ;

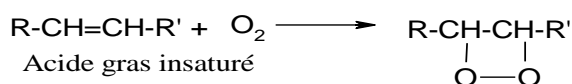
282.5g/mol : Masse molaire de l'acide oléique.

3-3-Indice de peroxyde (I P): (Etude d'altération)

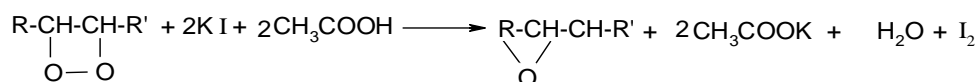
C'est la quantité de peroxyde présent dans l'échantillon, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif contenu dans un kilogramme de produit, oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode titré celui-ci par le thiosulfate de sodium $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation des huiles.

L'indice de peroxyde nous permet d'évaluer l'état de fraîcheur de l'huile. Cet indice est mesuré selon la norme : CACQE N° 11 .95.04 REV 0 [18]

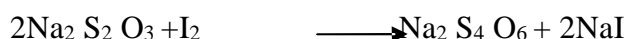
En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés s'oxydent en donnant les peroxydes selon la réaction suivante :



Sur une molécule de peroxyde, une molécule d'oxygène est fixée. Sur les deux atomes d'oxygène fixés, un seul est actif capable d'oxyder les iodures selon la Reaction suivante:



L'iode libéré sera réduit par thiosulfate de sodium d'après la réaction suivante :



Matériels

- Une burette de 10ml.
- Une éprouvette de 15ml.
- Une éprouvette de 10ml.
- Deux erlenmeyer (fiolle conique) de 250ml.
- Une balance électronique de marque OHAUS avec une précision de 10⁻⁴.

Réactifs

- Chloroforme.
- Acide acétique.
- Solution saturée d'iodure de potassium récemment préparée.
- Solution de thiosulfate de sodium Na₂S₂O₃ (0,01N).
- Empois d'amidon (solution aqueuse à 1%).

Mode opératoire

Dans un erlenmeyer, 1g d'huile est pesé et mélangé avec 10ml de chloroforme le tout est agité. 15ml d'acide acétique ainsi que 1ml de la solution d'Iodure de potassium (KI) sont ajoutés. Boucher aussitôt la fiole est agité pendant 1min et laissé reposer pendant 5min à l'abri de la lumière et à une température ambiante (15°C-25°C). 75ml d'eau distillée sont additionnés on rinçant le bouchon ; suivi d'un titrage de l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃) à 0,01N (coloration jaune) en agitant vigoureusement et en employant 1 ml solution d'amidon (1g/100ml) comme indicateur (la coloration devient bleue foncée) , jusqu'à la disparition de la couleur.

Un essai à blanc est effectué simultanément dans les mêmes conditions mais sans le corps gras.

Expression des résultats :

L'indice de peroxyde est exprimé en milliéquivalent d'oxygène actif par kg d'huile est calculé selon l'équation :

$$\text{Indice de peroxyde (IP) (meq. O}_2\text{/Kg)} = \frac{(V_{\text{ech}} - V_{\text{blanc}}) * N * 1000}{P}$$

Où :

V_{ech} : le volume de thiosulfate de sodium de l'échantillon (ml)

V_{blanc} : le volume requis pour titrer de blanc (ml)

N : normalité du la solution Na₂S₂O₃ (0,01 N).

P : prise d'essai de l'huile en grammes.

L'indice de peroxyde IP peut alors s'exprimer de trois façons :

- $IP = ((V_{ech} - V_{blanc}) * 5) / P$ en millimoles/kg.
- $IP = ((V_{ech} - V_{blanc}) * 10) / P$ en milliéquivalents/kg.
- $IP = ((V_{ech} - V_{blanc}) * 80) / P$ en microgrammes/g.

3-4-Indice de réfraction :

L'indice de réfraction est le rapport entre les vitesses de la lumière dans le vide et sa vitesse dans la substance. En pratique, la vitesse de la lumière dans l'air est utilisée à la place de celle dans le vide et la longueur d'onde choisie est celle de la moyenne des raies D du sodium (589,6) nm.

L'indice de réfraction d'une substance donnée varie avec la longueur d'onde de la lumière incidente et avec la température. On note l'indice de réfraction n_D^t où « t » est la température en °C. Les mesures sont effectuées avec un réfractomètre , la température est fixée à 20°C.

L'indice de réfraction étroitement lié au degré d'insaturation des acides gras constituant le corps gras, est influencé par de nombreux autres facteurs : acidité libre, oxydation, polymérisation, existence de fonction secondaire sur la molécule.

Matériels

- un réfractomètre N750078.

Réactifs

- Ether de pétrole ou hexane.

Mode opératoire

- Laver les prismes de réfractomètre par l'éther de pétrole ou hexane, les essuyer avec un chiffon propre très doux. Etalonner l'appareil à l'aide de l'eau distiller ($n_{20} = 1,3330$).
- Verser alors entre les prismes 2 à 3 gouttes du corps gras.
- Attende 2 à 3 min pour que l'échantillon prenne la température de l'appareil.
- Déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule.

- Lire l'indice de réfraction De l'huile d'olive.

3-5-Indice de couleur

Matériels

- un colorimètre de marque. Konica Minolta CR 10
- les boites de pétries en verre (petite).

Mode opératoire

Faire remplir les boites de pétries par l'huile d'olive est réaliser directement trois lectures ; les valeurs l, a, b sont lues directement a l'aide d'un colorimètre type Konica Minolta CR 10 en utilisant le système CIE lab. (Ruiz-Navajas ,Y 2011) .

4-Analyse spectrophotométrique dans l'ultra-violet

4-1-Détermination de l'absorbance et de l'extinction spécifique

Tous les corps gras naturels contiennent de l'acide linoléique en quantité plus ou moins importante. L'oxydation d'un corps gras conduit à la formation d'hydroperoxydes linoléique qui absorbent la lumière ultraviolette au voisinage de 266 nm .Si l'oxydation se poursuit, il se forme des produits secondaires d'oxydation, en particulier des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270 nm.

Les diènes et les triènes conjugués sont à doser dans l'huile d'olive selon la norme du Conseil Oléicole International (2011) [19]. Cet examen spectrophotométrique dans l'ultraviolet peut fournir des indications sur la qualité d'une matière grasse.

La détermination de l'absorbance à 232nm et au voisinage de 270nm permet la détection des produits d'oxydation des acides gras insaturés, lorsqu'ils ont une structure diénique conjuguée (exp : hydroperoxyde linoléique C18 : 2), et des produits secondaires d'oxydation ayant une structure triénique (dans le cas de la présence d'acides gras à trois doubles liaisons).

L'extinction à 270 nm d'un corps gras brut peut être considérée comme une image de son état d'oxydation, plus l'huile est peroxydée et plus l'extinction à 270 nm est forte, plus

elle est riche en produits secondaires d'oxydation en particulier des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270 nm. [9].

Matériels

- Une fiole jaugée de 10 ml.
- Une balance électronique de marque OHAUS avec une précision de 10⁻⁴.
- Un spectrophotomètre de marque UV-1800 SHIMADZU équipé de deux cellules de 1cm d'épaisseur.
- Deux cuves en quartz.

Réactifs

- Hexane pur

Mode opératoire

Une prise de 0,1 gr de l'huile d'olive et dissoute dans 10 ml de hexane. La lecture des absorbances est effectuée dans une cuve en quartz par rapport à celle du solvant, sur un spectrophotomètre équipé d'une fibre optique de 1cm d'épaisseur selon la norme conseil oléicole international 2011.[19]

Expression des résultats :

Les valeurs sont exprimées comme extinction spécifique K exprimé comme suit :

$$K = A_{\lambda} / C \times S$$

A_{λ} : Absorbance à la longueur d'onde λ .

C : Concentration de la solution en g/100ml.

S : chemin optique (1cm).

En vue de déterminer la variation de l'extinction spécifique (ΔK), on mesure les absorbances de l'échantillon d'huile d'olive aux longueurs d'onde 266 nm et 274 nm.

La valeur de ΔK est calculée selon la formule suivante :

$$\Delta K = K_{270} - [(K_{266} + K_{274}) / 2]$$

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

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

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

4-2-Détermination de la teneur en chlorophylles et en caroténoïdes

Les chlorophylles et les caroténoïdes sont déterminés par leurs absorbance à 670 et 472 nm, respectivement à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis. La norme utilisée est Minguez-Mosquera, 1991 [20]

Réactifs

- hexane

Matériels

- Spectrophotomètre UV-Vis de marque UV-1800 SHIMADZU.
- Deux Cuve en quartz.
- Balance électronique de marque OHAUS avec une précision de 10⁻⁴.

Mode opératoire

1,5 g d'huile sont précisément mesurés puis dissout dans du hexane à un volume final de 5 ml.

Le maximum d'absorption à 670 nm est relié à la fraction des chlorophylles et à 475 nm la fraction caroténoïdiques. La valeur du coefficient d'extinction spécifique appliqué est $\delta = 613$ pour la phéophytine comme composé majeur dans la fraction chlorophyllique est $\delta = 2000$ pour la lutéine comme composé majeur de la fraction caroténoïdique.

Expression des résultats

La teneur en pigment est calculée comme suit :

$$\text{Chlorophylles (mg/kg)} = (A_{670} \times 10^6) / (613 \times 100 \times d)$$

$$\text{Caroténoïdes (mg/kg)} = (A_{475} \times 10^6) / (2000 \times 100 \times d)$$

A : absorbance est d est la longueur de la cuve (1 cm).

5-Analyse par Spectroscopie infrarouge

Les huiles d'olive ont été soumises à une analyse par spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier. Les spectres infrarouges ont été réalisés à l'aide d'un spectromètre de marque BRUKER ALPHA pour une gamme de fréquences comprises entre 400 et 4000 cm^{-1} .

Analyse statistique

Les résultats présentés sont les moyennes de deux ou trois répétitions et exprimés par la moyenne \pm écart-type .

Les écarts-types sont calculés par le logiciel Excel 2007.

**RESULTATS
ET
DISCUSSION**

1. Teneur en humidité (H%)

L'humidité des huiles d'olives, indépendamment de l'origine géographique, est influencée par le mode d'extraction. En effet, les valeurs d'humidité des huiles d'olives témoins étudiées (Guelma, Setif et Tizi-ouzou) ont enregistré des pourcentages d'humidité les plus faibles variant de 0% à 0,14 %, par rapport à celles qui présentent un taux d'humidité moyennement acceptable (Boumerdes et Bejaia) avec un pourcentage de 0,55 % et 1,62 respectivement. Cependant, l'huile de Biskra représente seule, un taux d'humidité le plus important qui dépasse les normes 11,92 %. Les résultats obtenus sont illustrés dans la **figure 4**.

La présence des quantités importantes d'humidité dans les huiles altèrent directement la qualité de celle ci, et qui pourraient induire une hydrolyse, fragilisant les acides gras insaturés et induisant leur oxydation. [21]

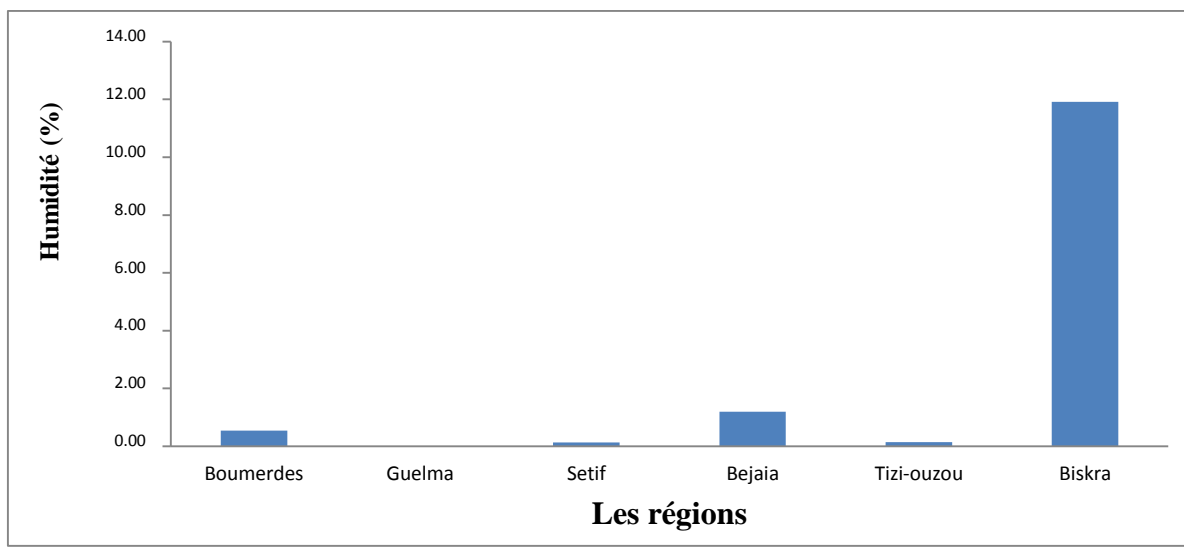


Figure 4: Pourcentage d'humidité des l'huiles d'olives non chauffés.

2. Acidité libre (A%)

L'acidité de l'huile d'olive est un facteur déterminant sa qualité. Elle permet à la fois la classification des huiles, et nous renseigne sur l'état d'altération des huiles alimentaires, qui sont présentes sous forme de triglycérides (98-99%) .[4]

L'analyse de l'acidité libre (exprimés en pourcentage d'acide oléique) des échantillons analysés a donné les résultats illustrés sur les figures (**fig5; fig6; fig7; fig8; fig9; fig10**).

On remarque que l'acidité libre des huiles d'olive étudiées avant chauffage se situe entre 1,01 % et 7,58 %. Sur la base de ces résultats et selon la norme du Conseil Oléicole International (COI; 2015), ces huiles peuvent être classées en trois catégories distinctes:

- Les huiles de la région de Biskra (A%=1,0185%) est classé parmi les huiles d'olive vierge, dont l'acidité libre est inférieure ou égale à 2,0 %.
- Les huiles des régions de Guelma (A%=2,7795 %) et Tizi-Ouzou

(A%=2,2856%) sont classés parmi les huiles d'olive vierge courante, dont l'acidité libre est inférieure ou égale à 3,3%.

- Les huiles des régions de Boumerdes (A%=6,8143 %), Setif (A%=7,5818 %), et Bejaia (A%=4,0344 %), sont classés parmi les huiles d'olive vierges lampantes, dont l'acidité libre est supérieure à 3,3%.

En effet, cette acidité élevée de l'huile d'olive, que nous avons obtenue peut être expliquée par l'état de maturité très avancée des fruits et à l'insuffisance aussi de précautions prises lors de la récolte ou du stockage des olives jusqu'à l'extraction. Ce qui entraîne la détérioration des fruits et par conséquent, l'augmentation de la teneur en acides gras libres.

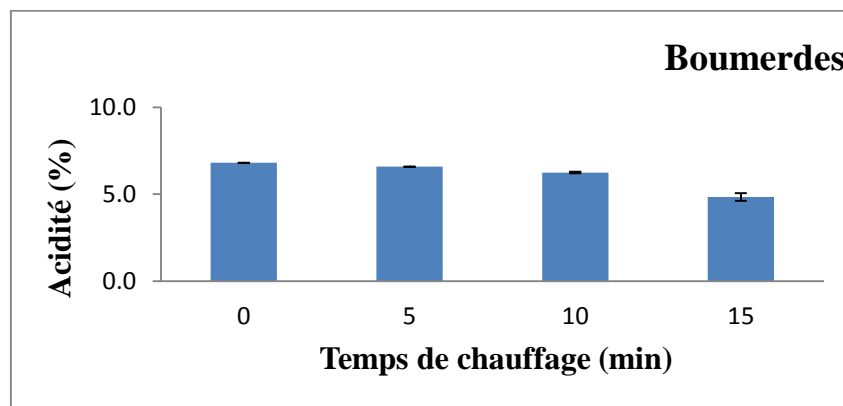


Figure 5 : L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de *Boumerdes*.

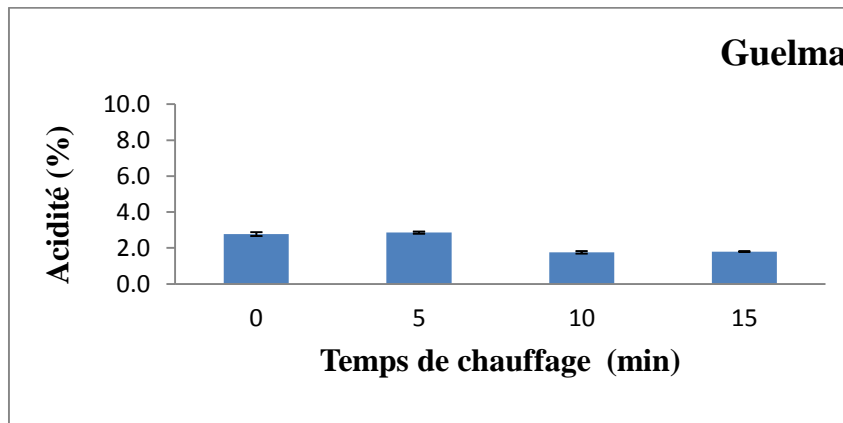


Figure 6 : L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de *Guelma*.

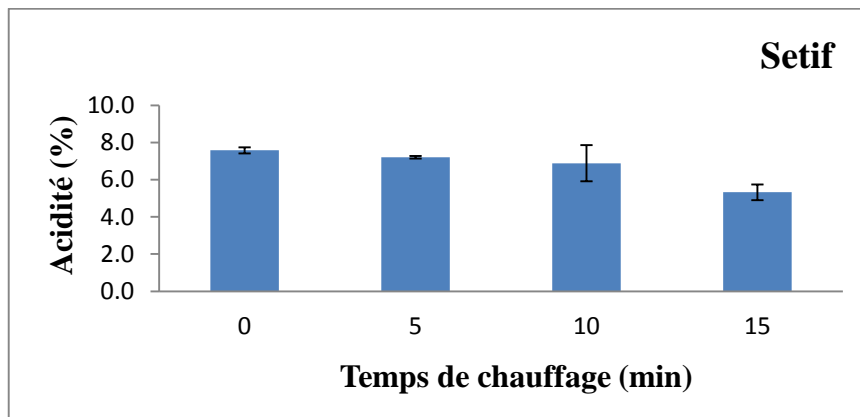


Figure 7 : L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de *Setif*.

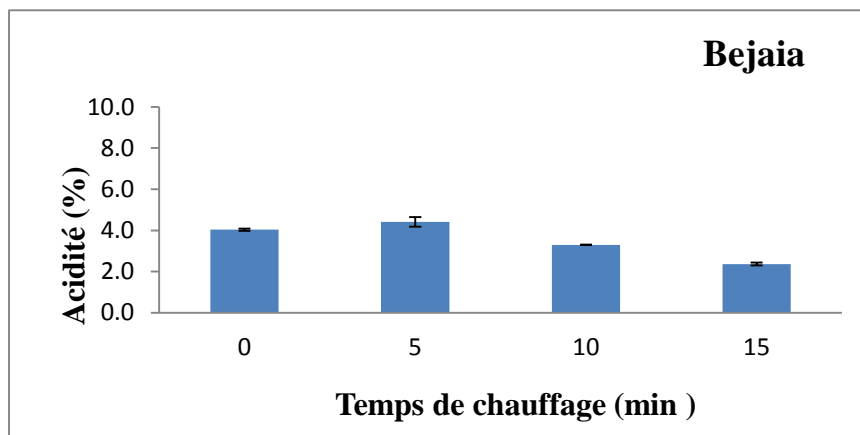


Figure 8 : L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de *Bejaia* .

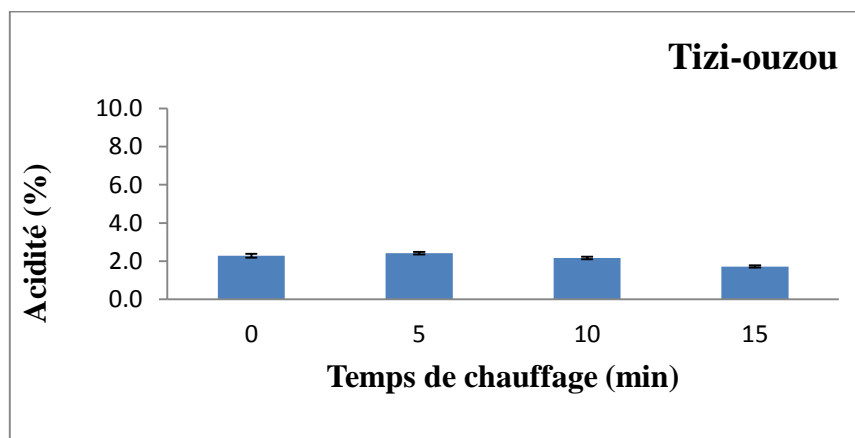


Figure 9 : L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de *Tizi-ouzou*.

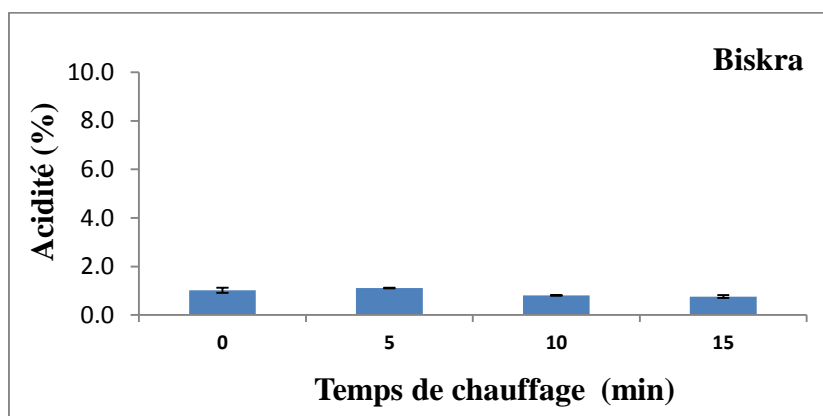


Figure 10 : L'évolution de l'acidité de l'huile d'olive de la région de *Biskra*.

L'examen des figures (**fig 6**, **fig 8**, **fig 9** , et **fig 10**), montre bien que l'acidité de toutes les huiles étudiées de Bejaia, Guelma, Tizi-ouzou et Biskra , quelles que soient leurs origines, augmente de manière légère de 0 a 5 min de temps de chauffage au micro onde, puis il y a eu une diminution significative observée entre 5 et 15 min de temps de chauffage. A l'exception des l'huiles de Sétif et de Boumerdes (**fig 5**, **fig 7**) qui ont enregistré des valeurs d'acidité de plus en plus faible tout au long du traitement. Cependant, cette acidité élevée est probablement dûe à l'hydrolyse des acides gras induite par l'enzyme de lipase, présent dans le fruit d'olive. En effet, dans notre travail, nous rappelons que les échantillons d'huiles d'olive sont issus de différentes régions, où l'extraction était effectuée par les huileries diverses (moderne et/ou traditionnelle).

D'une manière générale, la variation de l'acidité obtenue dans l'ensemble des huiles d'olives étudiées, ne concorde pas avec les travaux réalisés par **Malheiro et al. (2009)** et **Megahed, (2011)** [2] sur des huiles d'olive portugaises et l'huile de lin égyptienne chauffées par micro-ondes respectivement, ceci est probablement dû aux disparités dans la qualité des huiles choisies et aux niveaux initiaux d'acidité dûs soit aux techniques d'extraction soit à la durée entre la récolte et l'extraction.

3-Indice de peroxyde (IP)

L'analyse de la teneur en peroxyde exprimée en milliéquivalent O₂ actif / kg d'huile olive des échantillons analysés a donné les résultats illustrés sur les figures (**fig11**, **fig12**, **fig13**, **fig14**, **fig15** et **fig16**). Cet indice permet d'évaluer la teneur en produits primaires d'oxydation.[21][22]

Pour l'huile d'olive vierge, la norme COI fixe la valeur maximale de cet indice à 15 Méq O₂/Kg d'huile [5]

Avant le traitement, les échantillons que nous avons analysés (**figures 7-12**) sont conformes à la norme autorisé par **COI, 2015**, cependant il est possible d'observer des différences selon l'origine géographique, et le mode d'extraction.

L'indice de peroxyde des huiles de Setif et Tizi-ouzou augmente légèrement de 0 à 5 min de chauffage, par contre les huiles de Boumerdes, Guelma, Bejaia, Biskra montre une diminution de 0 à 5 min ; puis il y a eu une augmentation observée entre 5 et 15 min de temps de chauffage pour certains échantillons arrivant à dépasser la limite maximale préconisée par le COI, pour Boumerdes ; Guelma et Setif et perdent par conséquent leur classification.

L'évolution positive de l'indice de peroxyde est corrélée avec l'augmentation du chauffage (de la durée du traitement), car la température est un des facteurs principaux de l'apparition des hydroperoxydes, mais ces molécules sont instables et tendent à se décomposer en produits secondaires d'oxydation, ce qui explique la diminution de l'IP dans certain cas. Ces résultats sont en accord avec ceux trouvés antérieurement par [2] pour les huiles d'olive portugaise et par [23] pour les huiles d'olive Tchèque. A propos de l'effet de temps de chauffage par micro-ondes, nous avons observé une grande influence à part pour l'huile de Biskra qui a montré une légère diminution entre 5 et 15 min.

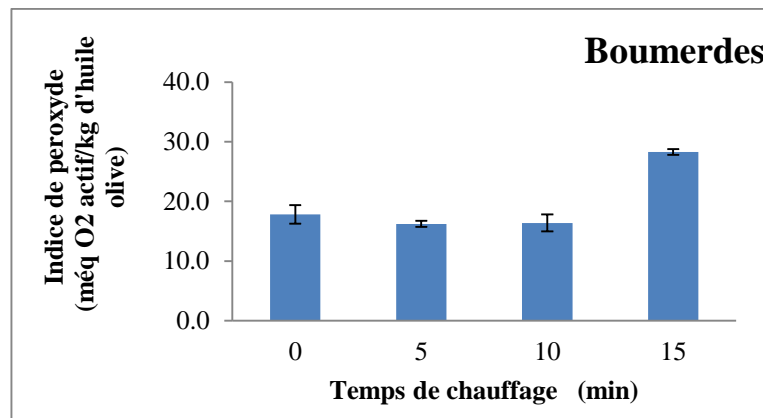


Figure 11 : L'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive de la région de *Boumerdes*

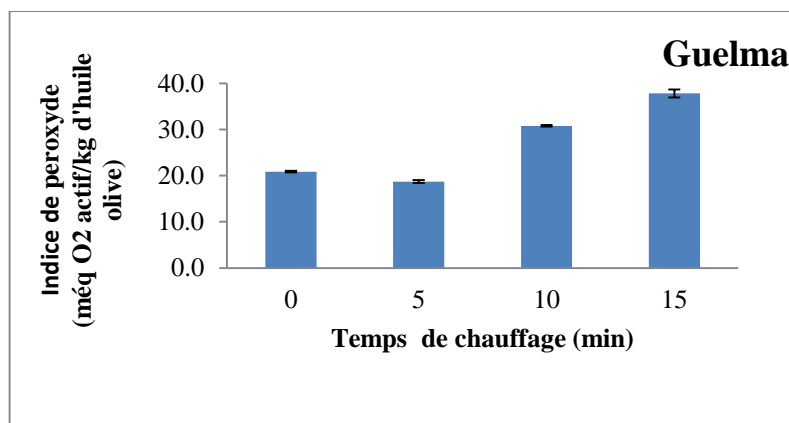


Figure 12 : L'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive de la région de *Guelma*

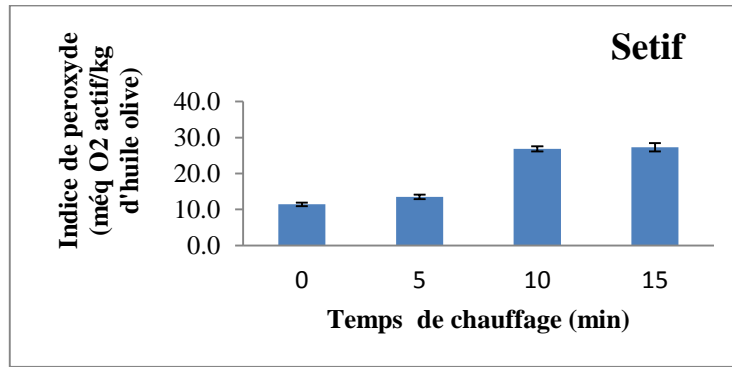


Figure 13 : de L'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive de la région de *Sétif*

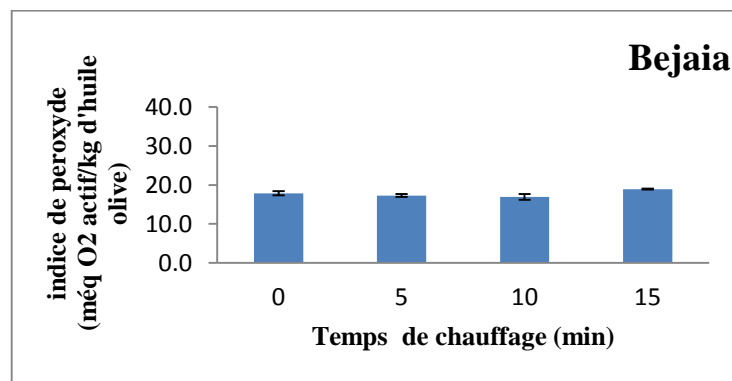


Figure 14 : L'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive de la région de *Bejaia*

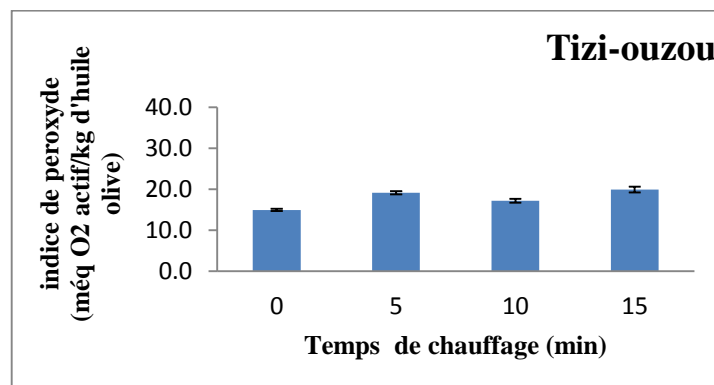


Figure 15 : L'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive de la région de *Tizi-ouzou*

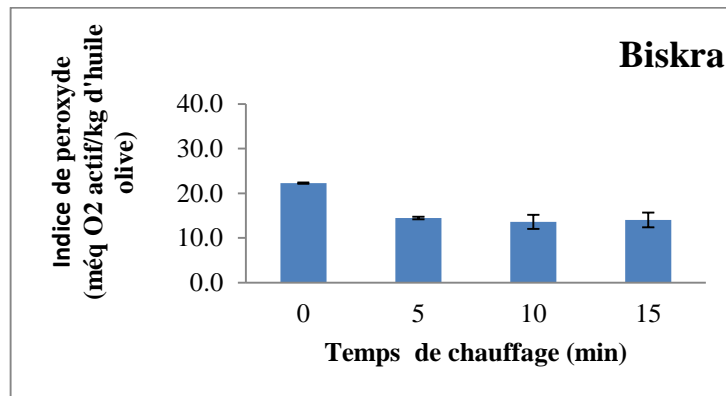


Figure 16 : L'évolution de l'indice de peroxyde de l'huile d'olive de la région de *Biskra*

4. Extinction dans l'ultra-violet

L'extinction spécifique à 232 nm et à 270 nm d'une huile reflète son état d'oxydation, plus les valeurs de ces deux extinctions sont fortes, plus l'huile est peroxydée, et plus elle est riche en produits d'oxydation secondaires en particulier des dicétones et des cétones insaturées qui absorbent la lumière vers 270 nm [9]. En effet, la présence des produits d'oxydation dans les huiles, traduit sa faible aptitude à la conservation [24]

Toutes les huiles contiennent des acides gras insaturés en quantité plus ou moins importante. L'oxydation des acides gras conduit à la formation des hydroperoxydes (les produits de l'oxydation primaire) qui absorbent la lumière au voisinage de 232nm (K232), alors les changements de l'absorption spécifique à 232nm (K232) sont utiles pour évaluer la formation de produits d'oxydation primaire. La lecture des figures (17 à 22), qui présentent l'évolution de l'absorption k232 de nos échantillons en fonction du temps de chauffage, montre que toutes les huiles ont subi une évolution en teneur des hydroperoxydes, mais de manières différentes. Généralement pour toutes les huiles d'olive étudiées, elles ont augmenté en k232 de 1,259 à 2,062.

Egalement, nous avons recherché l'effet de la durée de séchage par micro-ondes sur la stabilité des échantillons d'huile d'olive étudiés. En effet, l'évolution de l'extinction huiles avant le chauffage par micro-ondes était :

- Pour K₂₃₂ et ΔK :

Boumerdes=1,609 avec ΔK=0,0175 ; Guelma=1,739 ; avec ΔK=0,0058 ; Sétif=1,807 ; avec ΔK=0,0048 ; Bejaia=1,874 ; avec ΔK=0,0030 ; Biskra=1,3636 ; avec ΔK=0,002 ; Tiziouzou=1,450 avec ΔK=0,0044 présentent des valeurs de K₂₃₂ et ΔK autorisées par la norme du Conseil Oléicole International (COI ; 2015)

- Pour K₂₇₀ :

Guelma=0,184 ; Sétif=0,227 ; Bejaia=0,161 ; Biskra=0,2500 ; Tizi-ouzou=0,133

présentent des valeurs autorisées par la norme du Conseil Oléicole International (COI ; 2015) ; Cependant Boumerdes = 0,534 dépasse la limite établie par le COI.

Pour un temps de chauffage de 5 à 15 min, les échantillons traités ont enregistré une augmentation significative des valeurs de coefficients spécifiques (K270) dépassant ainsi la limite établie par le COI. Ce ci indique un processus de dégradation accélérée. Nos résultats sont conformes à ceux obtenus par **Malheiro et al. (2009)** [2] Alors que le coefficient K₂₃₂ dans les étapes de chauffage de 5, 10 et 15 min, les valeurs de coefficients spécifiques ont montré peu de variations ; après, 5 min à 10 min une augmentation significative a été observée pour tous les échantillons ; et de 10 min à 15 min une diminution est observée pour la plupart des échantillons à l'exception de celui de Sétif qui manifeste une forte augmentation.

Les échantillons présentent des valeurs de ΔK supérieures à 0,01. Cette dernière dépassant la limite fixée par COI.

Les valeurs de l'évolution de l'extinction spécifique et de la variation obtenues des échantillons étudiés en ultra-violet à $\lambda=232$ nm et à $\lambda= 270$ nm et ΔK sont présentées sur les figures 17 - 22.

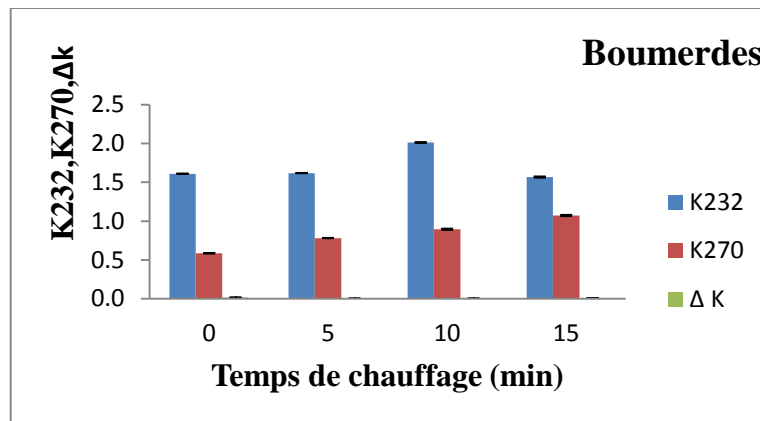


Figure 17 : L'évolution des K₂₃₂, K₂₇₀ et ΔK des huiles d'olive de la région de *Boumerdes*.

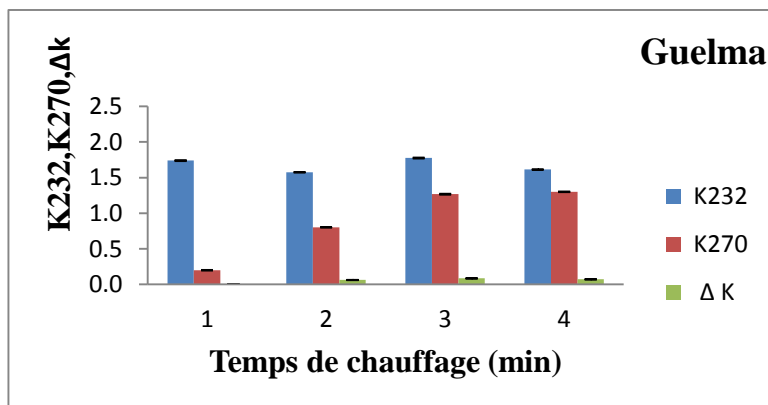


Figure 18 : L'évolution des K₂₃₂, K₂₇₀ et ΔK des huiles d'olive de la région de *Guelma*

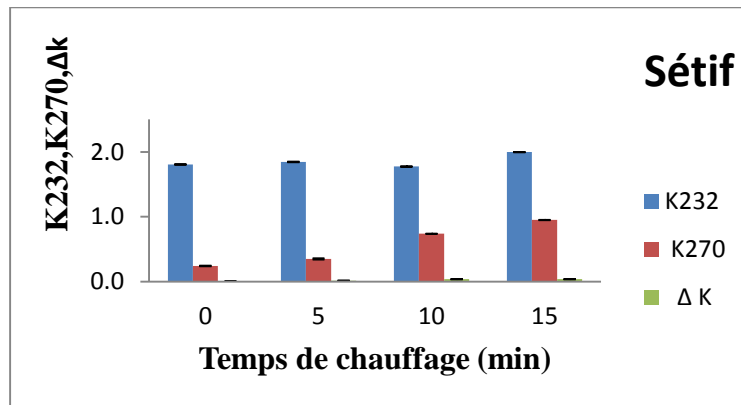


Figure 19 : L'évolution des K232, K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de *Sétif*.

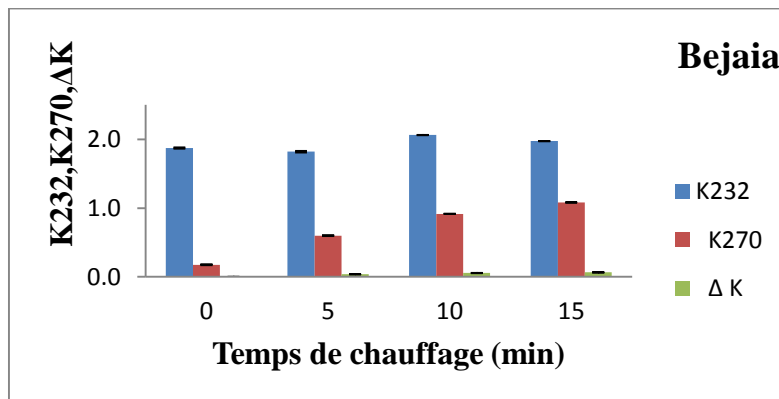


Figure 20 : L'évolution des K232, K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de *Bejaia*.

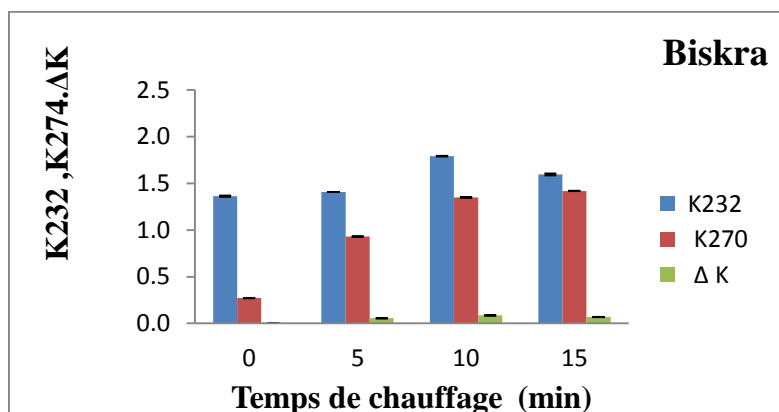


Figure 21 : L'évolution des K232, K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de *Biskra*.

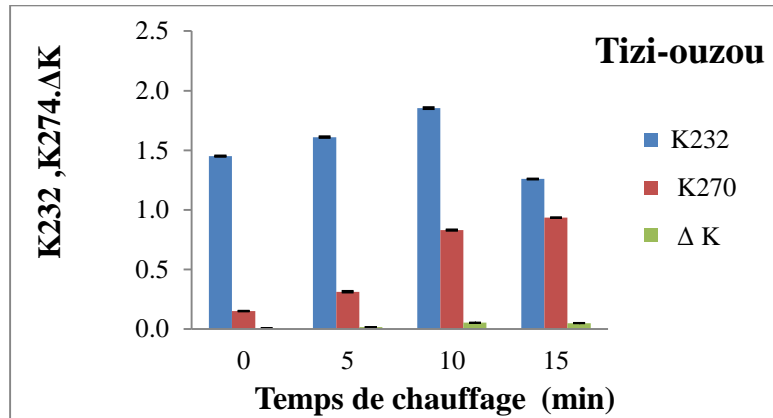


Figure 22 : L'évolution des K232, K270 et ΔK des huiles d'olive de la région de *Tizi-ouzou*

5-Teneur en pigments

L'huile d'olive contient des composés mineurs qui lui confèrent ses qualités organoleptiques et nutritionnelles. Parmi ces composés mineurs, les pigments, qui en raison de leur caractère anti-oxydant dans l'obscurité et pro oxydant dans la lumière, semblent jouer un rôle important dans la stabilité oxydative de l'huile au cours de son stockage et dans la préservation de sa qualité [2]

-La teneur en chlorophylles

Les Chlorophylles sont présents dans les huiles d'olive et sont responsables de la coloration verdâtre de certaines d'entre-elles [2][11]. Ces pigments sont également importants pour la stabilité de l'huile d'olive.

Dans ce travail, les témoins varient entre 0,56 mg/kg et 3,78 mg / kg, Ces faibles teneurs sont souhaitées pour éviter l'action pro-oxydante des pigments chlorophylliens et pour assurer ainsi une bonne conservation des huiles [25]. Après l'exposition de l'huile à un chauffage par micro-ondes, cette valeur diminue continuellement au fur et à mesure jusqu'à 15 min de chauffage dans la plupart des huiles traitées. Cela indique que le traitement par micro-ondes a pu dégrader une partie des pigments chlorophylles, rappelons que ceux-ci sont des promoteurs d'oxydation et l'huile en leur absence est plus stable oxydativement.

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

La teneur en caroténoïdes

Les bêta-carotènes sont des substances colorantes de l'huile d'olive, elles jouent un rôle important dans l'activité antioxydante de l'huile comme piègeur de l'oxygène actif [26]. Les résultats de cette analyse présentés dans les figures 23 à 28 sont exprimés en mg/kg d'huile.

En effet, la teneur en caroténoïdes dans les huiles non chauffées, était comprise entre 0,721 et 1,685 mg/kg pour les huiles. Alors qu'après l'exposition à un chauffage par micro-ondes, les mêmes constatations ont été enregistrées que pour les chlorophylles jusqu'à 15 min de chauffage pour l'ensemble des échantillons d'huiles d'olives.

Quant au procédé de chauffage, la chaleur a un effet important sur la perte en caroténoïdes, allant de 50% jusqu'à 75% de perte (cas de l'échantillon de Tizi-ouzou). Les résultats obtenus concordent parfaitement avec l'étude de **Malheiro et al. (2009)**[2], qui a trouvé des allures similaires aux nôtres, démontrant l'effet négatif de traitement micro-ondes sur les pigments caroténoïdes et par extension sur la barrière anti-oxydante protectrice de ces derniers.

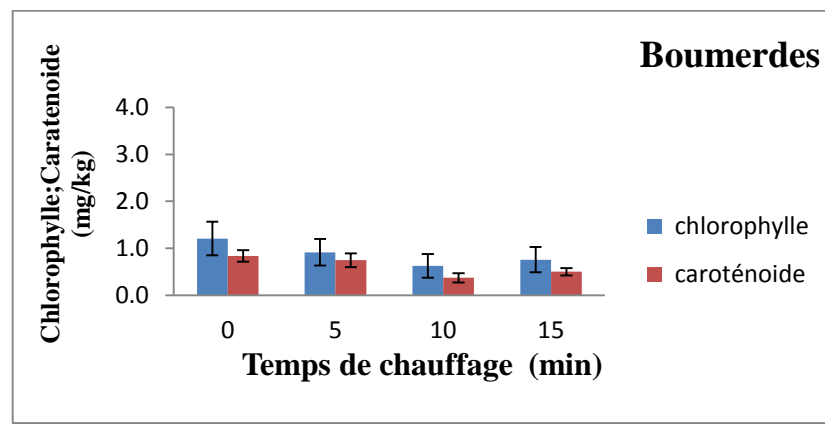


Figure 23 : Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de *Boumerdes*.

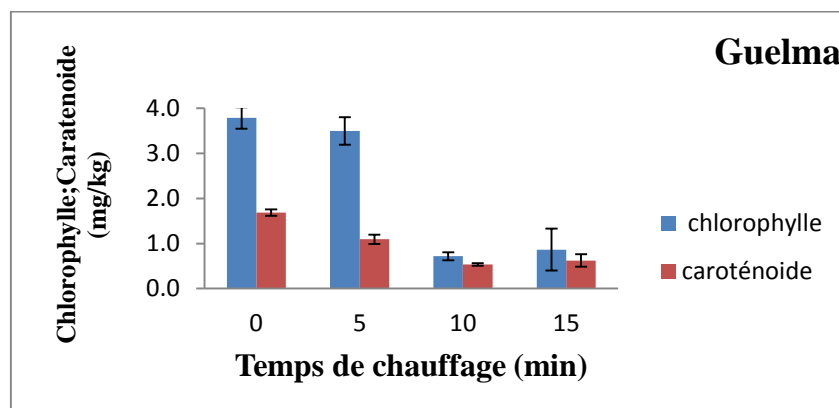


Figure 24 : Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de *Guelma*.

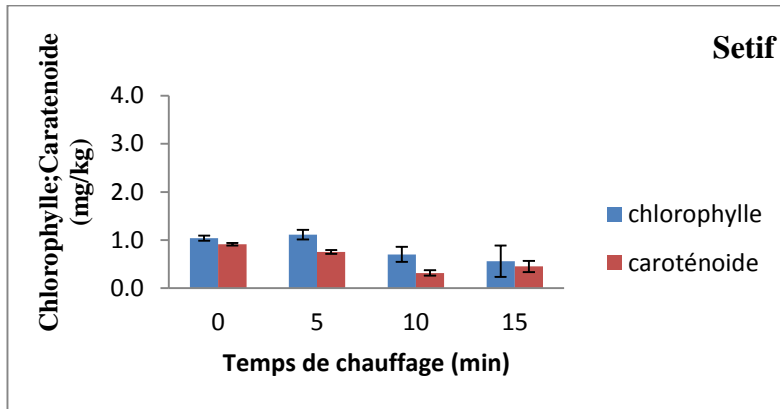


Figure 25 : Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de *Setif*.

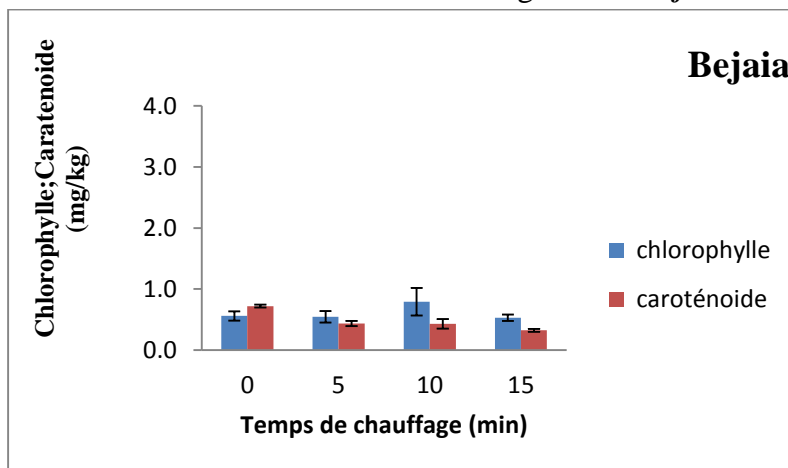


Figure 26 : Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de *Bejaia*

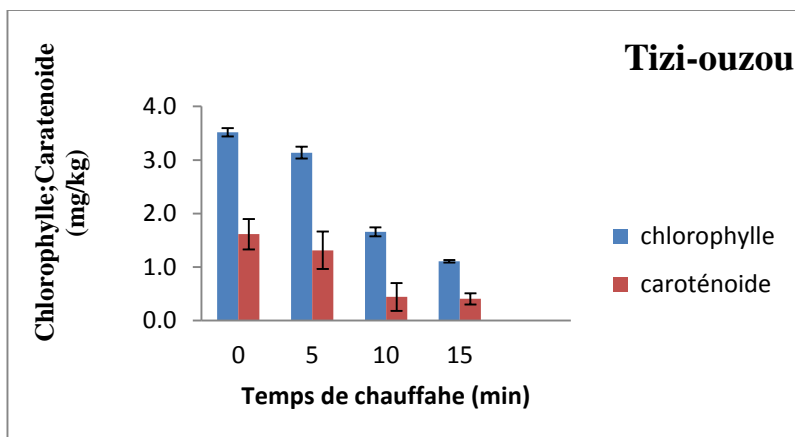


Figure 27 : Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de *Tizi-ouzou*.

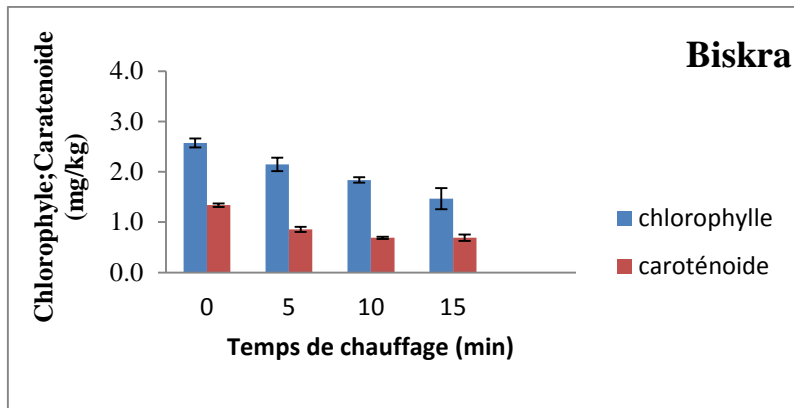


Figure 28 : Evolution de la teneur en chlorophylles (mg / kg) et en caroténoïdes (mg / kg) des huiles d'olive de la région de *Biskra*.

6-Indice de couleur

Les couleurs peuvent être perçues différemment selon les individus et peuvent être affichées différemment selon les périphériques d'affichage. Rappelons que : L indice de clarté varie de blanc au noir, tandis que a et b les coordonnées de chromaticité indiquent la direction des couleurs : +a va vers le rouge, -a vers le vert, +b vers le jaune, et -b vers le bleu.

Les indices de couleurs obtenues pour les échantillons étudiés sont présentés sur les figures ci-dessous :

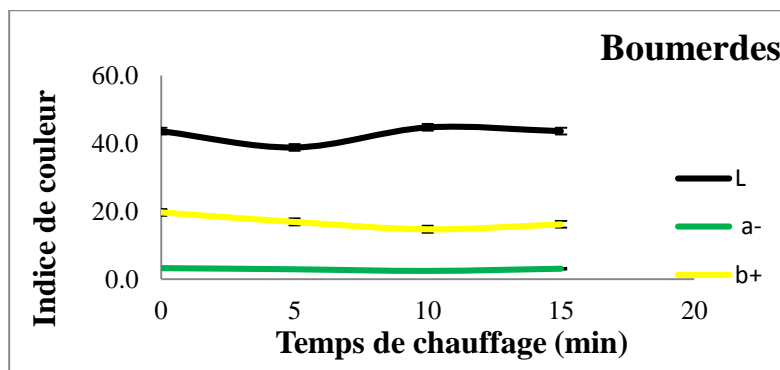


Figure 29 : Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de *Boumerdes* .

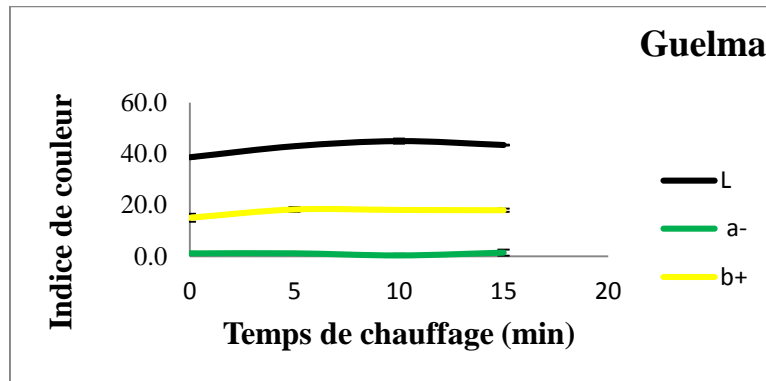


Figure 30 : Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de *Guelma* .

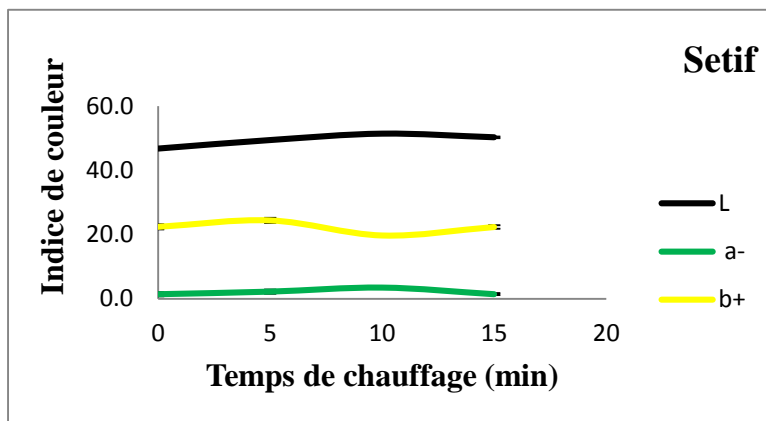


Figure 31 : Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de *Sétif* .

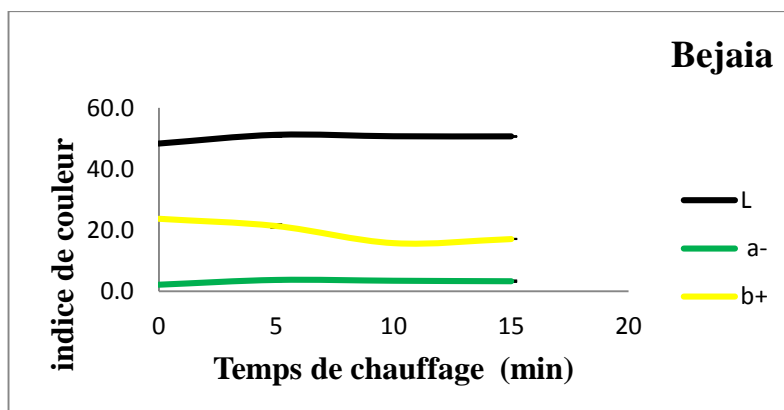


Figure 32 : Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de *Bejaia*.

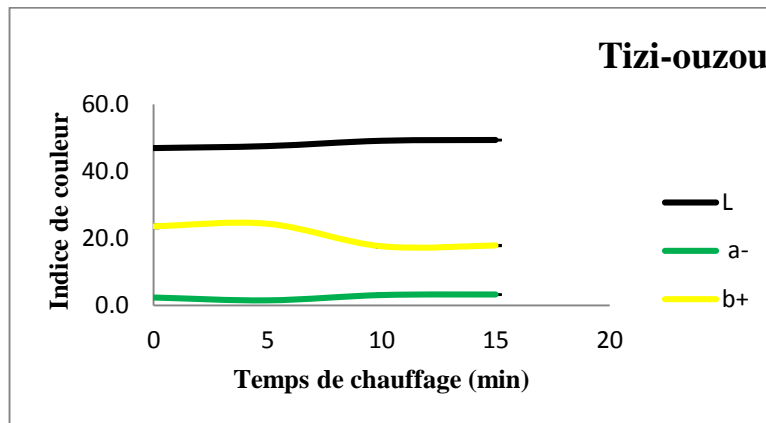


Figure 33 : Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de *Tizi-ouzou*.

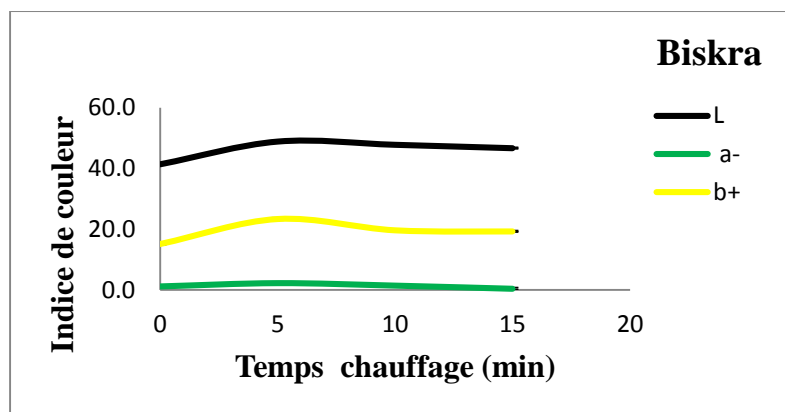


Figure 34 : Evolution de l'indice de couleur des huiles d'olive de la région de *Biskra*.

D'après ces figures 29-34, il nous paraît clairement que tous nos échantillons paraissent un peu sombres ($L < 50$). La couleur en générale est jaune verdâtre. Dans notre travail, la couleur verte notée est probablement dûe aux pigments chlorophylles.

Le traitement par micro-ondes de 5 à 15min montre un éclaircissement en général des huiles traitées (augmentation du L), avec une diminution visible de l'indice de jaune et une légère diminution de l'indice de vert. Ces résultats concordent parfaitement avec ceux de l'évolution des pigments chlorophylles et caroténoïdes abordés ci-dessus.

7- L'indice de réfraction

Les indices de réfractons obtenues pour les échantillons étudiés sont présentés dans la figure 35

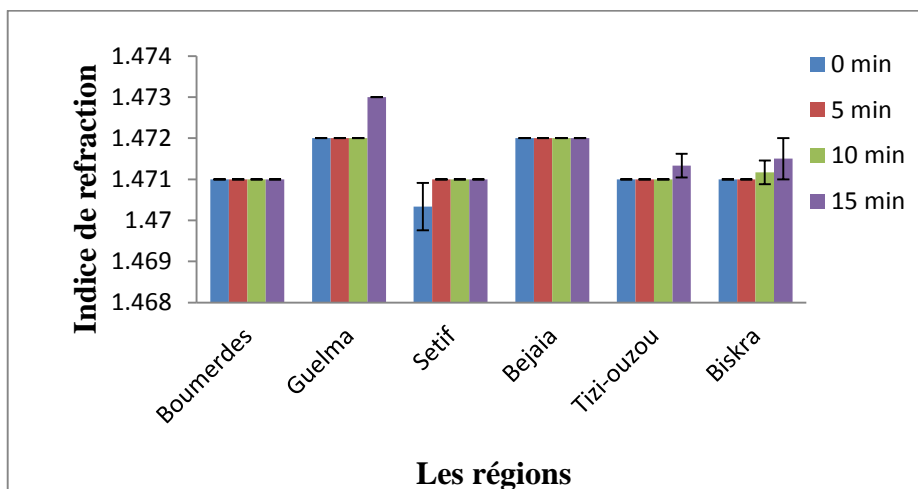


Figure 35 : Indice de réfraction des huiles d'olive des différentes régions

L'indice de réfraction est un paramètre qui détermine le degré d'insaturation des acides gras entrant dans la composition des matières grasses [9]

Les huiles des différentes régions ont enregistré des valeurs qui oscillent entre 1,470 et 1,473. Les valeurs maximales autorisées par la communauté économique européenne (CEE) varient entre 1,4677 et 1,4705 pour les huiles d'olives vierge ; huiles d'olives raffinée.

D'après les résultats obtenus, nous pouvons dire que les indices de réfraction changent sensiblement d'une région à l'autre et il est plus élevée pour les huiles de Bejaia et de Guelma. Cette dernière représente la valeur la plus élevée pour un temps de chauffage au micro-ondes égale à 15 minutes ; mais les autres échantillons ne montrent pratiquement aucun changement pendant toute la durée du traitement par micro-ondes.

8-Analyse spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse physique rapide, simple à mettre en œuvre et qui ne nécessite que peu de quantité de matériau à analyser. Elle peut être employée tout aussi facilement sur des échantillons bruts ou purifiés. Certains groupements considérés comme marqueurs, peuvent révéler la présence de certaines catégories des acides gras ou d'autres molécules associées (stéroïdes, tocophérols, esters ...).

Les profils des spectres IR, ainsi que les intensités relatives aux bandes d'absorption obtenus lors de l'analyse de différentes huiles sont similaires. Ils sont illustrés dans les **Figures 36 à 41**.

- Une faible bande OH est présente, située entre 3200 et 3600 cm^{-1} , correspond à la décomposition des alcools résiduels présents dans toutes nos huiles analysées.
- Les spectres de l'IR ainsi que les intensités des huiles ont montré une des bandes d'absorbance correspondant aux vibrations d'élongation des groupes CH₃ et CH₂,

situées à $3005,61\text{ cm}^{-1}$ et $2853,84\text{ cm}^{-1}$, zone d'absorption des alcanes. Suite à une analyse par IR réalisée par **Aftab et al.(2013)**,[27] sur des échantillons d'huiles d'olive, une bande caractéristique à 3005 cm^{-1} est associée à la présence des acides gras insaturés de fonction cis double liaison .

- Tous les composés organiques comportant un groupement carbonyle C=O ont une absorption caractéristique intense vers 1700 cm^{-1} : c'est la bande la plus intense et la plus nette d'un spectre IR. Cette même bande peut également se déplacer en fonction des composés formés (cétones, aldéhydes, acides carboxyliques, etc.), témoins de la dégradation de l'huile[28]. Dans notre cas, on observe vers $1745,18\text{ cm}^{-1}$, une bande d'absorption (C=O) associée à la présence des carbonyles d'ester qui représente le groupement fonctionnel des triglycérides (glycérol associé avec trois acides gras) [36] d'acides uroniques, sous forme de sels d'acides, et des acides gras libres [27]. De façon plus précise, il est possible de noter la présence d'une bande supplémentaire dans l'extrait lipidique à 1750 cm^{-1} , vibrations caractéristiques des liaisons C=O ester.
- La spectroscopie IR paraît tout à fait adaptée à un suivi qualitatif des différentes étapes de l'oxydation. En effet, il est possible de suivre l'évolution de certaines bandes caractéristiques de la fraction triglycérides. C'est aussi le cas de la disparition des bandes d'absorption à 1736 cm^{-1} (témoin de la présence d'acides uroniques) ou des bandes (CH₂) à 1253 et 962 cm^{-1} (caractéristiques des alcènes des fractions oléfiniques).

Les absorptions à $1463,96$ (déformation des liaisons CH(CH₂)), $1377,23$ (déformation des liaisons CH(CH₃)), $1238,39$, $1163,93$ (élongation des liaisons C-O-C, C-C et =CH₂), correspondent quant à elles à des esters aliphatiques [29]

- A $722,74\text{ cm}^{-1}$, on observe une bande qui correspond à la zone d'absorption des composés aromatiques mono substitués.

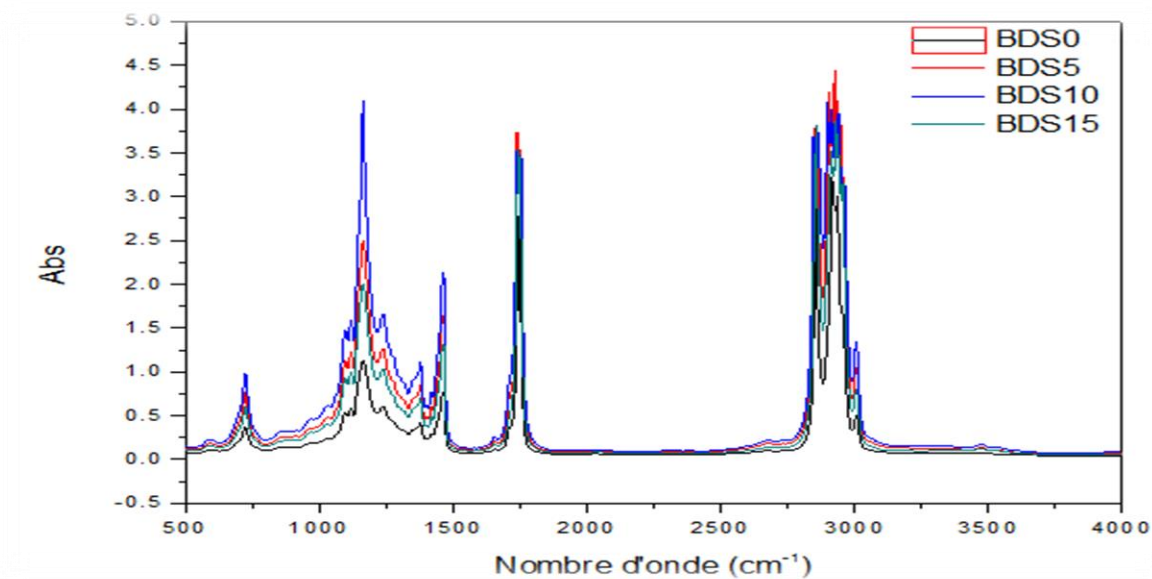


Figure N° 36 : Spectre IR de l'huile d'olive de *Boumerdes* à différentes temps de chauffage

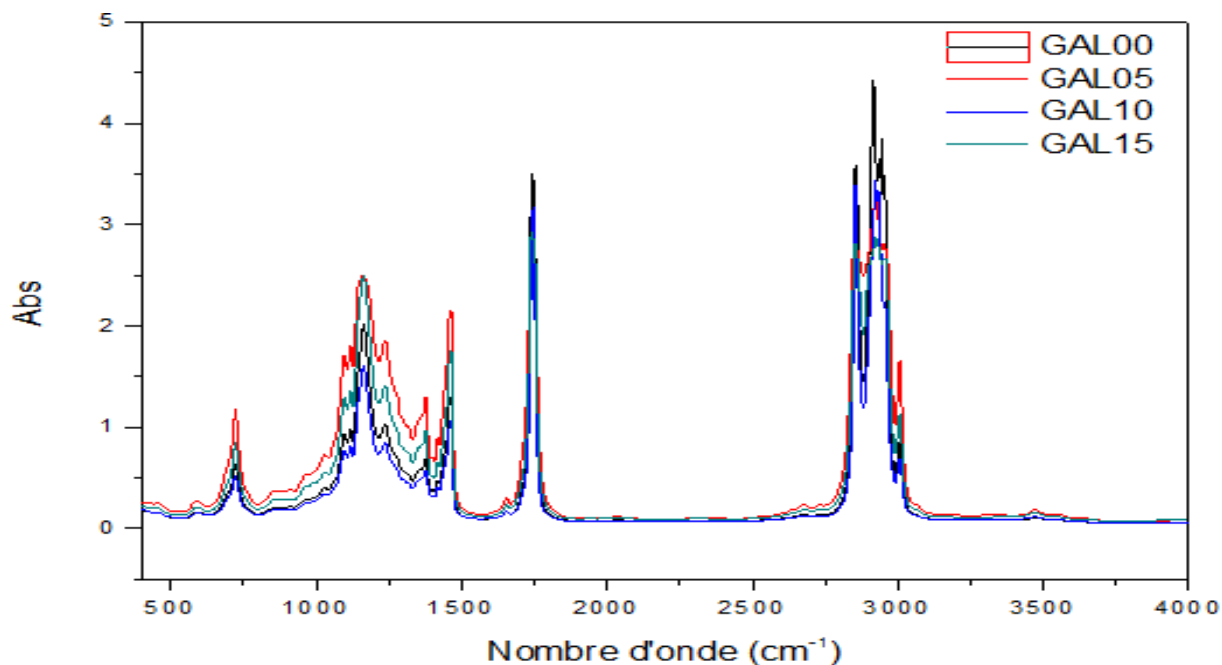


Figure 39 : Spectre IR de l'huile d'olive de *Guelma* à différentes temps de chauffage

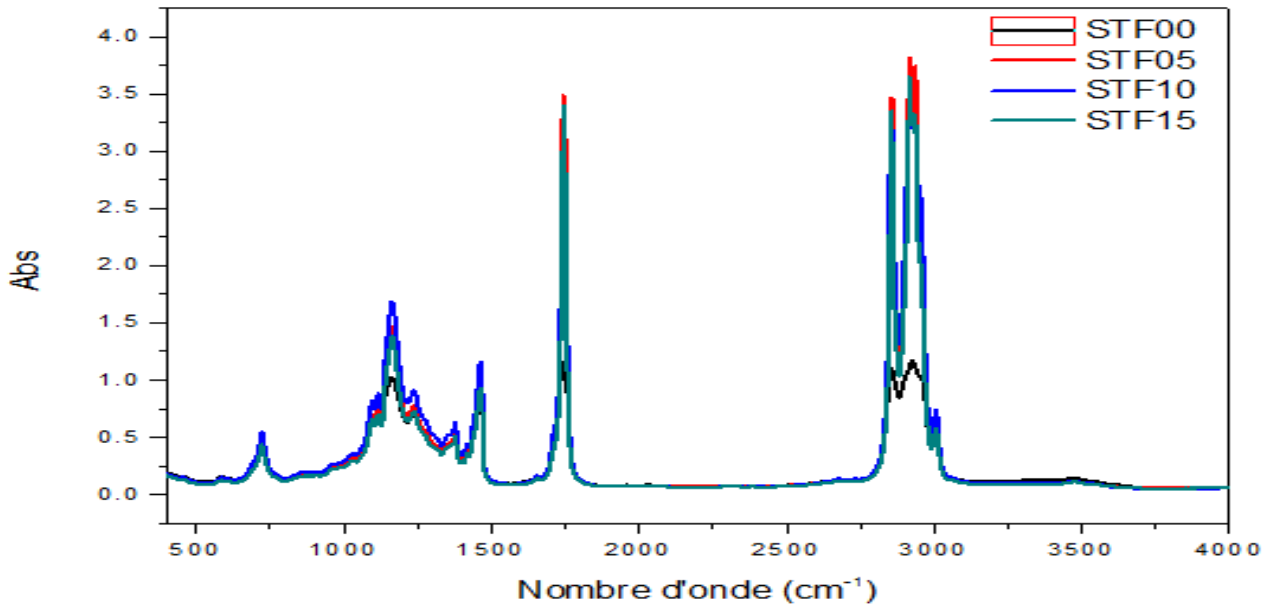


Figure 41 : Spectre IR de L'huile d'olive de *Sétif* à différentes temps de chauffage

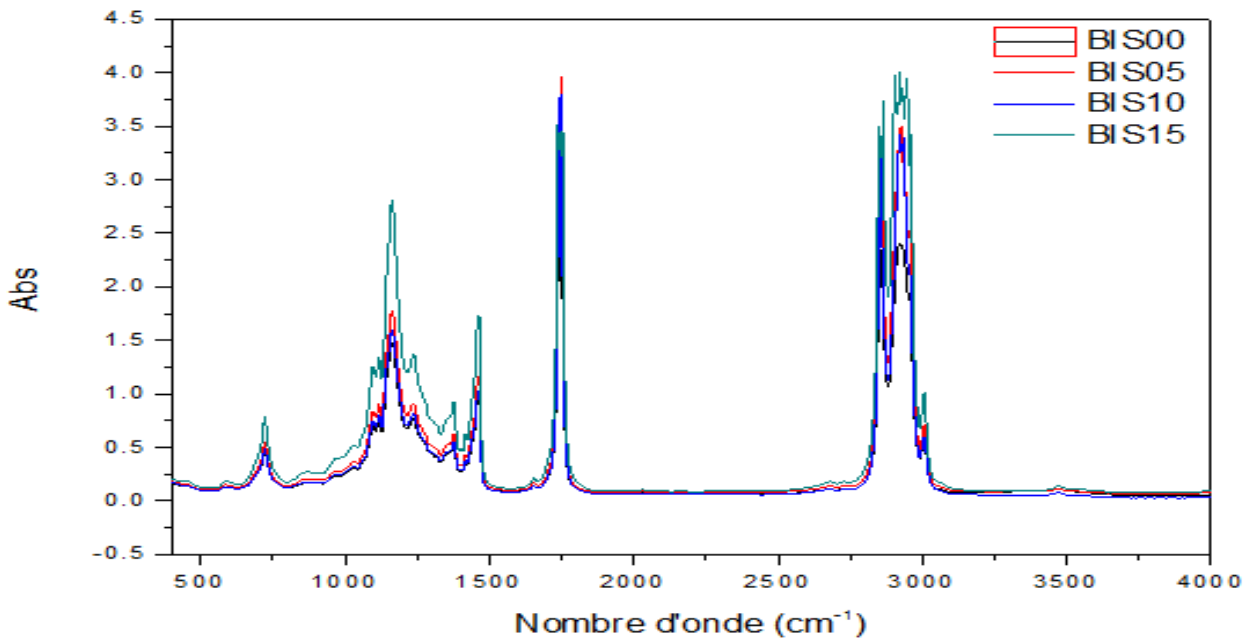


Figure 38 : Spectre IR de l'huile d'olive de *Biskra* à différentes temps de chauffage

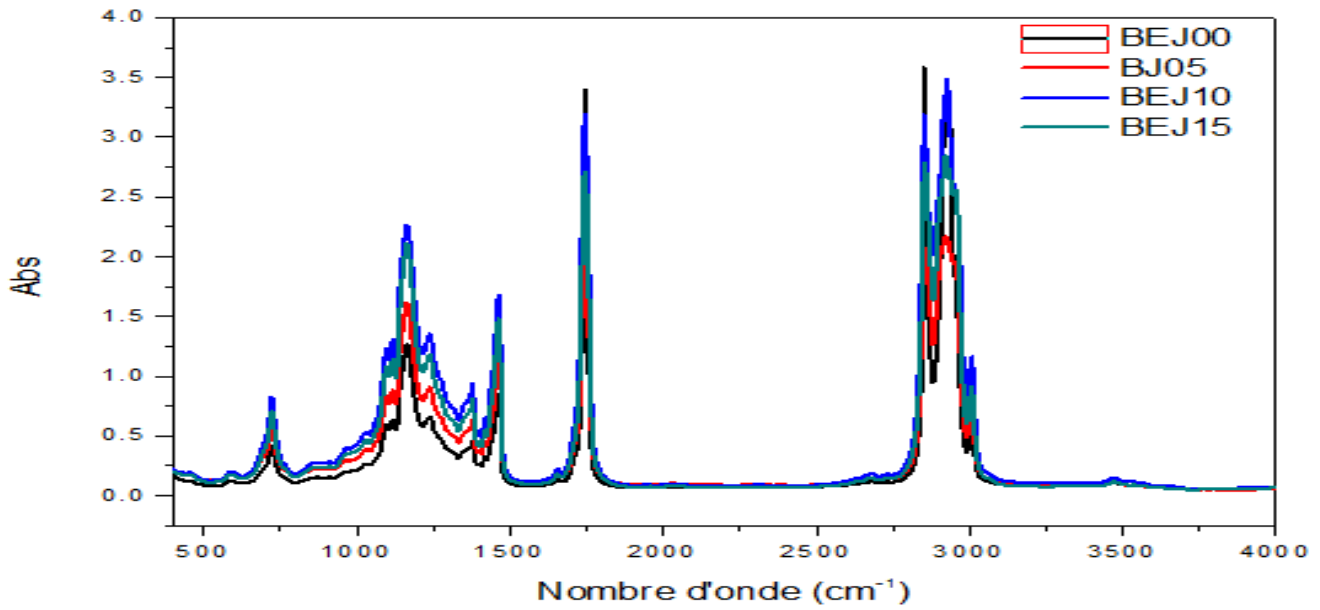


Figure 37 : Spectre IR de l'huile d'olive de *Bejaia* à différents temps de chauffage

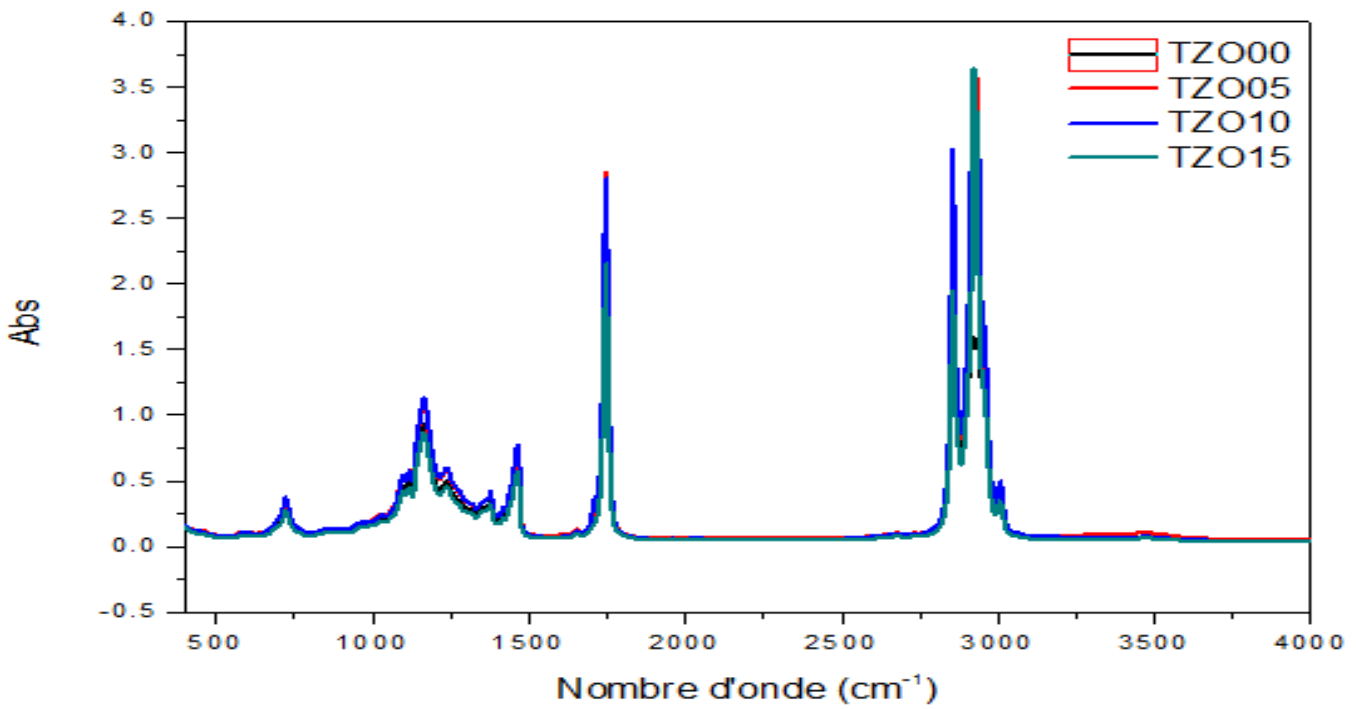


Figure 41 : Spectre IR de L'huile d'olive de *Tizi-Ouzou* à différentes temps de chauffage

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

L'objectif de ce travail, est d'étudier l'effet du chauffage par micro-ondes sur la qualité de l'huile d'olive de six régions d'Algérie.

Ainsi, dans une première étape, nous avons commencé notre étude par un chauffage des huiles d'olives au micro-ondes à différents temps 5 ; 10 et 15 min . Dans l'étape suivante une étude des propriétés physicochimiques est effectuée pour tous les échantillons (témoin et traités), ayant fait l'objet de notre étude.

Il s'est avéré que :

-La présence des quantités importantes d'humidité dans les huiles (l'huile de Biskra) altèrent directement la qualité de celle ci, et qui pourraient induire une hydrolyse, fragilisant les acides gras insaturés et induisant leur oxydation.

-L'analyse de l'acidité des l'huiles étudiées montrent la présence de trois catégories : de huile d'olive vierge $\leq 2,0$ %, l'huile d'olive vierge lampante $> 3,3$ % et l'huile d'olive vierge courante $\leq 3,3$ % et que cette acidité élevée de ces l'huiles d'olives, que nous avons obtenue peut- être expliquée par l'état de maturité très avancé des fruits.

- L'indice de peroxyde des échantillons non traités, sont conformes à la norme autorisée par **COI, 2015**. Cependant, il est possible d'observer des différences selon l'origine géographique, et le mode d'extraction après le traitement. On a observé que le temps de chauffage pour certains échantillons dépasse la limite maximale préconisée par le COI et perdent par conséquent leur classification.

L'évolution positive de l'indice de peroxyde est corrélée avec l'augmentation du chauffage, car la température est un des facteurs principaux de l'apparition des hydroperoxydes . Mais ces molécules sont instables et tendent à se décomposer en produits secondaires d'oxydation, ce qui explique la diminution de l'IP dans certain cas. A propos de l'effet de temps de chauffage par micro-ondes, nous avons observé une grande influence ; à part pour l'huile de Biskra qui a montré une légère diminution entre 5 et 15 min.

-Les mesures spectrophotométriques dans l'UV visible montrent que les l'huiles étudiées présentent des valeurs de l'extinction (k_{232}) conforme à la norme soit avant ou après le chauffage, ce qui explique qu'il n'y avait pas formation d'hydroxyde diène conjugué. Par contre les valeurs sont élevées par rapport à celles fixées par les normes du COI pour K_{270} ce qui explique la formation des aldéhydes et cétones triène conjugué.

-La teneur en caroténoïdes démontre l'effet négatif de traitement par micro-ondes sur les pigments caroténoïdes et par extension sur la barrière anti-oxydante protectrice de ces derniers.

- Pour la teneur en chlorophylle, pour l'ensemble des échantillons, le traitement par micro-ondes a pu dégrader une partie des pigments chlorophylles.

CONCLUSION GENERALE

-Les indices de réfraction changent sensiblement d'une région à l'autre, et il est plus élevé pour les huiles de Bejaia et de Guelma. Cette dernière représente la valeur la plus élevée pour un temps de chauffage au micro-ondes égale à 15 minutes. Alors, les autres échantillons ne montrent pratiquement aucun changement pendant toute la durée du traitement par micro-ondes.

- L'analyse par spectrométrie IRTF a montré qu'au cours de chauffage, les échantillons d'huiles présentent des spectres identiques. Cette observation est peut-être due à la présence des composés d'oxydation dans les échantillons témoins.

Cependant des analyses complémentaires (CG/MS et ultra-HPLC), sont nécessaires pour confirmer nos propos. Une étude comparative entre les durées d'oxydation par Rancimat, par stockage, ou par cuisson, aura comme objectif de savoir la durée précise correspondant à un degré d'oxydation précis. Des études semblent être sur l'orientation de l'utilisation des huiles partiellement oxydées : industrie pharmaceutique et cosmétique ou des huiles totalement oxydées : biodiesel.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

REFERANCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1]- Bouhadja .K, 2011, Etude de l'effet des antioxydants naturels et de synthèse sur la stabilité oxydative de l'huile d'olive vierge ; Thèse de Doctorat , université mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.
- [2]-Malheiro.R , Ivo Oliveira, Miguel Villas-Boas, S; 2009; Effet du chauffage par micro-ondes a des temps d'exposition différents sur les paramètres physique et chimiques de l'huile d'olive ;Food and Chemical Toxicology ;92-97.
- [3]- Onfaa , 2016 , le Commerce international de l'huile d'olive
- [4]- Adjamai .W, 2013, Détermination de la capacité antioxydante de l'huile végétale : l'huile d'olive de la wilaya de Tlemcen, université Abou bekr belkaid.
- [5]-Conseil oléicole international (COI), 2015, Normes commerciales applicables aux huiles d'olives et aux huiles de grignon d'olive ; COI/T.15/NC n° 3.
- [6]- Henry.S, 2003, L'huile d'olive, son intérêt nutritionnel, ses utilisations en pharmacie et en cosmétique ; thèse de doctorat, université Henri Poincaré – NANCY.
- [7]- RECHERCHE INTERNET site <https://fr.Wikipedia.org/Wiki/Huile-d%27olive>
- [8] Benabid .H ; 2009, Caractérisation de l'huile d'olive algérienne apports des méthodes chimiométriques, thèse de doctorat ,université mentouri de constantine.
- [9]- Benrachou .N, 2012 – 2013, Etude des caractéristiques physicochimiques et de la composition biochimique d'huiles d'olive issues de trois cultivars de l'Est algérien, These de Doctorat ,Université Badji Mokhtar Annaba .
- [10]- Manuel des cops gras (2v), karleskind Alain ,1992
- [11]- Rahmani.M ,2007 , Methodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides
Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles
- [12]- Djadoun. S, Influence de l'hexane acidifié sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive assistée par micro-ondes, thèse de magister, université mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.
- [13]- Eymard. S, 2003 ,Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (Trachurus trachurus) : choix des procédés ;Thèse de doctorat ; université de nantes.

REFERANCES BIBLIOGRAPHIQUES

[14]- Genot C.I Michalski M-C2 2001, impact métabolique des structure et de l'oxydation des lipides dans les aliments , innovations agronomiques 10, 43-67

[15] -Norme AFNOR T60-280 1987, pour La conservation des échantillons.

[16] I.S.O.9 07 La forme de la norme française, pour l'humidité .

[17]- Norme Organisation Internationale de Normalisation ISO 660, (1996) Corps gras d'origines animale et végétale -Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.

[18]- CACQE N°11.95.04 REV 0- Détermination de l'indice de peroxyde

[19]- Conseil oléicole international (COI), 2011, Normes commerciales applicables aux huiles d'olives et aux huiles de grignon d'olive ; COI/T.15/NC n° 3.

[20]- Minguez-Mosquera, M.I., Rejano, L., Gandul, B., Sanchez, A.H., Garrido, J., 1991. Color-pigment correlation in virgin olive oil. J. Am. Oil Chem. Soc. 68, 332–336.

[21]- Tchiégang C., Ngo O. M., Dandjouma A., and Lapse C. (2004). Qualité et stabilité de l'huile extraite par pressage des amandes de ricinodendron heudelotti (Bail.) pierre ex pax pendant La conservation a température ambiante. J. Food Eng.(62)69-77.

[22]- Marmesat S., Morales A., Velasco J., Ruiz-Méndez M. V. and Dobarganes M. C. (2009) Relationship between changes in peroxide value and conjugated dienes during oxidation of sunflower oils with different degree of unsaturation. Grasas y Aceites, (60) 2, 155-160.

[23]- Dostalova .j et al . , 2005, oxidative changes of vegetable oils during microwave heating, Czech J. Food Sci., *Vol. 23, No. 6: 230–239*

[24]- Wolff J-P. (1968). Manuel d'analyse des corps gras. Edition. Azoulay, Paris.

[25] -Kiritsakis, A. et Markakis, P. (1987). Olive oil : a review. Advance Food Research. 31 : 118- 125.

[26]Goulson, M. J. & Warthesen, J. J. 1999. Stability and antioxidant activity of beta carotene in conventional and high oleic canola oil. Journal of Food Science, 64, 996-999.

REFERANCES BIBLIOGRAPHIQUES

[27]Aftab AK, Abdul H, Sarfaraz AM, Rubina S, Aisha N, Salman TK, Sherazi STH. 2013,Application of ATR-FTIR for determination of cefixime in oral pharmaceutical formulations. *Spechem. Acta A: Mol. Biomol.*; 115: 51-56.

[28]DAHER C.2012.Analyse par spectroscopies Raman et infrarouge de matériaux naturels organiques issus d'objets du patrimoine : méthodologies et applications. thèse de doctorat. sorbonne university

[29] Downey G., McIntyre P., Davies A. N.2003. *Applied spectroscopy*. 57 (2) 158-163.